

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	PL-0024-067-Z	项目编号	20230619-511
样品性状	固体	样品重量	50mg
收样日期	2023/06/19	测试期间	2023/06/20-2023/06/29
目标物信息			
			
图 1 客户分析图谱			
目标物保留时间	5.75min	面积归一化含量 (210nm, %)	36%
实验要求			
开发出合适的色谱方法，筛选合适的色谱柱分离出目标物质，纯度大于 95%			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
乙酸铵	AR	general-geagent	
纯水	超纯水	月旭	
乙腈	色谱级	月旭	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
分析液相	LC-20AD	岛津	
制备液相	Welprep 2000	月旭	



1. 试验过程

1.1. 方法重现

称取样品 7.5mg,用 3ml 水溶解,取 1ml 过滤至进样小瓶, 即得, 按照以下色谱分析方法进行分析:

色谱柱	Ultimate XB-C4 4.6×150mm,3μm		
流动相 A	10mM 乙酸铵		
流动相 B	乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	20μl		
柱温	30°C		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间	A	B
	0	95	5
	2	95	5
	10	50	50
	13	10	90
	16	10	90
	16.5	95	5
	18	95	5

分析图谱如图 2 所示:

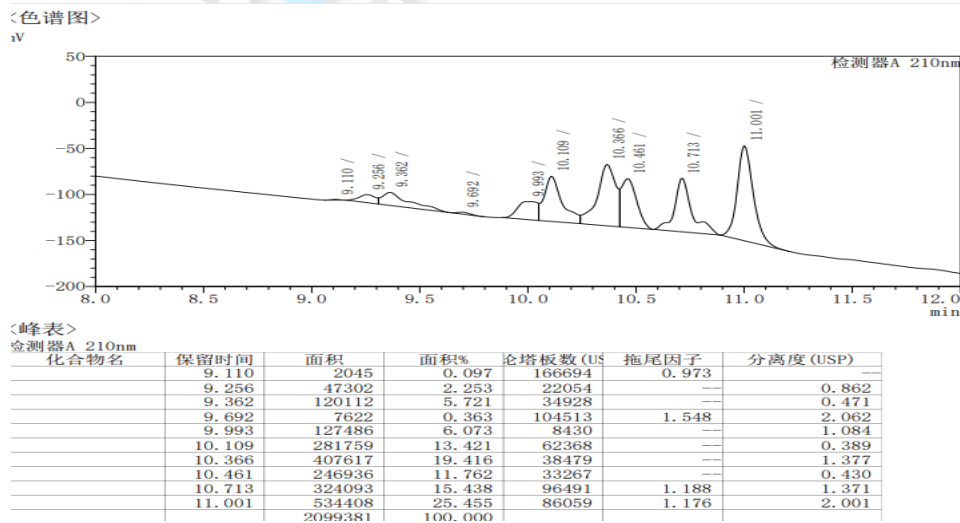


图 2 方法重现图谱

结论: 通过与客户图谱 1 进行比较, 可以确定 11.0min 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，按照以下色谱条件进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-C4 4.6×250mm,5μm		
流动相 A	10mM 乙酸铵		
流动相 B	乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	20μl		
柱温	30°C		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	35	50	50
	36	10	90
	42	10	90
	43	70	30

分析图谱如下图 3 所示：

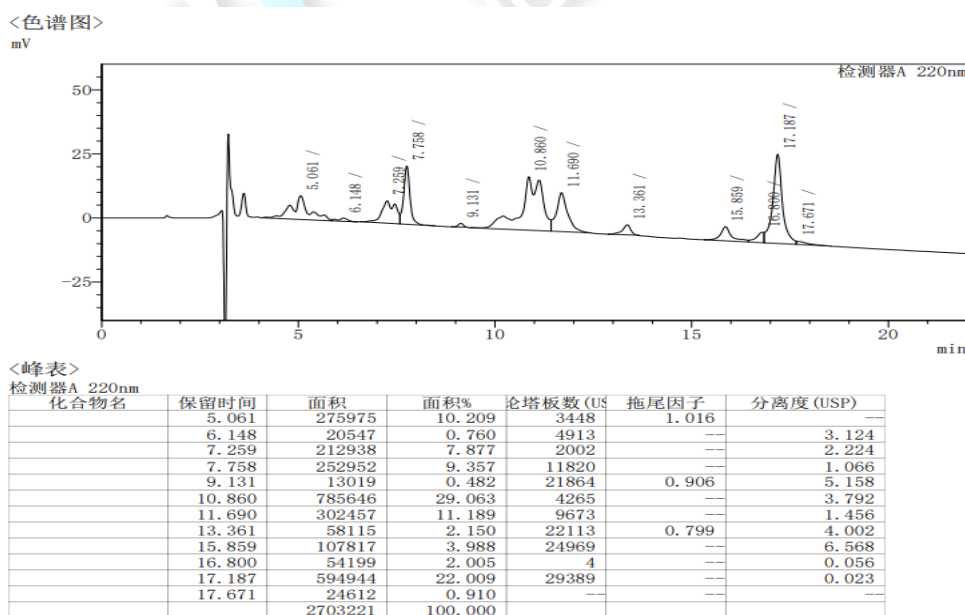


图 3 方法开发图谱

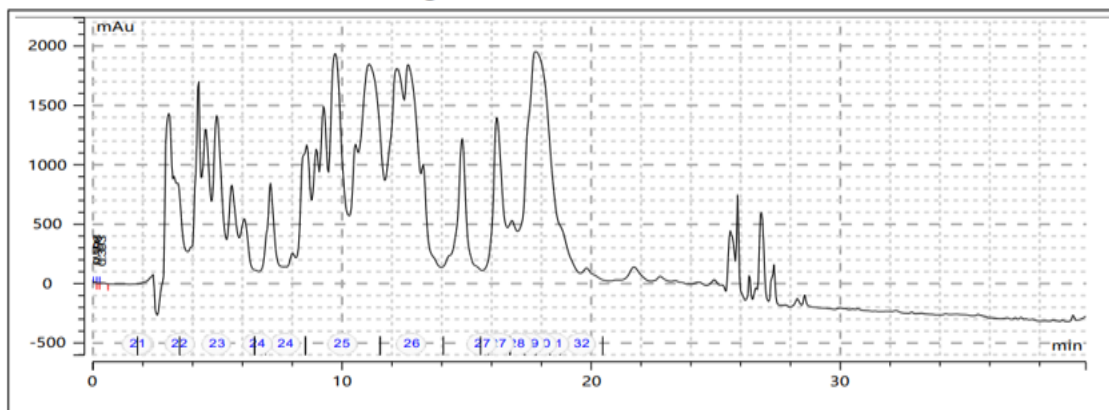


1.2.2. 样品制备

移取约 8mg 的样品，过滤后，按照以下制备液相条件如下所示：

色谱柱	Ultimate XB-C4 10×250mm, 5μm		
流动相 A	10mM 乙酸铵		
流动相 B	乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	20μl		
柱温	30°C		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	35	50	50
	36	10	90
	42	10	90
	43	70	30

制备图谱如图 3 所示：



峰列表

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
1	N.A.	0.067	50.151	0.120	0.072	11.612	45.470	BB
2	N.A.	0.198	5.407	0.096	0.061	1.497	4.902	BB
3	N.A.	0.393	54.736	0.281	0.208	4.405	49.628	BB
4	总计							

图 3 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分 31。

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

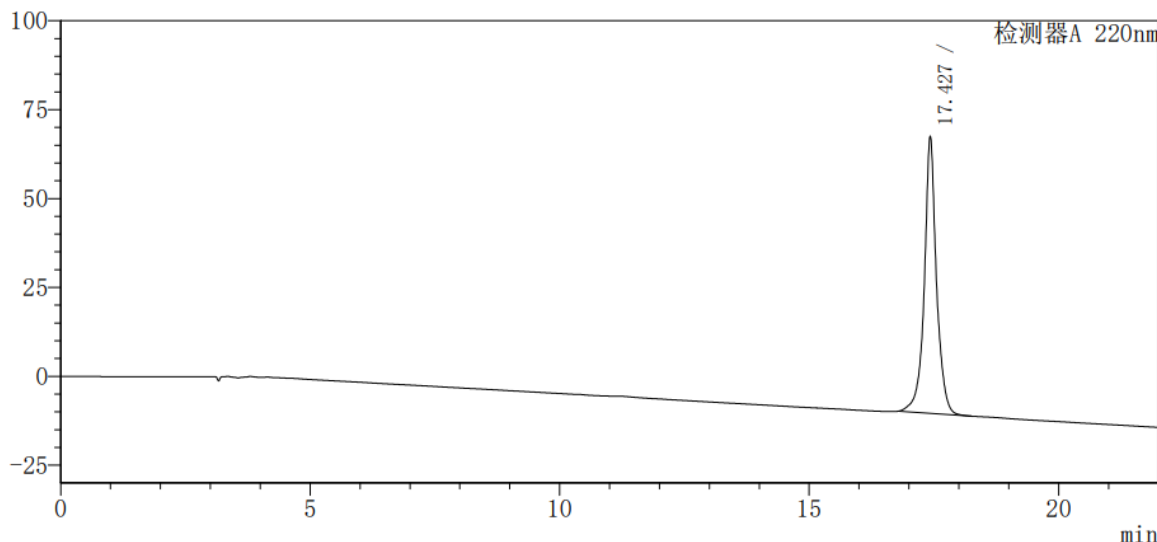


1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中的制备馏分 31，用液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 4 所示：

<色谱图>

mV



<峰表>

检测器A 220nm

化合物名	保留时间	面积	面积%	论塔板数(US	拖尾因子	分离度(USP)
	17.427	1323991	100.000	29058	1.020	--

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 100%（210nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C4（10×250mm,5μm）在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 8mg 时，制备收集到的目标物纯度为 100%（210nm），制备结果满足客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2023/07/08

