

## 分离纯化报告

样品信息			
样品名称	AB175B-23	项目编号	20230706-581
样品性状	油状	样品重量	未知
收样日期	2023/07/12	测试期间	2023/07/12~2023/07/18
目标物信息			
目标物保留时间	目标物 1: 15.049min 目标物 2: 15.268min	面积归一化含量 (220nm, %)	/
实验要求			
目标物 1, 目标物 2 面积归一化含量 $\geq$ 97%, 已知单杂 $\leq$ 1%, 未知杂质 $\leq$ 0.5%			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
三氟乙酸	AR	阿拉丁	
乙腈	AR	月旭	
纯水	二级	月旭	
正己烷	HPLC	麦克林	
异丙醇	HPLC	西格玛	
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	Sail1000	月旭	



## 1. 试验过程

### 1.1. 方法重现

取 15mg 样品，置于 5mL 离心管中，加 5ml 甲醇，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	Ultimate XB-C18 (4.6×150mm, 5μm)		
流动相 A	0.05%TFA 水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	25°C		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	95	5
	1	95	5
	10	0	100
	30	0	100

分析图谱如图 2 所示：

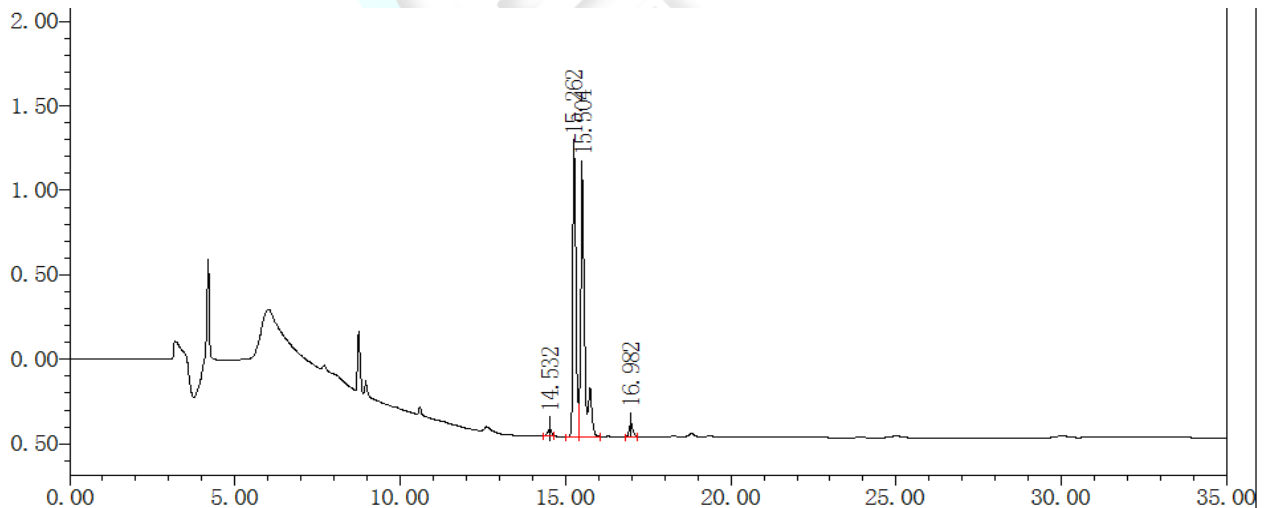


图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 15.262min 为目标物 1、15.304min 为目标物 2。

### 1.2. 分离纯化过程

#### 1.2.1. 方法开发

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



仪器信息	Welprep 2000		
色谱柱	Ultimate SiO <sub>2</sub> (4.6×250mm,10μm)		
柱压	4.87MPa		
流动相	流动相 A:正己烷 流动相 B:异丙醇		
柱温	25℃		
检测波长	210nm		
流速	1ml/min		
进样量	10ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	98	2
	30	98	2

按以上方法进行分析，分析图谱如下图 3 所示：

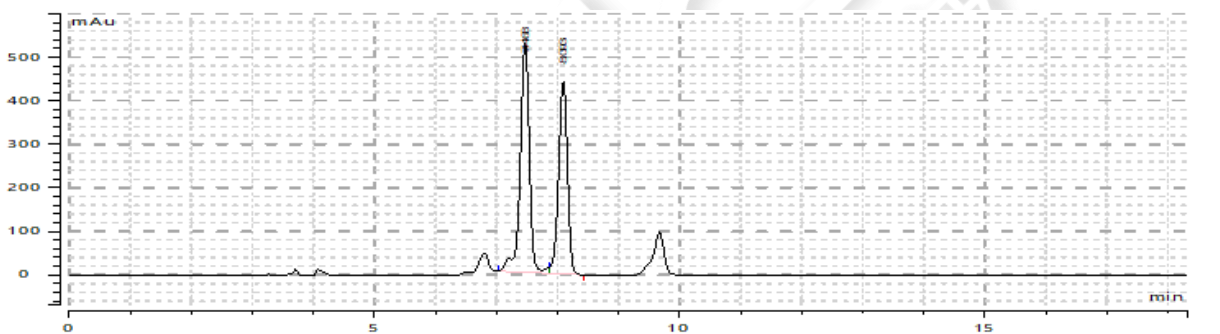


图 3 SiO<sub>2</sub> 分析图

结论：目标物 1 与目标物 2 分离度为 2.5，使用该方法进行制备。

### 1.2.2. 样品制备

称取 30mg 客户寄送的样品至离心管中，加入 5ml 正己烷进行溶解，使其浓度为 6mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器	Sail1000
色谱柱	Ultimate SiO <sub>2</sub> (21.2×250mm,10μm)
流动相 A	正己烷
流动相 B	异丙醇
流速	15ml/min
进样量	1mL

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



柱温	室温		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	98	2
	40	98	2

制备图谱如图 4 所示：

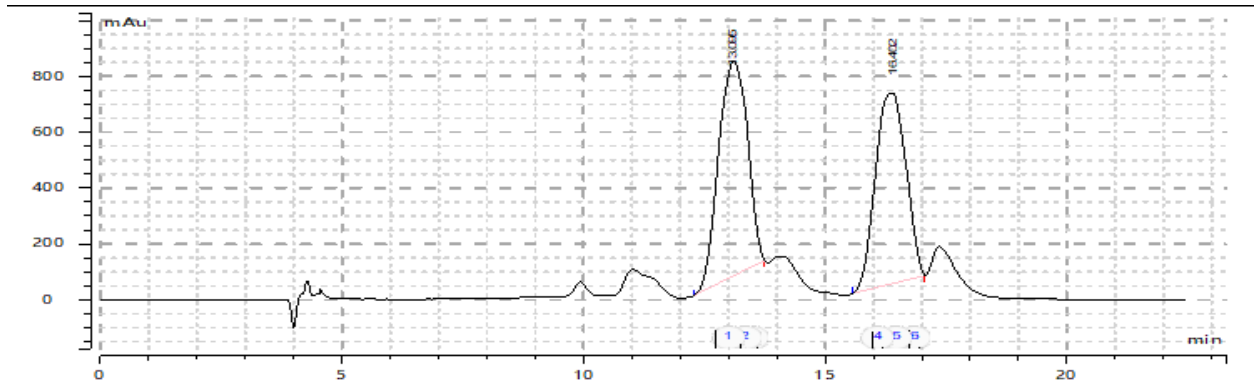


图 4 粗品制备图

经过制备，收集到目标物 1 馏分和目标物 2 馏分进行氮气吹干，吹干后的目标物 1 和目标物 2 加入 2ml 甲醇进行溶解。

### 1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中吹干溶解后的目标物 1 和目标物 2 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、图 6 所示：

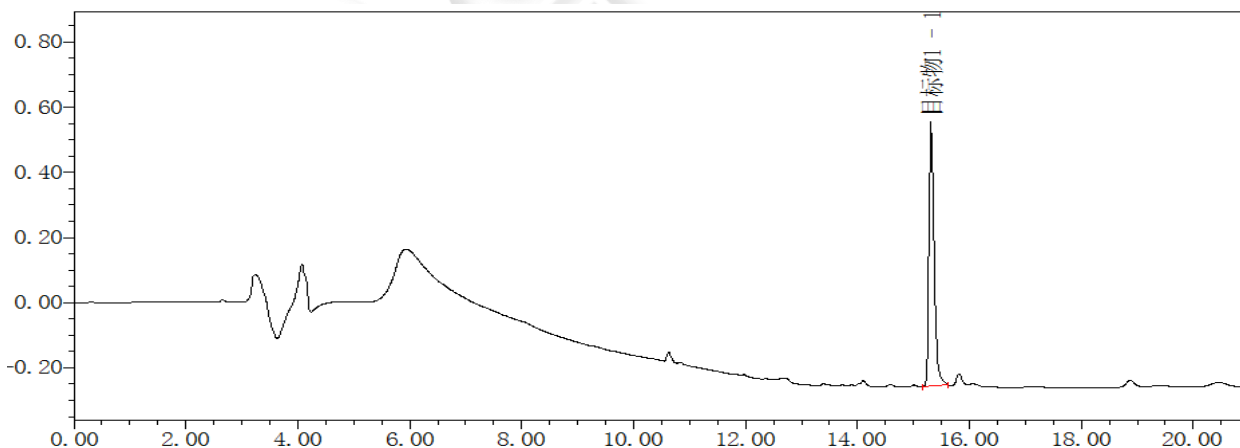


图 5 目标物 1 分析图谱



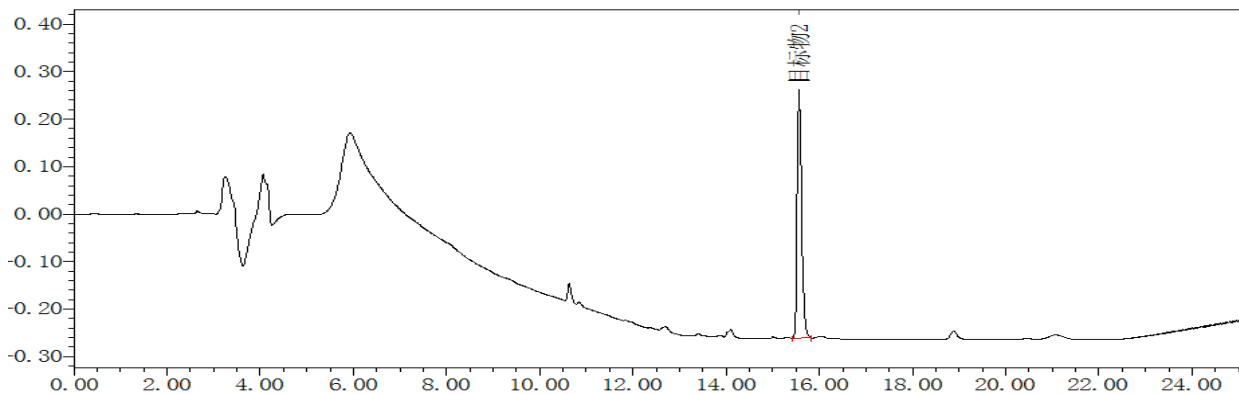


图6 目标物2 分析图谱

结论：由图可见此方法可以分离目标物1 和目标物2。

## 2. 结论

使用月旭 Ultimate SiO<sub>2</sub>(21.2×250mm,10μm)在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 6mg 时，制备收集的馏分可分离目标物1 和目标物2，由于一次提纯达不到客户的需求，需要反相制备进行二次提纯，可达到客户要求。

报告人: Mia

审核人: Jim

日期: 2023/7/18

