

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	未知	项目编号	20231026-1016
样品性状	黄色粘稠液体	样品重量	/
收样日期	2023/10/30	测试期间	2023/10/30~2023/11/24
目标物信息			
N/A			
目标物保留时间	/	面积归一化含量 (240nm, %)	/
实验要求			
用硅胶柱做方法开发，并能在 Flash 柱上重现制备谱图并纯度达标			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
正己烷	HPLC	麦克林	
乙醇	HPLC	Greagent	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
半制备型高效液相色谱仪	月旭 WelPrep2000	月旭	
制备型高效液相色谱仪	月旭 Sail1000	月旭	

1. 试验过程

1.1. 方法开发

样品溶液：

仪器	月旭 WelPrep2000
色谱柱	Ultimate SIO ₂ (4.6×250mm,10μm)
流动相 A	正己烷
流动相 B	乙醇
流速	1mL/min
进样量	10μl



柱温	/		
检测波长	240nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	40	70	30

分析图谱如图 2 所示：

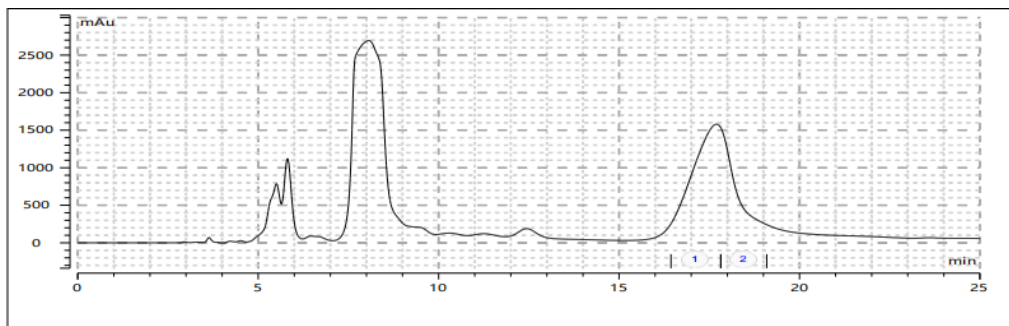


图 2 方法开发图谱

结论：主峰保留时间为 RT8min，RT17min 有较大杂质峰。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 样品制备 1

仪器	月旭 Sail1000		
色谱柱	Ultimate SIO ₂ (21.2×250mm,10μm)		
流动相 A	正己烷		
流动相 B	乙醇		
流速	20mL/min		
进样量	1mL		
柱温	/		
检测波长	240nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	75	25
	52	75	25

制备图谱如图 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



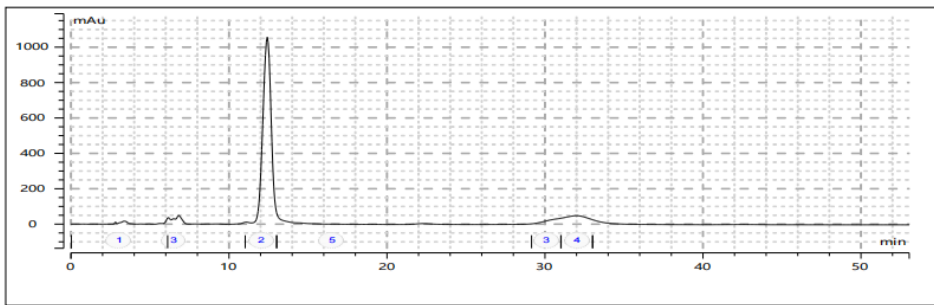


图 4 粗品制备图

SiO₂ 高压制备色谱柱可以制备样品。

1.2.2. 样品制备 2

仪器	月旭 Sail1000		
色谱柱	Welflash SiO ₂ (20-40μm, 40g)		
流动相 A	正己烷		
流动相 B	乙醇		
流速	30mL/min		
进样量	1mL		
柱温	/		
检测波长	240nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	75	25
	52	75	25

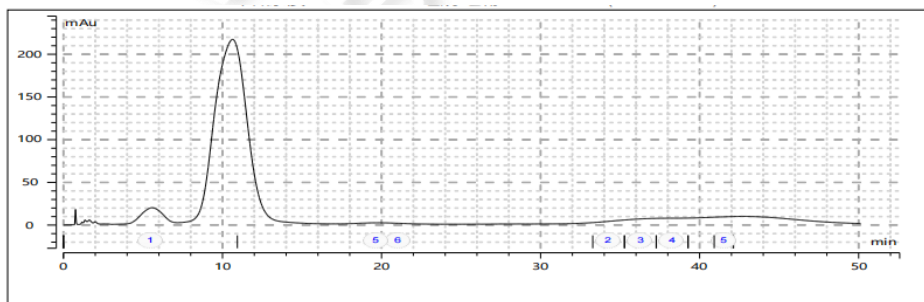


图 5 Flash 粗品制备图

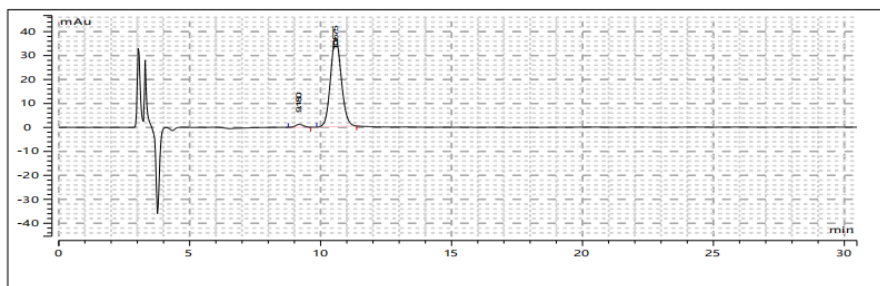
收集馏分并检测

1.2.3. 馏分检测

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。分析图谱如下图所示



示：



No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	9.180	26.843	1.268	2.465	2.1	1.102	4324
2	10.575	1062.249	37.164	97.535	0.0	1.091	3192

图 6 Flash 馏分检测图

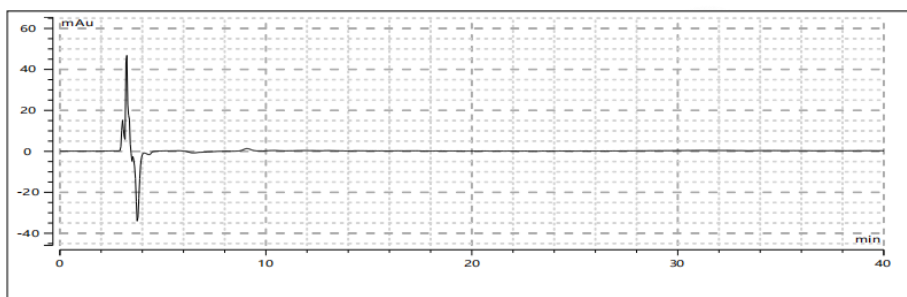


图 7 空白分析图谱（制备流动相）

2. 结论

使用月旭 Ultimate SiO₂ 在此色谱条件下进行制备，制备收集到的仅为目标物质，且能够在 Flash 制备柱上重现，制备结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2023/11/27

