

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	地塞米松磷酸钠	项目编号	20240724-703
样品性状	白色固体	样品重量	/
收样日期	2024/07/26	测试期间	2024/07/31-2024/08/02/

目标物信息

客户分析图谱如下图 1 所示：

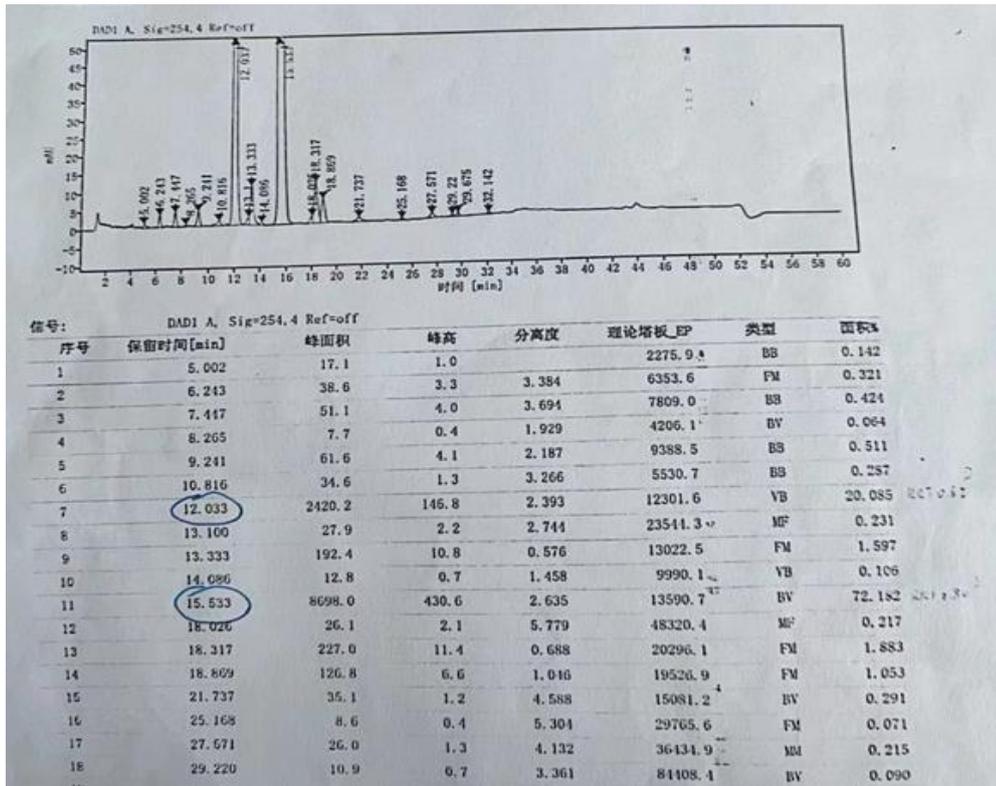


图 1 客户分析图谱

目标物保留时间	杂质 1: 12.03min 杂质 2: 15.5min	面积归一化含量 (254nm, %)	杂质 1: 20.08% 杂质 2: 72.18%
---------	---------------------------------	-----------------------	------------------------------

实验要求

筛选合适色谱柱，筛选合适的流动相，开发制备方法。

试剂信息

试剂名称	级别	供应商
乙酸铵	AR	阿拉丁
甲醇	色谱级	月旭



甲醇	制备级	月旭
醋酸	AR	阿拉丁
水	一级	月旭
仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
分析型液相色谱仪	LC-20AD	岛津
制备型液相色谱仪	Welprep2000	月旭

1. 试验过程

1.1. 方法重现

称取样品 5mg，用 2.5ml 溶液 A（溶液 A：溶解 7.0 g 醋酸铵于 1000 mL 水中）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-C8 4.6×150mm,5μm		
流动相 A	将 300 mL 溶液 A 和 350 mL 色谱用水混合，用乙酸 R 调节 pH 至 3.8，然后加入 350 mL 甲醇，混匀超声		
流动相 B	用乙酸将 300 mL 溶液 A 的 pH 调至 4.0，然后加入 700 mL 甲醇,混匀超声		
流速	1ml/min		
进样量	5μl		
柱温	30°C		
检测波长	254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	90	10
	3.5	90	10
	23.5	60	40
	34.5	5	95
	50	5	95
	0	90	10

分析图谱如图 2 所示：



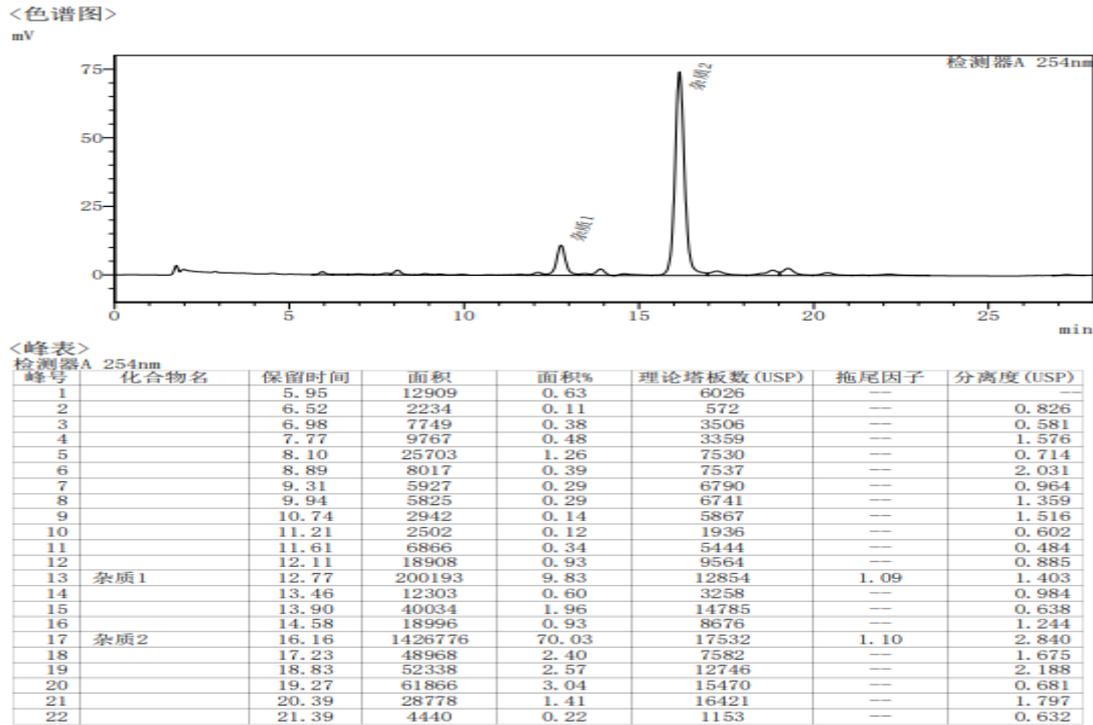


图2 方法重现图谱

结论：通过与图1进行比较以及与客户沟通，可以确定 12.77min 很弱 16.16min 分别是杂质1和杂质2。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

取 4.1 项下的进样小瓶进行分析：

色谱柱	Ultimate LP-C8 4.6×250mm,5μm		
流动相 A	0.1%TFA 水		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	1ml/min		
进样量	5μl		
柱温	30°C		
检测波长	254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	50	50
	30	45	55
	30.1	10	90

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



	40	10	90
	40.1	50	50
	50	50	50

分析图谱如下图 3 所示：

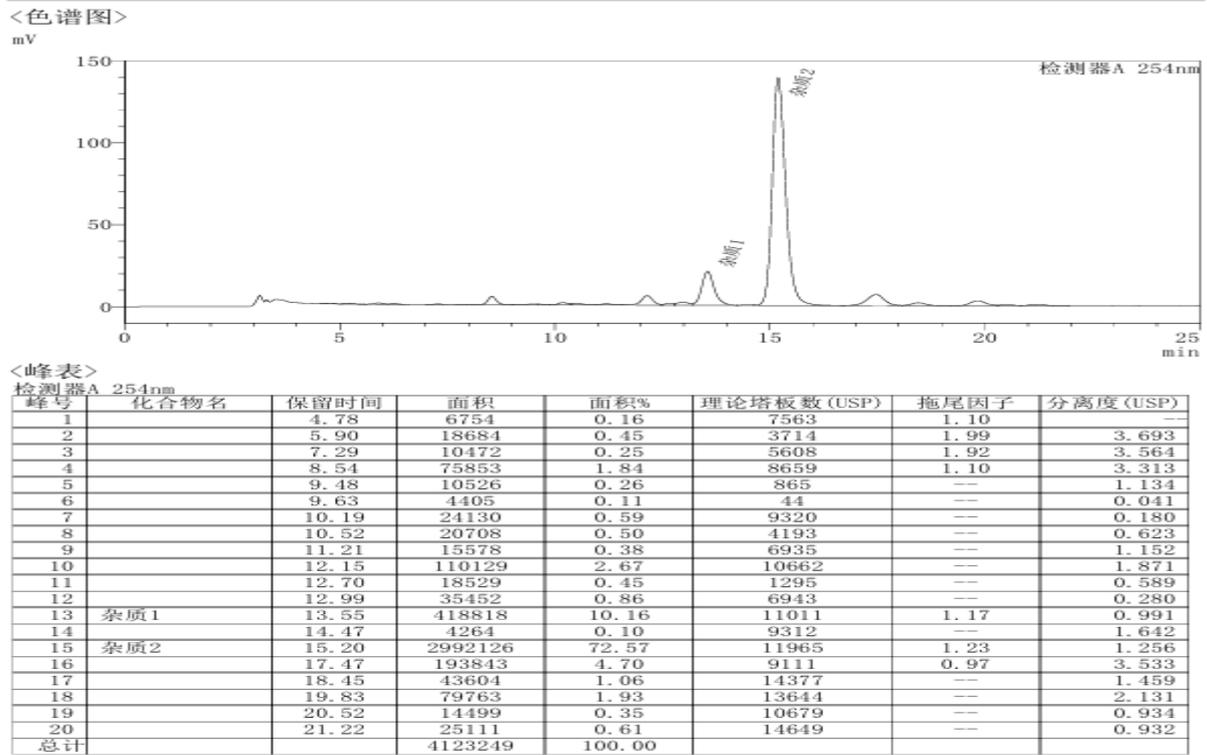


图 3 方法开发图谱

1.2.2. 样品制备

称取样品 20mg，用 4ml 溶液 A 溶解，过滤，使其浓度为 5mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器	Welprep 2000		
色谱柱	Ultimate LP-C8 10×250mm, 5μm		
流动相 A	0.1%TFA 水		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	5ml/min		
进样量	5mg		
柱温	室温		
检测波长	254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)

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

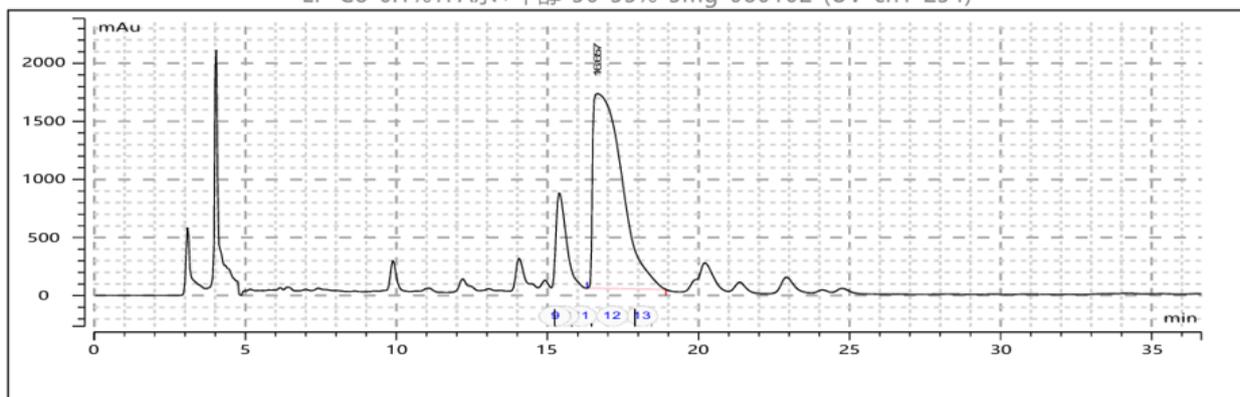
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



	0	50	50
	30	45	55
	30.1	10	90
	40	10	90
	40.1	50	50
	50	50	50

制备图谱如图 4 所示：



No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	半峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰类型	峰纯度	PDA 匹配名称
1	N.A.	16.657	111868.107	1.542	1.053	1676.658	100.000	BB*	0	
2	总计									

图 4 粗品制备图

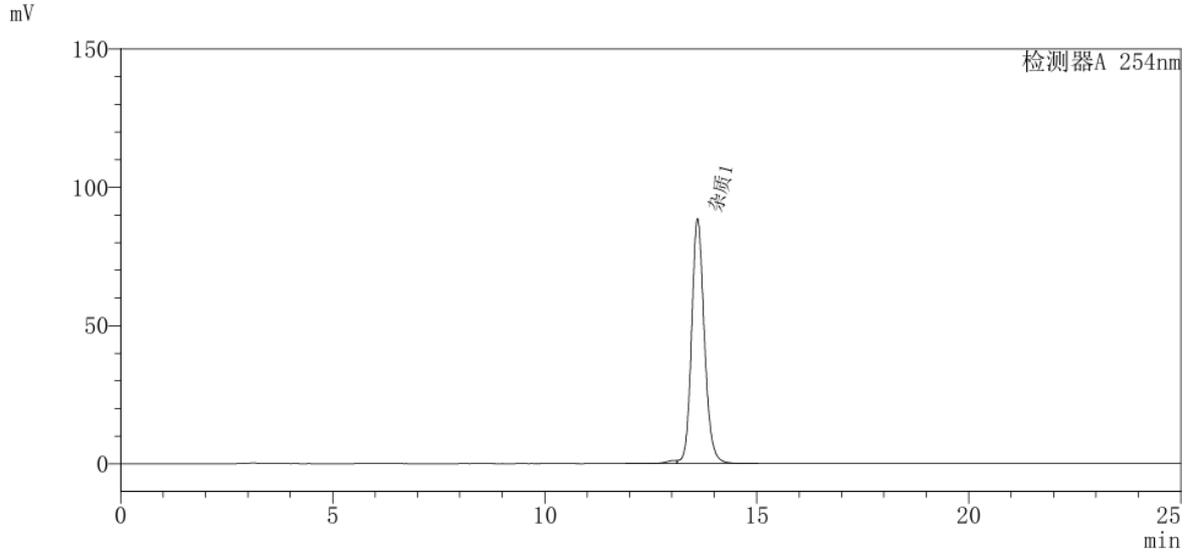
经过制备，将目标馏分收集到馏分瓶中，待分析。

1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中收集的馏分 10，馏分 11 分别取适量分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 5，图 6 所示：



<色谱图>

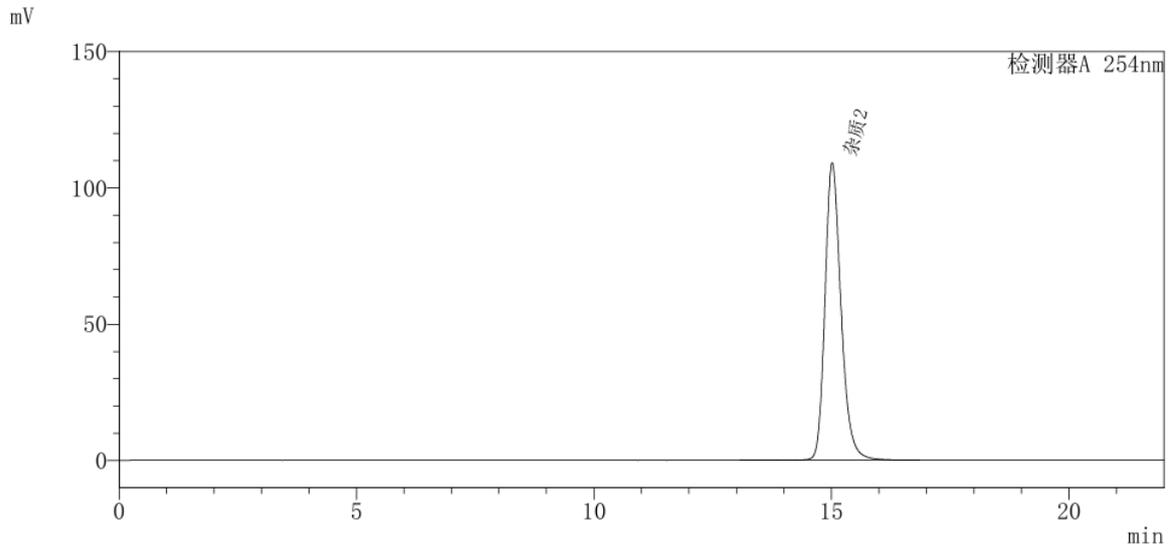


<峰表>

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		12.24	3034	0.16	6340	--	--
2		13.05	21896	1.16	442	--	0.524
3	杂质1	13.61	1863712	98.68	10016	1.16	0.368
总计			1888642	100.00			

图5 馏分10分析图谱

<色谱图>



<峰表>

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		13.45	3947	0.15	9773	--	--
2	杂质2	15.02	2569691	99.85	9790	1.24	2.721
总计			2573638	100.00			

图6 馏分12分析图谱

结论：由图可见，定位可以确定，馏分10是杂质1，馏分12是杂质2，制备结果符合客户要求。

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



2. 结论

使用月旭 Ultimate® LP-C8, 10×250mm,5μm 在此色谱条件下进行制备, 单针上样量为 5mg 时, 制备结果满足客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2024/08/06

