

测试报告

样品信息			
样品名称	培美曲塞二钠中间体	样品性状	固体、液体
收样日期	2024/11/25	测试期间	2024/12/04~12/17
测试成分及结构式			
名称	结构式	名称	结构式
主成分		杂质 4	
杂质 1		杂质 6	
杂质 2		杂质 8	
杂质 3			
实验要求			
主成分与杂质分离度大于 1.5			
参考方法			
客户			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
甲醇	色谱纯	月旭	
七氟丁酸	/	麦克林	
仪器信息			
测试仪器		仪器型号	
高效液相色谱仪		赛默飞 U3000	

1. 试验过程

1.1. 色谱条件

色谱柱:	Ultimate [®] LP-C18 (4.6×250mm,5μm)
流动相:	流动相 A:0.1%七氟丁酸 流动相 B: 甲醇

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 8 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



流速：	1.0mL/min		
进样量：	5 μ L		
柱温：	30 $^{\circ}$ C		
检测器：	UV		
检测波长：	210nm/240nm		
梯度程序	时间	0.1%七氟丁酸	甲醇
	0	95	5
	5	95	5
	35	10	90
	40	10	90
	41	95	5
60	95	5	
注意事项	/		

1.2. 溶液配制

1.2.1. 流动相配制

流动相 A：准移取七氟丁酸 1mL，加水稀释至 1000mL，混匀即得；

流动相 B：甲醇（色谱纯）；

1.2.2. 样品配制

主成分：精密称取 0.0060g，加 DMF 0.2mL 使溶解，在加入甲醇制成浓度为 0.5mg/mL 的溶液，作为储备液，取适量用甲醇稀释至浓度为 0.2mg/mL，混匀即得；

杂质 2：精密称取 0.0052g，用甲醇制成浓度为 5mg/mL 的溶液，作为储备液，取适量用甲醇稀释至浓度为 0.1mg/mL，混匀即得；

杂质 1：精密称取 0.0045g，用甲醇制成浓度为 5mg/mL 的溶液，作为储备液，取适量用甲醇稀释至浓度为 0.1mg/mL，混匀即得；

其他杂质：称取适量，用甲醇制成浓度为 0.1mg/mL 的溶液，混匀即得；

混合溶液：取主成分及各杂质储备液适量，用甲醇配制成每 1ml 含主成分 0.2mg、杂质 8 10 μ g、其他杂质（除杂质 4 外）20 μ g 的混合溶液，混匀即得；

2. 谱图和数据

(1) 空白（甲醇）-240nm

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。

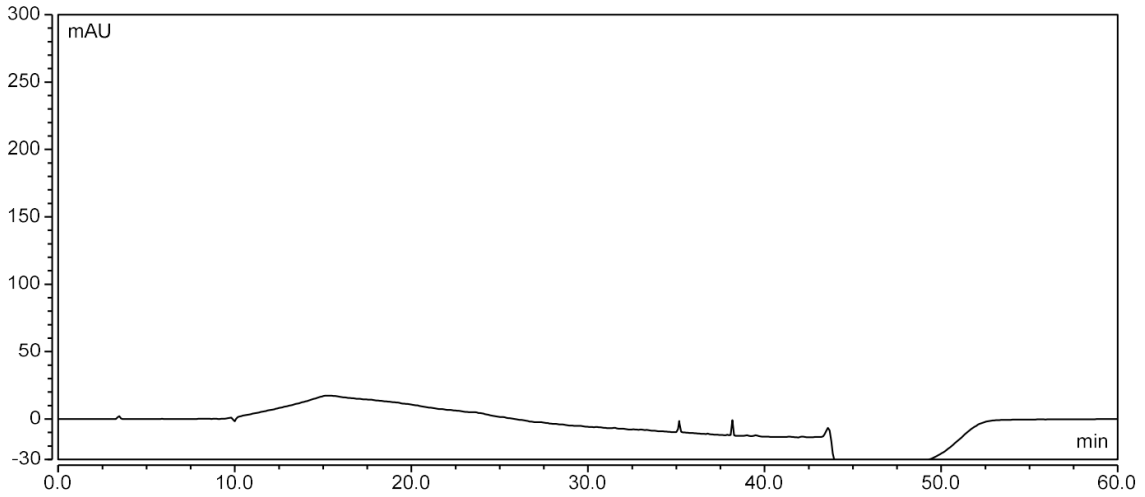
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

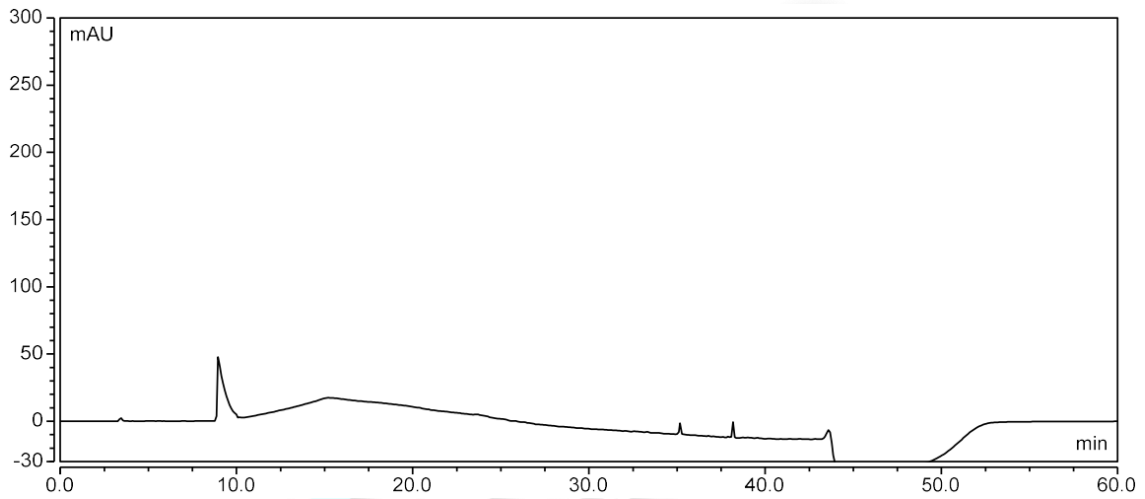
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

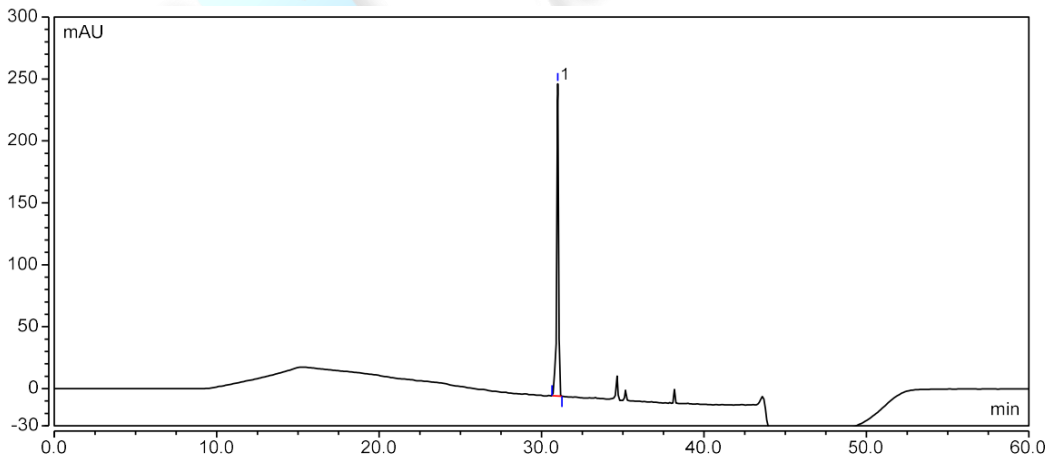




(2) 空白 (DMF) -240nm



(3) 杂质 1



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	杂质 1	31.000	32.703	252.235	0.74	n.a.	459993
Total:			32.703	252.235		0.000	459993.000

(4) 杂质 2-210nm

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。

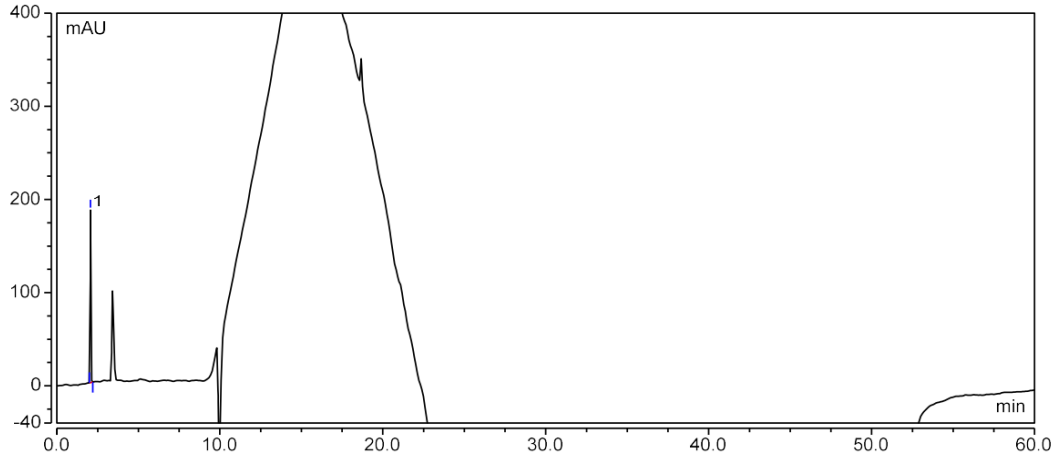
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

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

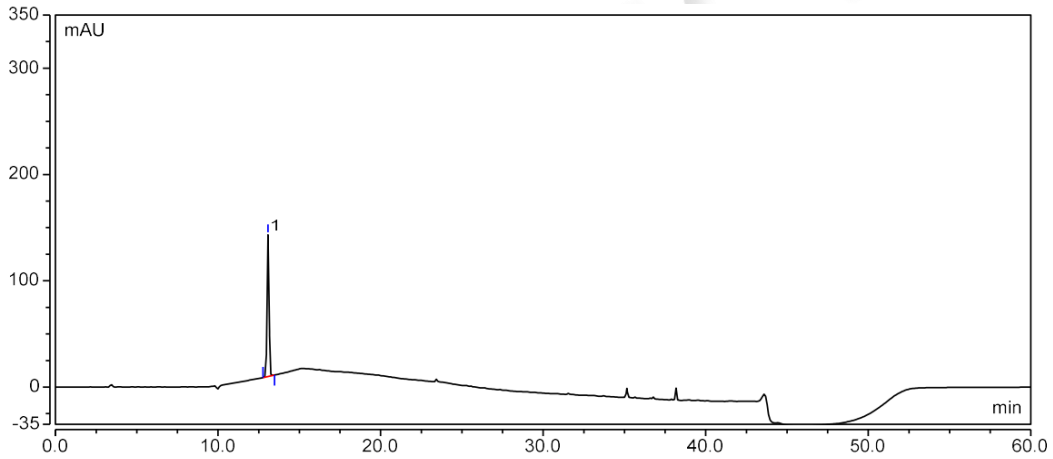
Tel:400-810-6969





Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	杂质2	2.063	7.336	185.064	1.24	n.a.	18834
Total:			7.336	185.064		0.000	18834.000

(5) 杂质 3



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	杂质3	13.073	18.678	133.191	1.02	n.a.	55135
Total:			18.678	133.191		0.000	55135.000

(6) 杂质 4- (乙腈-2mM 乙酸铵=90:10, 质谱全扫)

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。

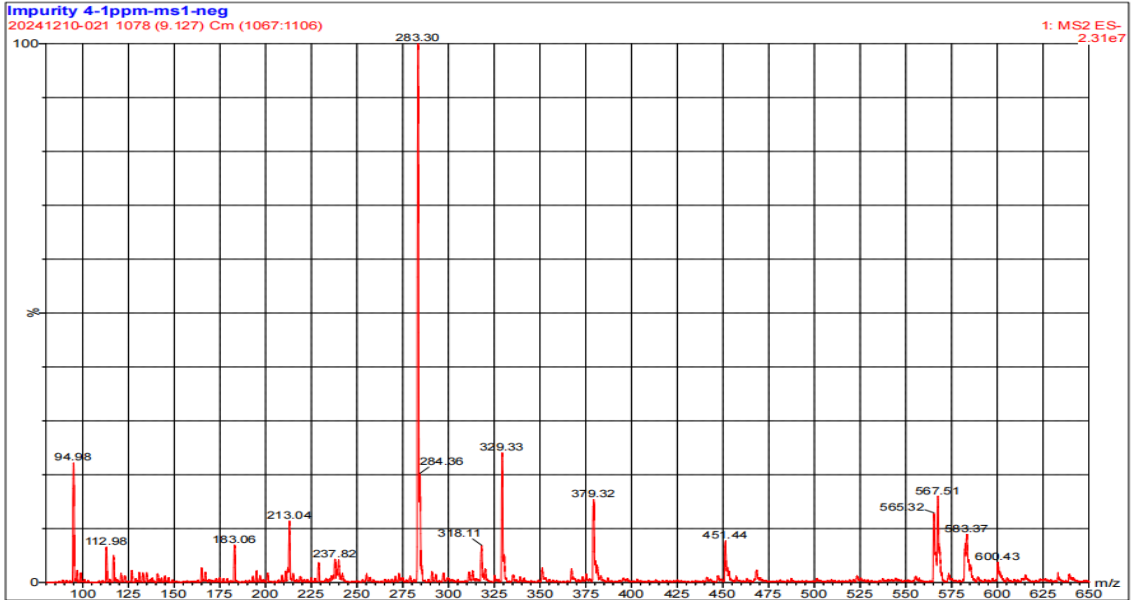
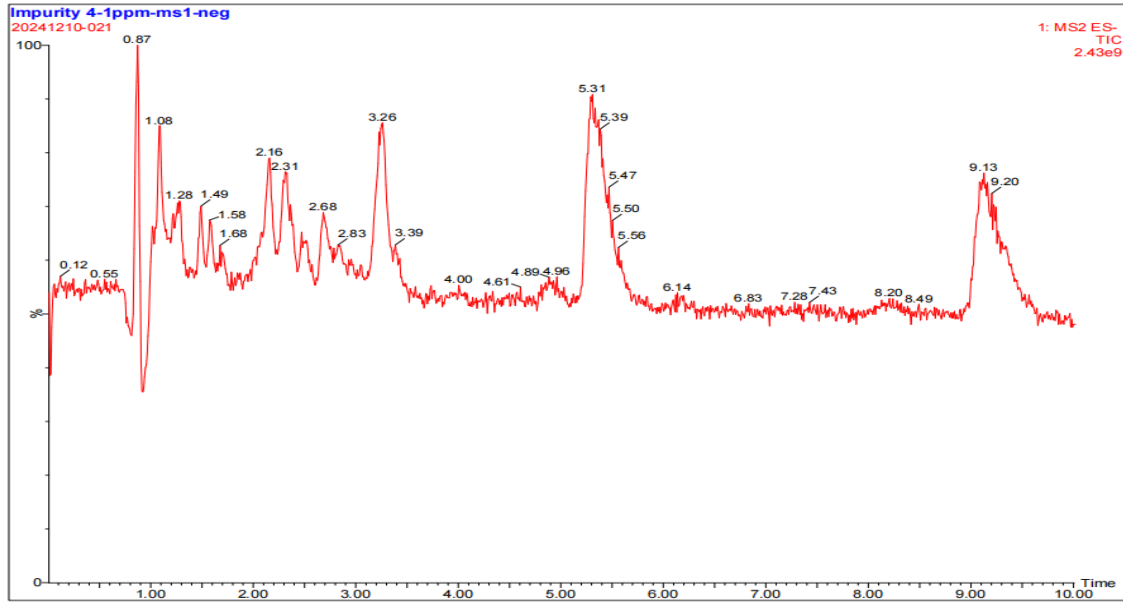
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

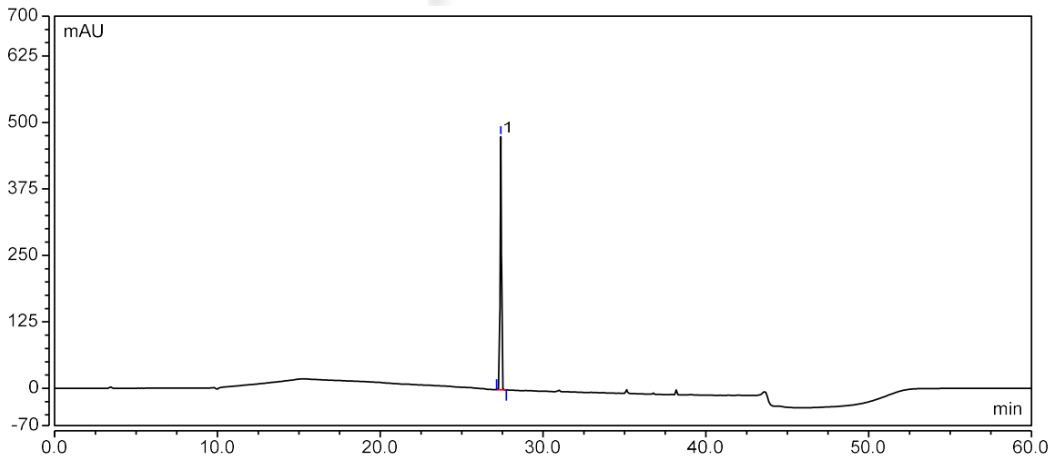
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969





(7) 杂质 6

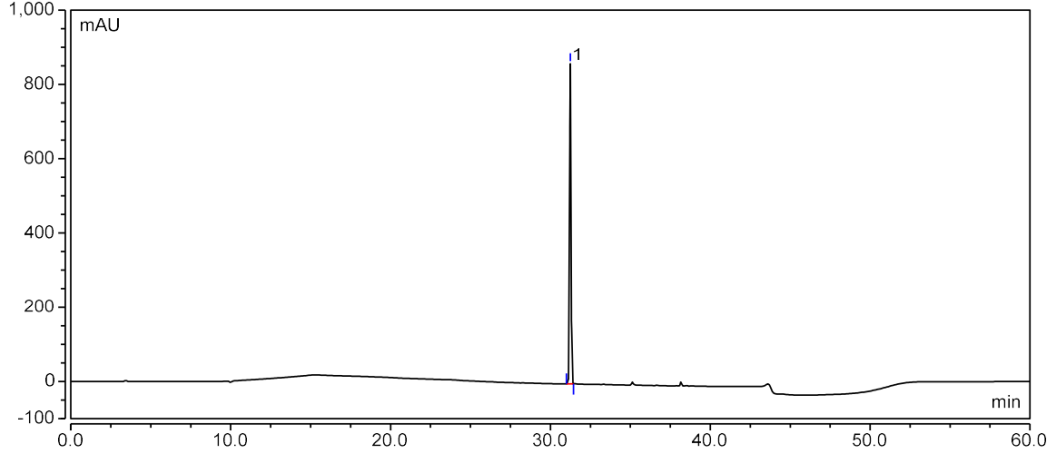


声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel:400-810-6969



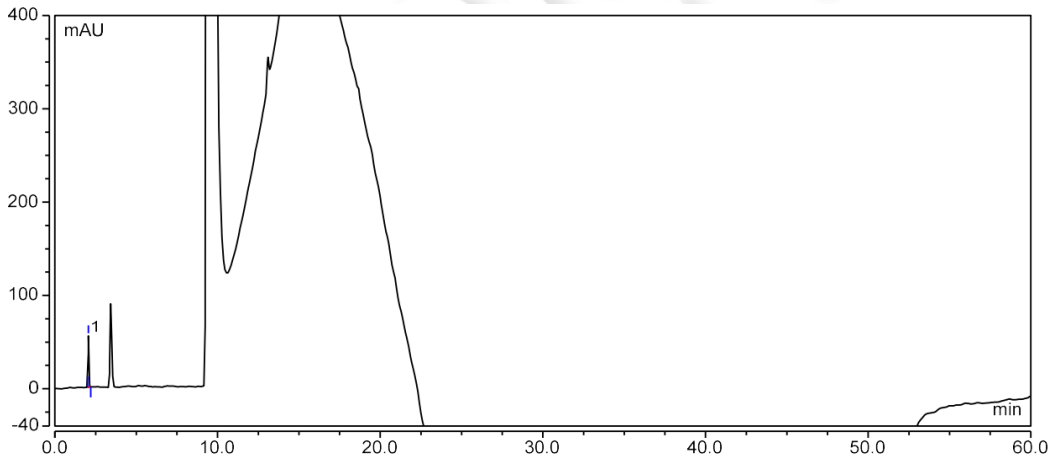
Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	杂质6	27.400	43.523	475.919	1.01	n.a.	585578
Total:			43.523	475.919		0.000	585578.000

(8) 杂质 8



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	杂质8	31.250	85.281	862.100	0.99	n.a.	646812
Total:			85.281	862.100		0.000	646812.000

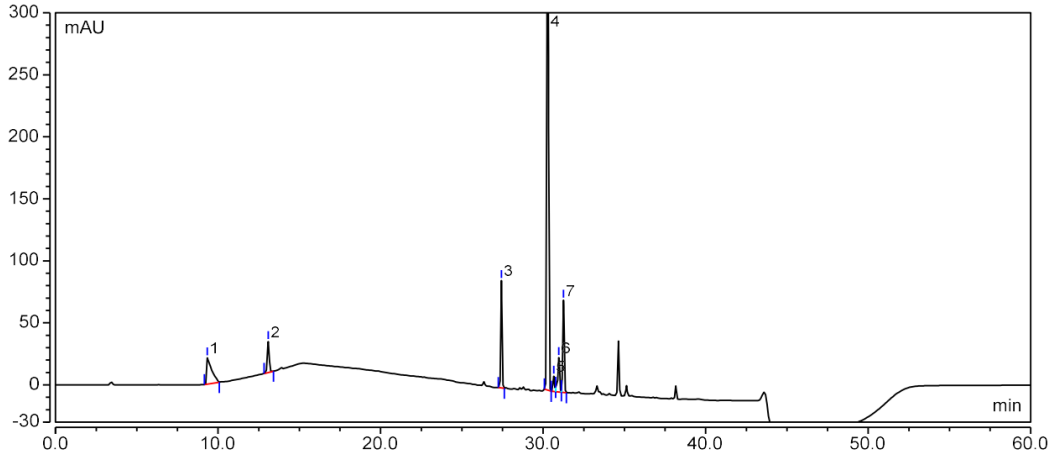
(9) 混合溶液-210nm



Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	杂质2	2.063	2.585	54.942	1.40	n.a.	12847
Total:			2.585	54.942		0.000	12847.000

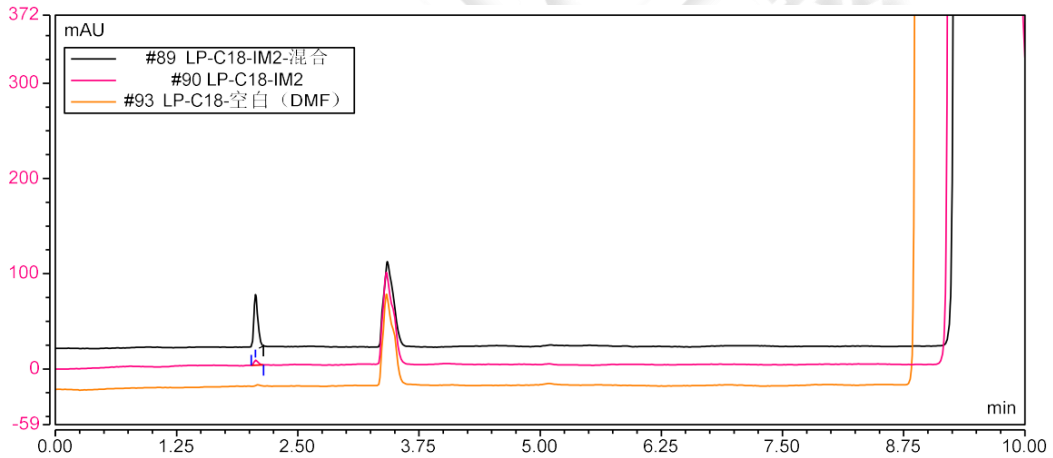
(10) 混合溶液-240nm



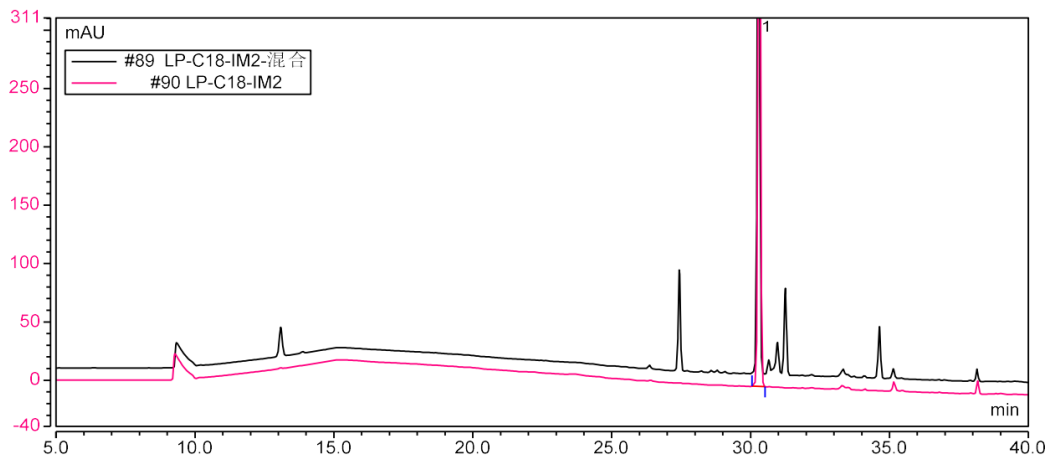


Integration Results							
No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	DMF	9.330	7.698	21.260	4.86	9.82	4386
2	杂质3	13.087	3.223	24.824	0.99	83.41	66023
3	杂质6	27.433	7.796	86.427	1.00	19.79	603993
4	IM2	30.283	58.163	617.857	0.98	2.42	673714
5		30.650	1.276	12.290	n.a.	1.86	612269
6	杂质1	30.967	3.749	27.620	n.a.	1.70	451554
7	杂质8	31.253	7.329	74.377	0.96	n.a.	652396
Total:			89.234	864.656		118.994	3064335.000

(11) 混合溶液、主成分、空白叠加图-210nm



(12) 混合溶液、主成分叠加图-240nm



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



3. 结论

使用 Ultimate® LP-C18 (4.6×250mm,5μm) 色谱柱，用该方法进行测定，其中杂质 1 为客户自己合成，目标峰前端有杂质未能分开，杂质 4 纯度不够，杂质较多未能判定出目标峰，杂质 2 保留较弱但是该位置并无溶剂干扰，故除杂质 4 外，所有杂质分离度在 1.5 以上，可满足测试要求。

