

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	碘克沙醇杂质	项目编号	FLCHFwLC-20240725-001
样品性状	白色固体	样品重量	2.5g
收样日期	2024/07/25	测试期间	2024/07/25-2024/07/29

目标物信息

客户粗品图如下图 1 所示：

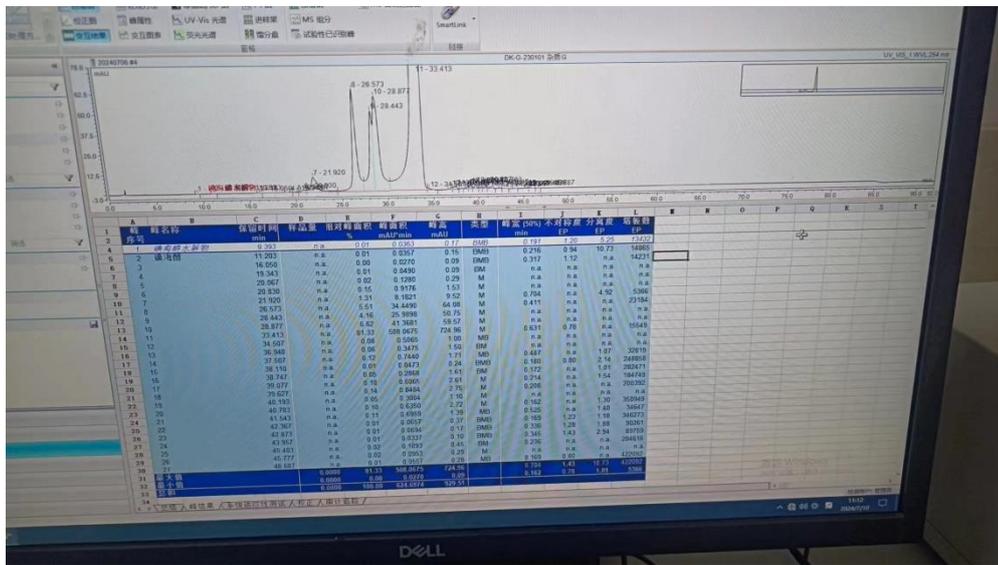


图 1 客户粗品图谱

目标物保留时间	API: 33.4min 异构杂质: 26.5min	面积归一化含量 (254nm, %)	API: 81.3% 异构杂质: 5.5%
---------	-------------------------------	-----------------------	--------------------------

实验要求

筛选合适色谱柱，开发制备方法，要求制备量 1.2g，纯度要求 $\geq 96\%$ （API+异构杂质总纯度）。

试剂信息

试剂名称	级别	供应商
乙腈	色谱级	月旭
乙腈	制备级	月旭
水	一级	月旭

仪器信息

仪器名称	仪器型号	仪器厂家
------	------	------



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

分析型液相色谱仪	U3000	赛默飞
分析型液相色谱仪	LC-20AD	岛津
制备型液相色谱仪	Sail 1000	月旭

1. 试验过程

1.1. 方法重现

称取样品 3.8mg，用 2ml 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	Xtimate C18 4.6×250mm,5μm		
流动相 A	水		
流动相 B	色谱级乙腈：水=1：1		
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	94	6
	2	94	6
	32	80	20
	72	0	100
	82	0	100
	82.1	94	0
	92	94	0

分析图谱如图 2 所示：



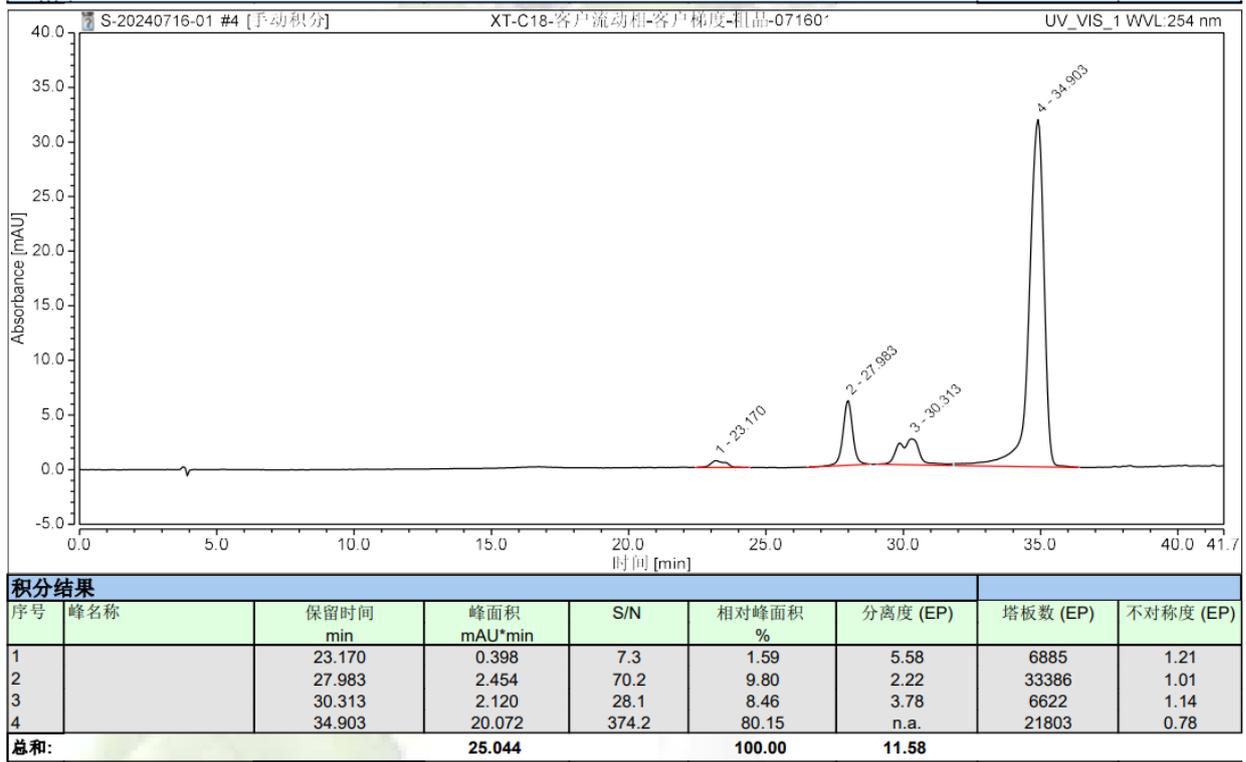


图2 方法重现图谱

结论：通过与图1进行比较，可以确定 34.9min 为 API，27.9min 为异构杂质。

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 PFP 4.6×250mm,5μm		
流动相 A	水		
流动相 B	色谱级乙腈		
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	94	6
	5	94	6
	30	80	10

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

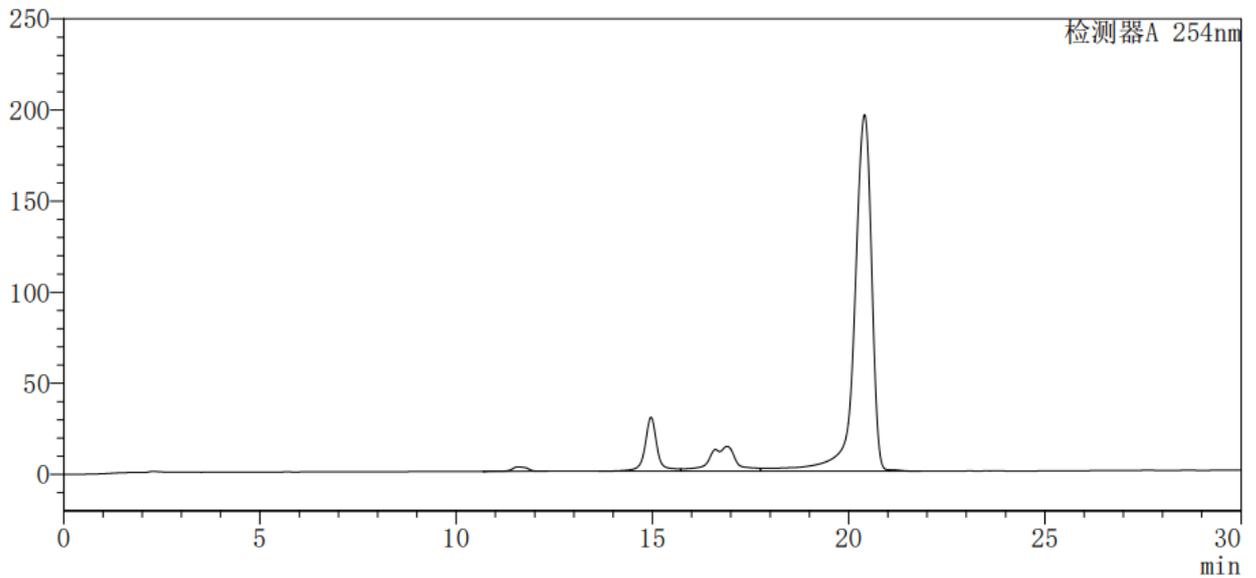


	30.1	20	80
	40	20	80
	40.1	94	6
	50	94	6

分析图谱如下图 3 所示：

<色谱图>

mV



<峰表>

检测器A 254nm

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		11.58	65806	0.90	5329	1.08	--
2		14.97	636664	8.72	14049	1.16	5.9
3		16.91	640935	8.78	5221	--	2.7
4		20.41	5943548	81.40	12358	0.80	4.2
5		21.04	14984	0.21	15	--	0.1
总计			7301936	100.00			

图 3 方法开发图谱

1.2.2. 样品制备

称取适量 100mg 样品，加入 10ml 纯水溶解，过滤，使其浓度为 10mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器	Sail1000
色谱柱	Ultimate PFP 21.2×250mm, 5μm
流动相 A	纯水

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

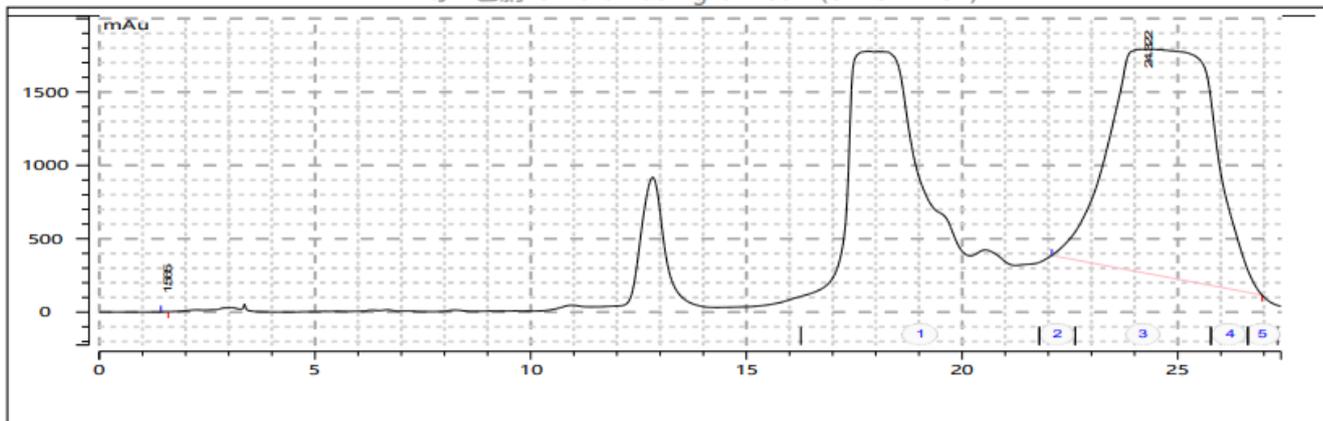
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



流动相 B	制备级乙腈		
流速	20ml/min		
进样量	100mg		
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 (%)
	0	94	6
	5	94	6
	30	80	10
	30.1	20	80
	40	20	80
	40.1	94	6
	50	94	6

制备图谱如图 4 所示：



峰列表

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.	1.565	6.603	0.157	0.132	0.663	0.003	BB	0	
2	N.A.	24.322	262321.639	3.261	2.673	1530.934	99.997	BB*	0	
3	总计									

图 4 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分段收集到馏分瓶中（放置冰箱冷藏），待纯度分析合格后，冻干。

1.2.3. 杂质分析

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

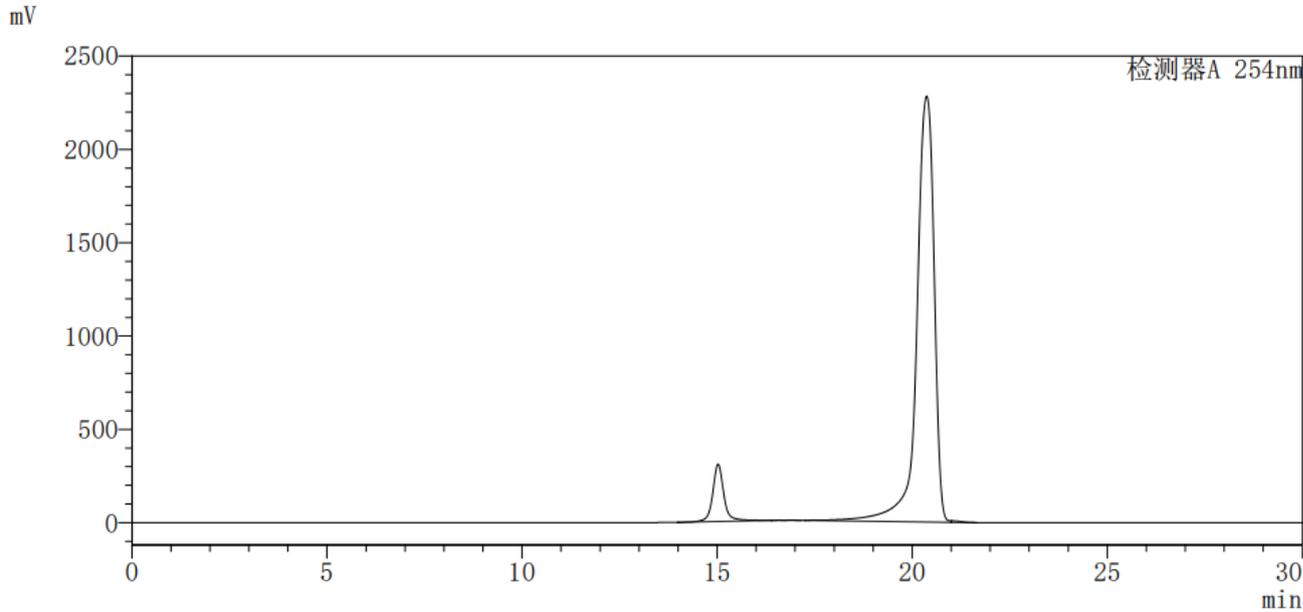
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



从 1.2.2 中冻干的合格馏分中取适量用水溶解后，进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.2.1”一致，分析图谱如图 5 所示：

<色谱图>



<峰表>

检测器A 254nm

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		15.03	6115447	7.93	15502	1.11	--
2		16.91	22603	0.03	19080	0.70	3.9
3		20.37	70812964	91.88	12590	0.80	5.7
4		21.05	123723	0.16	1418	--	0.5
总计			77074737	100.00			

图 5 冻干样品分析图谱

结论：由图可见冻干后样品面积归一化含量为 99.7%（254nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® PFP, 21.2×250mm,5μm 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 100mg 时，制备收集到的目标物纯度为 99.7%（254nm），按此上样量制备，共收集到合格目标物质量为 1.3g，制备结果满足客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2024/07/29

第 6 页 共 6 页

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

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

