

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	制备杂质	项目编号	FLCHFWLC-20231121-001
样品性状	棕色液体	样品重量	20g
收样日期	2023/12/01	测试期间	2023/11/21~2023/12/7
目标物信息			
			
目标物保留时间	杂质 1: 6.532min 杂质 2: 30.571min	面积归一化含量 (220nm, %)	杂质 1:4.429% 杂质 2:3.281%
实验要求			
交付杂质 1 和杂质 2 各 150mg, 纯度达到 95%以上			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
乙酸铵	AR	GENERAL-REAGENT	
乙酸	AR	阿拉丁	
乙腈	HPLC	月旭	
甲醇	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	Sail1000	月旭
------	----------	----

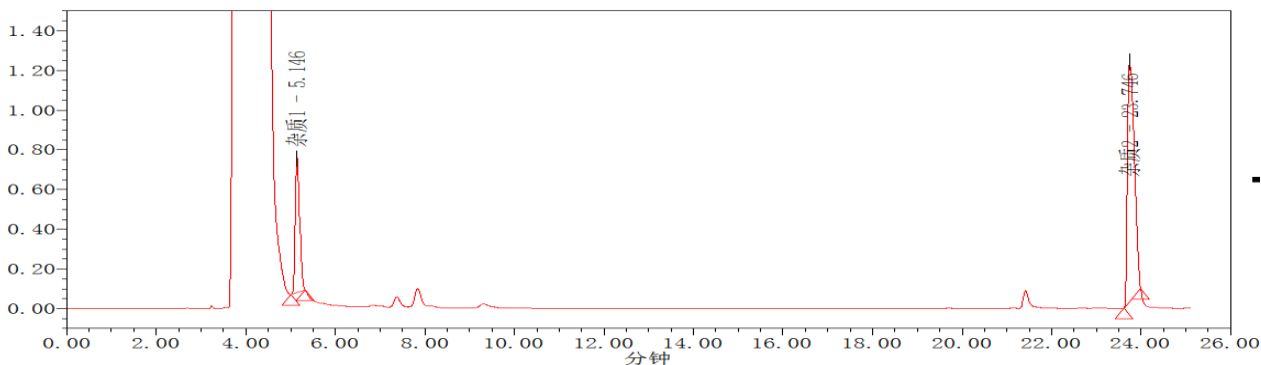
1. 试验过程

1.1. 方法重现

取适量样品，客户提供的样品溶液量取 1ml 过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器信息	Waterse2695		
色谱柱	Ultimate XB-C18(4.6×250mm,5μm)		
柱压	13MPa		
流动相	A:20mmol/L 乙酸铵缓冲液 B:甲醇		
柱温	25℃		
检测波长	291nm		
流速	1ml/min		
进样量	5ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	95	5
	12	95	5
	40	70	30
	50	70	30
	51	95	5
	60	95	5

分析图谱如图 2 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



图2 方法重现图谱

结论：通过与图1进行比较，可以确定 5.146min 为杂质 1,23.746min 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：

仪器信息	Waterse2695		
色谱柱	Ultimate AQ-C18(4.6×250mm,5μm)		
柱压	13MPa		
流动相	A:20mmol/L 乙酸铵缓冲液 B:甲醇		
柱温	25℃		
检测波长	291nm		
流速	1ml/min		
进样量	5ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	95	5
	12	95	5
	40	70	30
	50	70	30
	51	95	5
	60	95	5

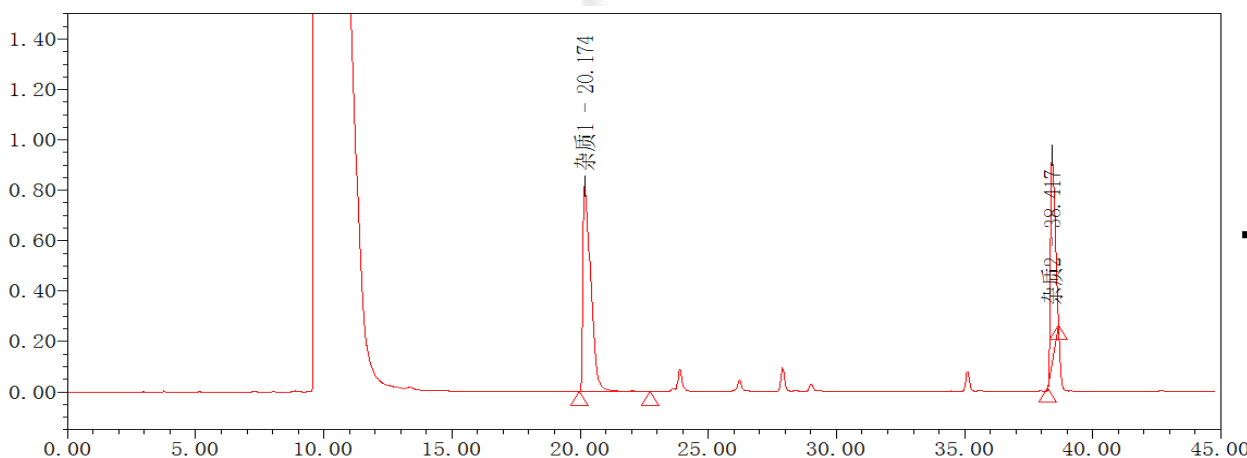


图4 AQ-C18 分析图



结论：杂质 1 保留时间为 20.174min，杂质 2 保留时间为 38.417min。

1.2.2. 样品制备

仪器	Sail1000		
色谱柱	UltimateAQ- C18 50×250mm, 10μm		
流动相 A	A:20mmol/L 乙酸铵缓冲液		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	60ml/min		
进样量	1.5g		
柱温	室温		
检测波长	291nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	98	2
	20	95	5
	40	50	50
	50	50	50
	51	98	2
	61	98	2

制备图谱如图 5 所示：

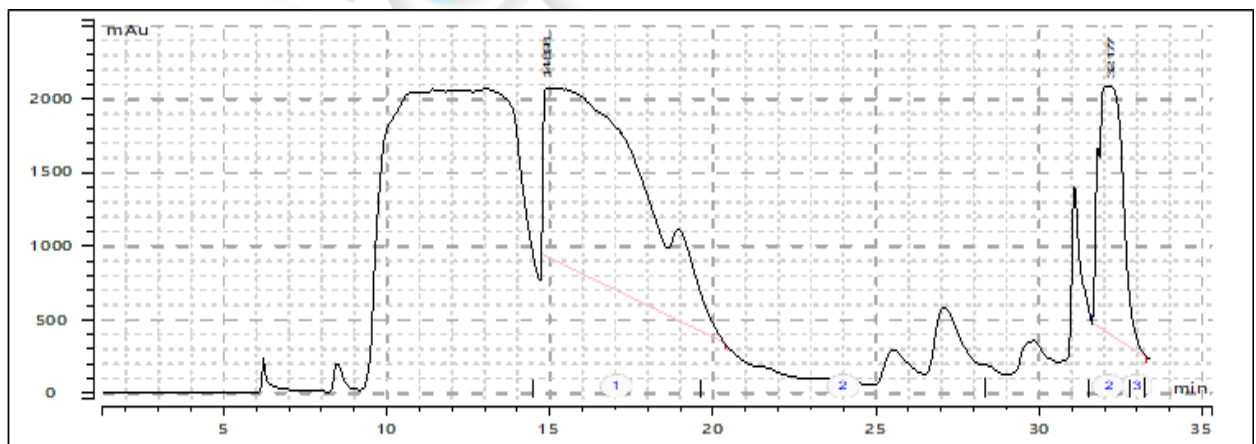


图 5 粗品制备图

按此上样量经过制备，总制备样品量 12g 分别收集杂质 1 和杂质 2 馏分，用干冰加乙醇预冻，然后挂冻干机冻干。

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 4 页 共 7 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



1.2.3. 杂质分析

杂质 1 分析

将 1.2.2 中冻干的杂质进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.2.1”一致。分析图谱如图 6 所示：

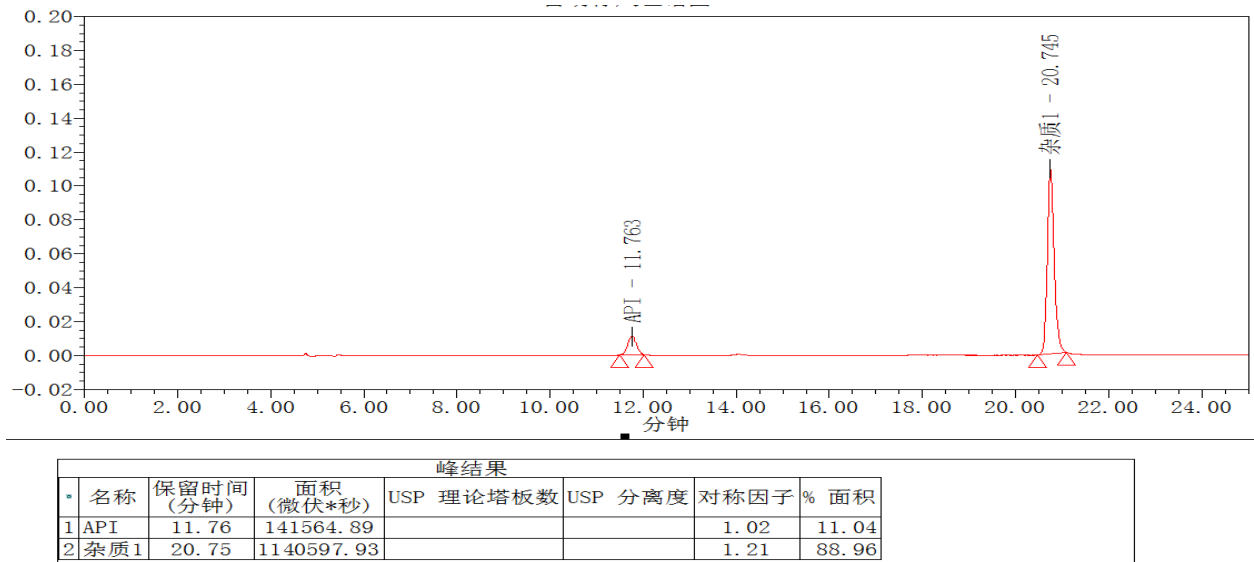


图 6 杂质 1 制备液分析图谱

杂质 2 分析

将 1.2.2 中冻干的杂质进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.2.1”一致。分析图谱如图 7 所示：

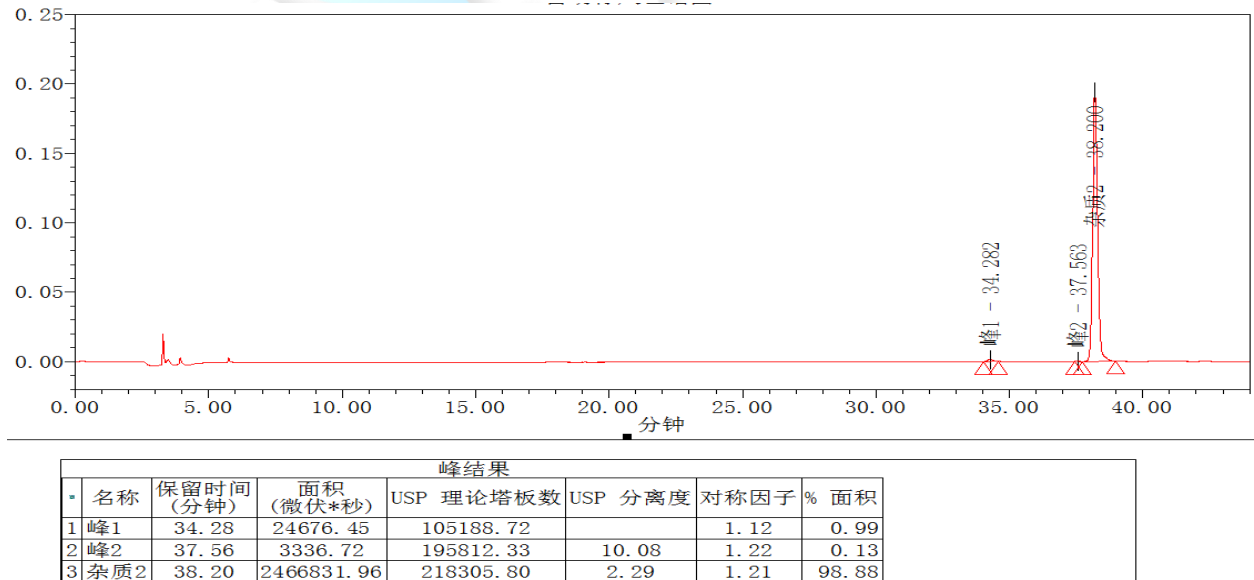


图 7 杂质 2 制备液分析图谱



结论：由图可见杂质 1 制备液面积归一化含量为 88.96%（291nm），纯度不符合客户要求，杂质 1 制备液面积归一化含量为 98.88%（291nm），纯度符合客户要求。

1.2.4. 杂质 1 二纯

方法同 1.2.2 制备图谱如图 8 所示

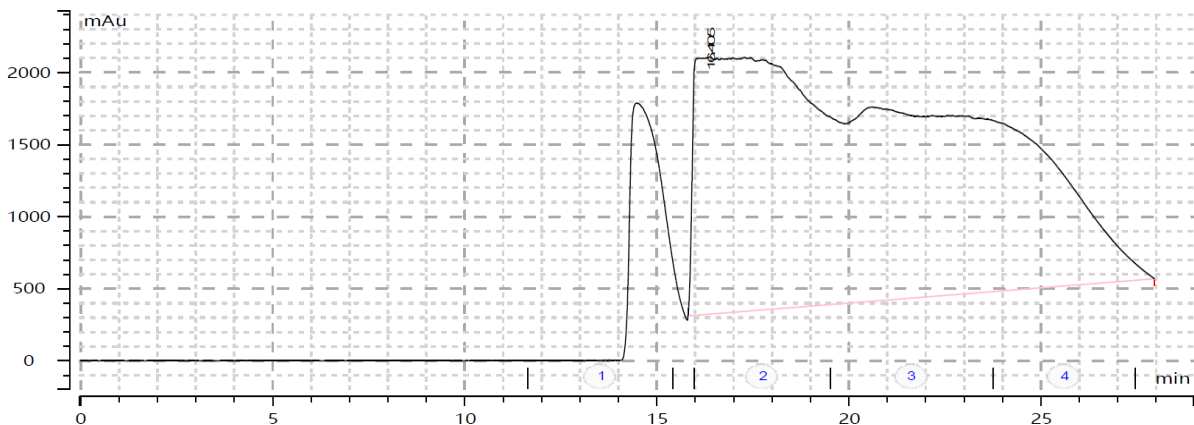
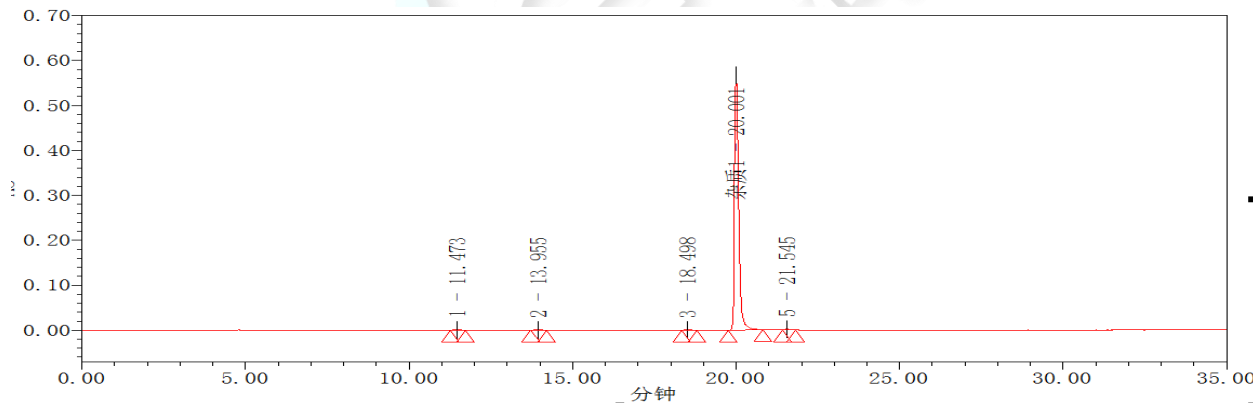


图 8 杂质 1 二次制备图谱

收集二分杂质 1 馏分，用干冰加乙醇预冻，然后挂冻干机冻干。

1.2.5. 杂质 1 二分分析

将 1.2.4 中冻干的杂质 1 按方法 1.2.1 进行分析，分析图谱如图 9 所示



峰结果						
* 名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 理论塔板数	USP 分离度	对称因子	% 面积
1	11.47	23919.65	20654.05		1.11	0.48
2	13.95	21338.26	23826.02	6.89	1.02	0.43
3	18.50	16570.59	101155.44	13.29	1.88	0.33
4 杂质1	20.00	4921386.40	130270.36	5.68	1.59	98.29
5	21.54	23868.49	192662.92	7.14	1.43	0.48

图 9 杂质 1 二次馏分图谱

结论：由图可见二分后杂质 1 制备液面积归一化含量为 98.29%（291nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

在此色谱条件下进行制备，制备收集到的杂质 1 共 300mg，纯度为 98.29%（291nm），杂质 2



共 201mg，纯度为 98.88%（291nm），制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期: 2023/12/07

