

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	LDA002006R1	项目编号	20231127-1125
样品性状	无色胶状	样品重量	1g
收样日期	2023/12/01	测试期间	2023/12/01~2023/12/8
目标物信息			
目标物保留时间	杂质 1: 34.017min 杂质 2: 36.924min 杂质 3: 39.387min 杂质 4: 42.131min API:46.217min	面积归一化含量 (220nm, %)	
实验要求			
去除杂质 1、杂质 2、杂质 3、杂质 4 含量<0.5%，API 纯度>99.5%			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
磷酸二氢钾	AR	阿拉丁	
磷酸	AR	麦克林	
乙腈	HPLC	月旭	
甲醇	HPLC	月旭	



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

纯水	二级	月旭
仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
分析液相	Wisys5000	月旭
制备液相	Welprep2000	月旭

## 1. 试验过程

### 1.1. 方法重现

样品配置：称取 2mg 样品加入 2ml 流动相 B，溶解，过滤，即得。

流动相配置：

流动相 A：称取 2.72g 磷酸二氢钾加入 1000ml 纯水进行溶解，用磷酸调节 pH 至 3.0，过滤，即得。

流动相 B：量取 200ml 乙腈加入 300ml 甲醇，即得。

色谱柱	Ultimate LP-C18 (4.6×150mm, 5μm)		
流动相 A	流动相 A: 0.02mol/L 磷酸二氢钾 (磷酸调 pH 至 3.0)		
流动相 B	流动相 B: 乙腈: 甲醇=2:3		
流速	0.8ml/min		
进样量	10μl		
柱温	/		
检测波长	200nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	50	50
	60	50	50

分析图谱如图 2 所示：

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

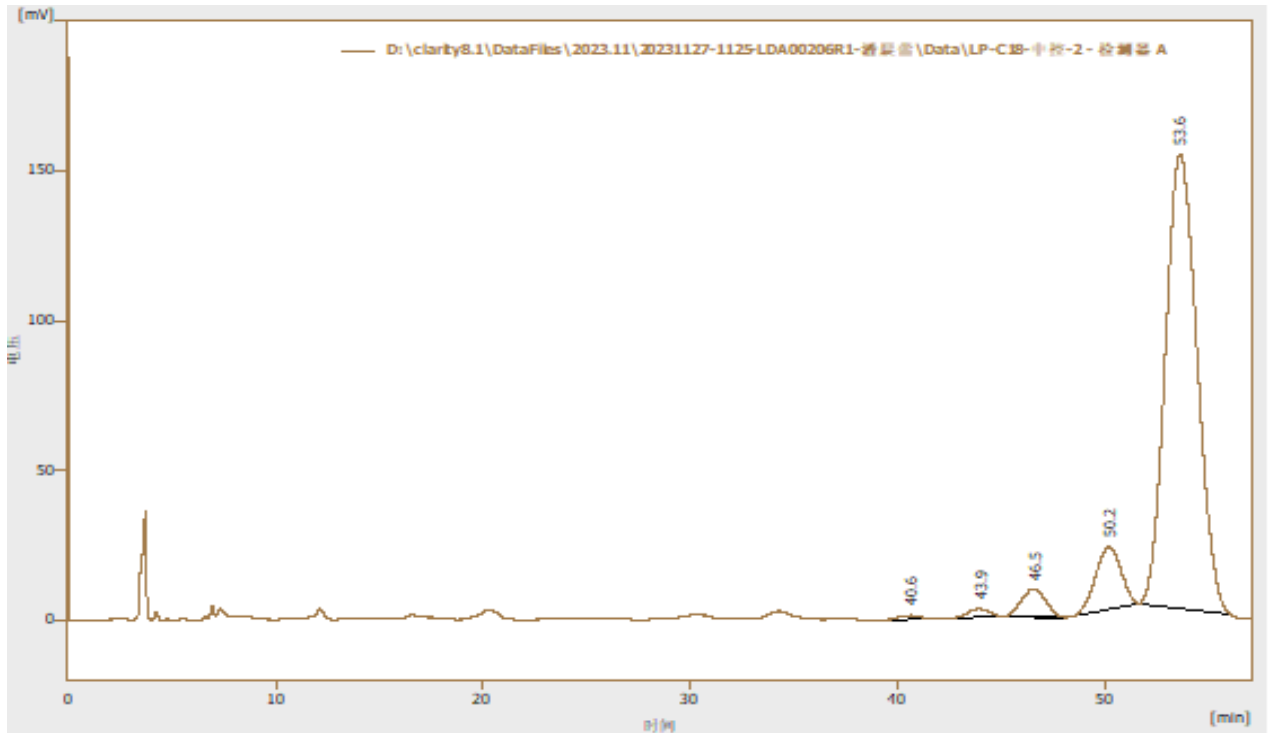
第 2 页 共 6 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500





结果表(不计算 - D:\clarity8.1\DataFiles\2023.11\20231127-1125-LDA00206R1-潘景雷\Data\LP-C18-中档-2-检测器 A)

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	不对称因子 [-]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]	S/N信噪比
1	40.580	89.794	1.300	0.776	6533		0.885	???
2	43.903	201.900	2.790	0.695	7890	1.672	0.826	???
3	46.507	756.668	9.305	1.023	6912	1.239	1.010	???
4	50.163	1793.277	20.747	0.832	7267	1.597	0.907	???
5	53.562	16033.993	151.720	1.217	5654	1.310	1.110	???
合计		18875.633	185.863					

图2 方法重现图谱

结论：通过与图1进行比较，可以确定 40.6min 为杂质 1, 43.903min 为杂质 2, 46.507min 为杂质 3, 50.163min 为杂质 4, 53.562min 为 API。

## 1.2. 分离纯化过程

### 1.2.1. 方法开发

取 1.1 项下的进样小瓶进行分析：

流动相配置：

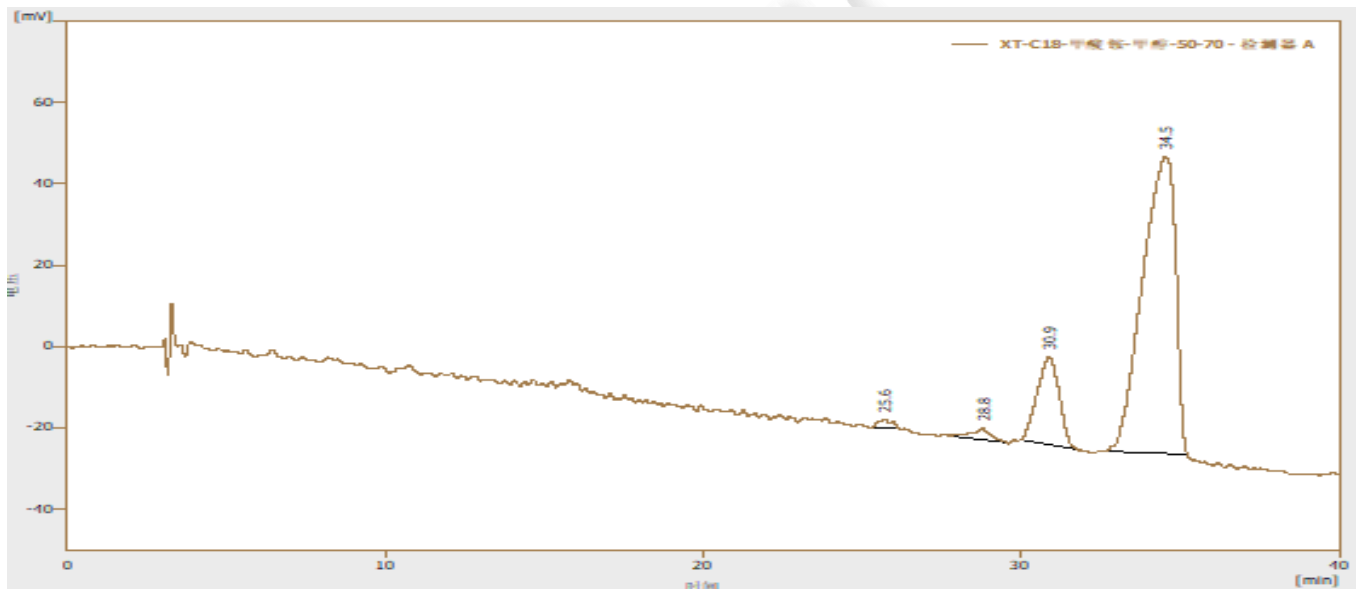
流动相 A：称取 1.2g 甲酸铵至烧杯中加入 1000ml 纯水进行溶解，过滤，即得。

流动相 B：纯甲醇。



色谱柱	Xtimate C18(4.6×250mm,10μm)		
流动相	流动相 A: 0.02mol/L 甲酸铵溶液 流动相 B: 纯甲醇		
柱温	/		
检测波长	200nm		
流速	0.8ml/min		
进样量	10ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	50	50
	60	50	70

分析图谱如下图 3 所示：



结果表(不计算 - XT-C18-甲酸铵-甲醇-50-70 检测器 A)

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	不对称因子 [-]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]	S/N信噪比
1	25.645	67.669	2.062	1.453	8942		1.179	???
2	28.793	120.934	2.790	0.625	7814	2.644	0.866	???
3	30.870	1045.016	21.599	0.821	8249	1.564	0.928	???
4	34.512	5287.594	73.085	0.414	4544	2.143	0.705	???
合计		6521.212	99.536					

图 3 方法开发图谱

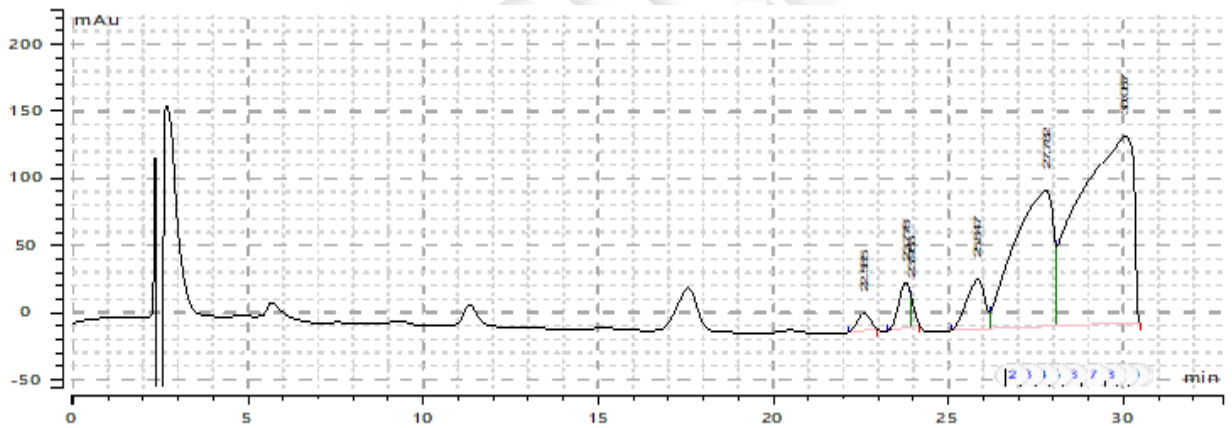
### 1.2.2. 样品制备

称 4mg 样品，加入 2ml 甲醇进行溶解，再加入 2ml 纯水进行稀释，过滤，使其浓度为 1mg/ml，制备液相条件如下所示：



仪器	Welprep2000		
色谱柱	Xtimate C18 (10×250mm, 10μm)		
流动相 A	20mmol/L 甲酸铵水溶液		
流动相 B	制备级甲醇		
流速	5ml/min		
进样量	4ml		
柱温	室温		
检测波长	200nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	60	40
	10	50	50
	40	30	70
	41	60	40
	51	60	40

制备图谱如图 4 所示：



制备放大图谱

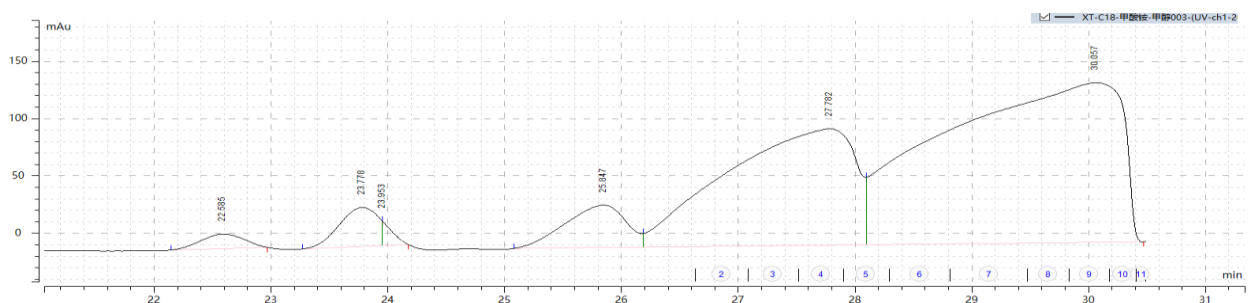


图 4 粗品制备图



经过制备，收集到目标馏分 5ml，进行纯度验证。

### 1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中收集的馏分进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 5 所示：

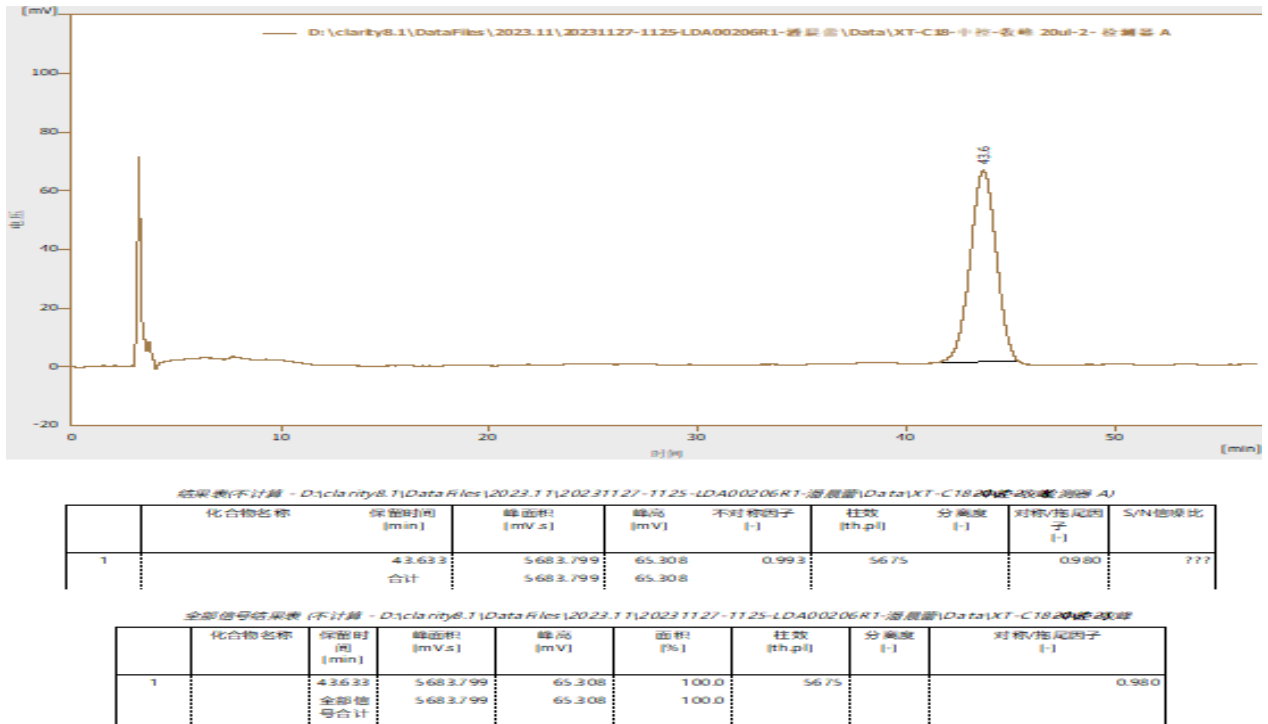


图 5 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 100%（200nm），纯度符合客户要求。

## 2. 结论

使用月旭 Xtimate C18, 10×250mm,10μm 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 4mg（上样量/填料量=1.6%）时，回收率 50%，制备收集到的目标物纯度为 100%（200nm），制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期: 2023/12/8

