

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	T4	项目编号	20240606-538
样品性状	白色固体	样品重量	/
收样日期	2024/06/11	测试期间	2024/06/12~2024/06/20
目标物信息			
			
图 1 客户分析谱图			
目标物保留时间	/	面积归一化含量 (254nm, %)	/
实验要求			
分离四个物质			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
甲酸	AR	西亚试剂	
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	Agilent 1260	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: 量筒量取 1000mL 纯水, 加入 1mL 甲酸, 混匀过滤至试剂瓶, 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:

T4 样品溶液: 2mg/mL 溶于甲醇

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

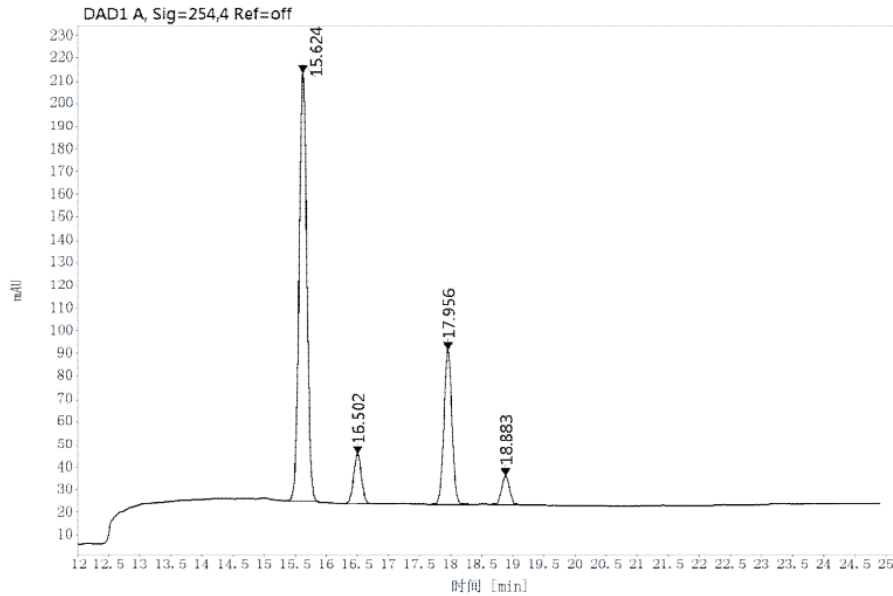
Tel: 400-810-6969



按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	Agilent 1260		
色谱柱	Ultimate XS-C18 (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	0.1%甲酸水		
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	50	50
	30	5	95

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
	15.62	1628.51	63.96		1.00	74641.1
	16.50	188.17	7.390	3.83	1.04	82476.7
	17.96	613.23	24.08	6.23	0.99	91827.5
	18.88	116.34	4.569	3.92	0.97	102887.3

图2 方法开发图谱

结论：四个目标峰分离。



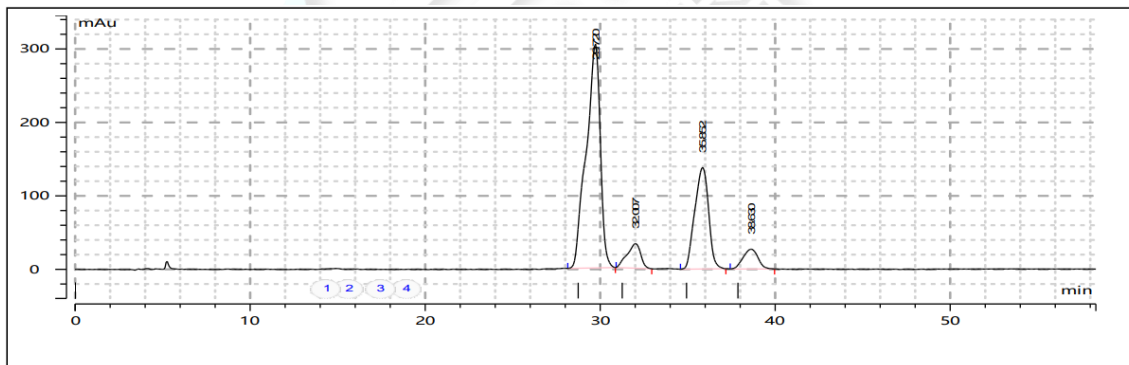
1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 样品制备

按照以下色谱条件进行制备：

仪器	月旭 Sail1000		
色谱柱	Ultimate XS-C18 (21.2×250mm,5μm)		
流动相	0.1%甲酸：甲醇		
流速	15mL/min		
进样量	3mg		
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	50	50
	30	35	65
	60	35	65

制备图谱如下图 5 所示：



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	29.720	17069.140	305.090	60.851	1.6	0.798	6583
2	32.007	1801.178	33.493	6.421	2.6	0.838	7547
3	35.852	7586.897	138.345	27.047	1.8	0.941	8930
4	38.630	1593.407	26.952	5.680	0.0	0.972	9142

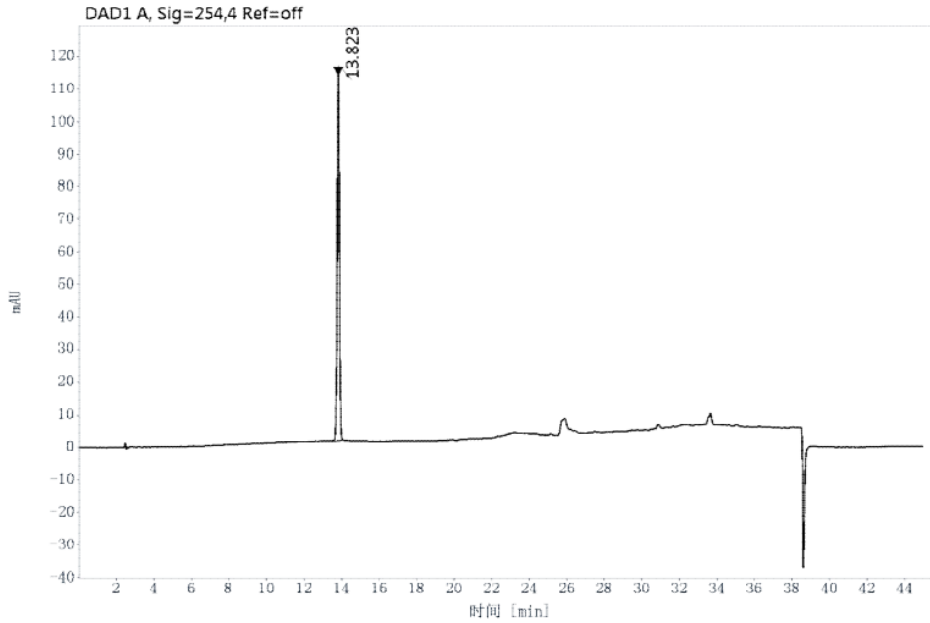
图 3 样品制备图谱

该方法在制备柱上可以呈现，收集四个目标峰并进行检测。

1.2.2. 馏分分析



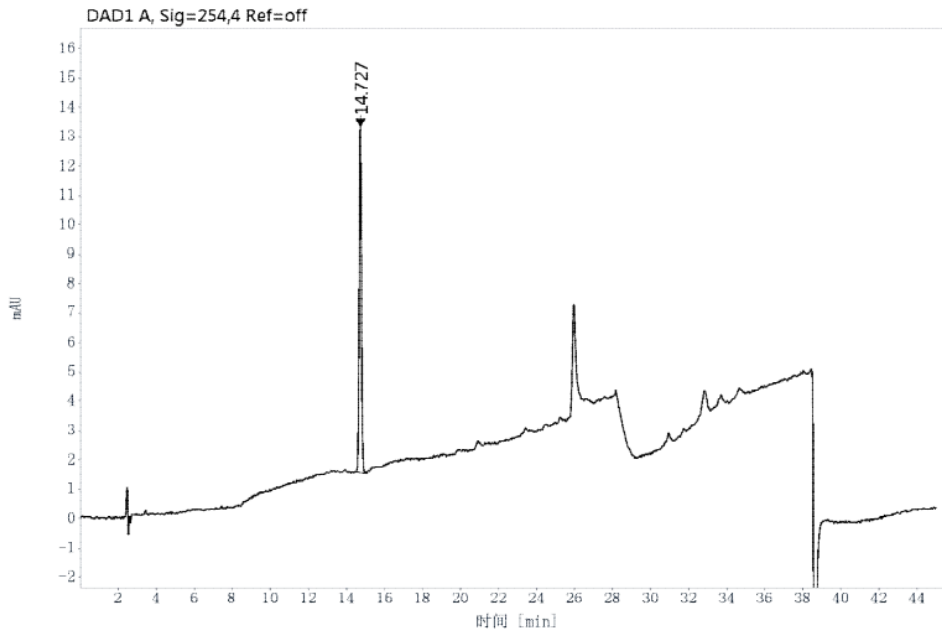
将 1.2.1 中收集到的馏分使用旋转蒸发仪 45℃ 旋干甲醇，后进行冻干，取部分冻干样品使用甲醇复溶进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如下图所示：



信号: 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
	13.82	923.17	100.0		0.99	65161.8

图 4 峰 1 馏分检测图谱

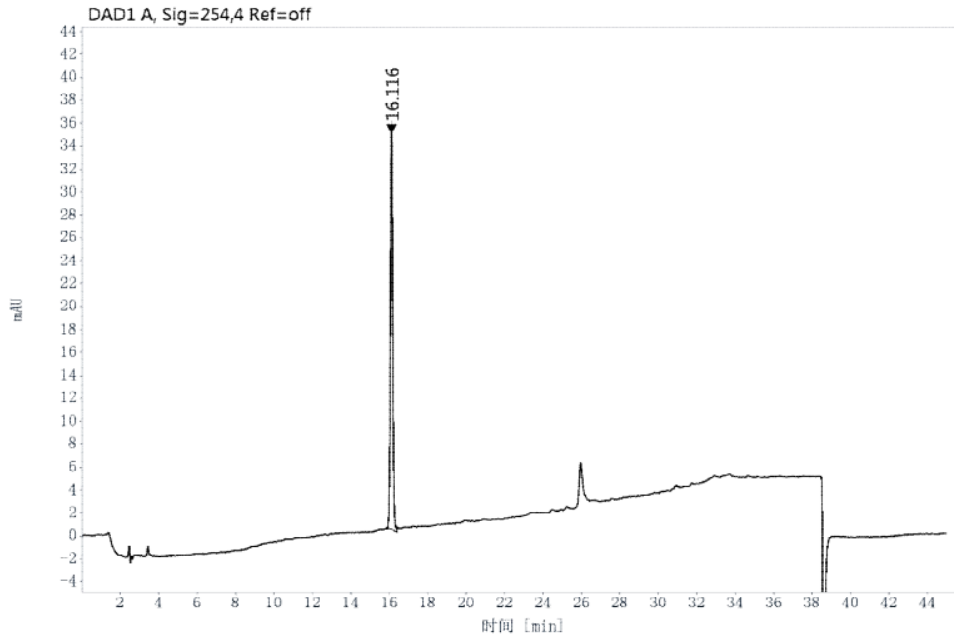


信号: DAD1 A, Sig=254, 4 Ref=off

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
	14.73	97.41	100.0		1.02	72395.1



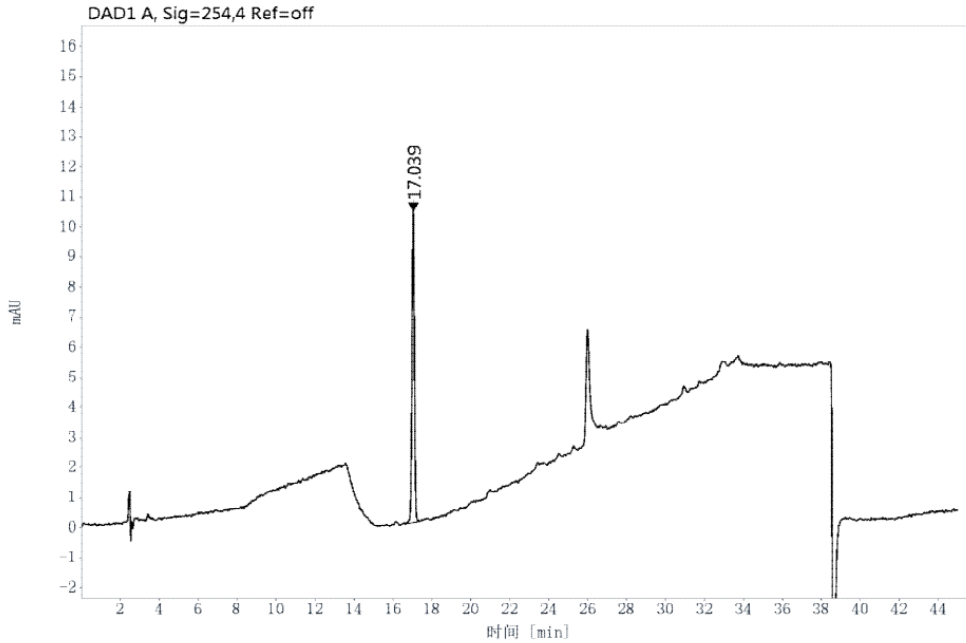
图 5 峰 2 馏分检测图谱



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
	16.12	300.67	100.0		1.02	80559.7

图 6 峰 3 馏分检测图谱

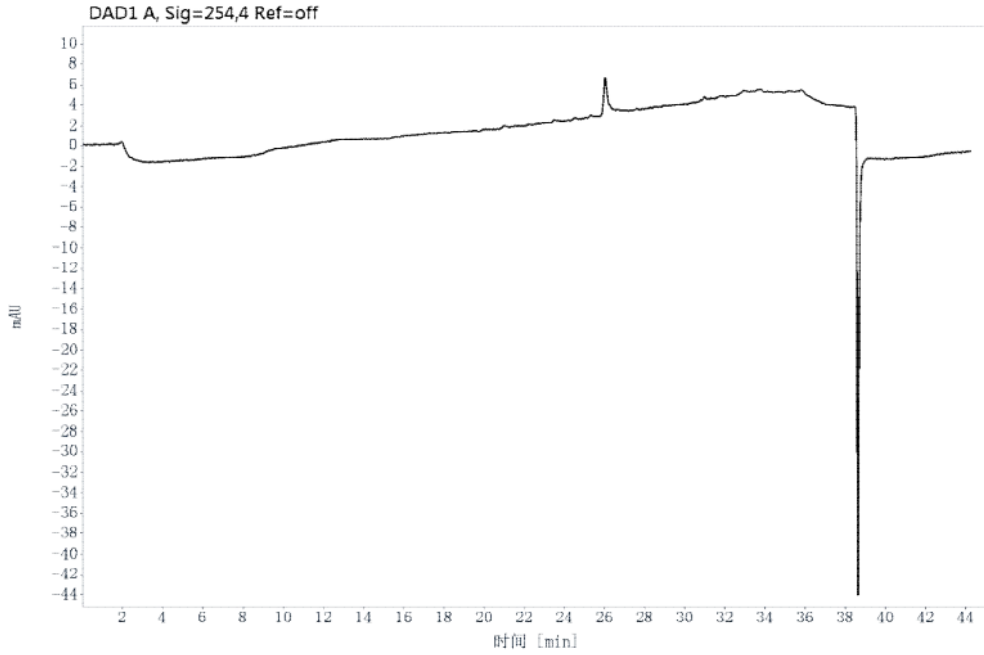


信号: DAD1 A, Sig=254,4 Ref=off

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
	17.04	90.38	100.0		1.02	89151.9

图 7 峰 4 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

图 8 空白图谱

结论：各组分馏分中仅含单一目标峰，满足客户要求，后经客户核磁确认，峰 1 及峰 3 为所需目标物。

2. 结论

使用月旭 Ultimate XS-C18，在对应色谱条件下进行制备样品，峰 1 及峰 3 为所需目标物，制备结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2024/06/21

