

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	SYN230014-070-INT3- IPC01	项目编号	20240103-011
样品性状	油状液体	样品重量	/
收样日期	/	测试期间	/
目标物信息			
目标物保留时间	杂质 1: 26.172min	面积归一化含量 (270nm, %)	/
实验要求			
制备 26.172min 的杂质，杂质纯度 90%以上			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
乙腈	HPLC	月旭	
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	Ultimate 3000	赛默飞	
制备液相	Welprep 2000	月旭	

1. 试验过程

1.1. 方法重现

取适量样品，置于 2mL 离心管中，加入适量乙腈和水溶解，过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分



析方法进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-C30 (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	乙腈/水=90/10		
流动相 B	纯乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	10°C		
检测波长	270nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	100	0
	20	0	100
	35	0	100
	35.1	100	0
	45	100	0

分析图谱如图 2 所示：

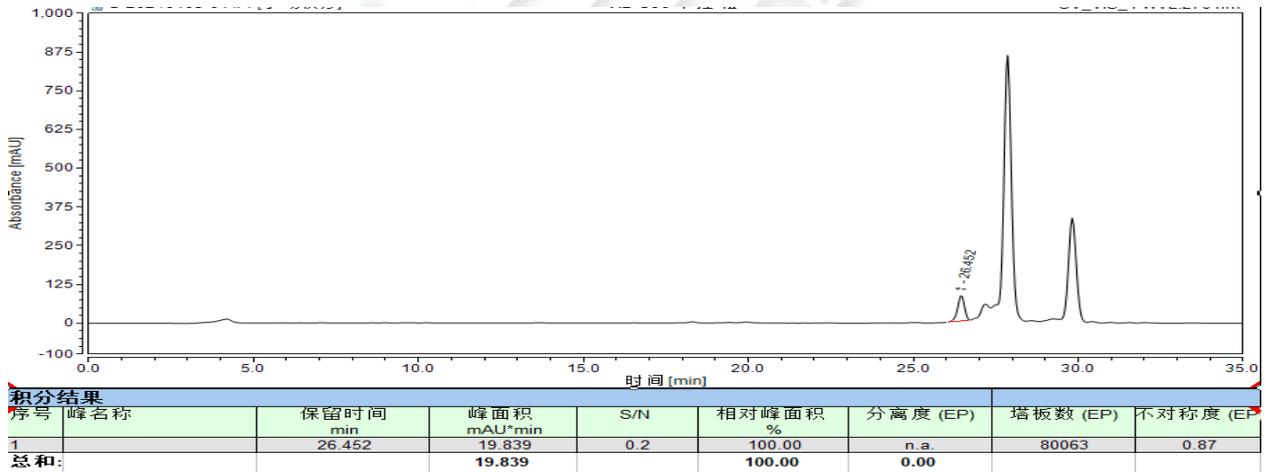


图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 26.452min 为目标物。

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：

按以下方法进行分析



色谱柱	Ultimate PAH (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	乙腈/水=90/10		
流动相 B	纯乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	10°C		
检测波长	270nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	100	0
	20	0	100
	35	0	100
	35.1	100	0
	45	100	0

分析图谱如下图 3 所示：

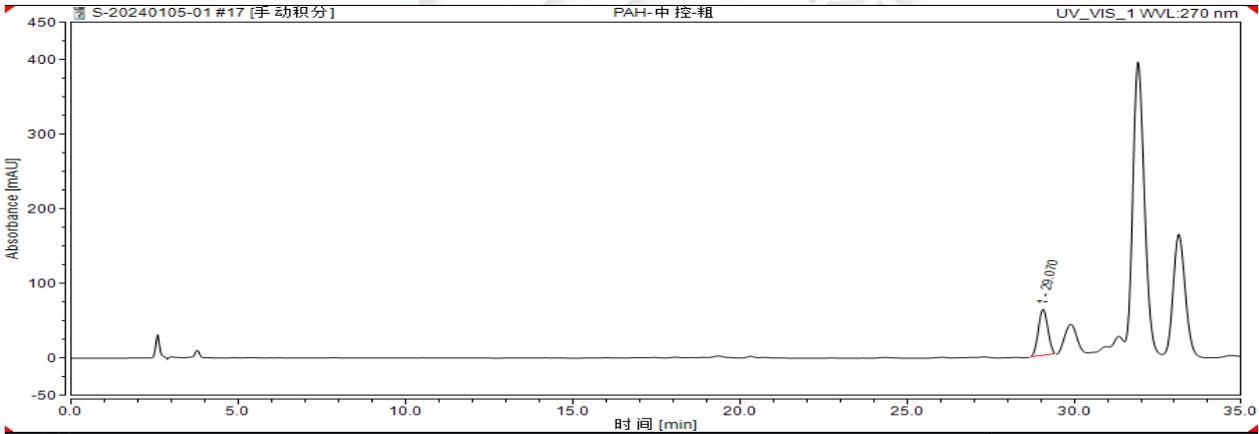


图 3 PAH 分析图

1.2.2. 样品制备

称取 3mg 客户寄来的样品，加入 3ml 乙醇溶解过滤制备液相条件如下所示：

仪器信息	Welprep 2000
色谱柱	Ultimate PAH (10*250mm, 5um)



批号	5101.25		
序列号	60230401930		
柱压	12MPa		
流动相	流动相 A:乙腈/水=90/10 流动相 B: 纯乙腈		
检测波长	270nm		
流速	5ml/min		
进样量	3mg		
洗脱程序	时间	A	B
	0	100	0
	20	0	100
	35	0	100
	35.1	100	0
	45	100	0

制备图谱如图 4 所示：

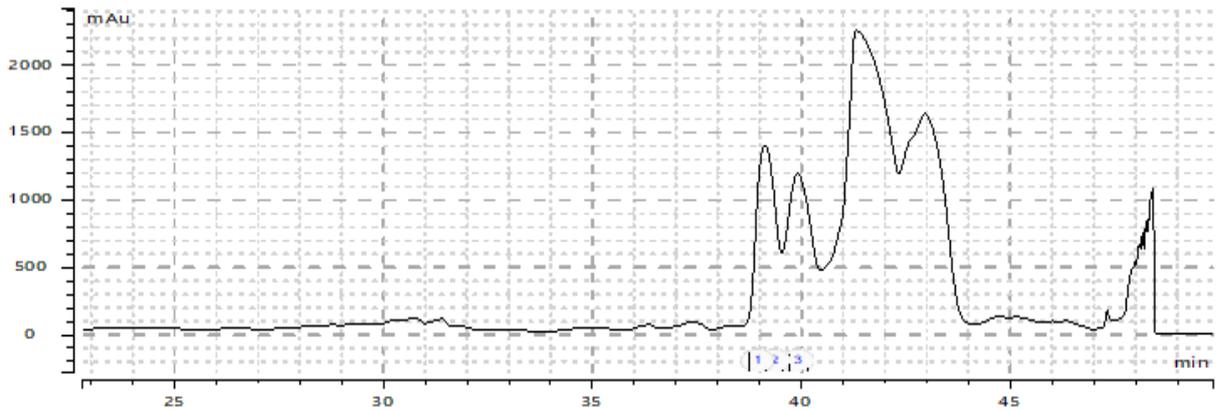


图 4 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分。

1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中的杂质进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 5 所示：



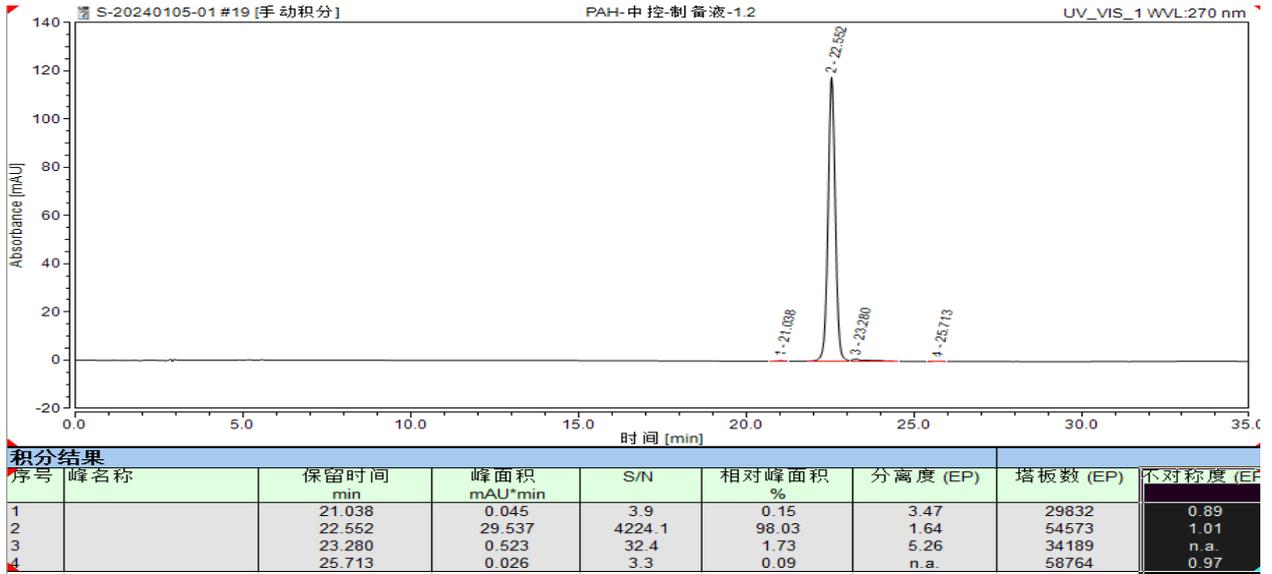


图5 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 98.03%（270nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate PAH (10*250mm, 5um)在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 3mg 时，制备收集到的目标物纯度为 98.03%（270nm），制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期: 2024/01/19

