

## 分离纯化报告

样品信息			
样品名称	330R1	项目编号	20240624-596
样品性状	黄色粉末	样品重量	6.86mg
收样日期	2024/06/26	测试期间	2024/07/02~2024/07/10
目标物信息			
/			
目标物保留时间	/	面积归一化含量 (254nm, %)	/
实验要求			
分离目标物非对应异构体或其他杂质			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
三氟乙酸	AR	阿拉丁	
乙腈	HPLC	月旭科技	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
高效液相色谱仪	Agilent 1260	安捷伦	
高效液相色谱仪	月旭 Wisys5000	月旭科技	

## 1. 试验过程

### 1.1. 方法开发

流动相配置：

流动相 A：量筒量取 1000mL 纯水，加入 1mL 三氟乙酸，混匀过滤至试剂瓶，超声待用即可。

流动相 B：色谱级乙腈过滤至试剂瓶，超声待用即可

样品配置：

T4 样品溶液：1.5mg/mL 溶于乙醇

按照以下色谱分析方法进行分析：

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

第 1 页 共 5 页

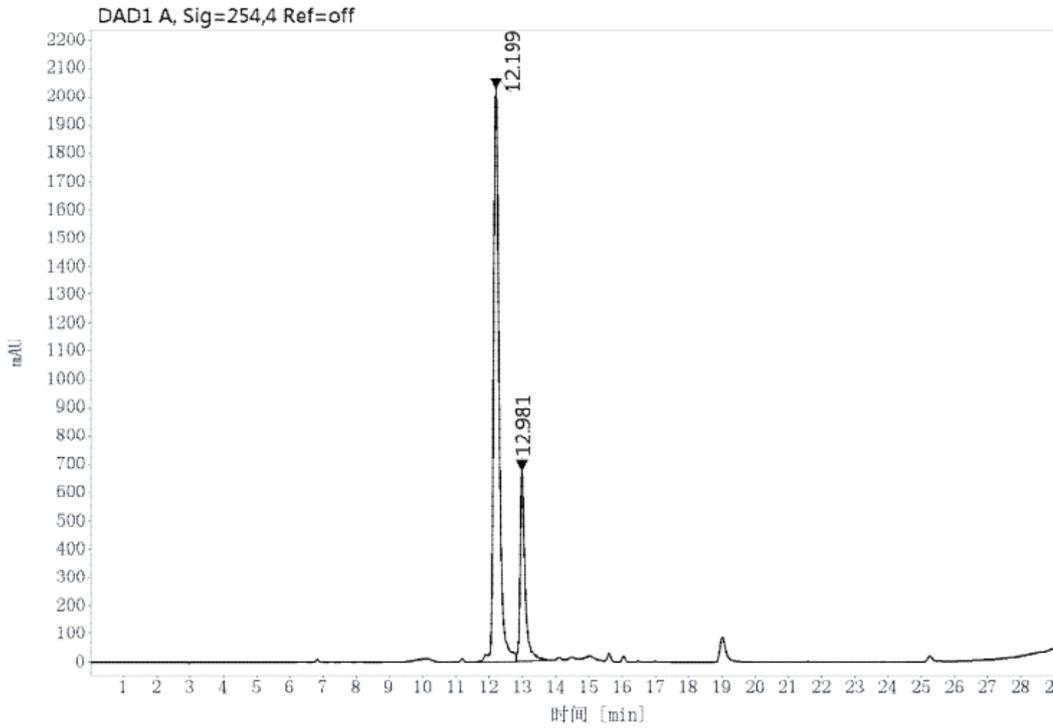
邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

仪器	Agilent 1260		
色谱柱	Ultimate Cellu-JR (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	0.1%TFA		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1mL/min		
进样量	5μl		
柱温	/		
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
	30	10	90

分析图谱如下图所示：



信号:	DAD1 A, Sig=254,4 Ref=off					
化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	12.20	23559.21	77.81		1.38	28542.4
	12.98	6717.08	22.19	3.02	1.66	51187.4

图 1 方法开发图谱

结论：分离出两个色谱峰。



1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 样品制备

按照以下色谱条件进行制备：

仪器	月旭 Wisys5000		
色谱柱	Ultimate Cellu-JR (4.6×250mm,5μm)		
流动相	0.1%TFA: 乙腈		
流速	1mL/min		
进样量	20μl		
柱温	/		
检测波长	254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	80	20
	20	50	50
	20.1	5	95
	25	5	95
	25.1	80	20
	35	80	20

制备图谱如下图所示：

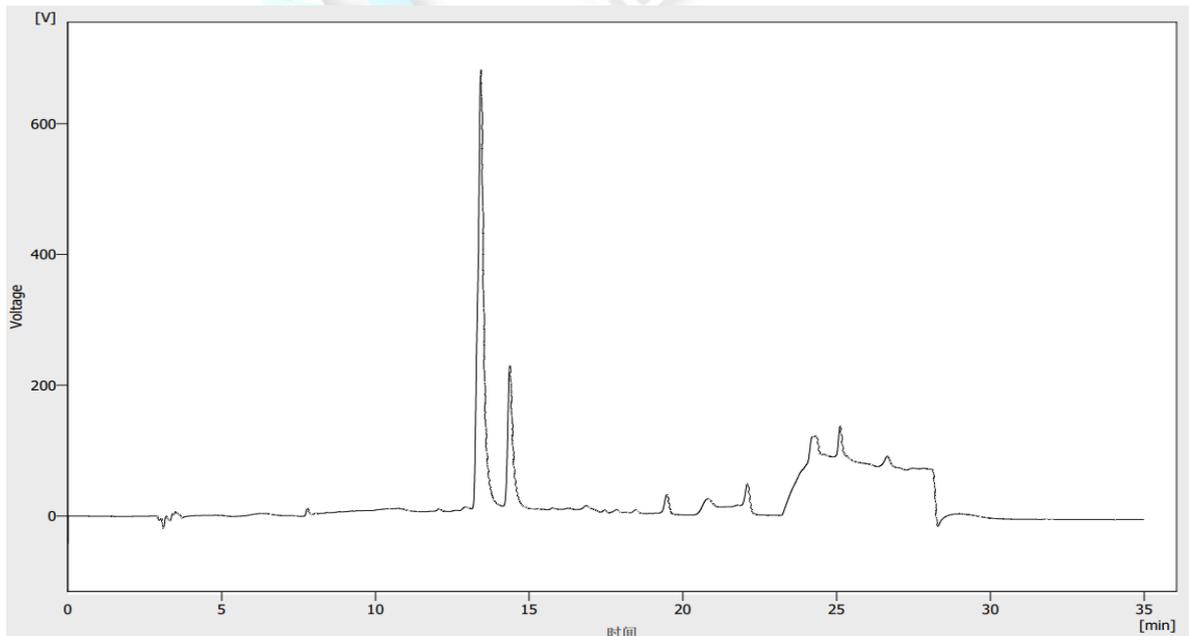


图 2 样品制备图谱

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

第 3 页 共 5 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



收集两个目标峰并进行检测。

### 1.2.2. 馏分分析

将 1.2.1 中收集到的馏分进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.2.1”一致。分析图谱如下图所示：

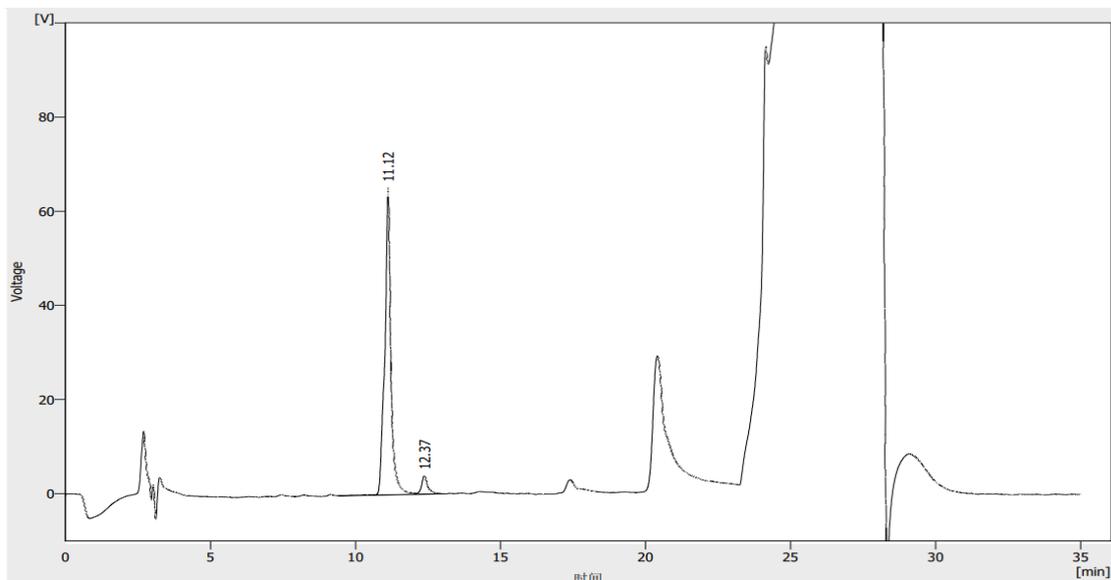


图 3 峰 1 馏分检测图谱

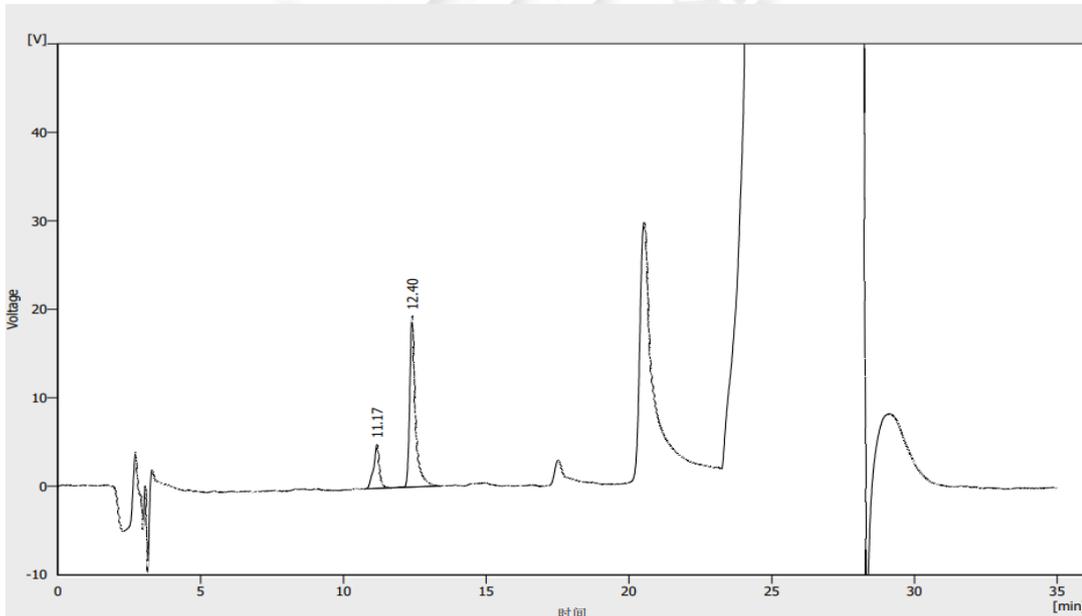


图 4 峰 2 馏分检测图谱



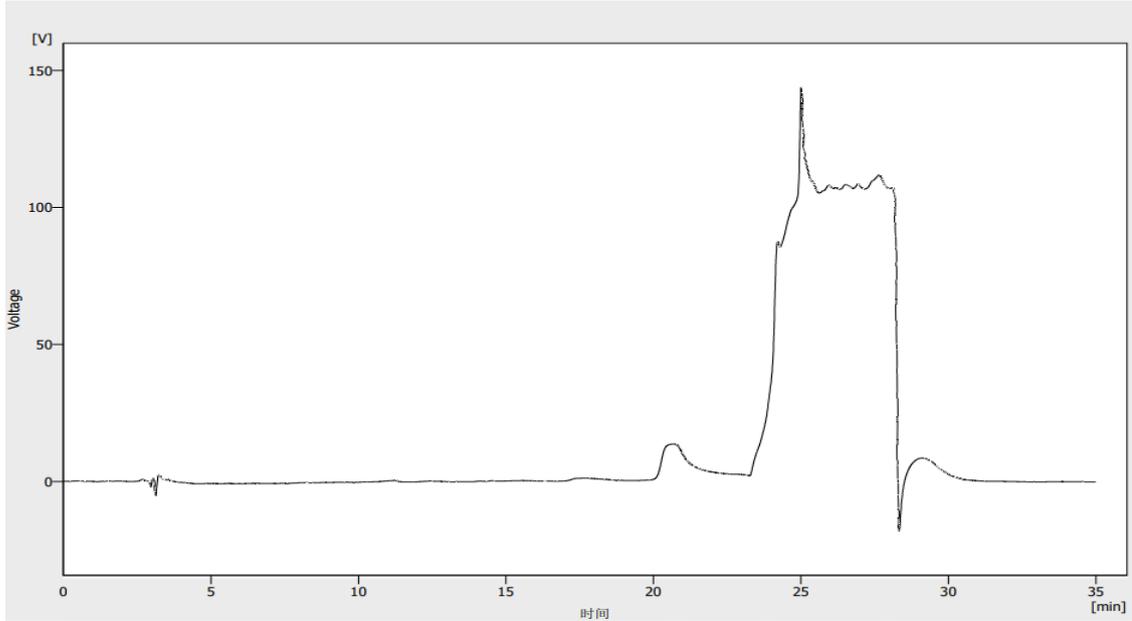


图 5 空白图谱

结论：各组分馏分中含有一目标峰，邮寄由客户质谱确认，峰 1 及峰 2 不是非对应异构体。

## 2. 结论

使用月旭 Ultimate Cellu-JR (4.6×250mm,5μm)，在对应色谱条件下进行制备样品，峰 2 不是峰 1 不是非对应异构体，属于其他杂质，分离满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2024/07/10

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

第 5 页 共 5 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

