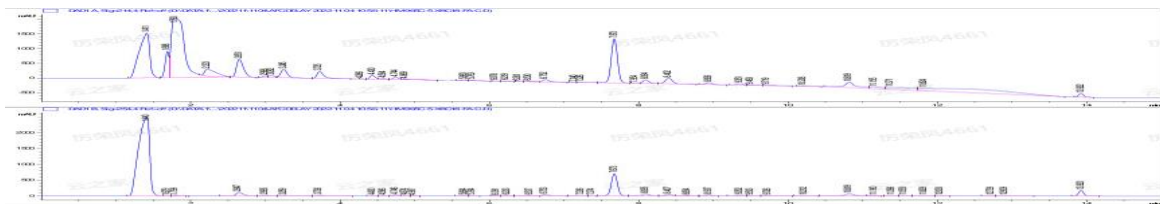
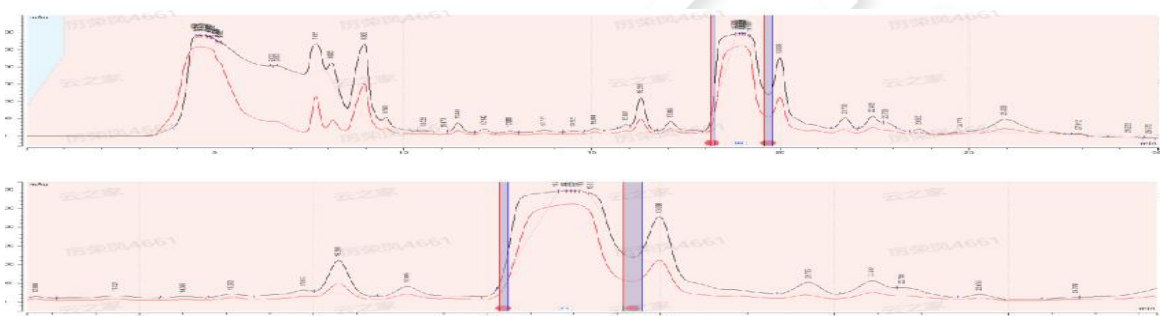


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	HM-965C_5	项目编号	20230309-156
样品性状	固体	样品重量	300mg
收样日期	2023.03.14	测试期间	2023.03.14-2023.03.24
目标物信息			
客户分析图谱如下图所示：			
			
客户制备图谱如下图所示：			
			
目标物保留时间	7.6min	面积归一化含量 (214nm/254nm%)	/
实验要求			
客户实验室用 150mm*250mm 的 DAC 单针上样量为 3g (3g 为此规格柱子理论最大上样量的 10%)，需要月旭实验室开发制备方法，提高上样量，且收集馏分纯度大于 97%；			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
色谱乙腈	色谱级/制备级	月旭	
甲酸	AR	麦克林	
纯水	超纯水	月旭	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
制备型高效液相色谱仪	Sail 1000	月旭	
分析型高效液相色谱仪	Ultimate3000	赛默飞	



1. 试验过程

1.1. 方法重现

称取样品 10.26mg，用 5ml 乙腈+5.26ml 纯水溶解，取 1ml 过滤至进样小瓶，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-C18 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	0.1%FA 水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	20μl		
柱温	室温		
检测波长	214nm/254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	10	30	70
	11	5	95
	13	5	95
	14	70	30
	15	70	30

分析图谱如图 1 所示：

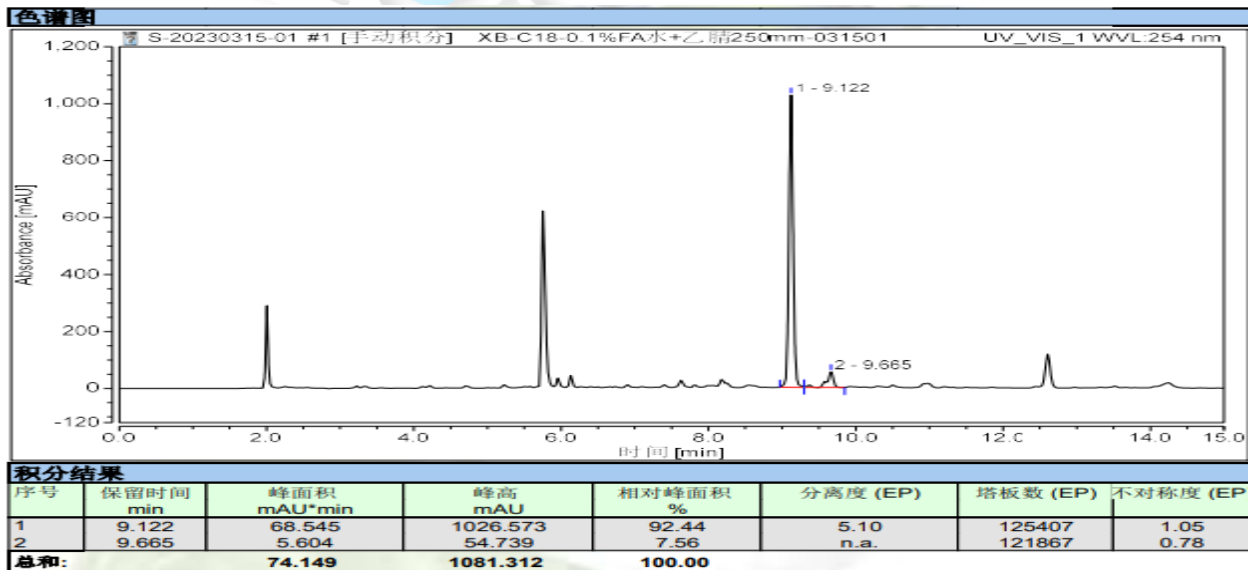


图 1 方法重现图谱



结论： 保留时间 9.1min 为目标物。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

取 1.1 项下的进样小瓶进行分析：

色谱柱	Ultimate Plus-C18 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	0.1%FA 水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	20μl		
柱温	室温		
检测波长	214nm/254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	10	30	70
	11	5	95
	13	5	95
	14	70	30
	15	70	30

分析图谱如下图 2 所示：

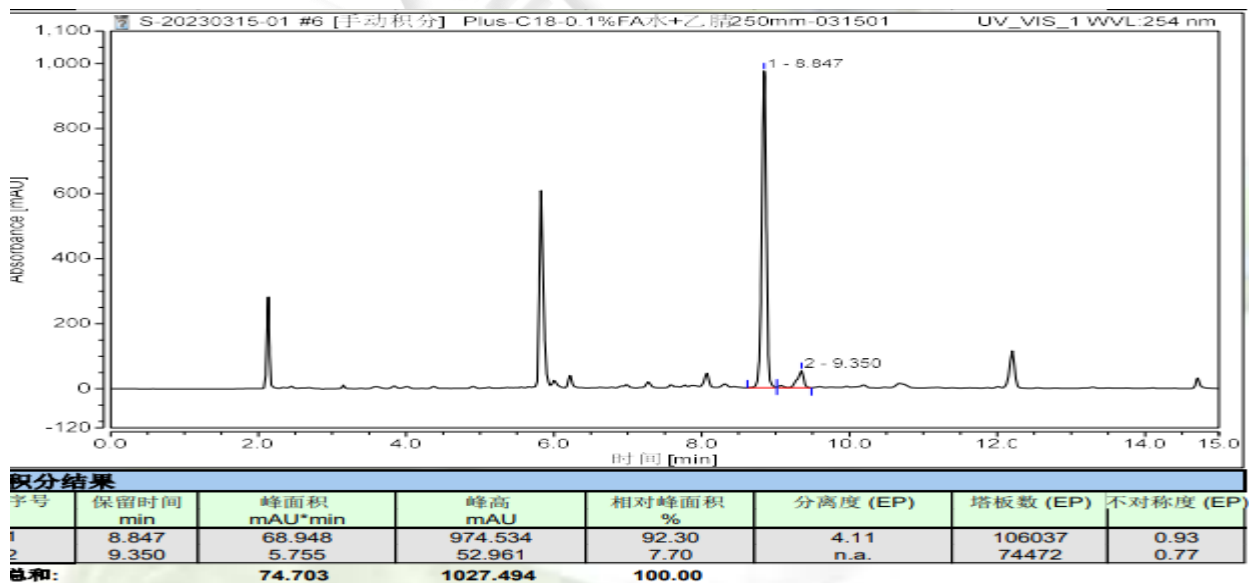


图 2 方法开发图

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



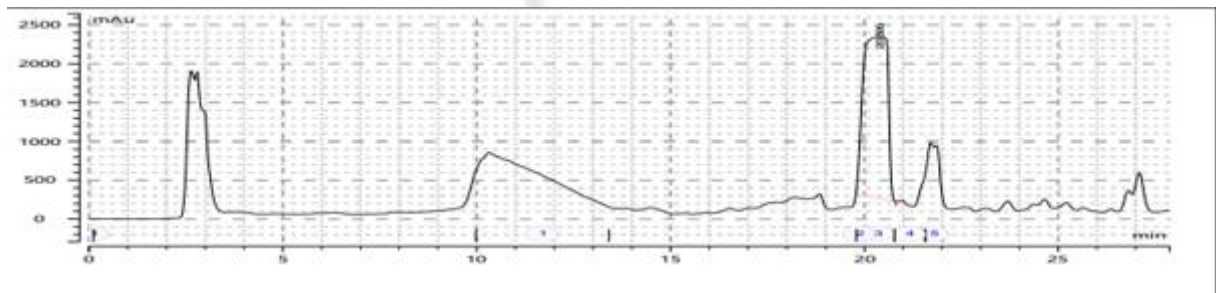
结论：保留时间 8.8min 为目标物。

1.2.2. 样品制备

称取样品 26mg，用 0.5ml 乙腈+0.5ml 纯水溶解，使其浓度为 26mg/ml，过滤即得，制备液相条件如下所示：

仪器	Sail 1000		
色谱柱	Ultimate Plus-C18 10×250mm, 5μm		
流动相 A	0.1%FA		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	5ml/min		
进样量	1mL		
柱温	室温		
检测波长	214nm/254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	25	30	70
	25.01	5	95
	35	5	95
	35.01	70	30
	40	70	30

制备图谱如图 3 所示：



峰列表

plus-c18-26mg-032403- (30-70%) -(UV-ch2-254)

No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	半峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰类型	峰纯度	PDA 匹配名称
1	N.A.	20.395	90120.006	0.848	0.725	2090.091	100.000	BB*	0	

图 3 粗品制备图



1.2.3. 纯度分析

将 1.2.2 中得到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 4 所示：

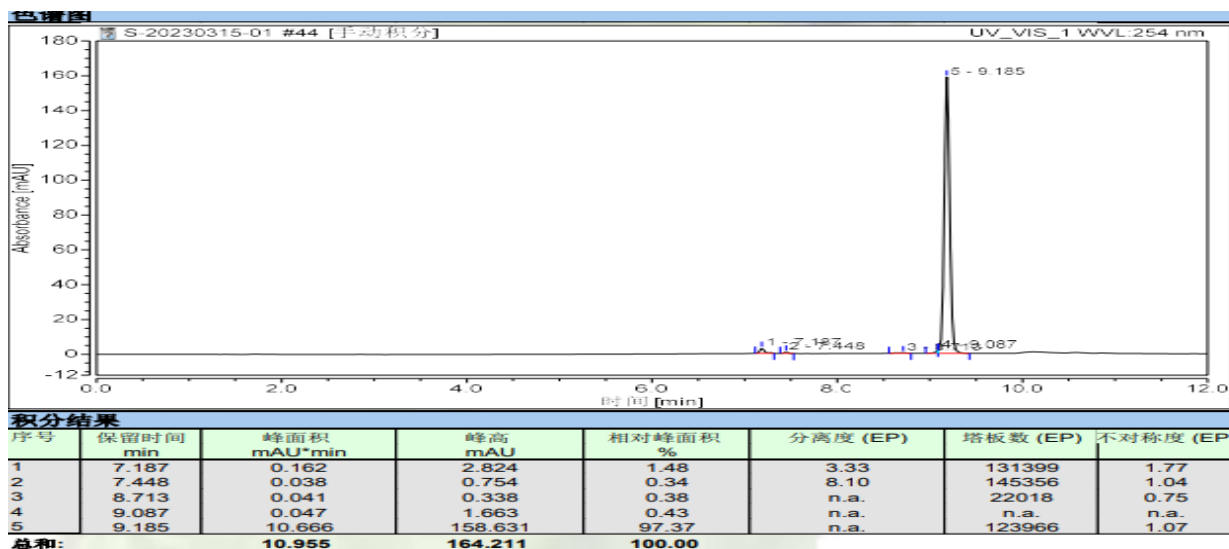


图 4 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 97.3%（254nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® Plus-C18, 10×250mm,5μm（理论最大上样量为 140mg）在此色谱条件下进行制备, 单针上样量为 26mg(26mg 为此规格柱子理论最大上样量的 20%)时收集到馏分纯度为 97.3%（254nm）,制备结果符合客户要求。

日期: 2023.03.24

