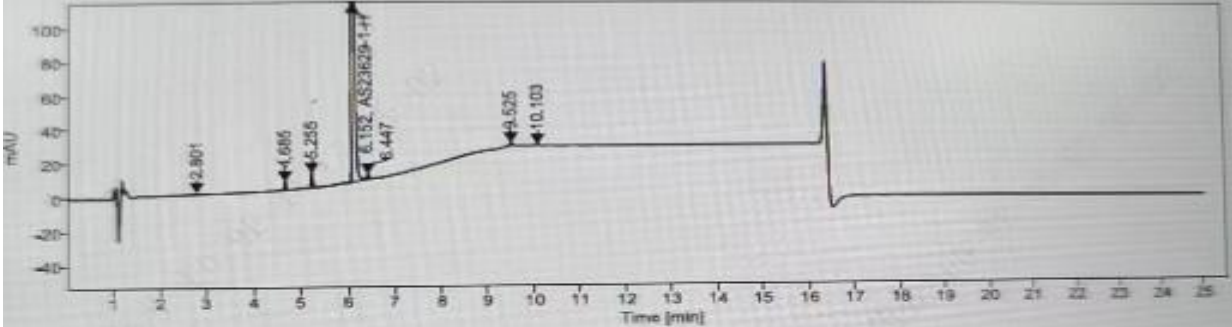


分离纯化报告

样品信息																												
样品名称	As23629-1-H	项目编号	20231204-1157																									
样品性状	无色胶状	样品重量	/																									
收样日期	2023/11/23	测试期间	2023/11/23~2023/12/26																									
目标物信息																												
 <p>Signal: DAD1A, Sig=220.0, 4.0 Ref=off</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>RT [min]</th> <th>Area%</th> <th>Area</th> <th>Height</th> <th>Name</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2.801</td> <td>0.0729</td> <td>2.172</td> <td>0.66</td> <td></td> </tr> <tr> <td>4.685</td> <td>0.4686</td> <td>14.564</td> <td>4.80</td> <td></td> </tr> <tr> <td>5.255</td> <td>0.8630</td> <td>25.722</td> <td>8.42</td> <td></td> </tr> <tr> <td>6.152</td> <td>98.0091</td> <td>2921.276</td> <td>935.65</td> <td>AS23629-1-H</td> </tr> </tbody> </table>				RT [min]	Area%	Area	Height	Name	2.801	0.0729	2.172	0.66		4.685	0.4686	14.564	4.80		5.255	0.8630	25.722	8.42		6.152	98.0091	2921.276	935.65	AS23629-1-H
RT [min]	Area%	Area	Height	Name																								
2.801	0.0729	2.172	0.66																									
4.685	0.4686	14.564	4.80																									
5.255	0.8630	25.722	8.42																									
6.152	98.0091	2921.276	935.65	AS23629-1-H																								
目标物保留时间	API: 6.152min	面积归一化含量 (210nm, %)	98.0%																									
实验要求																												
制备 API 单杂纯度小于 0.1%																												
试剂信息																												
试剂名称	级别		供应商																									
三氟乙酸	AR		阿拉丁																									
纯水	二级		月旭																									
乙腈	HPLC		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																									



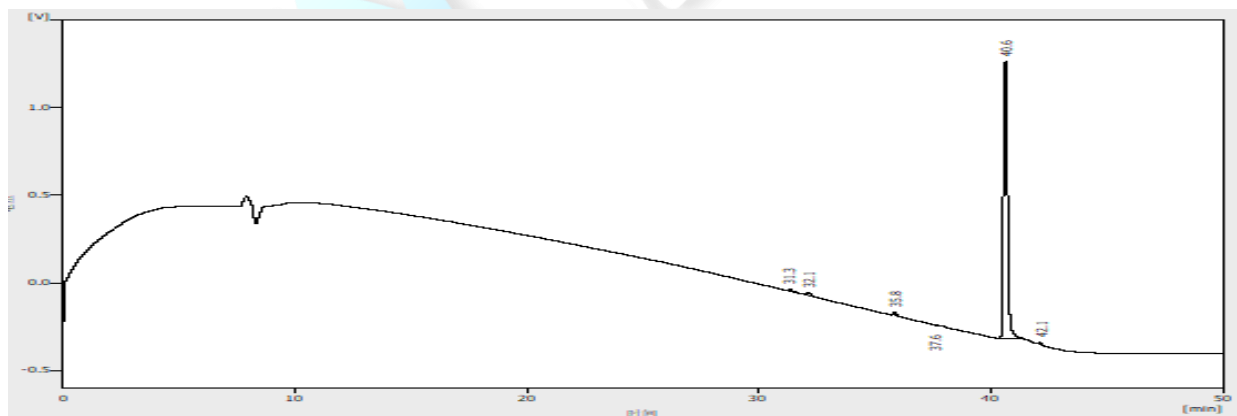
1. 试验过程

1.1. 方法重现

取 10mg 样品，置于 5mL 离心管中，加入 5ml 乙腈，配置成 2mg/ml 的样品溶液，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-C4 (4.6×150mm, 3μm)		
流动相 A	0.1%TFA 水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	0.45ml/min		
进样量	10μl		
柱温	40°C		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	65	35
	35	5	95
	45	5	95
	46	65	35
	56	65	35

分析图谱如图 2 所示：



结果表(不计算) - D:\clarity8.71\Data Files\2023.1\20231204-1157-As23629-T-H-温度量\Data\XB-C4\结果表 99

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.p]	不对称因子 [-]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	31.303	107.518	0.5	142765	1.654		1.305
2	32.142	163.873	0.8	338657	1.443	3.044	1.261
3	35.847	198.688	1.0	410635	1.246	16.708	1.130
4	37.568	58.277	0.3	312761735	208.000	14.865	104.500
5	40.615	19717.939	96.9	240333	1.191	17.975	1.187
6	42.108	102.423	0.5	339898	1.194	4.828	1.092
	合计	20348.719	100.0				

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



结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 40.6min 为目标物。

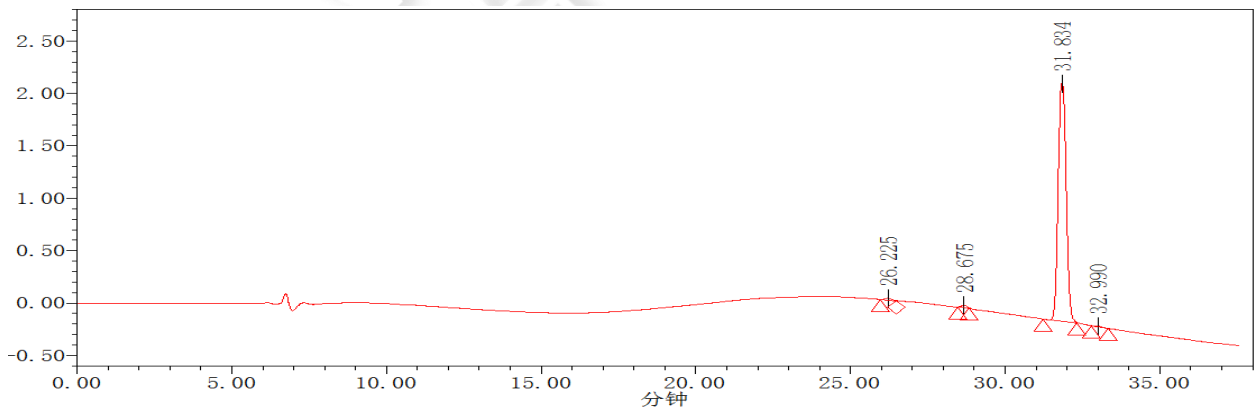
1.2. 分离纯化过程

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：

色谱柱	Ultimate XB-Phenyl (4.6×250mm, 10μm)		
流动相 A	0.5%TFA 水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	0.45ml/min		
进样量	10μl		
柱温	40°C		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	65	35
	35	5	95
	45	5	95
	46	65	35
	56	65	35

分析图谱如下图 3 所示：



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	26.23	332687.56	38262.21			0.81
2	28.68	254816.21	113333.35	5.08	0.92	0.62
3	31.83	40261323.56	81241.43	7.97	1.12	98.36
4	32.99	84289.59	44078.63	2.35	1.43	0.21

图 2 方法开发分析图谱



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

1.2.2. 样品制备

样品溶解:称取样品 500mg 至 50ml 容量瓶中,加入 30ml 乙腈超声溶解后再加纯水稀释至刻度,即得,使其浓度为 10mg/ml,制备液相条件如下所示:

仪器	Sail1000		
色谱柱	WelFlash Phenyl,Regular20-40um		
流动相 A	0.5%TFA		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	10ml/min		
进样量	200mg		
柱温	室温		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	50	50
	40	5	95
	55	5	95
	56	50	50
	66	50	50

制备图谱如图 4 所示:

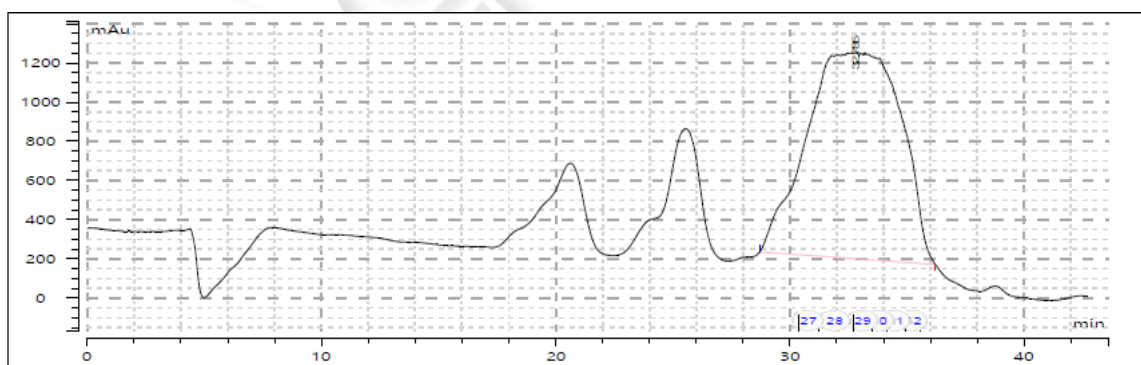


图 4 粗品制备图

经过制备,收集到目标馏分,用方法 1.1 进行馏分分析。

1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中收集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

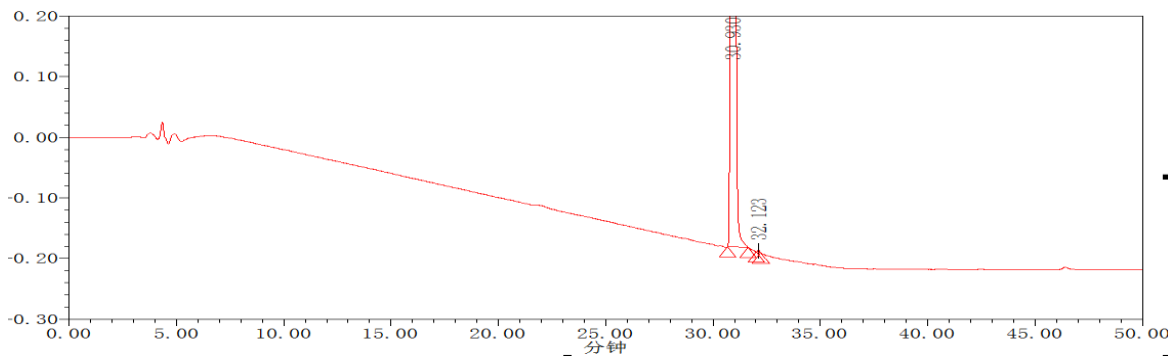
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



示：



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	30.93	35557102.59	197353.17		1.10	99.94
2	32.12	22897.56	403579.50	4.95	1.08	0.06

图5 制备液分析图谱

空白分析图谱如图6所示

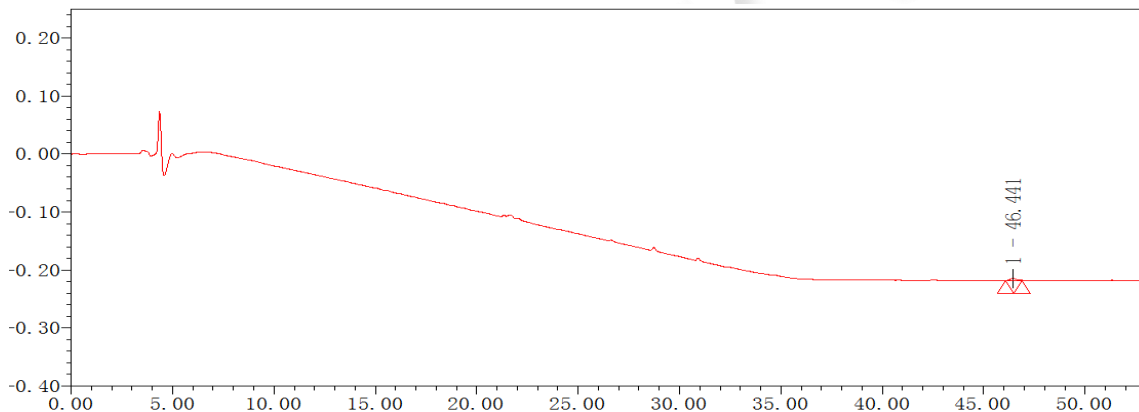


图6 空白分析图谱

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 99.94%（210nm），单杂纯度小于 0.1%，纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 WelFlash Phenyl,Regular20-40um 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 200mg 时，制备收集到的目标物纯度为 99.94%（210nm），单杂纯度小于 0.1%，制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期: 2023/12/28

