

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	ORJ-M06	项目编号	20240306-180
样品性状	黄色粉末	样品重量	1g
收样日期	2024/03/11	测试期间	2024/03/13~2024/03/20

目标物信息

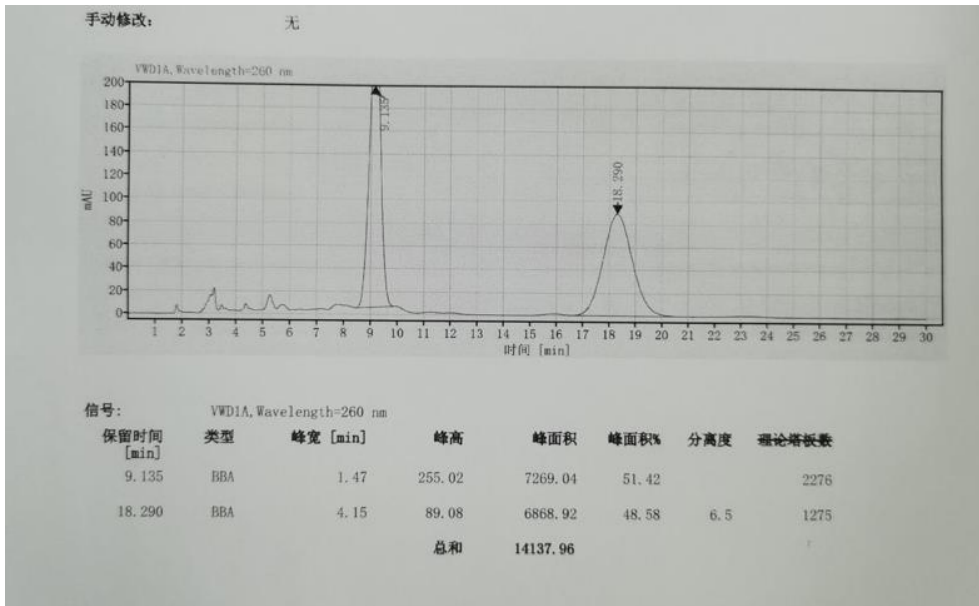


图 1 客户分析谱图

目标物保留时间	9.135min	面积归一化含量 (260nm, %)	50%
---------	----------	--------------------	-----

实验要求

手性柱测试分离异构体，制备产物光化学纯度大于 98%，测试上样量和回收率

试剂信息

试剂名称	级别	供应商
二乙胺	AR	general-reagent
正己烷	HPLC	麦克林
乙醇	HPLC	月旭科技

仪器信息

仪器名称	仪器型号	仪器厂家
制备型高效液相色谱仪	月旭 Sail000	月旭科技
半制备型高效液相色谱仪	月旭 WelPrep2000	月旭科技

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



1. 试验过程

1.1. 方法开发

流动相配置：

流动相 A：色谱级正己烷过滤至试剂瓶，超声脱气即可。

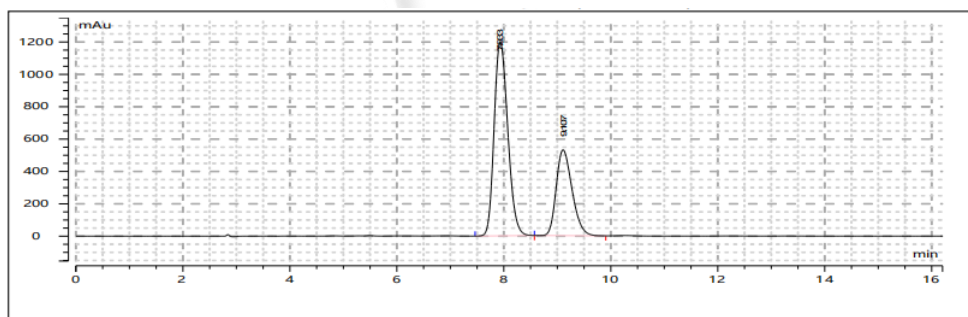
流动相 B：量筒量取 1000mL 乙醇，加入 4mL 二乙胺，混匀过滤至试剂瓶，超声脱气即可

样品配置：

样品溶液：3mg 样品溶液用 500 μ l 乙醇溶解后，加正己烷稀释至 2mL。按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	月旭 WelPrep2000		
色谱柱	Ultimate Cellu-D (4.6 \times 250mm,5 μ m)		
流动相 A	色谱级正己烷		
流动相 B	色谱级乙醇 (含 0.4%二乙胺)		
流速	1mL/min		
进样量	10 μ l		
柱温	/		
检测波长	260nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	90	10
	20	90	10

分析图谱如图 2 所示：



No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	7.933	21217.985	66.048	2.3	1.206	4574
2	9.107	10907.200	33.952	0.0	1.278	4530

图 2 方法开发图谱

结论：与客户沟通得知工艺优化后，确定 RT 8min 的占比 70%的峰为目标物。

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



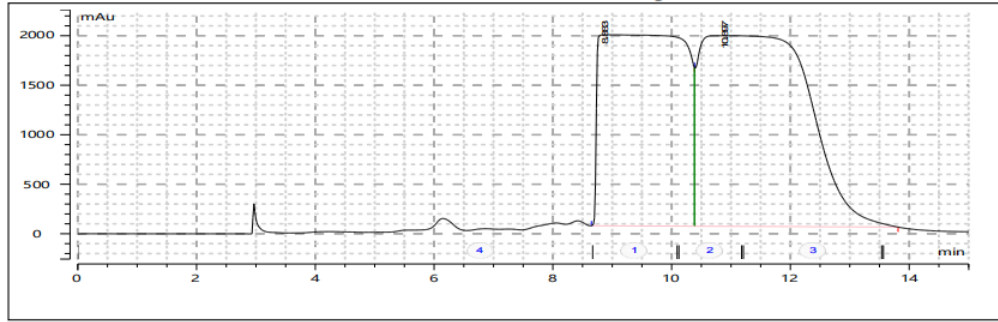
1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 样品制备 1

样品溶液：75mg 样品溶液用 750 μ l 乙醇溶解后，加正己烷稀释至 3mL。按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	月旭 Sail1000
色谱柱	Ultimate Cellu-D(21.2 \times 250mm,10 μ m)
流动相	正己烷：乙醇（含 0.4%氨水）=93：7
流速	20mL/min
进样量	75mg
柱温	/
检测波长	260nm
运行时间	15min

制备图谱如下图 3 所示：



No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	8.883	189488.328	43.573	1.7	0.111	70302
2	10.897	245385.311	56.427	0.0	0.123	370

图 3 样品制备图谱

制备收集目标馏分 1 并检测。

1.2.2. 馏分分析 1

将 1.2.1 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：

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

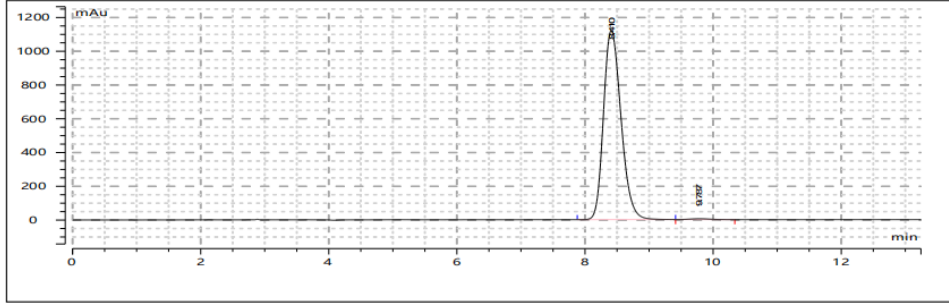
第 3 页 共 4 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500





No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	8.410	21255.819	99.536	2.6	1.234	4553
2	9.787	99.169	0.464	0.0	1.143	4906

图 5 馏分分析图

结论：目标物光化学纯度 99.08%，符合客户要求。将馏分 40℃ 旋干，得到产物 49mg，回收率 65%。

2. 结论

使用月旭 Ultimate Cellu-D 在对应色谱条件下进行制备并收集目标峰，上样量为填料量的 1.5%，回收率 65%，目标物光化学纯度 99% 制备结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2024/03/20

