

## 分离纯化报告

样品信息								
样品名称	MBAH-ZA4-2-L1	项目编号	20240308-190					
样品性状	油状固体	样品重量	约 0.3g					
收样日期	2024/03/13	测试期间	2024/03/13~2024/03/15					
目标物信息								
								
峰结果								
名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	% 面积	高度 (微伏)	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾	s/n
1	7.383	443785	42.811	56858	20147		1.02	
2	9.746	592823	57.189	66405	27310	10.49	1.01	
目标物保留时间	杂质 1: 7.383min 杂质 2: 9.746min	面积归一化含量 (220nm, %)	杂质 1: 42.811% 杂质 2: 57.189%					
实验要求								
制备杂质 1 和杂质 2, 杂质纯度达到 95%以上								
试剂信息								
试剂名称	级别	供应商						
甲酸	AR	西亚试剂						
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	Waters e2695	Waters						
制备液相	Sail 1000	月旭						



## 1. 试验过程

### 1.1. 方法重现

流动相配置：

流动相 A:量取 1000ml 纯水, 加入 1ml 甲酸, 配置成 0.1%甲酸溶液, 过滤, 即得。

流动相 B:纯乙腈, 过滤, 即得。

样品配置：取客户寄来的样品适量加入 5%乙腈水溶液进行溶解, 过滤至分析小瓶中, 即得。

色谱柱	Ultimate AQ-C18(4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	0.1%甲酸水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	35°C		
检测波长	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	90	10
	3	90	10
	12	85	15
	13	5	95
	20	5	95
	20.1	90	10
	30	90	10

分析图谱如图 2 所示：

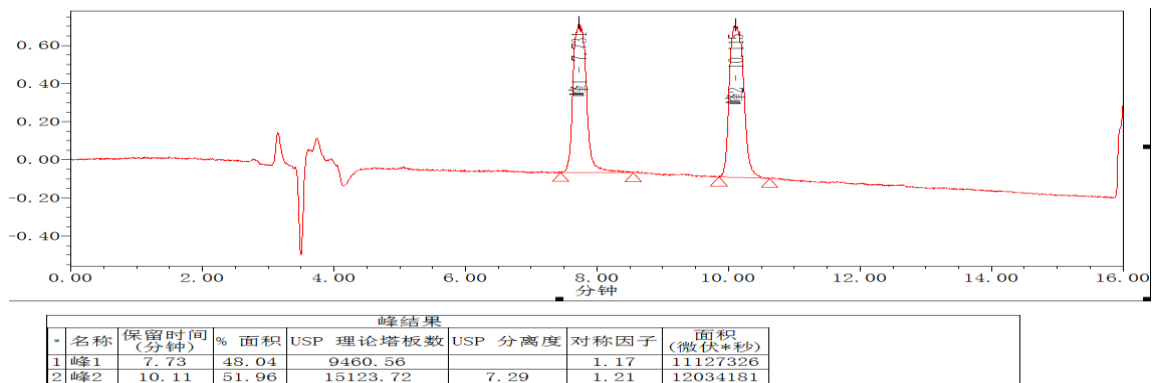


图 2 方法重现图谱

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 5 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 7.73min 为杂质 1、10.11min 为杂质 2。

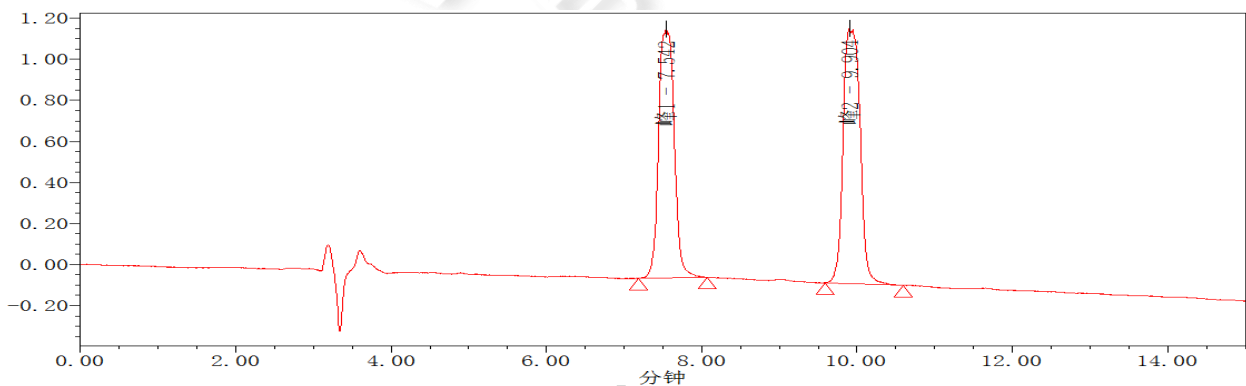
## 1.2. 分离纯化过程

### 1.2.1. 方法开发

取 1.1 项下的进样小瓶按以下方法进行分析，分析图谱如下图 3 所示：

色谱柱	Ultimate XB-C18(4.6×250mm,5μm)		
流动相	流动相 A:0.1%甲酸水 流动相 B:纯乙腈		
柱温	35℃		
检测波长	220nm		
流速	1ml/min		
进样量	10ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	90	10
	3	90	10
	12	85	15
	13	5	95
	20	5	95
	20.1	90	10
	30	90	10

分析图谱如下图 3 所示



峰结果							
#	名称	保留时间 (分钟)	% 面积	USP 理论塔板数	USP 分离度	对称因子	面积 (微伏*秒)
1	峰1	7.54	47.36	9486.68		1.08	16904667
2	峰2	9.90	52.64	13635.39	7.18	1.22	18790804

图 3 方法开发分析图谱



### 1.2.2. 样品制备

把溶解好的样品按以下方法进行制备：

仪器信息	Sail 1000		
色谱柱	Ultimate XB-C18(21.2×250mm,5μm)		
柱压	14MPa		
流动相	流动相 A:0.1%甲酸水 流动相 B:纯乙腈		
柱温	室温		
检测波长	220nm		
流速	15ml/min		
进样量	150mg		
洗脱程序	时间	A	B
	0	95	5
	5	95	5
	30	85	15
	50	20	80
	51	95	5
	60	95	5

制备图谱如图 4 所示：

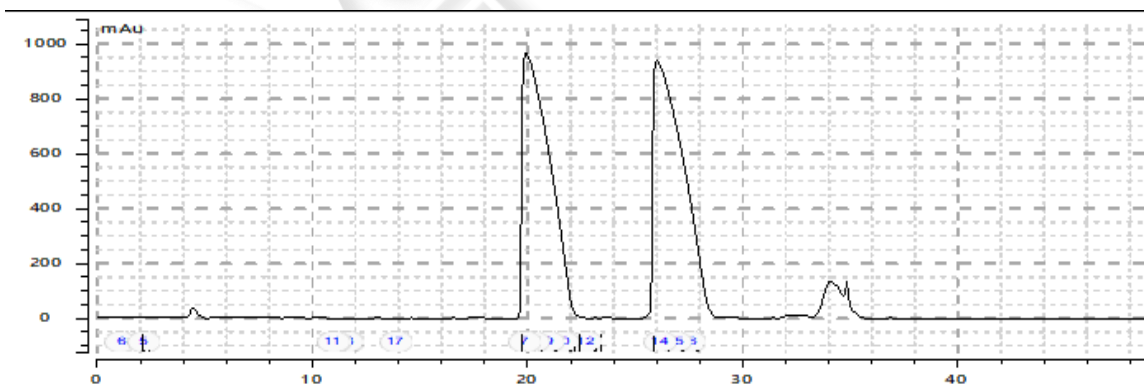


图 4 粗品制备图

经过制备，收集到杂质 1、杂质 2 馏分，用干冰加乙醇预冻，然后挂冻干机冻干。

### 1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中冻干的杂质 1 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

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



示：

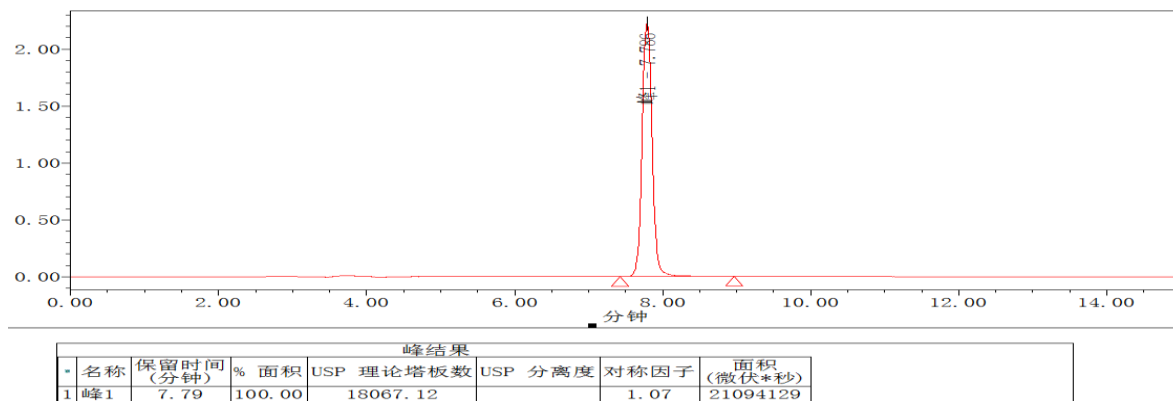


图 5 杂质 1 制备液分析图谱

将 1.2.2 中冻干的杂质 2 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 6 所示：

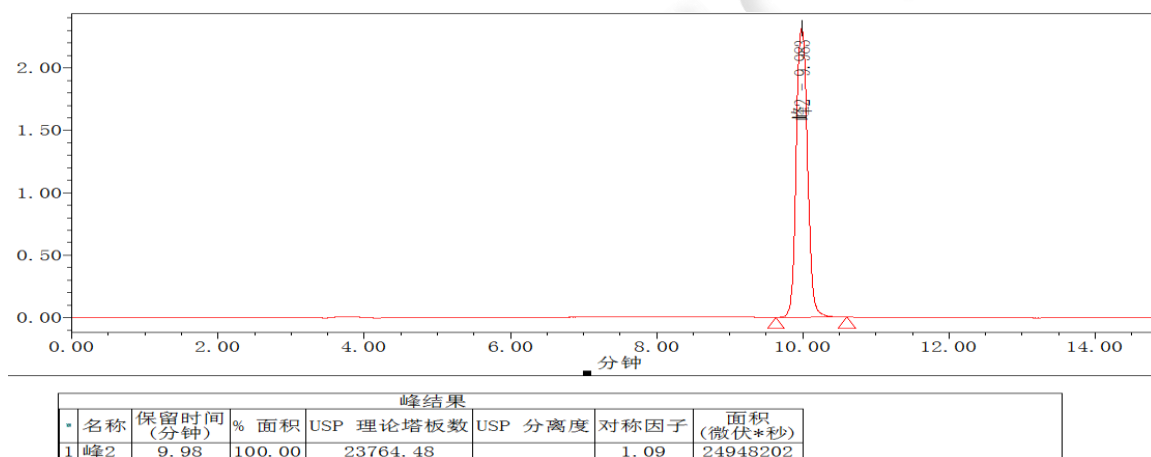


图 6 杂质 2 制备液分析图谱

结论：由图可见杂质 1、杂质 2 制备液面积归一化含量为 100.00%（220nm），纯度符合客户要求。

## 2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C18（21.2×250mm,5μm）在此色谱条件下进行制备，制备收集到的杂质 1、杂质 2 纯度为 100.00%（220nm），冻干后称重，杂质 1、杂质 2 各 37mg。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期: 2023/03/19

