

## 分离纯化报告

样品信息			
样品名称	硅环	项目编号	20240625-597
样品性状	白色/淡黄色固体	样品重量	约 50mg
收样日期	2024/06/25	测试期间	2024/06/26~2024/07/12
目标物信息			
/			
目标物保留时间	/	面积归一化含量 (254nm, %)	/
实验要求			
分离主物质，纯度需达到 95%以上			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
水	二级	月旭科技	
甲醇	HPLC	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	Agilent1260	安捷伦	
制备型高效液相色谱仪	月旭 Sail 1000	月旭科技	

## 1. 试验过程

### 1.1. 方法开发

流动相配置：

流动相 A：超纯水过滤至试剂瓶，超声待用即可。

流动相 B：色谱级甲醇过滤至试剂瓶，超声待用即可

样品配置：

5-溴吡喃样品溶液：客户样品溶于 2mL 乙醇和 1mL 二氯甲烷，取 100 $\mu$ l 用 1mL 乙醇稀释混匀后过滤至进样小瓶即可。

SME 样品溶液：乙醇和二氯甲烷 1：1 溶解样品，浓度为 1mg/mL，过滤至进样小瓶即可。

按照以下色谱分析方法进行分析：

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 8 页

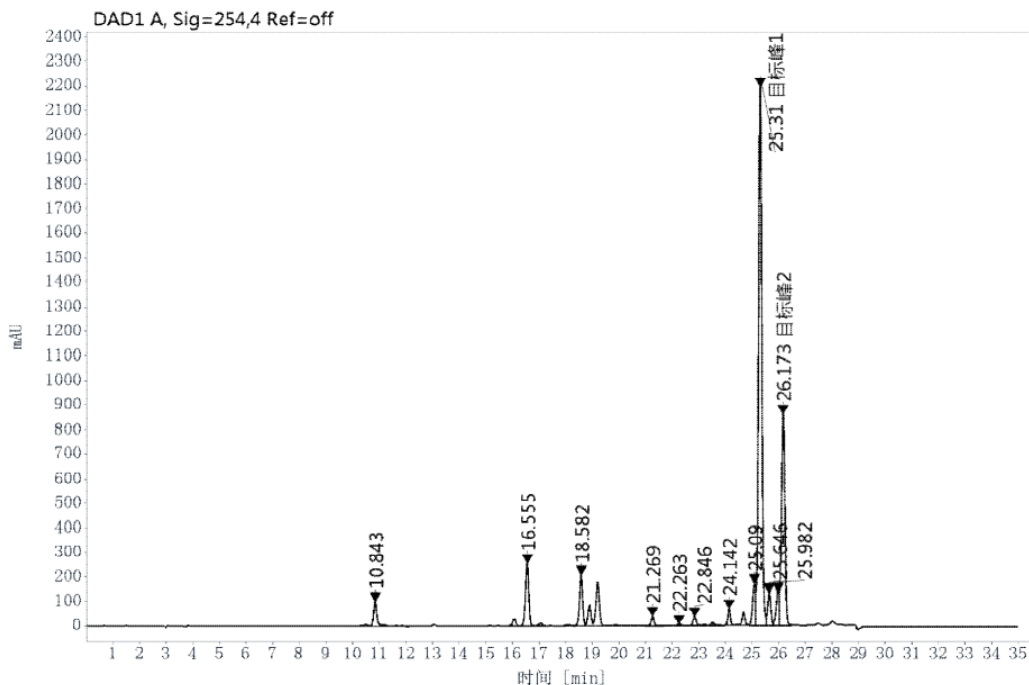
邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

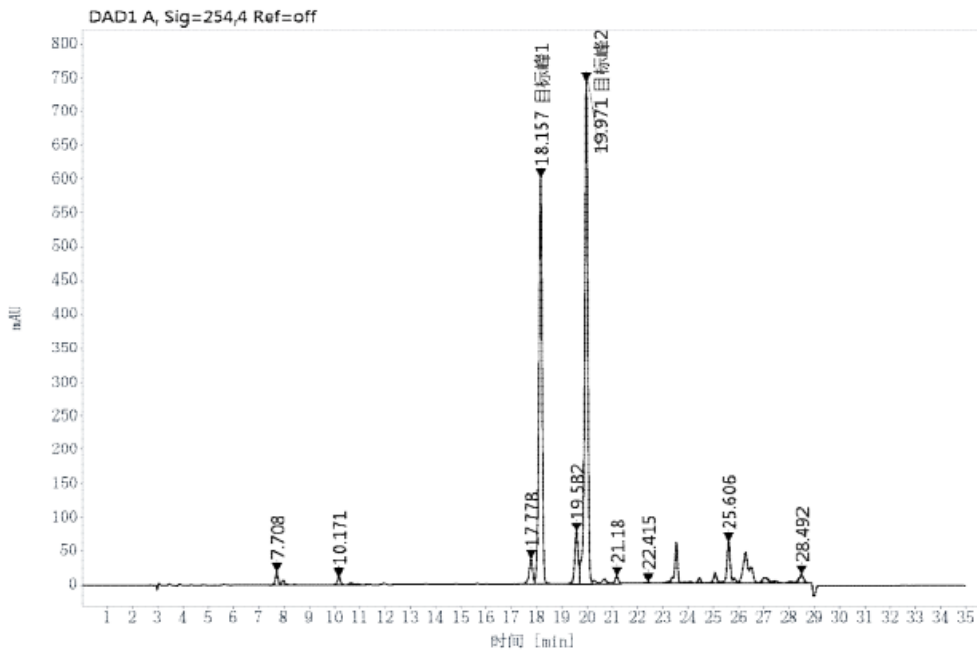
仪器	Agilent1260		
色谱柱	Ultimate XB-C18 (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	水		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	1mL/min		
进样量	5μl		
柱温	/		
检测波长	254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	20	80
	20	0	100
	25	0	100
	25.1	20	80
	35	20	80

分析图谱如下图所示：



信号:	DAD1 A, Sig=254,4 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
	10.84	1038.12	2.624		1.21	43239.7
	16.55	2502.79	6.326	26.48	0.94	88386.7
	18.58	4030.72	10.19	9.38	0.95	126041.6
	21.27	337.05	0.8520	13.35	1.15	194084.2
	22.26	52.99	0.1339	4.75	1.01	156525.7
	22.85	430.35	1.088	2.71	1.13	197546.4
	24.14	851.48	2.152	6.88	0.96	318048.9
	25.09	1285.18	3.249	3.41	0.66	67784.5
目标峰1	25.31	18975.05	47.96	0.73	0.92	214425.4
	25.65	1098.74	2.777	1.52	1.17	209358.1
	25.98	991.30	2.506	0.57	0.47	11956.2
目标峰2	26.17	7968.26	20.14	0.32	0.99	186826.6

图 1 5-溴呋喃-方法开发图谱



信号:	DAD1 A, Sig=254,4 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
	7.71	195.10	1.232		2.00	29241.2
	10.17	106.70	0.6740	12.42	0.96	35344.6
	17.78	348.05	2.199	33.87	0.87	93280.0
目标峰1	18.16	5236.81	33.08	1.64	0.90	101408.2
	19.58	727.14	4.593	6.11	0.86	107772.8
目标峰2	19.97	6520.45	41.19	1.69	0.83	129262.4
	21.18	226.24	1.429	5.64	0.58	168526.2
	22.41	21.28	0.1344	4.37	0.97	62282.0
	25.61	2267.56	14.32	2.42	1.40	2021.8
	28.49	181.14	1.144	2.23	0.66	133560.9

图 2 SME-方法开发图谱

结论：5-溴呋喃中 RT25.3min, RT26.2min 为所需目标峰；SME 中 RT18.2min, RT20min 为所需目标峰。

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

样品配置：

5-溴呋喃样品溶液：客户样品溶于 2mL 乙醇和 1mL 二氯甲烷。

SME 样品溶液：乙醇和二氯甲烷 1：1 溶解样品，浓度为 10mg/mL

按照以下色谱条件进行制备：

仪器	月旭 Sail1000		
色谱柱	Ultimate XB-C18 (21.2×250mm,5μm)		
流动相	水：甲醇		
流速	20mL/min		
进样量	5 溴呋喃：250μl；SME：500μl		
柱温	/		
检测波长	254nm		
5-溴呋喃洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	7	93
	35	7	93
	36	0	100
	40	0	100
	41	7	93
	50	7	93
SME 洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	10	90
	20	10	90
	21	0	100
	25	0	100
	26	10	90
	35	10	90

制备图谱如下图所示：



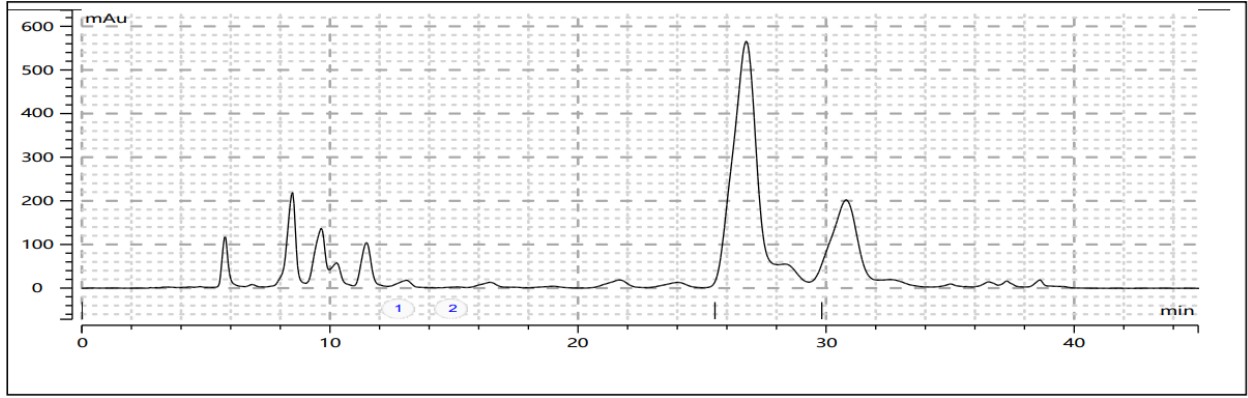


图3 5-溴吡喃-样品制备图谱

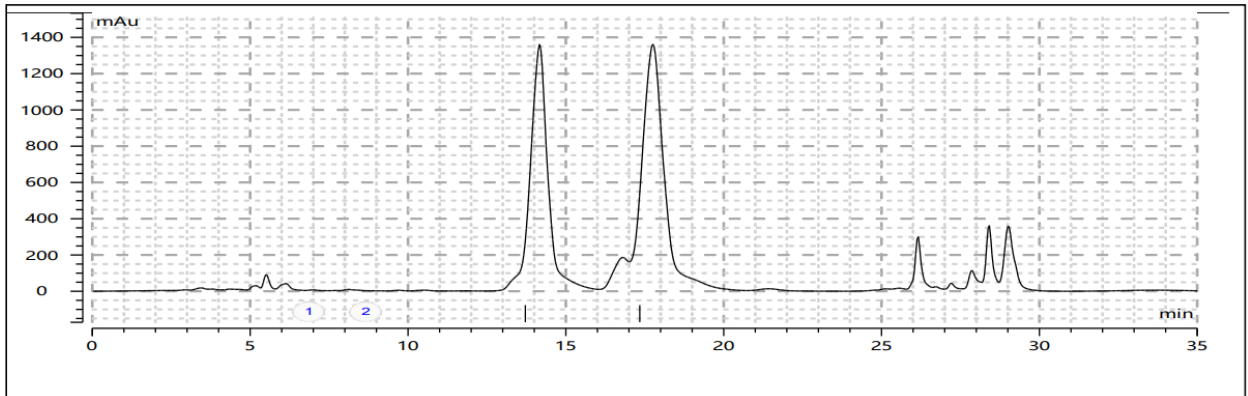


图4 SME-样品制备图谱

该方法在制备柱上可以呈现，收集所需目标峰并进行检测。

### 1.2.2. 馏分分析

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。

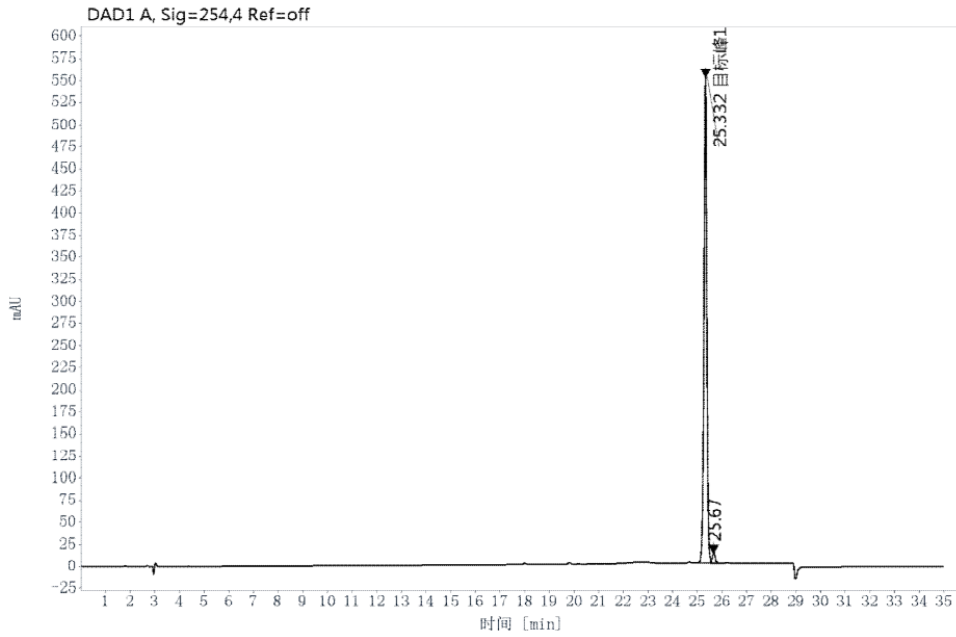
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

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

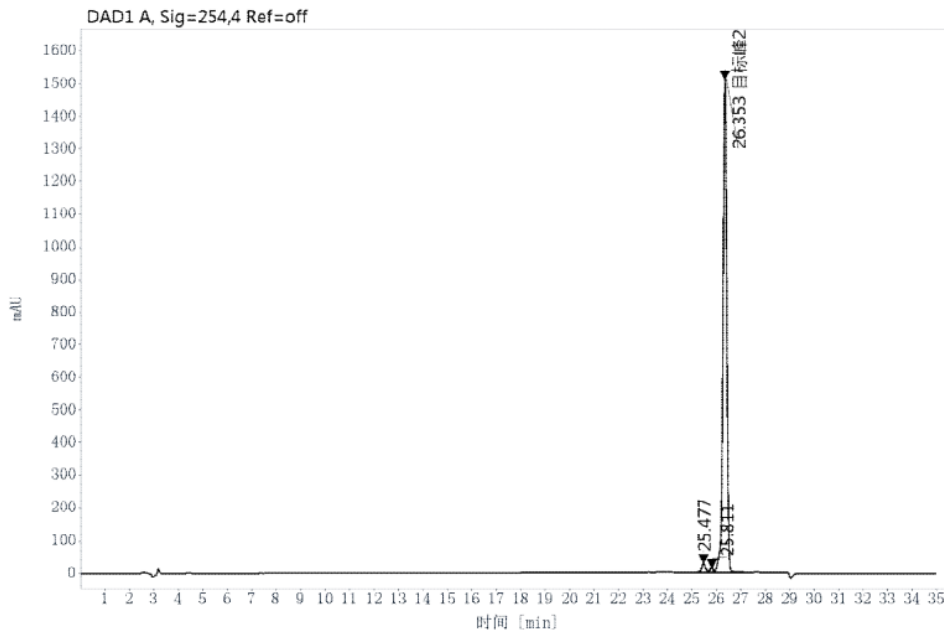




信号: DAD1 A, Sig=254,4 Ref=off

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
目标峰1	25.33	4614.98	97.96		0.95	217748.8
	25.67	96.01	2.038	1.49	1.15	189272.5

图 5 5-溴吲哚-峰 1 馏分检测图谱

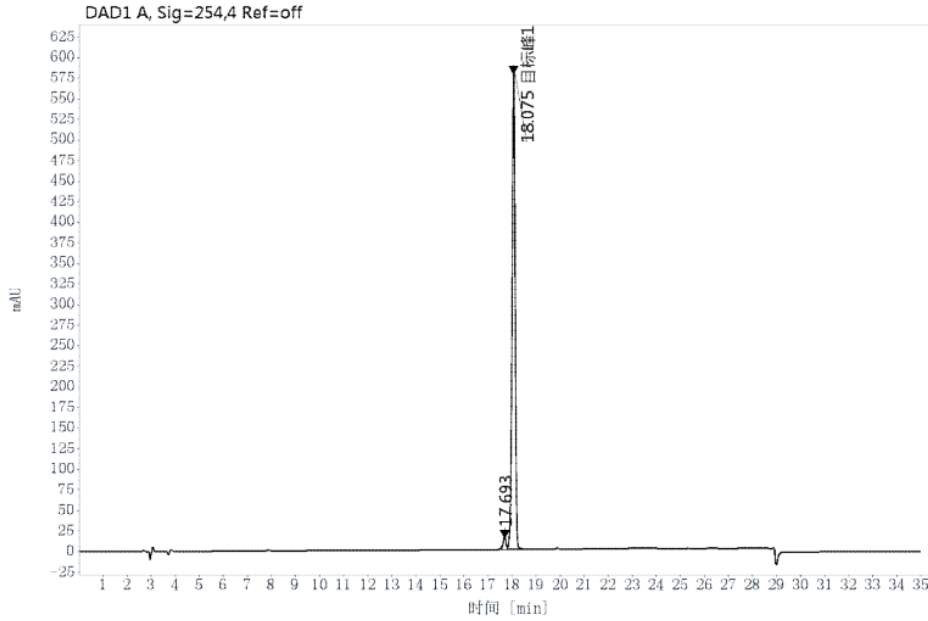


信号: DAD1 A, Sig=254,4 Ref=off

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
	25.48	272.85	1.632		1.05	155700.7
	25.81	109.98	0.6579		1.05	
目标峰2	26.35	16335.27	97.71		0.89	144390.5

图 6 5-溴吲哚-峰 2 馏分检测图谱

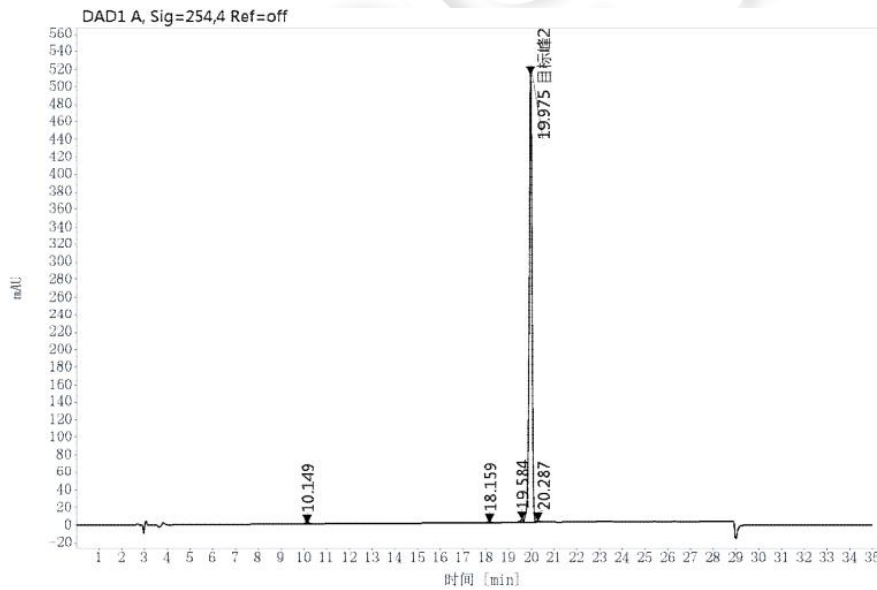




信号: DAD1 A, Sig=254, 4 Ref=off

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
目标峰1	18.08	5078.40	97.56	1.65	0.92	99227.1

图 7 SME-峰 1 馏分检测图谱



信号: DAD1 A, Sig=254, 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
目标峰2	19.98	4470.46	98.43	1.45	0.93	125414.4

图 8 SME-峰 2 馏分检测图谱



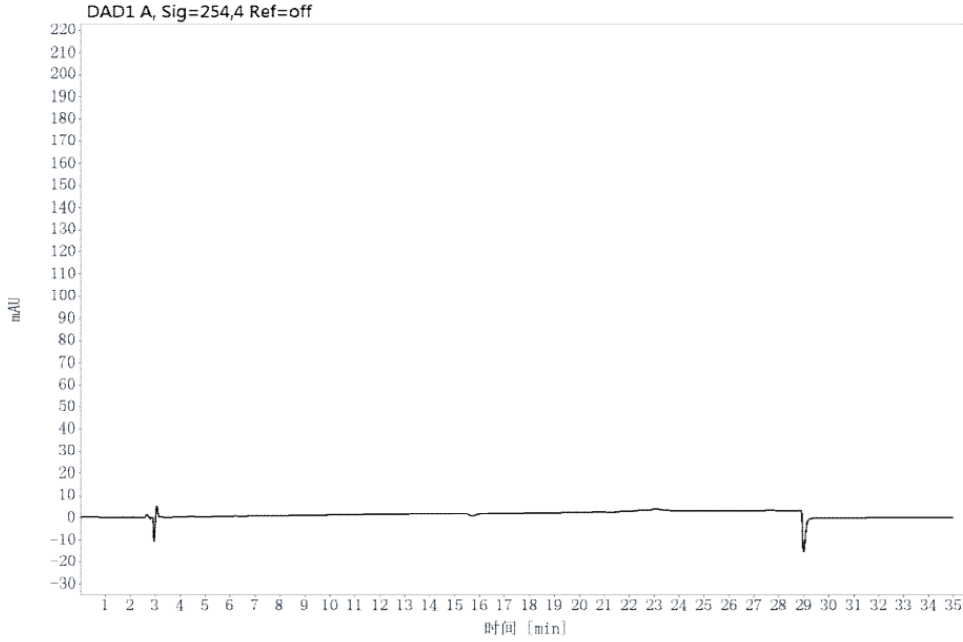


图9 空白图谱

结论：纯度均大于 97%，5-溴呋喃共制备 6 针，制得峰 1 成品 20mg，峰 2 成品 19mg。  
SME 共制备 4 针，制得峰 1 成品 13mg，峰 2 成品 9mg。

## 2. 结论

使用月旭 Ultimate XB-C18，在对应色谱条件下进行制备样品，能够收集所需目标峰，制备结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2024/07/16

