

制备方法开发报告

Hot dATP制备

报告编号：W20221016-004

报告日期：2022.11.22



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 7 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

E-mail:jianmingluan@welchmat.com

目录

1. 目的	3
2. 目标化合物信息	3
3. 实验材料	3
4. 实验过程	4
4.1. 方法重现及优化	4
4.2. 分离纯化过程	5
4.2.1. 样品制备	5
4.2.2. 纯品分析	6
5. 结论	7



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 2 页 共 7 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

E-mail:jianmingluan@welchmat.com

1. 目的

通过制备液相 Hot dATP 对中目标物进行制备方法开发，筛选出可以满足客户需求的色谱柱。

2. 目标化合物信息

经由客户提供的样品，Hot dATP 中含有目标物（RT=13min，面积归一化含量 80%，254nm），典型图谱如图 1 所示（客户提供）。

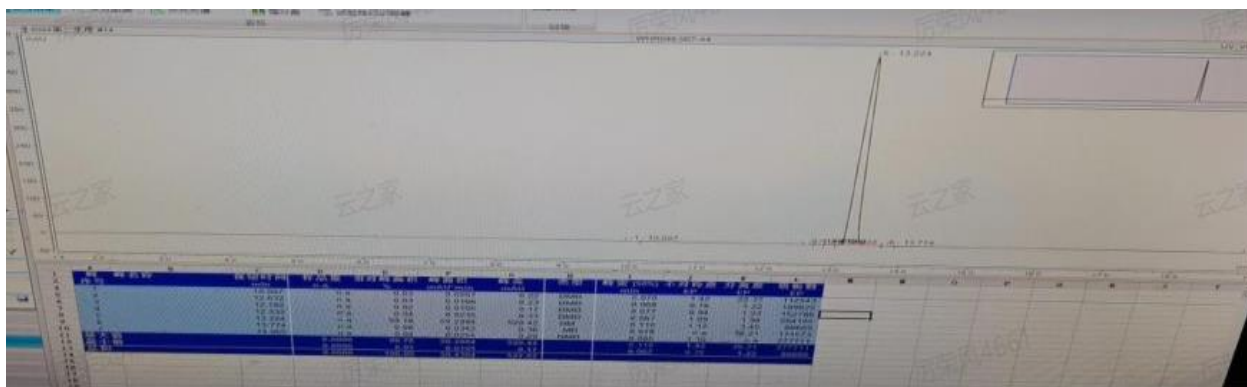


图 1 粗品分析色谱图（客户提供）

3. 实验材料

样品信息：

名称	批号	来源
Hot dATP	N/A	湖北华大基因研究院

仪器信息：

仪器名称	型号	供应商
分析液相色谱仪	Wisys5000	月旭
制备液相色谱仪	Sail1000	月旭

色谱柱信息：

色谱柱类型	型号规格	供应商
分析色谱柱	Ultimate AQ-C18 4.6×250mm, 5μm	月旭
制备色谱柱	Ultimate AQ -C18 21.2×250mm, 10μm	月旭



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 3 页 共 7 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

E-mail:jianmingluan@welchmat.com

试剂信息:

试剂名称	级别	供应商
乙腈	HPLC	月旭
乙腈	制备级	月旭
超纯水	二级	月旭
CO ₂	食品级	梅塞尔
三乙胺	AR	麦克林

4. 实验过程

4.1. 方法重现及优化

移取 200 μ L 样品，置于 5mL 离心管中，加入超纯水 0.8mL，过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	Wisys5000		
色谱柱	Ultimate AQ-C18 4.6 \times 250mm, 5 μ m		
流动相 A	100mM 磷酸盐（6.8g 磷酸二氢钾和 8.7g 磷酸氢二钾）		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	5 μ l		
柱温	30 $^{\circ}$ C		
检测波长	254 nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	95	5
	3	95	5
	18	80	20
	18.01	95	5
	20	95	5

分析图谱如图 2 所示:



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

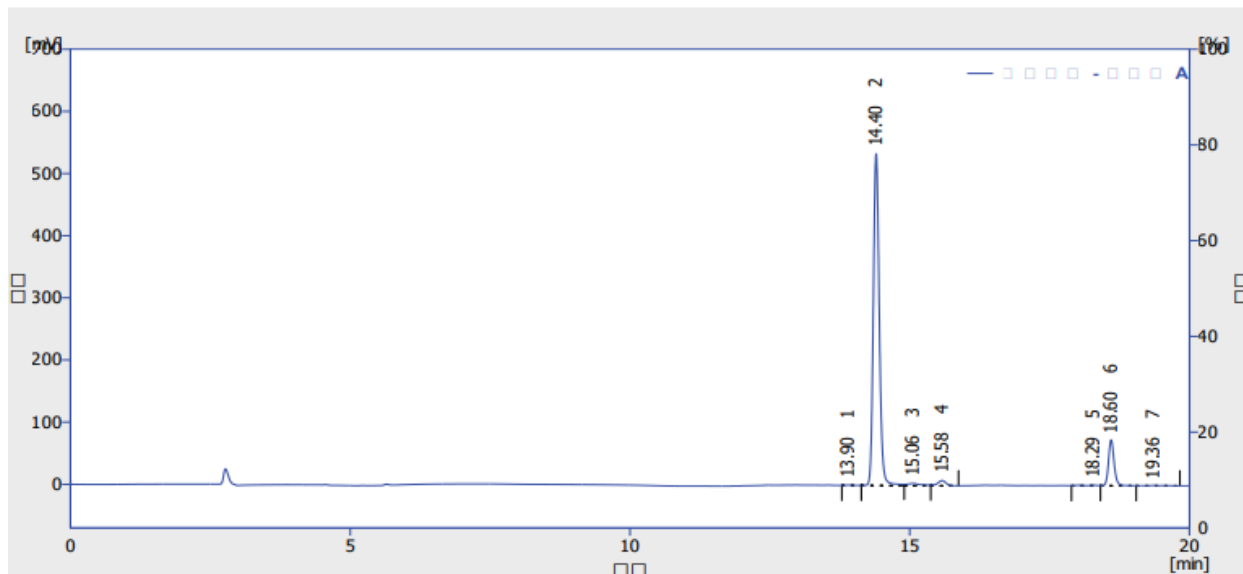
第 4 页 共 7 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

E-mail:jianmingluan@welchmat.com



	Retention Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Width [%]	Area [%]	W05 [min]	PDA	Weight
1	13.902	3.959	0.493	0.1	0.1	0.10		998
2	14.400	3932.717	533.710	85.3	85.9	0.11		703
3	15.058	57.068	3.374	1.2	0.5	0.28		953
4	15.578	83.046	8.264	1.8	1.3	0.15		422
5	18.285	11.801	0.943	0.3	0.2	0.11		995
6	18.600	508.953	73.717	11.0	11.9	0.11		707
7	19.362	11.361	0.528	0.2	0.1	0.17		1000
		4608.905	621.029	100.0	100.0			

图 2 方法重现及优化图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 14.40min 为目标物，且峰形良好。

4.2. 分离纯化过程

4.2.1. 样品制备

移取 5mL 样品原液，过滤，制备液相条件如下所示：

仪器	Sai1000
色谱柱	Ultimate AQ -C18 21.2×250mm, 10μm
流动相 A	0.025M TEAB(16.8ml 三乙胺+4104ml 超纯水，鼓 CO ₂ 至 PH=7.2)
流动相 B	制备级乙腈
流速	20ml/min
进样量	5mL (30mg)
柱温	室温



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

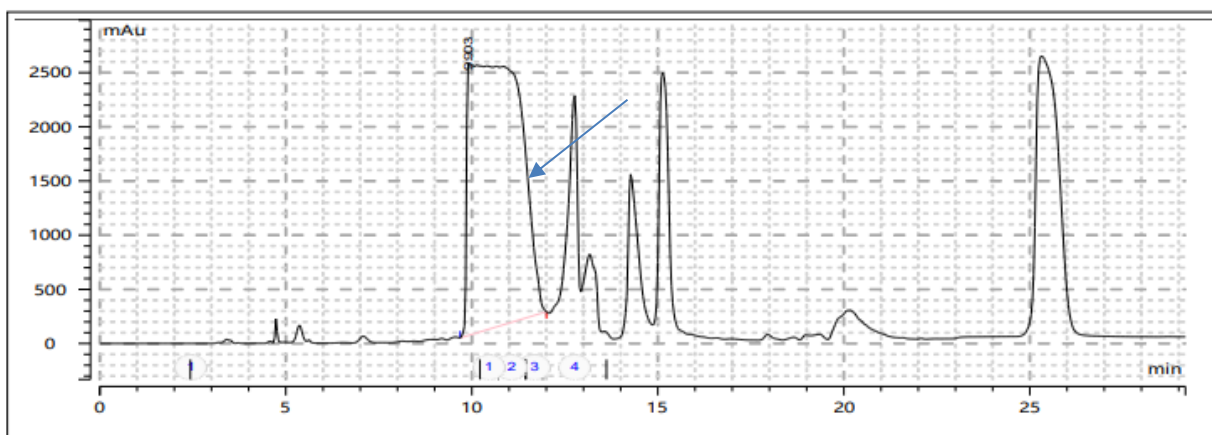
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

检测波长	254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	92	8
	15	83	17
	15.01	10	90
	25	10	90
	25.01	92	8
	30	92	8

制备图谱如图 3 所示:

HOT dATP-006-(UV-ch2-236)



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.	9.903	242280.345	1.974	1.657	2505.228	100.000	BB*
2	总计							

图 3 粗品制备图

4.2.2. 纯品分析

将 4.2.1 中得到的馏分进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 4.1”一致。分析图谱如图 4 所示:



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

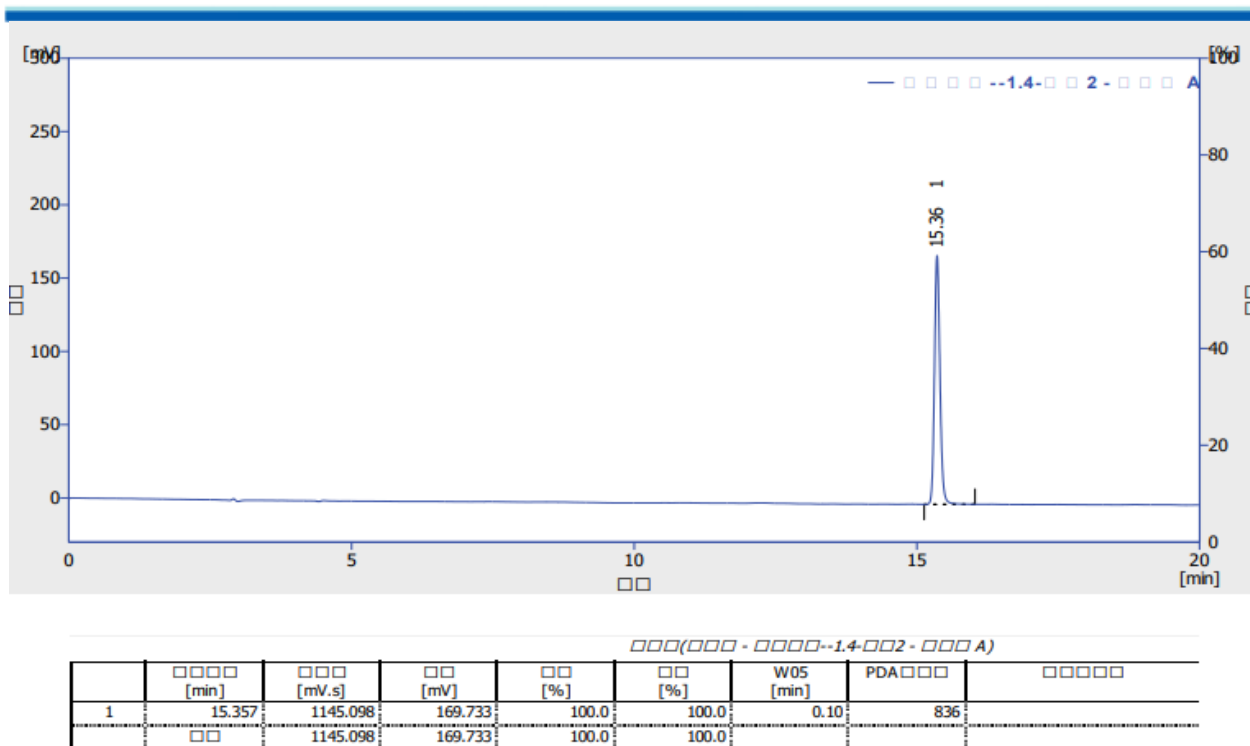


图 4 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 100%（254nm），纯度符合客户要求。

5. 结论

用月旭 Ultimate AQ-C18 21.2×250mm, 10μm 色谱柱，在此条件下可以满足客户制备需求。



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