

三氟乙酸	AR	阿拉丁
乙腈	HPLC	月旭
仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
高效液相色谱仪	岛津 LC-20AD	岛津
高效液相色谱仪	赛默飞 Vanquish Horizon	赛默飞
半制备型高效液相色谱仪	月旭 WelPrep2000	月旭

1. 试验过程

1.1. 方法开发

样品配置：

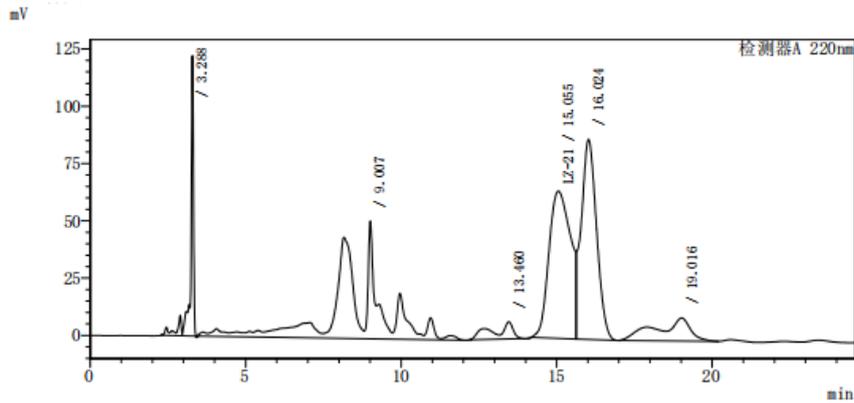
样品溶液：精确称取 1.4mg 样品溶于 50%乙腈水，配成 1mg/mL 溶液，过滤至进样小瓶即可。

按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	岛津 LC-20AD		
色谱柱	Ultimate XB-C18(4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	0.1%TFA		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1mL/min		
进样量	10μl		
柱温	/		
检测波长	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	2	70	30
	5	68	32
	30	68	32

分析图谱如图 3 所示：





<峰表>

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		3.288	766526	6.578	9857	0.650	—
2		9.007	3671639	31.506	16279	1.041	27.573
3		13.460	318205	2.731	10608	0.645	11.060
4	LZ-21	15.055	3116440	26.742	1373	--	1.485
5		16.024	3024006	25.949	4458	--	0.750
6		19.016	756874	6.495	5125	0.721	2.958
总计			11653690	100.000			

图3 方法开发图谱

结论：通过与图1进行比较，可以确定 RT15.055min 为目标物。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 样品制备

仪器	月旭 WelPrep2000		
色谱柱	Ultimate XB-C18(10×250mm,7μm)		
流动相 A	0.1%TFA		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	5mL/min		
进样量	6mg		
柱温	室温		
检测波长	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	71	29
	30	71	29

制备图谱如图4所示：



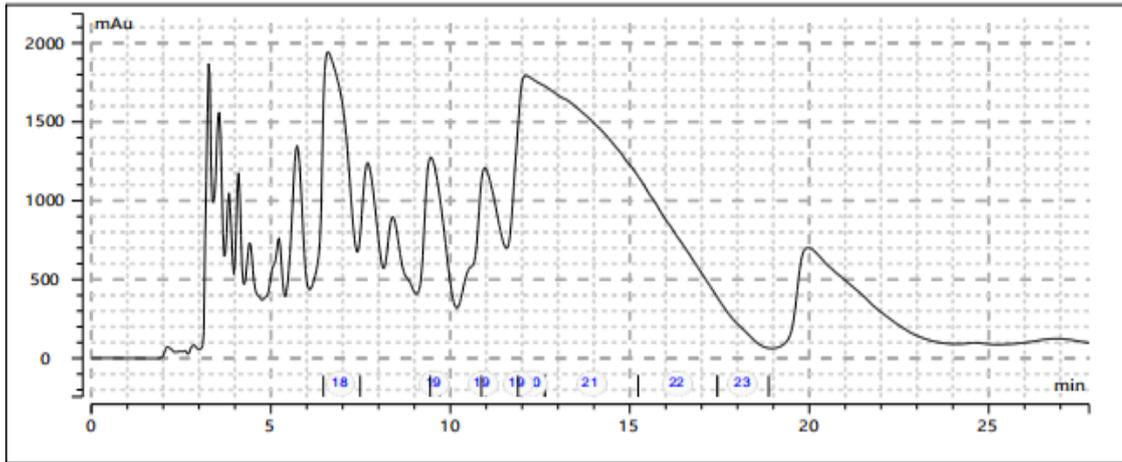
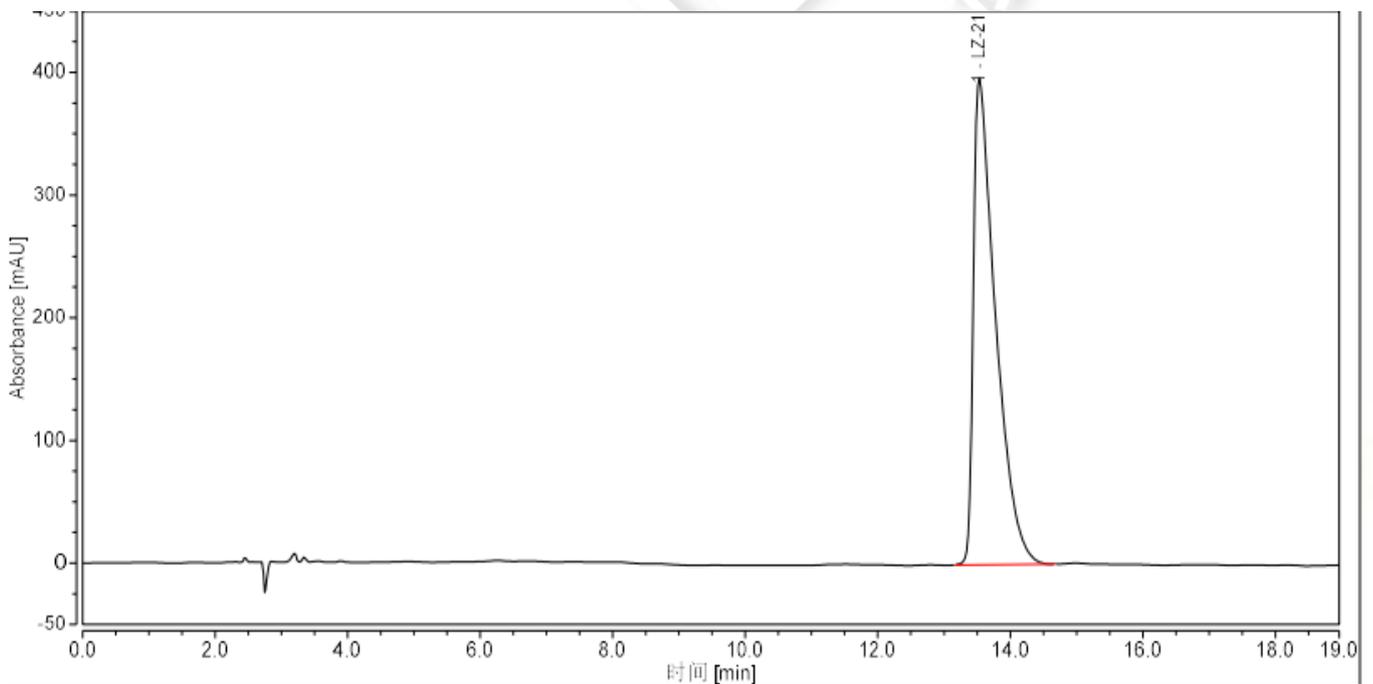


图 4 粗品制备图

经过制备，收集到 RT12-16min 目标馏分。

1.2.2. 馏分分析

将 1.2.2 中收集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 5 所示：



积分结果								
序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	分离度 (EP)	塔板数 (EP)	不对称度 (EP)
1	LZ-21	13.531	153.670	397.114	100.00	n.a.	8475	2.41
总和:			153.670		100.00	0.00		

图 5 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液面积归一化含量大于 95%，纯度符合客户要求。



2. 结论

使用月旭 Ultimate XB-C18（10×250mm,7μm）在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 6mg 时，制备收集到的目标物纯度为 100%，制备结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2023/07/28

