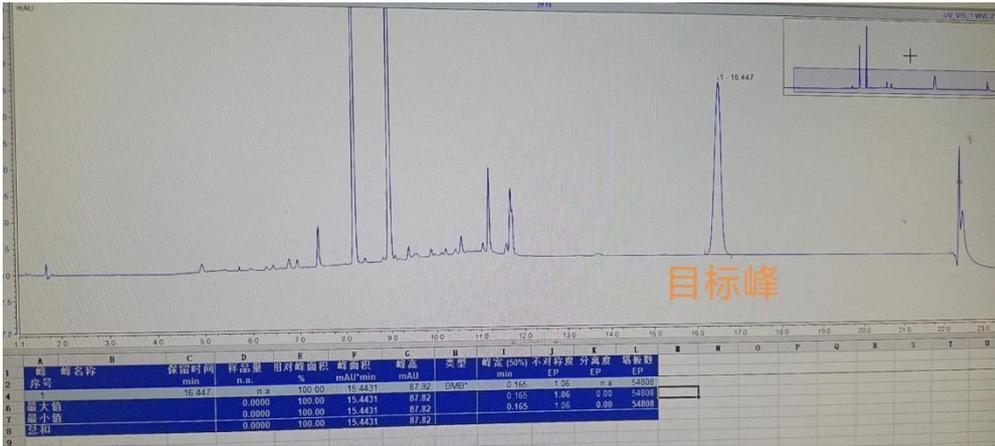


## 分离纯化报告

样品信息			
样品名称	未知样品	项目编号	20240227-138
样品性状	淡黄色粘稠液体	样品重量	/
收样日期	2024/02/29	测试期间	2024/03/01~2024/03/25
目标物信息			
			
图 1 客户分析谱图			
目标物保留时间	16.447min	面积归一化含量 (210nm, %)	/
实验要求			
分离目标峰，单杂要求<0.5%			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
磷酸	AR	麦克林	
乙腈	HPLC	月旭科技	
水	二级	月旭科技	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
高效液相色谱仪	Agilent 1260	安捷伦	
制备型高效液相色谱仪	月旭 Sail000	月旭科技	

## 1. 试验过程

## 1.1. 方法重现

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 6 页

邮编：201600  
邮编：321000  
邮编：211500

流动相配置：

流动相 A：量筒量取 1000mL 纯水，加入 1mL 磷酸，混匀过滤至试剂瓶，超声脱气即可。

流动相 B：色谱级乙腈过滤至试剂瓶，超声脱气即可

样品配置：

样品溶液：20mg/mL 溶于乙腈。

按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	Agilent 1260		
色谱柱	Xtimate C18 (4.6×150mm,5μm)		
流动相 A	0.1%磷酸水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1mL/min		
进样量	1μl		
柱温	30℃		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	85	15
	2	85	15
	9	0	100
	20	0	100
	21	85	15
	25	85	15

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

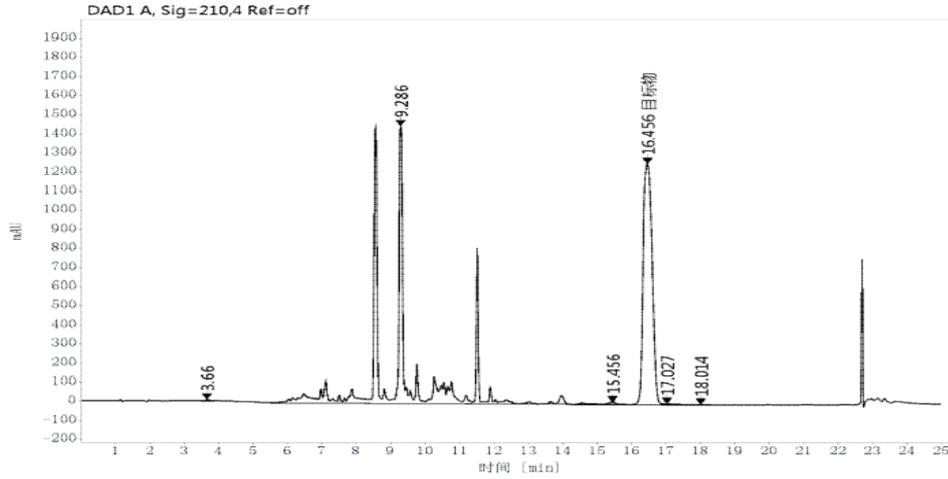
第 2 页 共 6 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500





信号:		DAD1 A, Sig=210,4 Ref=off				
化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	3.66	48.33	0.08263		1.10	6139.7
	9.29	35076.80	59.98	10.26	1.03	1667.5
	15.46	338.98	0.5796	9.88	0.68	33293.1
目标物	16.46	22819.22	39.02	2.58	1.19	22635.2
	17.03	122.35	0.2092	0.79	3.12	4551.2
	18.01	76.08	0.1301	1.04	0.93	6519.1

图 2 方法重现图谱

结论：RT16.46min 为目标物。

## 1.2. 分离纯化过程

### 1.2.1. 方法开发

仪器信息	赛默飞 Vanquish Horizon
色谱柱	Ultimate XB-C18, 4.6×250mm,10μm
流动相	色谱级乙腈
柱温	/
检测波长	210nm
流速	1mL/min
进样量	1μl
运行时间	40min

分析图谱如图 3 所示：



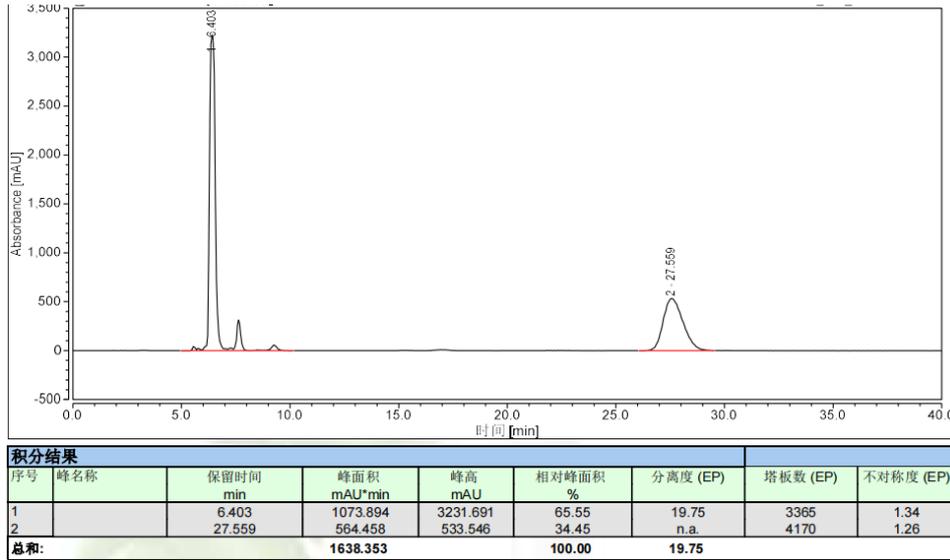


图 3 方法开发图谱

### 1.2.2. 样品制备

按照以下色谱条件进行制备：

仪器	月旭 Sail1000		
色谱柱	WelFlash C18 (20-40 $\mu$ m, 40g)		
流动相	水：乙腈		
流速	30mL/min		
进样量	800mg		
柱温	/		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	20	80
	15	8	92
	30	0	100
	50	0	100

制备图谱如下图 3 所示：



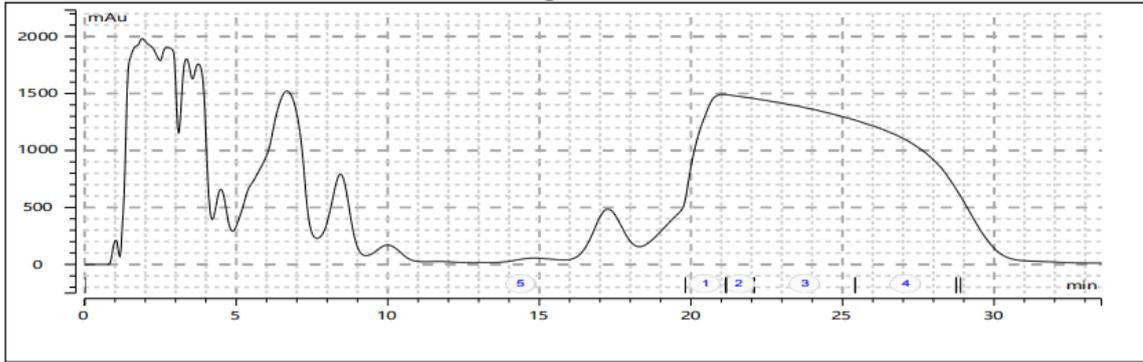
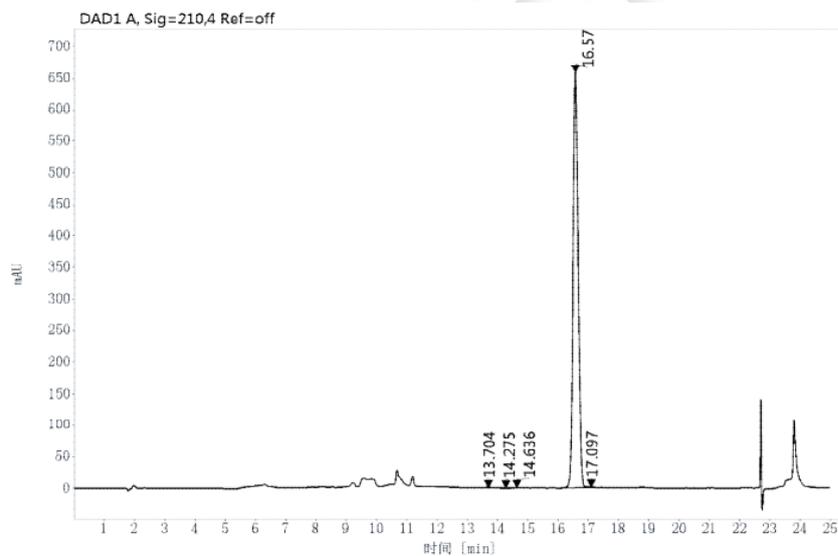


图 3 样品制备图谱

该方法在制备柱上可以呈现，收集目标馏分并检测。

### 1.2.3. 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。分析图谱如下图所示：



信号: DADI A, Sig=210,4 Ref=off

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	13.70	9.53	0.1233		0.82	65757.9
	14.27	6.26	0.08101	2.90	1.45	100048.7
	14.64	7.51	0.09721	1.87	1.62	80597.2
	16.57	7700.64	99.61	7.48	1.17	45535.2
	17.10	6.67	0.08632	1.85	1.07	69963.3

图 4 馏分 1 分析图



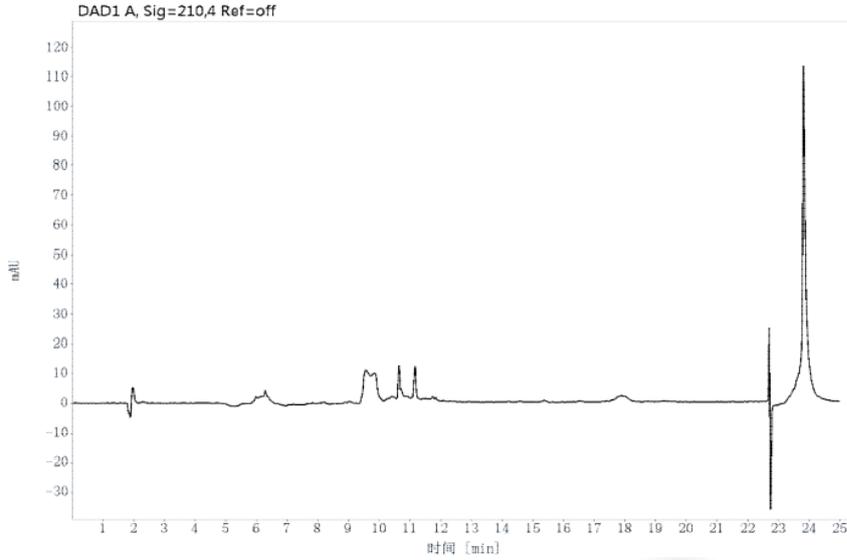


图5 空白分析图

结论：馏分纯度为 99.6%，单杂 < 0.5%，检测合格，旋干后测得回收率为 67.5%。

## 2. 结论

使用月旭 Ultimate XB-C18, 20~40um，上样量为填料量 2% 时，在对应色谱条件下进行制备并收集目标峰，馏分纯度为 99.6%，单杂 < 0.5%，检测合格，制备结果满足客户要求，旋干后测得回收率为 67.5%。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2024/04/01

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 6 页 共 6 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

