

分离纯化报告

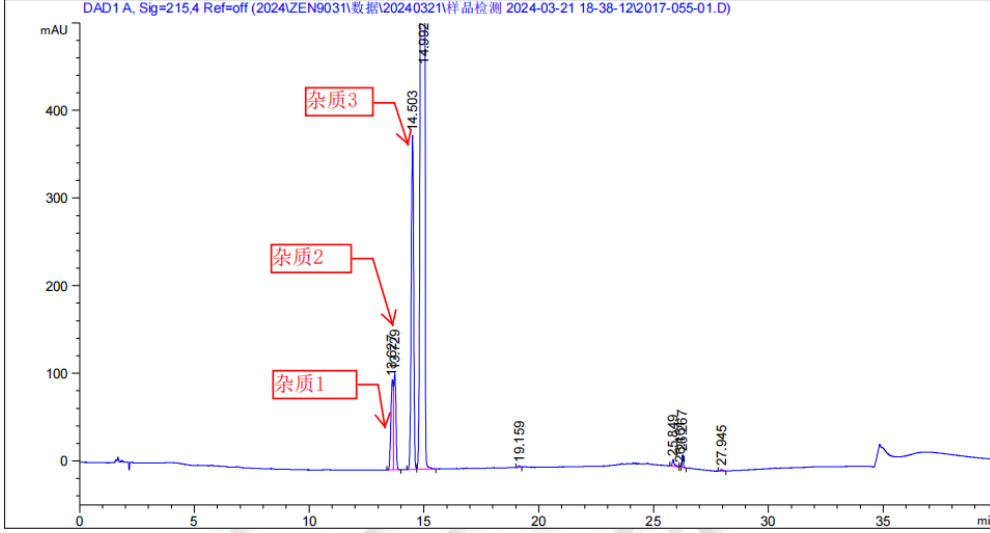
样品信息			
样品名称	杂质	项目编号	20240328-271
样品性状	白色粉末	样品重量	/
收样日期	2024/03/29	测试期间	2024/04/01~2024/04/07
目标物信息			
			
目标物保留时间	13.6min、13.7min、14.5min	面积归一化含量 (215nm, %)	/
实验要求			
制备纯度 $\geq 95\%$			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
磷酸	AR	麦克林	
乙腈	HPLC	月旭科技	
乙酸铵	AR	西亚试剂	
水	二级	月旭科技	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
高效液相色谱仪	赛默飞 Vanquish Horizon	赛默飞	
制备型高效液相色谱仪	月旭 Sail000	月旭科技	

图1 客户分析谱图



1. 试验过程

1.1. 方法重现

流动相配置：

流动相 A：0.01mol/L 磷酸氢二钾溶液（用磷酸调节 pH=7.2）：乙腈=95：5，混匀过滤至试剂瓶中，超声脱气待用。

流动相 B：色谱级乙腈过滤至试剂瓶中，超声脱气待用。

样品配置：2mg/mL 溶于 20%乙腈水，过滤至进样小瓶中即可。

按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	赛默飞 Vanquish Horizon		
色谱柱	Ultimate XB-C18 (4.6×150mm,3μm)		
流动相 A	0.01mol/L 磷酸氢二钾溶液（用磷酸调节 pH=7.2）：乙腈=95：5		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1mL/min		
进样量	5μl		
柱温	30℃		
检测波长	215nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	100	0
	15	75	25
	20	25	75
	25	25	75
	25.1	100	0
	30	100	0

分析图谱如下图所示：

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。

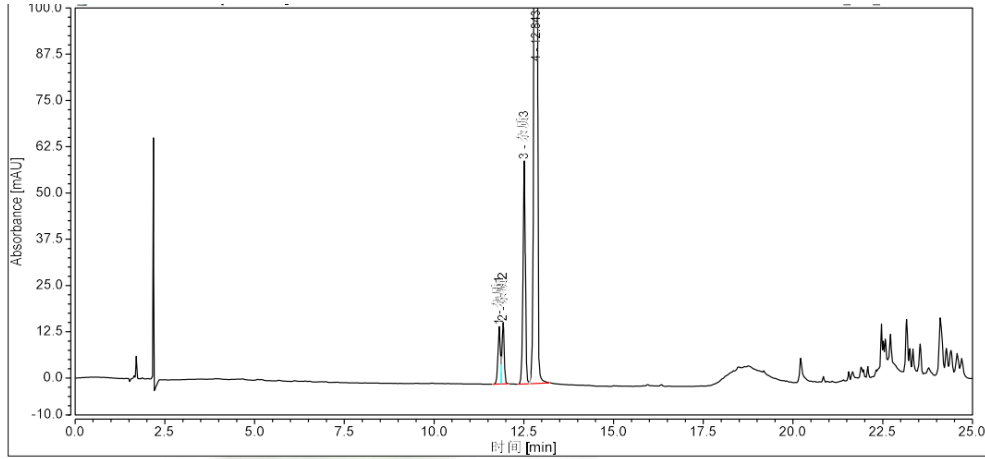
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

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





积分结果								
序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	分离度 (EP)	塔板数 (EP)	不对称度 (EP)
1	杂质1	11.815	1.151	15.513	2.74	0.95	161155	n.a.
2	杂质2	11.926	1.183	16.606	2.82	5.13	169221	n.a.
3	杂质3	12.513	4.475	60.271	10.67	2.84	194325	0.90
4		12.843	35.141	455.642	83.77	n.a.	184926	0.81
总和:			41.950		100.00	8.92		

图2 方法重现图谱

结论：RT 11.8min 为杂质 1，占比 2.7%；RT 11.9min 为杂质 2，占比 2.8%；RT 12.5min 为杂质 3，占比 10.6%。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

按照以下色谱条件进行分析：

仪器信息	赛默飞 Vanquish Horizon
色谱柱	Xtimate C18 (4.6×250mm,5μm)
流动相	20mM 乙酸铵：乙腈=85：15
柱温	/
检测波长	215nm
流速	1mL/min
进样量	5μl
运行时间	20min

分析图谱如下图所示：



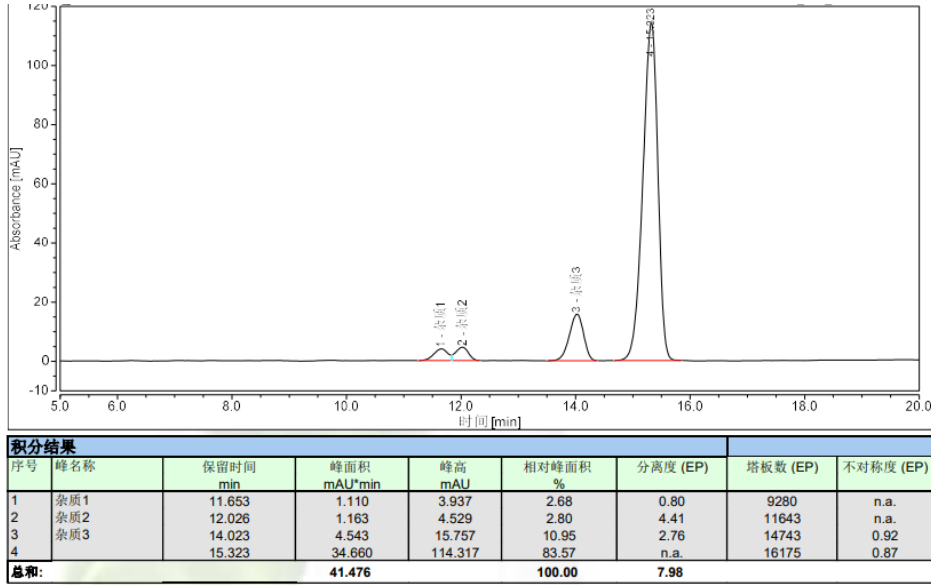


图3 方法开发图谱

结论：RT 11.6min 为杂质 1，占比 2.7%；RT 12.0min 为杂质 2，占比 2.8%；RT 14.0min 为杂质 3，占比 11%。

1.2.2. 样品制备

按照以下色谱条件进行制备：

仪器	月旭 Sail1000		
色谱柱	Xtimate C18 (21.2×250mm,5μm)		
流动相	20mM 乙酸铵：乙腈		
流速	20mL/min		
进样量	4mg		
柱温	/		
检测波长	215nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	85	15
	20	85	15

制备图谱如下图 4 所示：



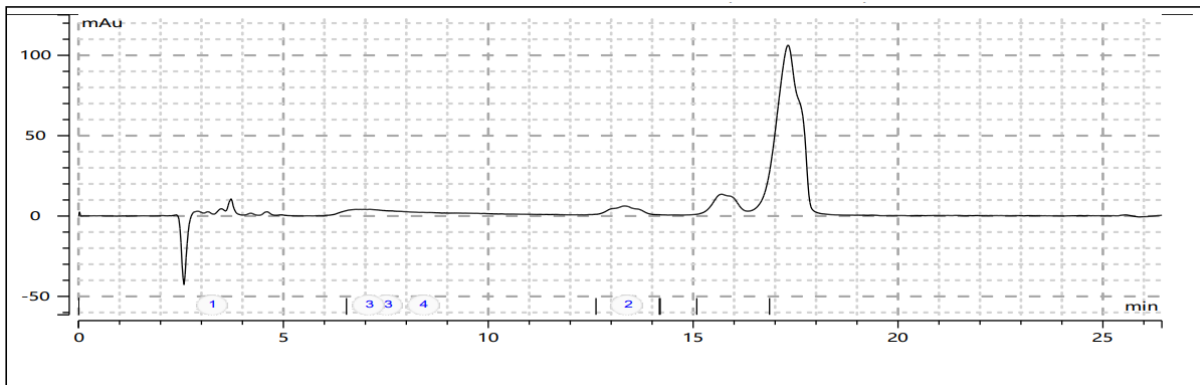


图 4 样品制备图谱

该方法在制备柱上可以呈现，收集 RT13min 目标馏分 1，RT16min 目标馏分 2 并检测。

1.2.3. 馏分分析

将 1.2.2 中收集到的馏分进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如下图所示：

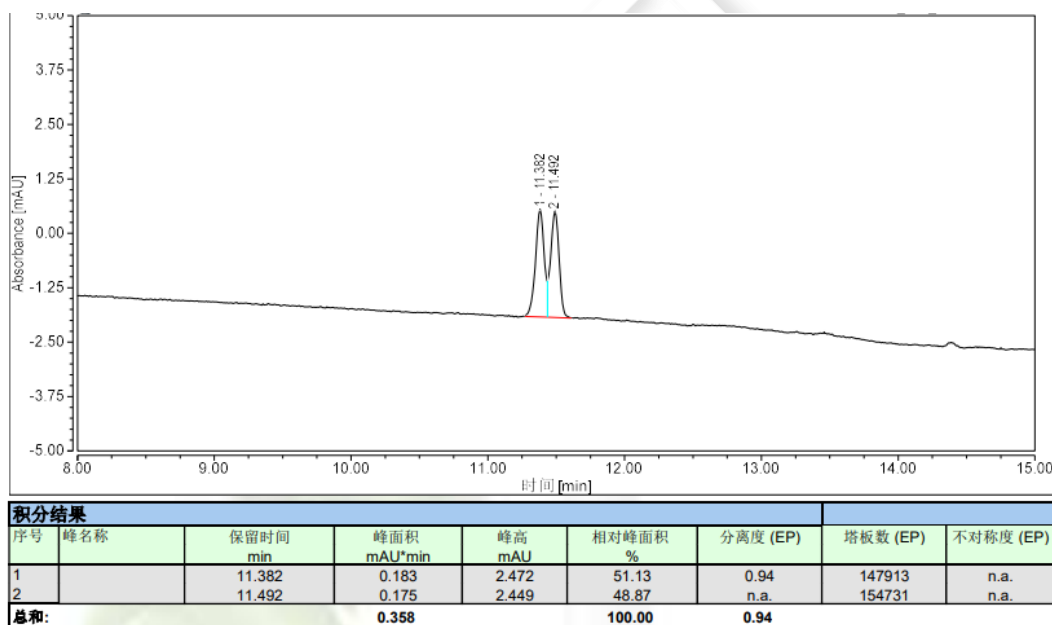


图 5 馏分 1 分析图



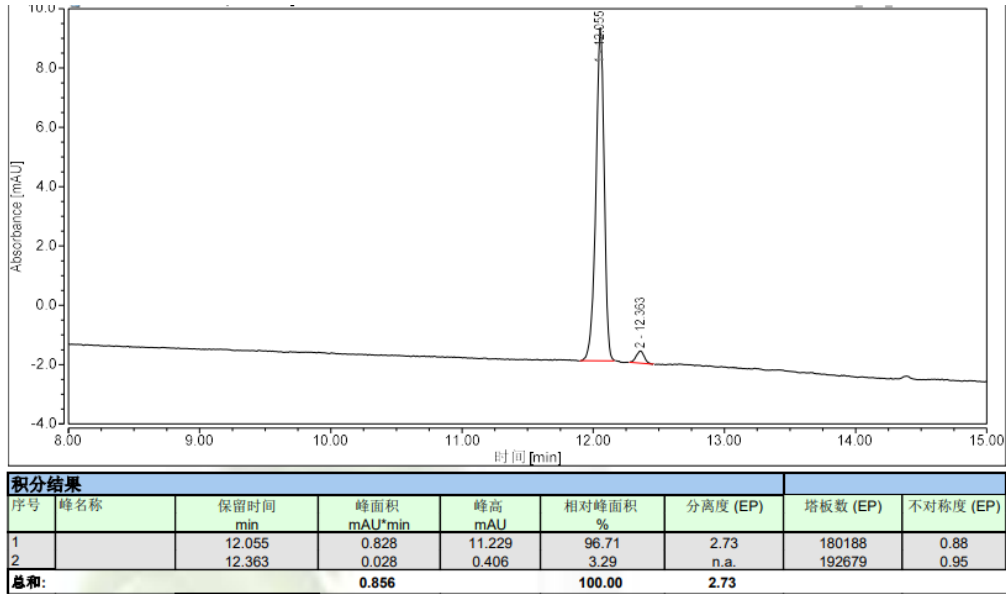


图 6 馏分 2 分析图

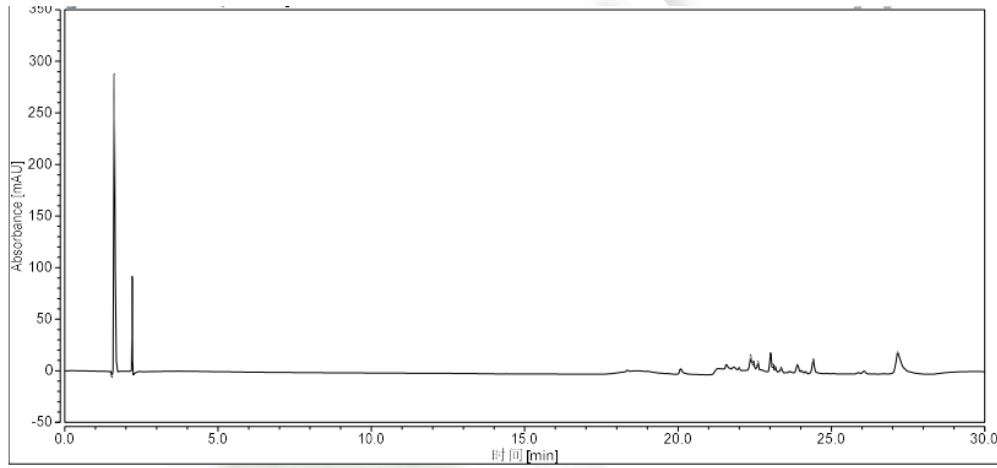


图 7 空白分析图

结论：纯度大于 95%，检测结果合格。

2. 结论

使用月旭 Xtimate C18，在对应色谱条件下进行制备并收集目标峰，两个目标物纯度均大于 95%，制备结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2024/04/08

