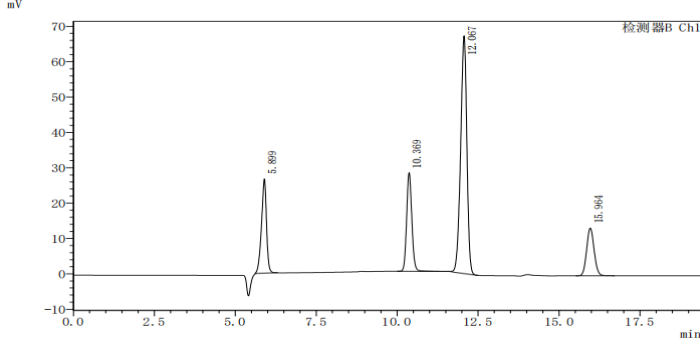


## 分离纯化报告

样品信息																																													
样品名称	丙基磷酸酐	项目编号	NJ-20231012-01																																										
样品性状	无色透明液体	样品重量	/																																										
收样日期	2023/10/12	测试期间	2023/10/12-2023/12/14																																										
目标物信息																																													
<p>mV</p>  <p>I 检测器B Ch1 / min</p> <p>&lt;峰表&gt;</p> <table><thead><tr><th>峰号</th><th>保留时间</th><th>面积</th><th>面积%</th><th>理论塔板数(USP)</th><th>拖尾因子</th><th>分离度(USP)</th></tr></thead><tbody><tr><td>1</td><td>5.899</td><td>285534</td><td>16.673</td><td>6551</td><td>0.883</td><td>—</td></tr><tr><td>2</td><td>10.369</td><td>313071</td><td>18.281</td><td>19393</td><td>1.102</td><td>15.170</td></tr><tr><td>3</td><td>12.067</td><td>898426</td><td>52.461</td><td>17921</td><td>0.910</td><td>5.157</td></tr><tr><td>4</td><td>15.964</td><td>215541</td><td>12.586</td><td>22422</td><td>1.079</td><td>9.904</td></tr><tr><td>总计</td><td></td><td>1712572</td><td>100.000</td><td></td><td></td><td></td></tr></tbody></table>				峰号	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	1	5.899	285534	16.673	6551	0.883	—	2	10.369	313071	18.281	19393	1.102	15.170	3	12.067	898426	52.461	17921	0.910	5.157	4	15.964	215541	12.586	22422	1.079	9.904	总计		1712572	100.000			
峰号	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)																																							
1	5.899	285534	16.673	6551	0.883	—																																							
2	10.369	313071	18.281	19393	1.102	15.170																																							
3	12.067	898426	52.461	17921	0.910	5.157																																							
4	15.964	215541	12.586	22422	1.079	9.904																																							
总计		1712572	100.000																																										
目标物保留时间	5.9min	面积归一化含量(示差, %)	16.7%																																										
实验要求																																													
开发丙基磷酸酐检测方法并验证样品中未知峰是否为目标物质																																													
试剂信息																																													
试剂名称	级别	供应商																																											
硫酸	AR	沪试																																											
甲酸	AR	西亚试剂																																											
水	二级	月旭科技																																											
乙酸乙酯	HPLC	阿拉丁																																											
仪器信息																																													
仪器名称	仪器型号	仪器厂家																																											
高效液相色谱仪	岛津 LC-20AD	岛津																																											

## 1. 试验过程

声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。  
Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼  
Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号  
Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼  
Tel: 400-810-6969



### 1.1. 样品分析

流动相配置：

流动相：量筒量取 1000mL 纯水，加入 0.33mL 硫酸混匀即可。。

样品配置：

样品 1 溶液：吸取 50 $\mu$ l 样品，纯水稀释至 1mL 后过滤至进样小瓶即可。

样品 2-1 溶液：吸取 50 $\mu$ l 样品，纯水稀释至 1mL 后过滤至进样小瓶即可。

样品 2-2 溶液：吸取 50 $\mu$ l 样品，纯水稀释至 1mL 后过滤至进样小瓶即可。

按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	岛津 LC-20AD
色谱柱	Ximate Sugar-H (7.8 $\times$ 300mm,8 $\mu$ m)
流动相	0.006M 硫酸水
流速	0.8mL/min
进样量	10 $\mu$ l
柱温	80 $^{\circ}$ C
检测器	示差检测器, 50 $^{\circ}$ C
运行时间	20min

分析图谱如下图所示：

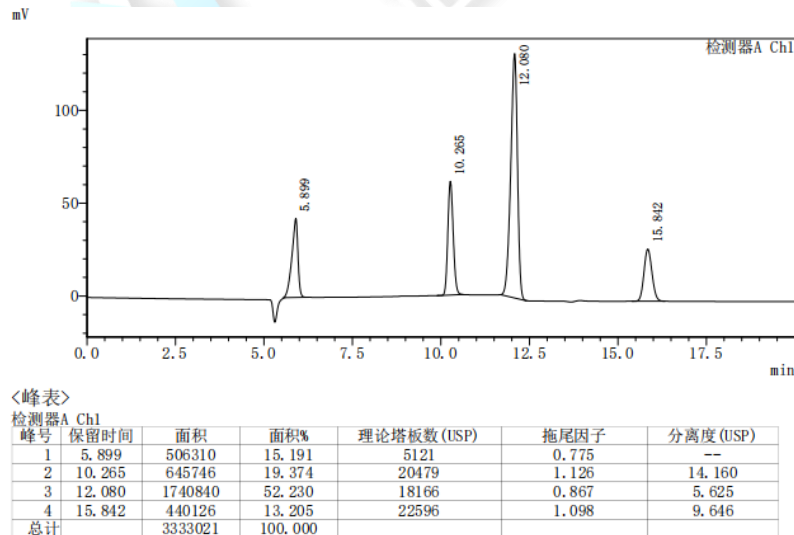


图 2 样品 1 图谱

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

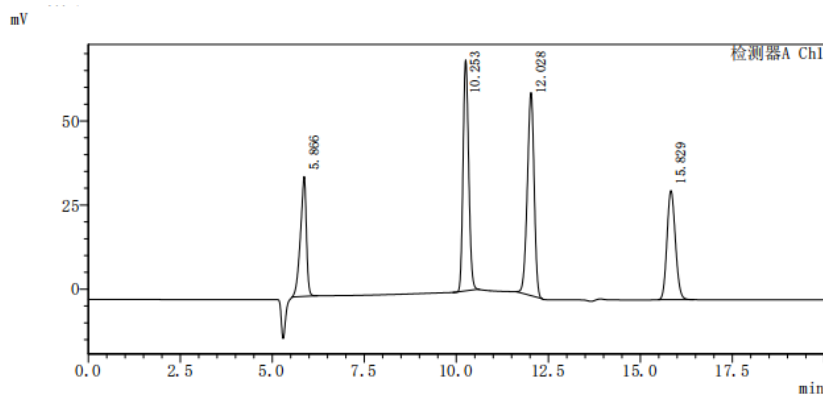
第 2 页 共 7 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



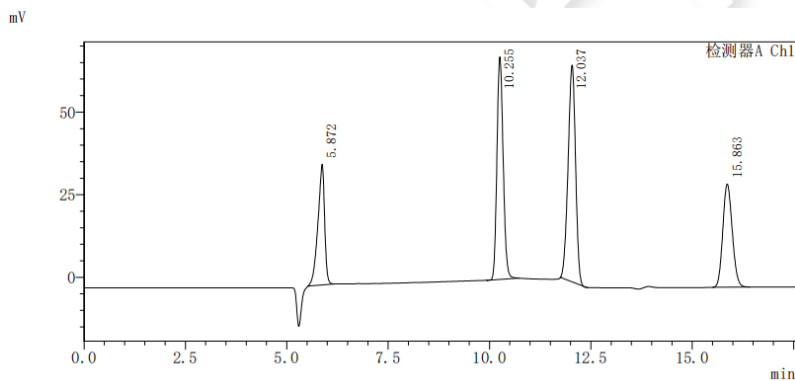


<峰表>

检测器A Ch1

峰号	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	5.866	399850	16.520	5721	0.800	--
2	10.253	727506	30.057	20303	1.143	14.672
3	12.028	778403	32.160	18975	0.926	5.574
4	15.829	514623	21.262	22223	1.124	9.821
总计		2420381	100.000			

图3 样品 2-1 图谱

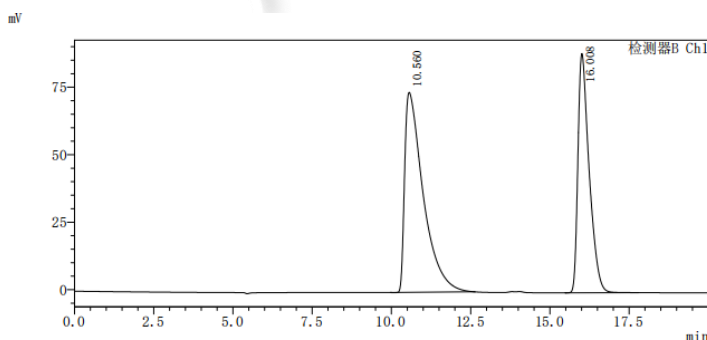


<峰表>

检测器A Ch1

峰号	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	5.872	419442	16.912	5542	0.790	--
2	10.255	719213	28.999	20236	1.147	14.514
3	12.037	835941	33.706	19128	0.934	5.600
4	15.863	505537	20.383	21403	1.119	9.788
总计		2480132	100.000			

图4 样品 2-2 图谱



<峰表>

检测器B Ch1

峰号	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	10.560	3020784	58.044	1737	2.810	--
2	16.008	2183535	41.956	9998	1.650	6.589
总计		5204319	100.000			

图6 乙酸乙酯图谱

结论: 通过与图1 进行比较, 可以确定客户三个样品中均有 RT5.9min 的未知峰。

声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



## 1.2. 分离纯化过程

### 1.2.1. 方法开发

仪器	岛津 LC-20AD
色谱柱	Ximate Sugar-H (7.8×300mm,8μm)
流动相	0.1%甲酸水
流速	0.8mL/min
进样量	50μl
柱温	40℃
检测器	示差检测器, 50℃
运行时间	20min

分析图谱如下图 7 所示：

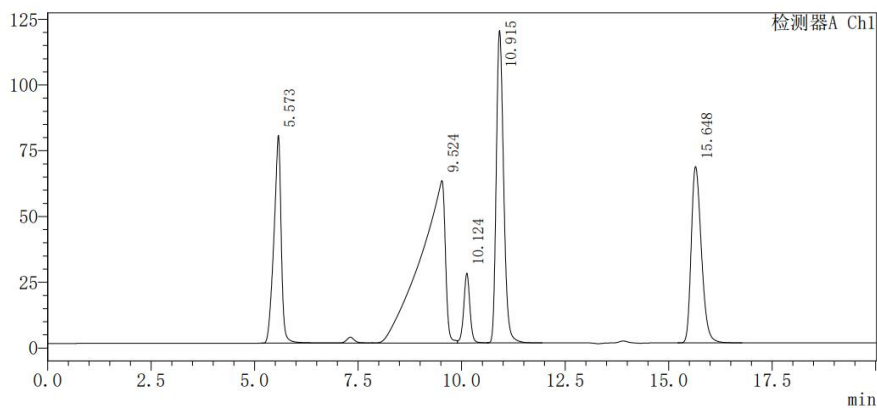


图 7 样品制备图谱

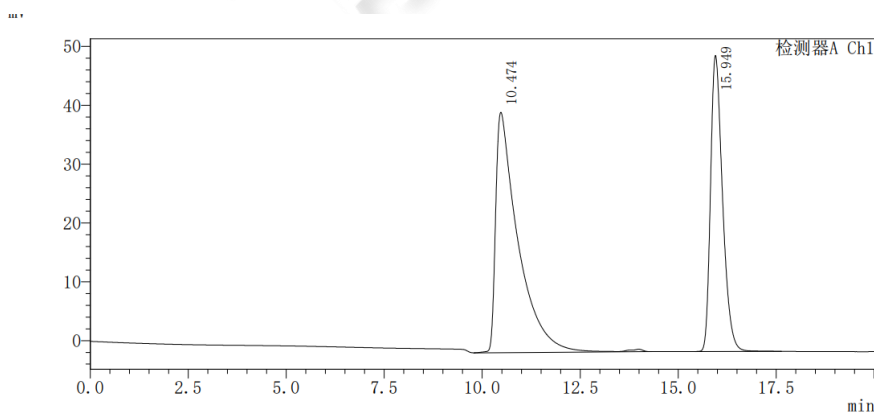


图 8 乙酸乙酯图谱

结论：收集 RT5.57min 为馏分 1，RT9.52min 为馏分 2，进行 HPLC 和 LCMS 检测。

### 1.2.2. 馏分检测

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



将 1.2.1 中收集到的馏分冻干后用纯水复溶并进行 HPLC 和 LCMS 检测, 结果如下所示:

馏分 1 检测结果:

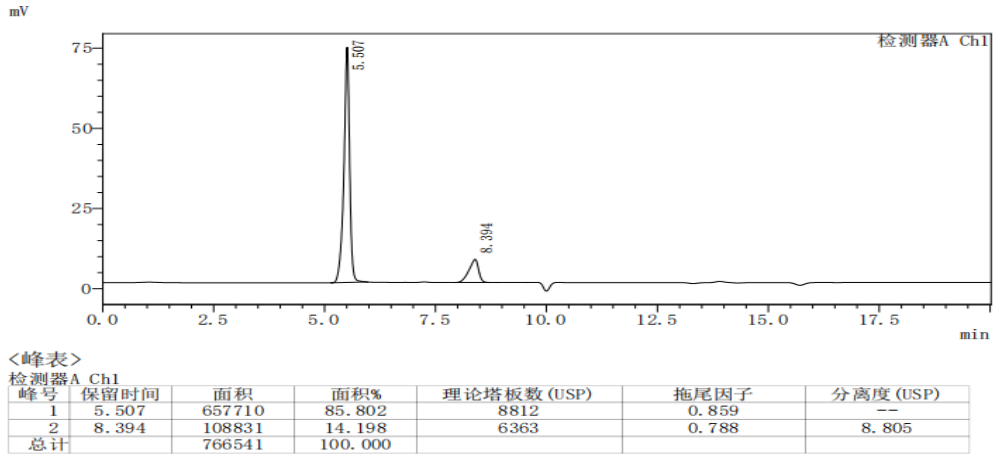


图 9 馏分 1 检测图谱 (RID)

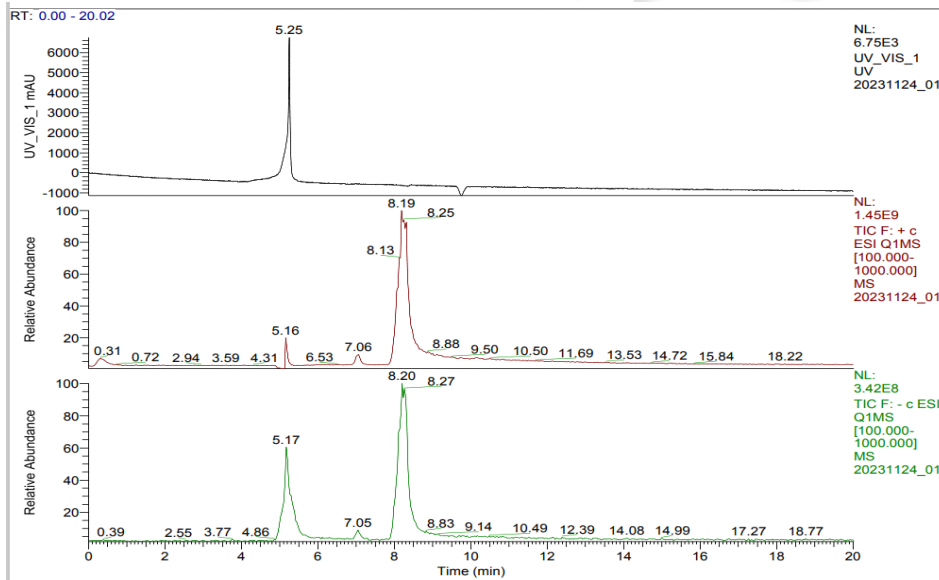


图 10 馏分 1 检测图谱 (LCMS-TIC)

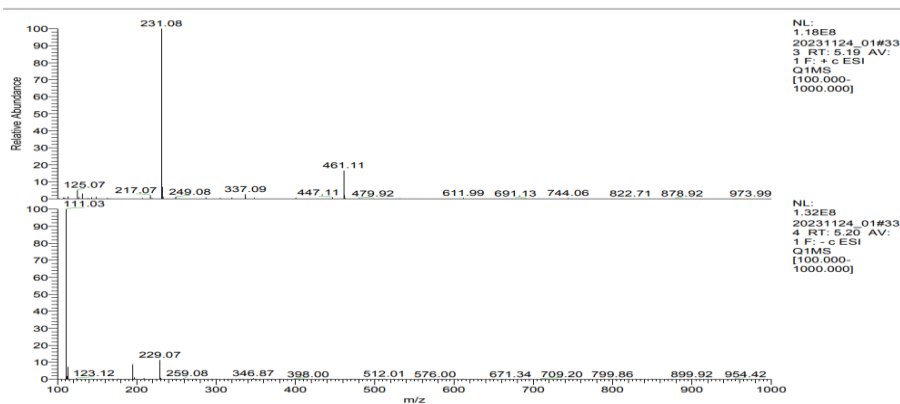


图 11 馏分 1 MS 检测图谱 (5.25min)



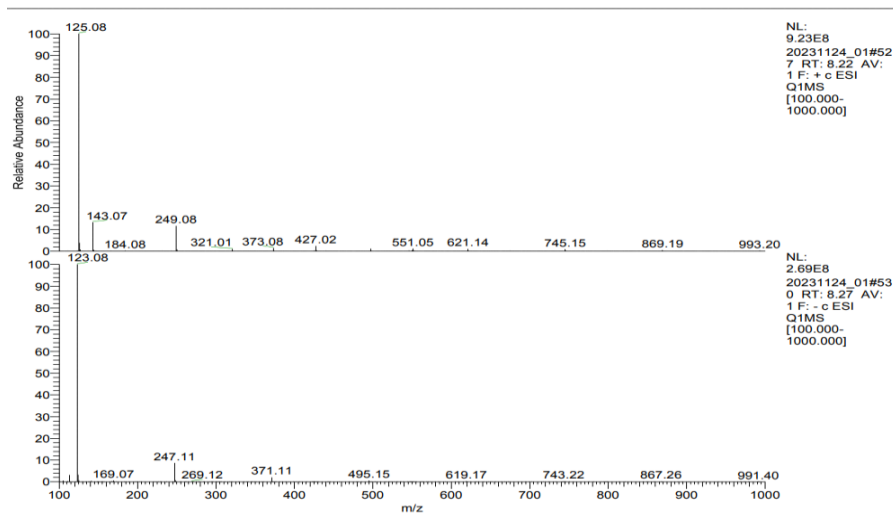
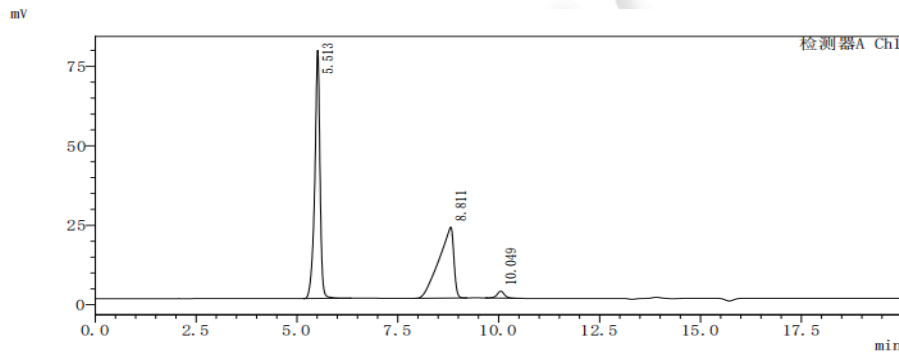


图 12 馏分 1 MS 检测图谱 (8.1min)

馏分 2 检测结果:



<峰表>

峰号	保留时间	面积	面积%	理论塔板数 (USP)	拖尾因子	分离度 (USP)
1	5.513	703650	53.929	8833	0.858	--
2	8.811	573103	43.923	2278	0.633	6.779
3	10.049	28024	2.148	15436	1.028	2.330
总计		1304776	100.000			

图 13 馏分 2 检测图谱 (RID)

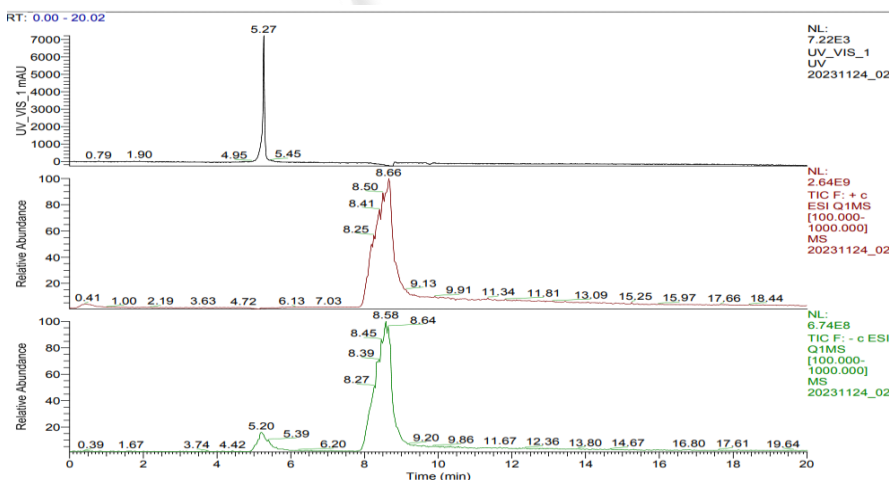


图 14 馏分 2 检测图谱 (LCMS-TIC)

声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园. 紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel: 400-810-6969



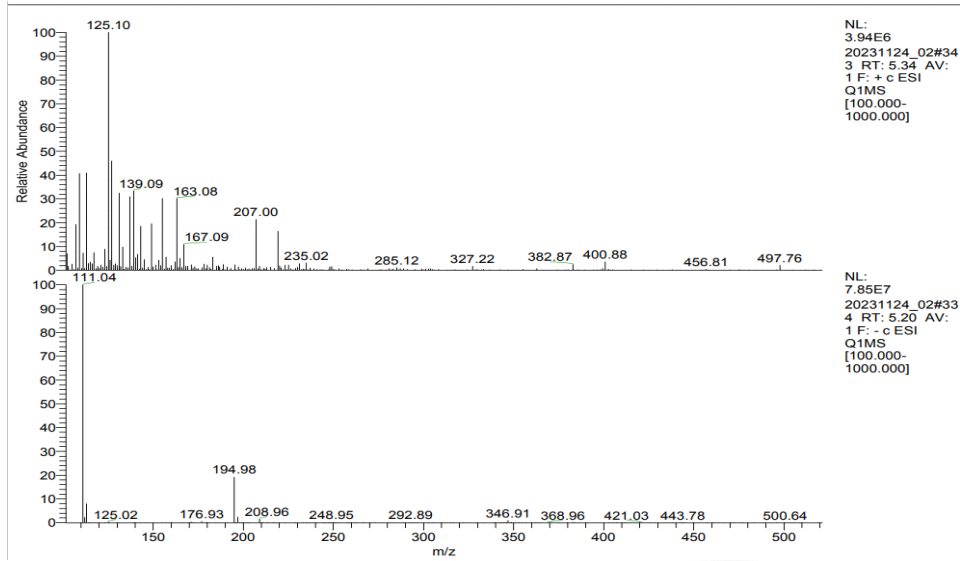


图 15 馏分 2 MS 检测图谱 (5.27min)

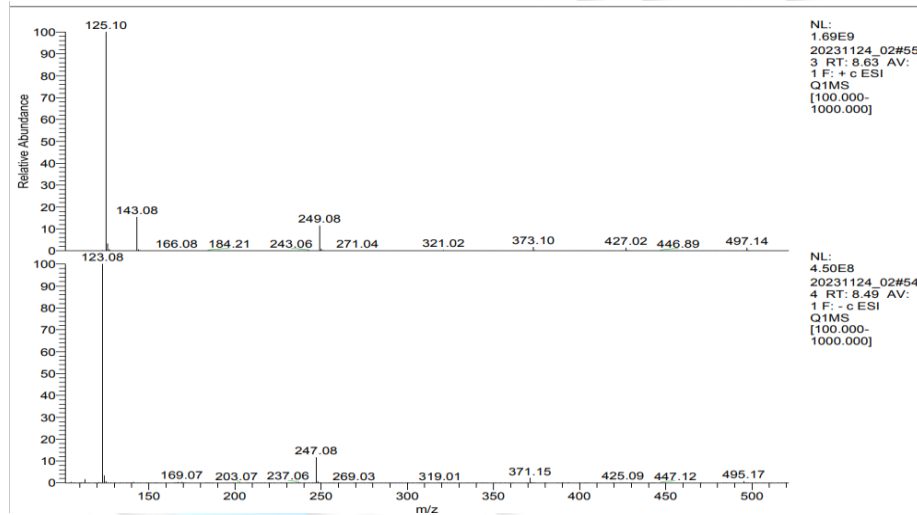


图 16 馏分 2 MS 检测图谱 (8.6min)

结论: 从质谱检测结果可以得出 RT5.57min 并非目标物质峰。

## 2. 结论

使用月旭 Ximate Sugar-H 在此色谱条件下进行检测并验证, 可以得出 RT5.9min 并非目标物质峰。

报告人: Queena

审核人: Jim

日期: 2023/12/14

声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园. 紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel: 400-810-6969

