

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	聚合物杂质	项目编号	20240130-105
样品性状	白色粉末	样品重量	1g
收样日期	2024/01/30	测试期间	2024/01/30~2024/02/02
目标物信息			
目标物保留时间	杂质：3.7min	面积归一化含量 (214nm, %)	/
实验要求			
制备杂质，杂质纯度 95%以上			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
纯水	二级	月旭	
乙腈	HPLC	月旭	
甲酸	AR	西亚试剂	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
分析液相	Waterse2695	Waters	
制备液相	Sail1000	月旭	

1. 试验过程

1.1. 方法重现

称取 5mg 样品, 加入 5ml 纯水进行溶解, 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 Polar RP(4.6*250mm,5um)
流动相 A	0.1%甲酸水溶液
流动相 B	0.1%甲酸乙腈溶液

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 号楼邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号邮编: 321000

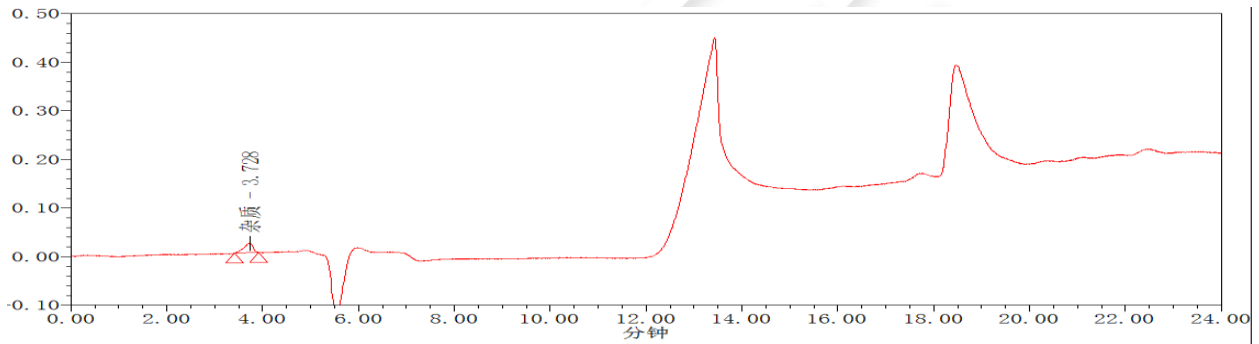
Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼邮编: 211500

Tel: 400-810-6969



流速	0.6ml/min		
进样量	10 μ l		
柱温	室温		
检测波长	214nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	100	0
	5	100	0
	30	10	90
	40	10	90
	41	100	0
	51	100	0

分析图谱如图 2 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	USP 拖尾	对称因子
1 杂质	3.728	267450	1427.166		0.763	0.76

图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 3.728min 为目标杂质。

1.1.1. 样品制备

称取适量样品，加入纯水和乙腈溶解稀释，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	Xtimate Polar RP(10*250mm,5 μ m)
流动相 A	0.1%甲酸水溶液
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	211nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	100	0
	10	100	0
	30	10	90
	40	10	90
	41	100	0
	51	100	0

制备图谱如图 4 所示：

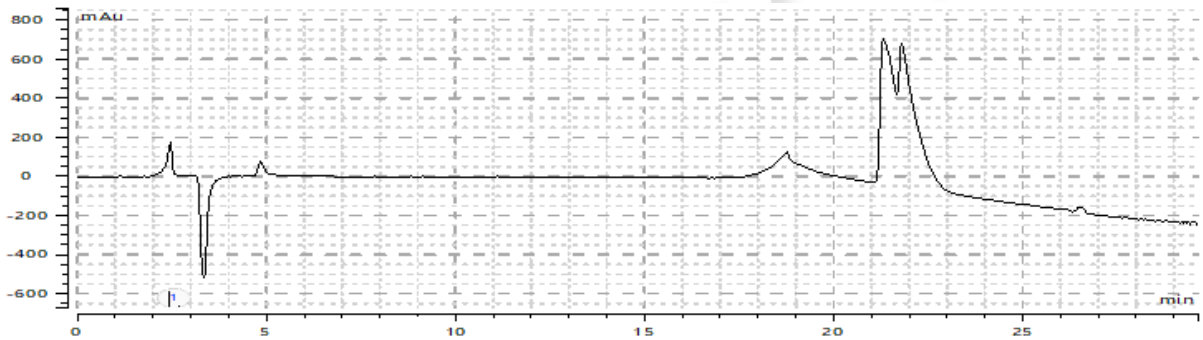
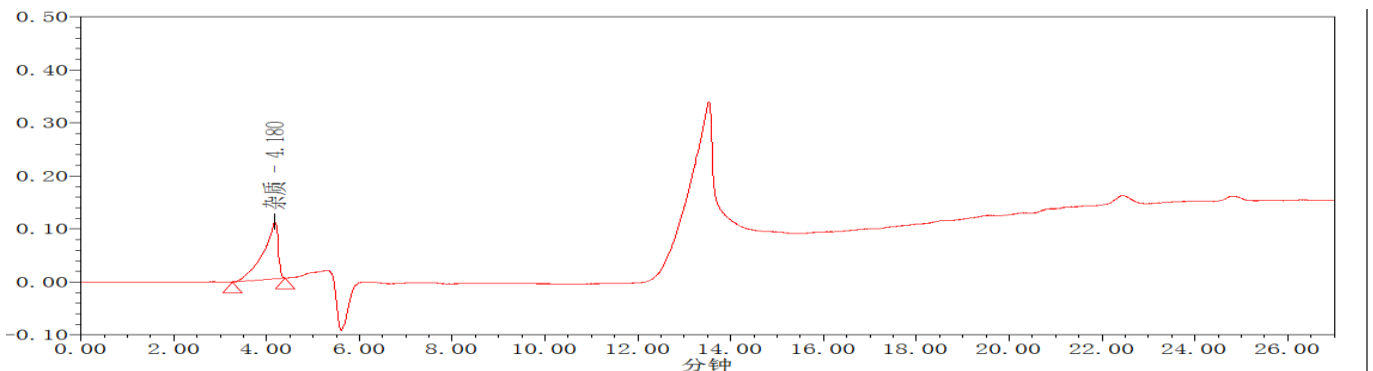


图 4 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分，用干冰加乙醇预冻，然后挂冻干机冻干。

1.1.2. 杂质分析

将 1.1.1 中冻干的杂质进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 5 所示：

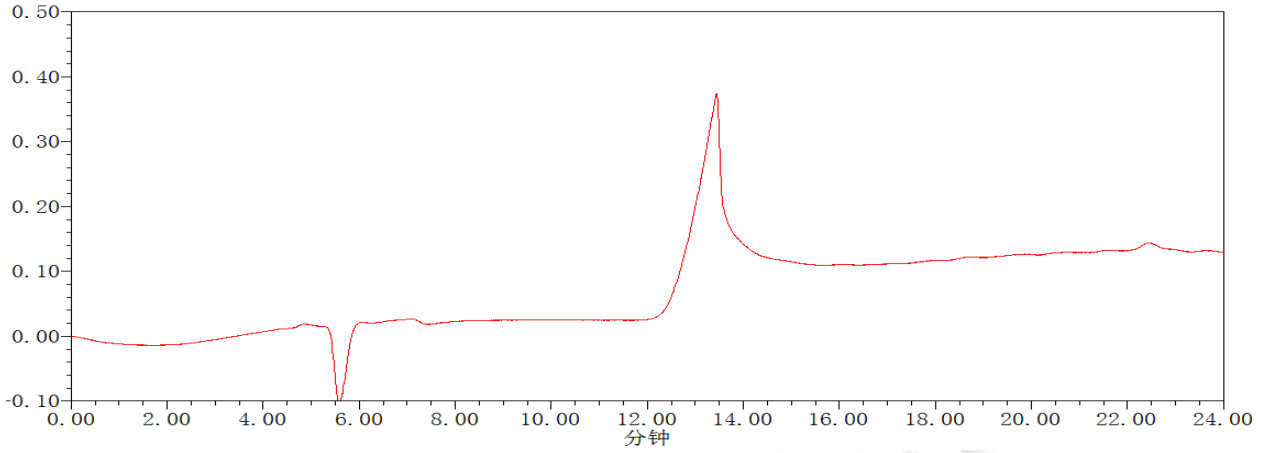


峰结果								
名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾	对称因子	% 面积	% 面积
1 杂质	4.180	2356290	757.153		0.597	0.60	100.00	100.00



图 5 制备液分析图谱

空白分析图谱如图 6 所示



结论：由图可见去除空白后制备液面积归一化含量为 100%（214nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Xtimate Polar RP(10*250mm,5um)在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 5mg 时，制备收集到的目标物纯度为 100%（214nm），制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期:2024/02/18

