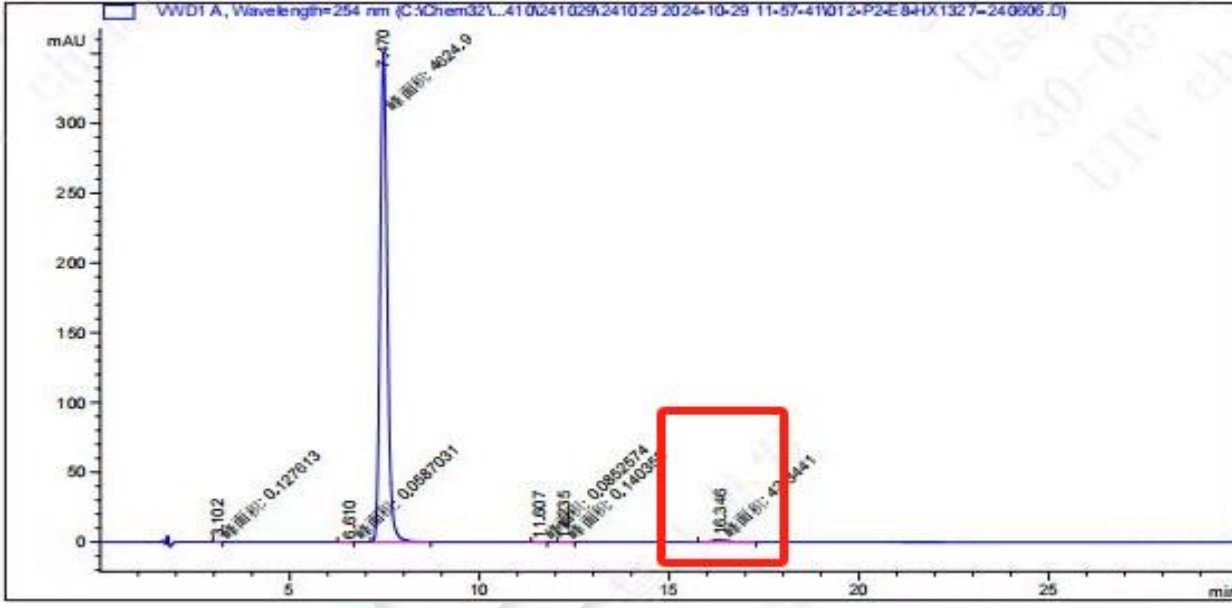


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	HX1327	项目编号	20241031-1040
样品性状	白色粉末	样品重量	200g
收样日期	2024/11/1	测试期间	2024/11/1~2024/11/8
目标物信息			
			
目标物保留时间	目标杂质：16.346min	面积归一化含量 (254nm, %)	0.9%
实验要求			
制备目标杂质，纯度达到 99%以上，交付杂质 300mg			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
三乙胺	AR	麦克林	
纯水	二级	月旭	
甲醇	HPLC	月旭	
四氢呋喃	HPLC	GENERAL-REAGENT	
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	Sail 1000	月旭	

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



1. 试验过程

1.1. 方法重现

取 5mg 样品，置于 5mL 离心管中，加入 5ml 四氢呋喃进行溶解，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 C18 (4.6×50mm, 3μm)		
流动相 A	0.02%三乙胺		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	1.2ml/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	1	99
	30	1	99

分析图谱如图所示：

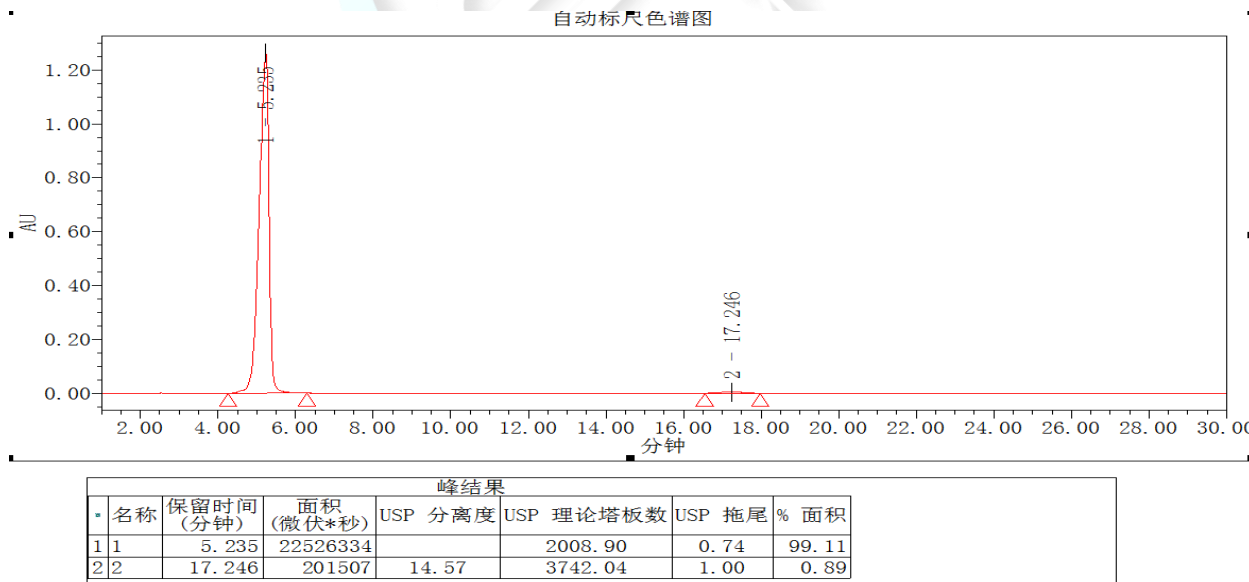


图 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 17.246min 为目标物。

1.2. 分离纯化过程

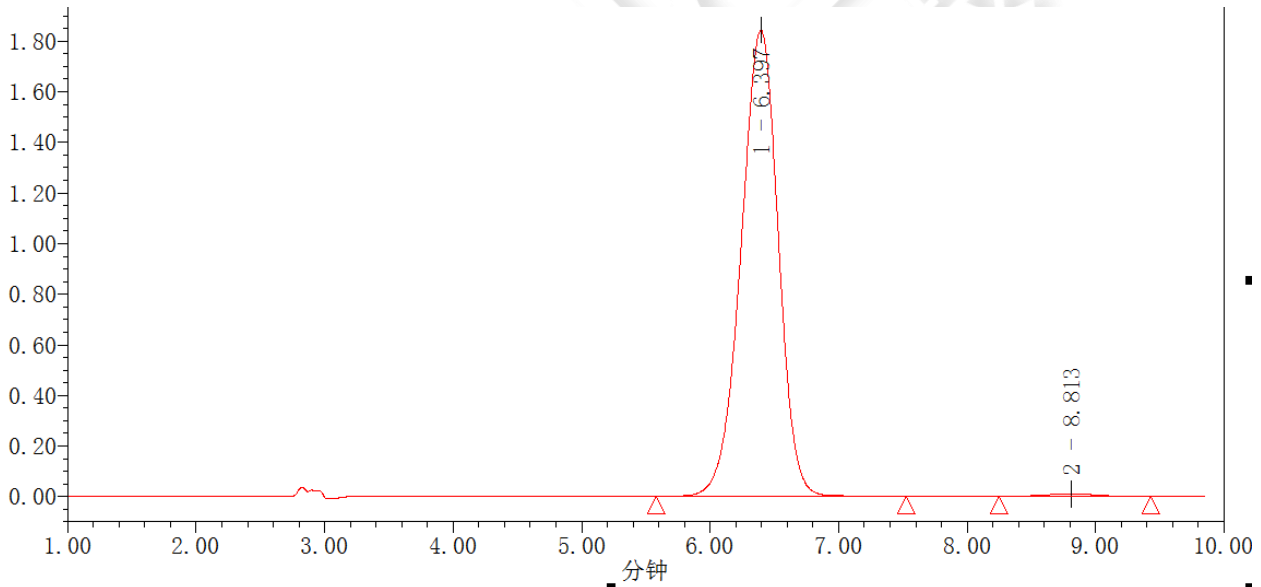
1.2.1. 方法开发



取 1.1 项下的进样小瓶按以下方法进行分析：

色谱柱	Xtimate C18 (4.6×50mm, 3μm)		
流动相 A	甲醇		
流动相 B	四氢呋喃		
流速	1.2ml/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	80	20
	30	80	20

分析图谱如下图 2 所示：



峰结果						
名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 分离度	USP 理论塔板数	USP 拖尾	% 面积
1	6.397	37110177		2353.68	0.93	99.14
2	8.813	323015	3.73	2188.48	1.00	0.86

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. 一分样品制备

称取 1.5g 样品，加入四氢呋喃溶解稀释，过滤，制备液相条件如下所示：

仪器	Sai11000		
色谱柱	Xtimate C18 (50×250mm, 10μm)		
流动相 A	甲醇		
流动相 B	四氢呋喃		
流速	80ml/min		
进样量	1.5g		
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	80	20
	20	80	20

制备图谱如图 3 所示：

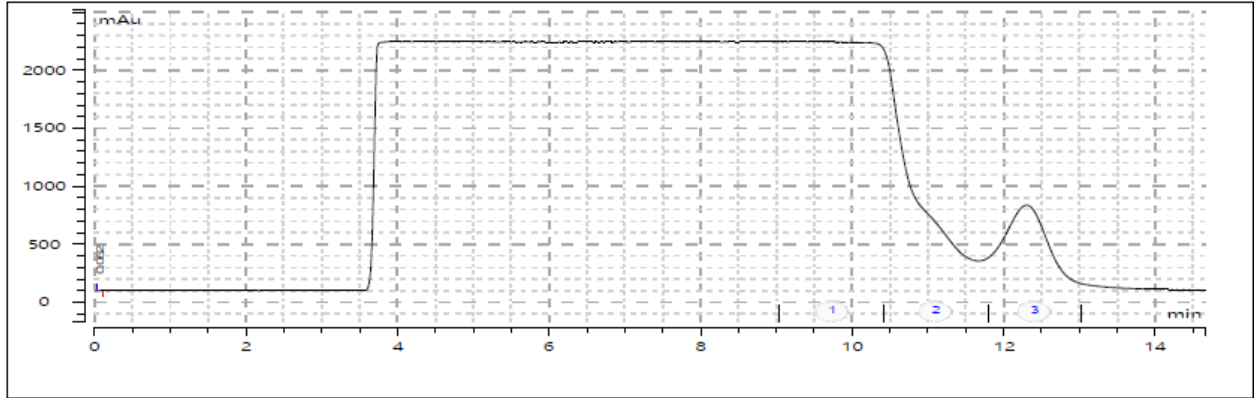


图 3 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分旋蒸浓缩，干燥。

1.2.3. 二分制备

制备方法同方法 1.2.2，制备图谱如图 4 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



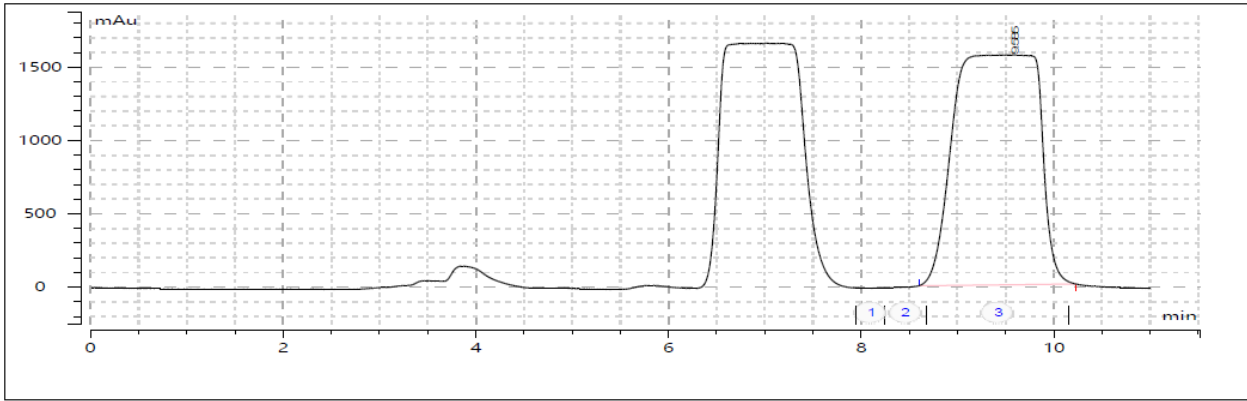
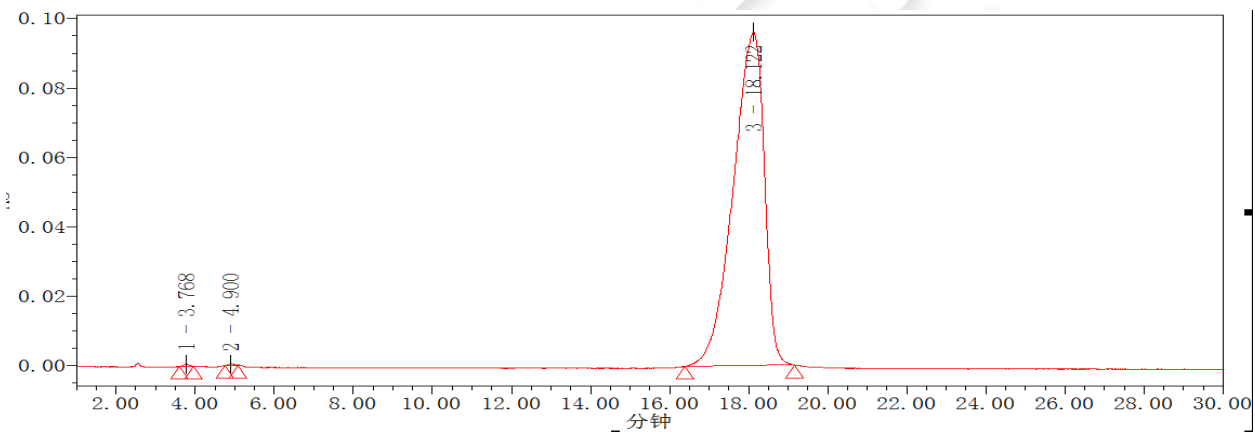


图 4 二分制备图谱

经过制备，收集到目标馏分旋蒸浓缩，干燥。

1.2.4. 杂质分析

将 1.2.3 中旋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 分离度	USP 理论塔板数	USP 拖尾	% 面积
1	3.768	6546		3141.58	1.13	0.12
2	4.900	4341	4.20	5828.32	1.02	0.08
3	18.122	5247561	15.46	2520.83	0.75	99.79

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 99.79%（254nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

按以上方法经过制备样品 130g，最终得到目标杂质 400mg，杂质纯度 99.79%（254nm）。

报告人:Mia

审核人:Jim

日期:2024/11/08

