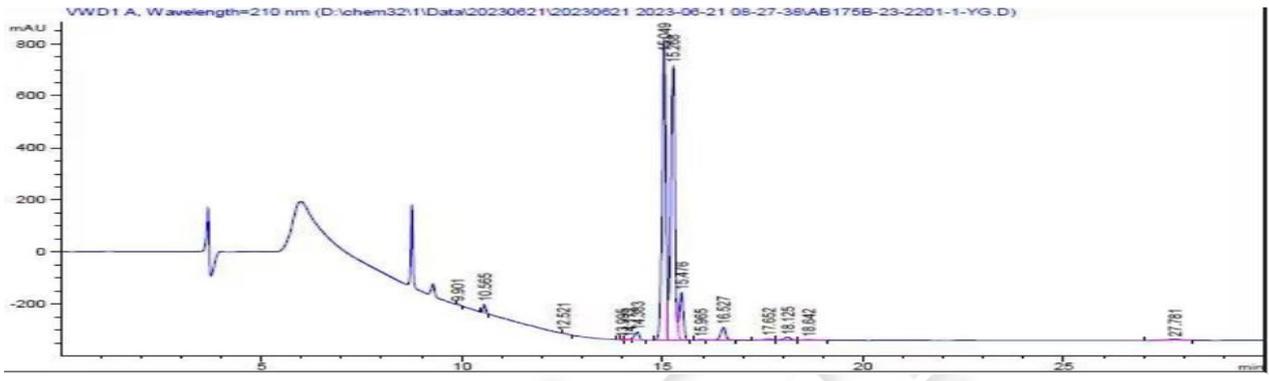


分离纯化报告

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：

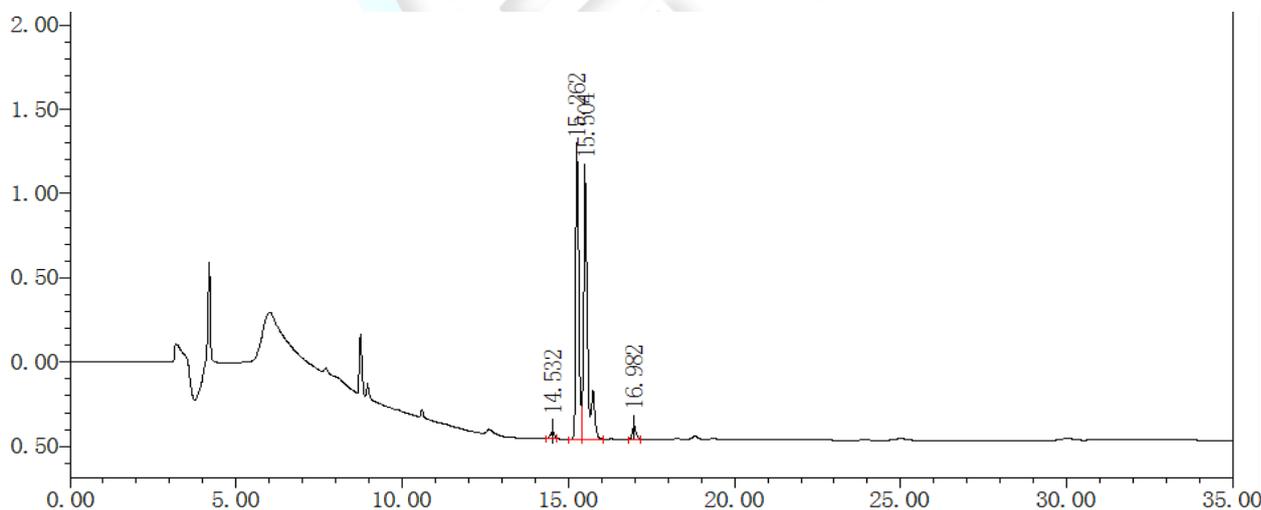


图 2 方法重现图谱

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 ₂ (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：

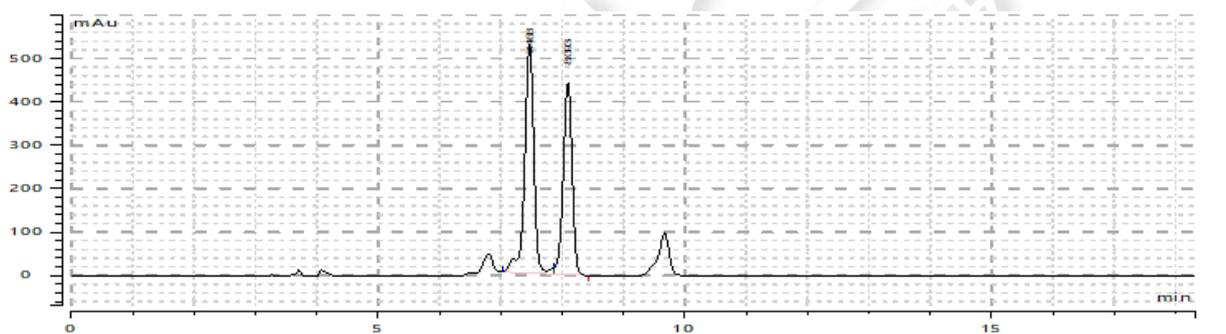


图 3 SiO₂ 分析图

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 ₂ (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：

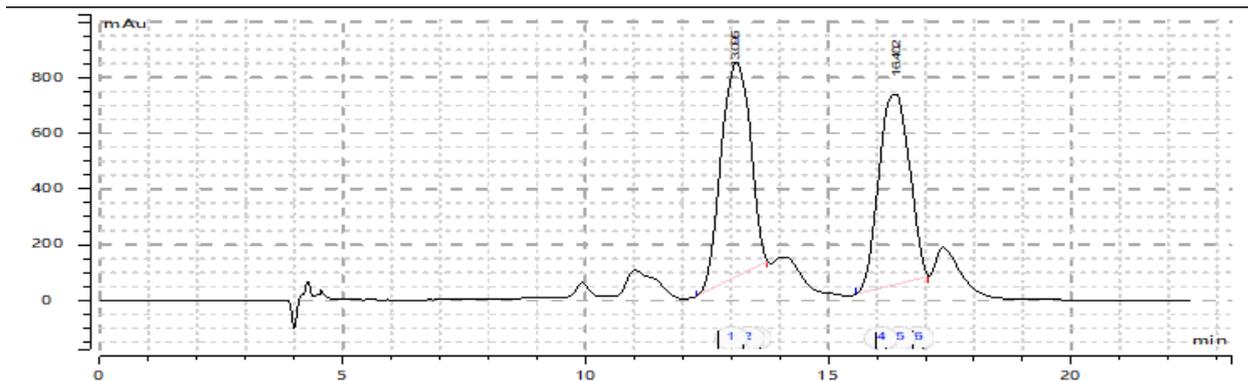


图 4 粗品制备图

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：

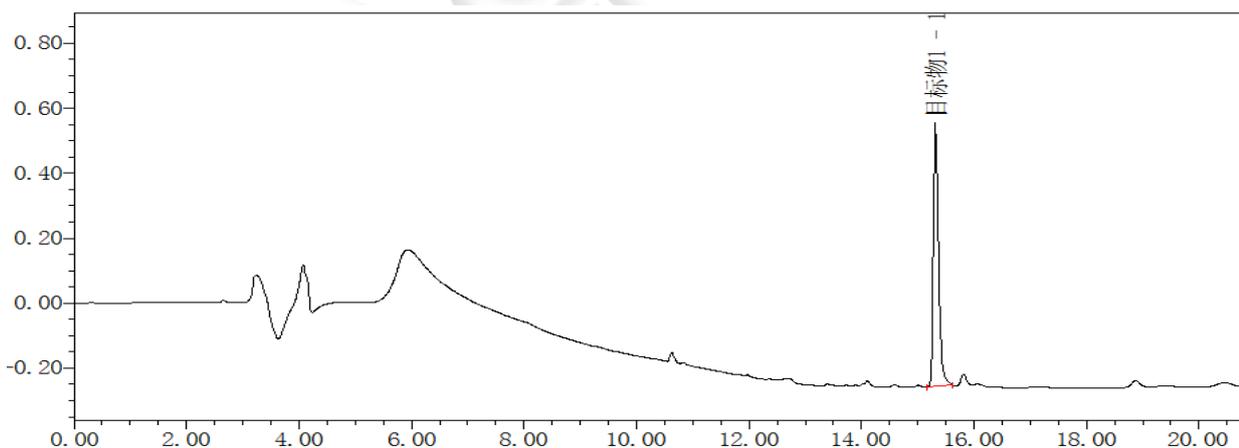


图 5 目标物 1 分析图谱



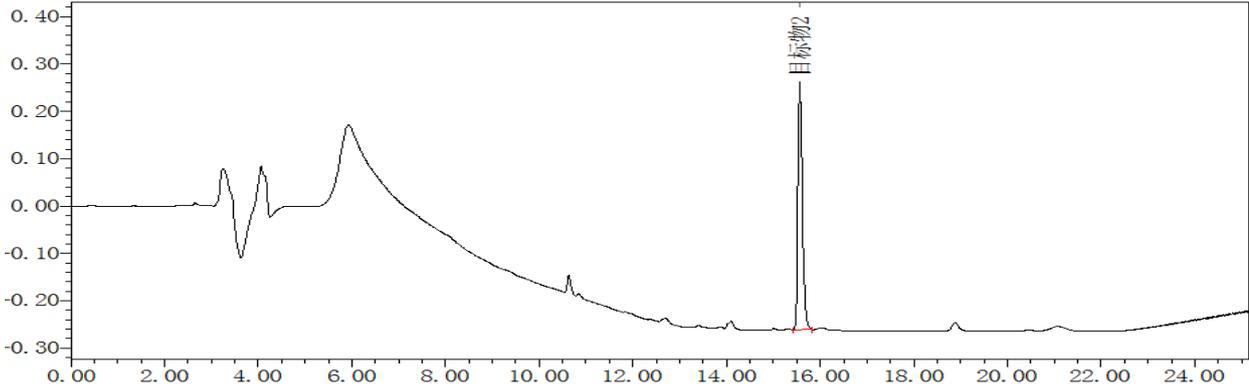


图6 目标物2 分析图谱

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 SiO₂(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

