

分离纯化报告

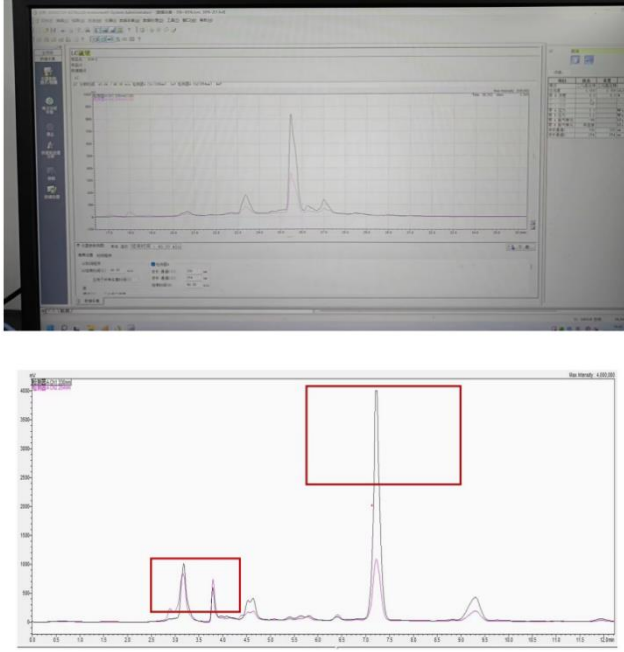
样品信息			
样品名称	中药甲醇提取物	项目编号	20240712-656
样品性状	固体	样品重量	/
收样日期	2024/07/23	测试期间	2024/07/26~2024/08/26
目标物信息			
			
目标物保留时间	/	面积归一化含量 (%)	/
实验要求			
筛选能够分离 JZ-01 和 JZ-02 的制备，并且用该柱子分析样品 CXM、LXH			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
甲酸	AR	西亚试剂	
三氟乙酸	AR	阿拉丁	
乙腈	HPLC	月旭科技	
甲醇	HPLC	月旭科技	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	

图 1 客户图谱



高效液相色谱仪	Agilent1260	安捷伦
制备型高效液相色谱仪	月旭 Sail1000	月旭科技

1. 试验过程

1.1. 方法重现

流动相配置：

流动相 A：量筒量取 1000mL 超纯水,加入 1mL 甲酸，混匀过滤至试剂瓶，超声待用即可。

流动相 B：色谱级乙腈过滤至试剂瓶，超声待用即可

样品配置：

样品溶液：

JZ-01 样品溶液：5mg/mL 溶于甲醇后过滤至进样小瓶即可。

JZ-02 样品溶液：5mg/mL 溶于甲醇后过滤至进样小瓶即可。

LXH 样品溶液：5mg/mL 溶于甲醇后过滤至进样小瓶即可。

CXM 样品溶液：5mg/mL 溶于纯水后过滤至进样小瓶即可。

按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	Agilent1260		
色谱柱	Ultimate XB-C18 (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	0.1%甲酸水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1mL/min		
进样量	40μl		
柱温	/		
检测波长	330nm/254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	95	5
	30	5	95
	30.1	95	5
	40	95	5

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

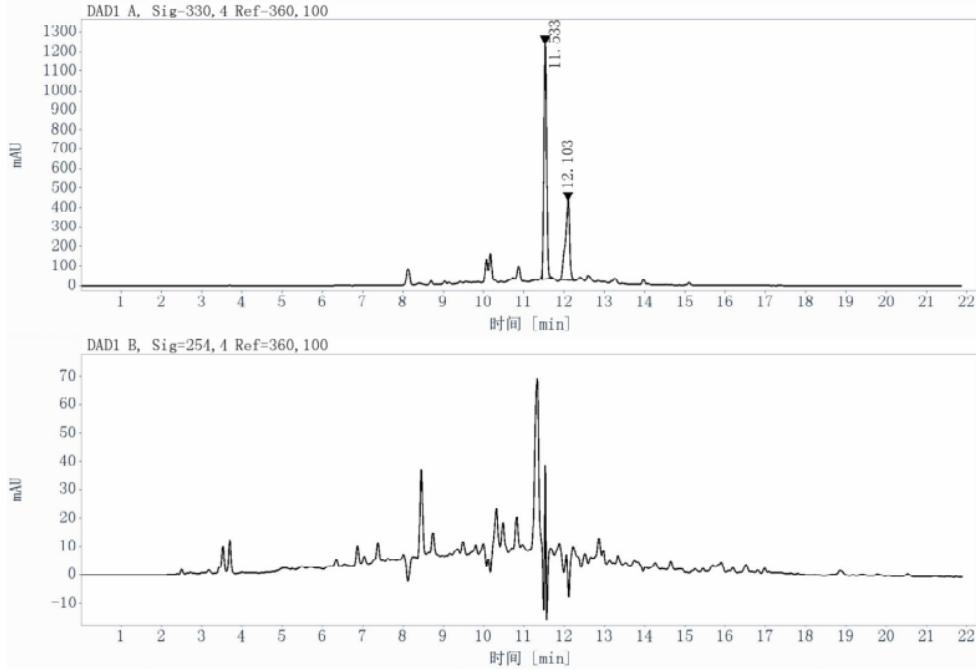
第 2 页 共 10

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500





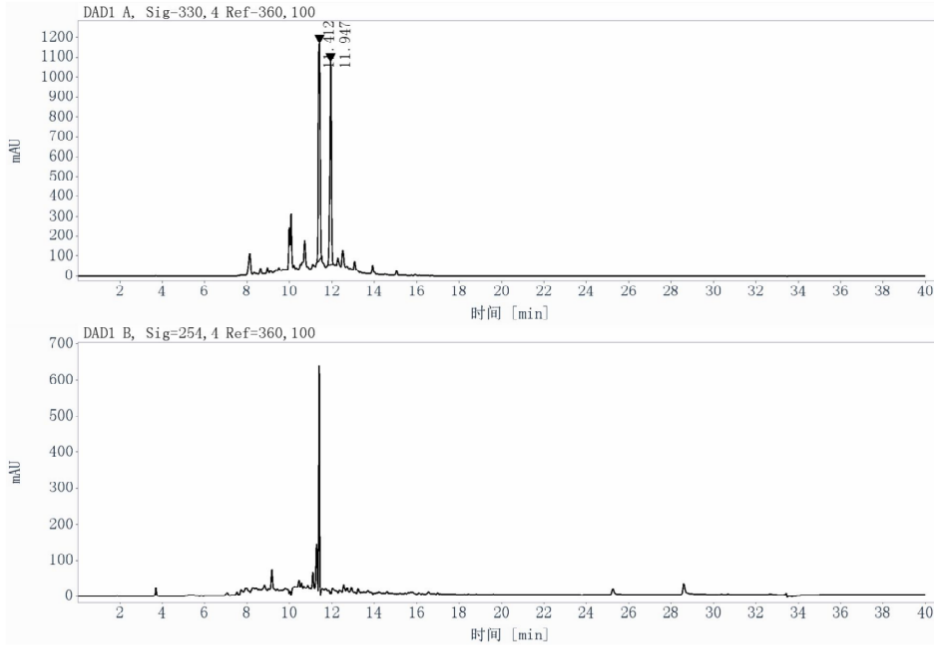
信号:

化合物名称

DAD1 A, Sig=330, 4 Ref=360, 100

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
11.53	5801.71	65.75		1.07	134294.2
12.10	3021.85	34.25	3.70	0.76	71027.3

图1 JZ-01 方法重现图谱



信号:

化合物名称

DAD1 A, Sig=330, 4 Ref=360, 100

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
11.41	6472.47	54.97		0.99	105590.9
11.95	5302.58	45.03	3.89	0.87	125904.5

图2 JZ-02 方法重现图谱

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10

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



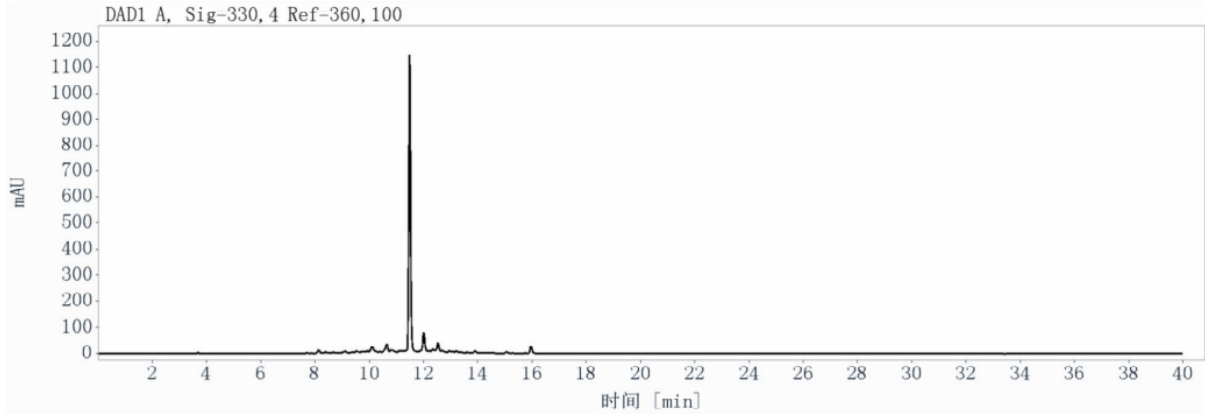


图3 LXH 方法重现图谱

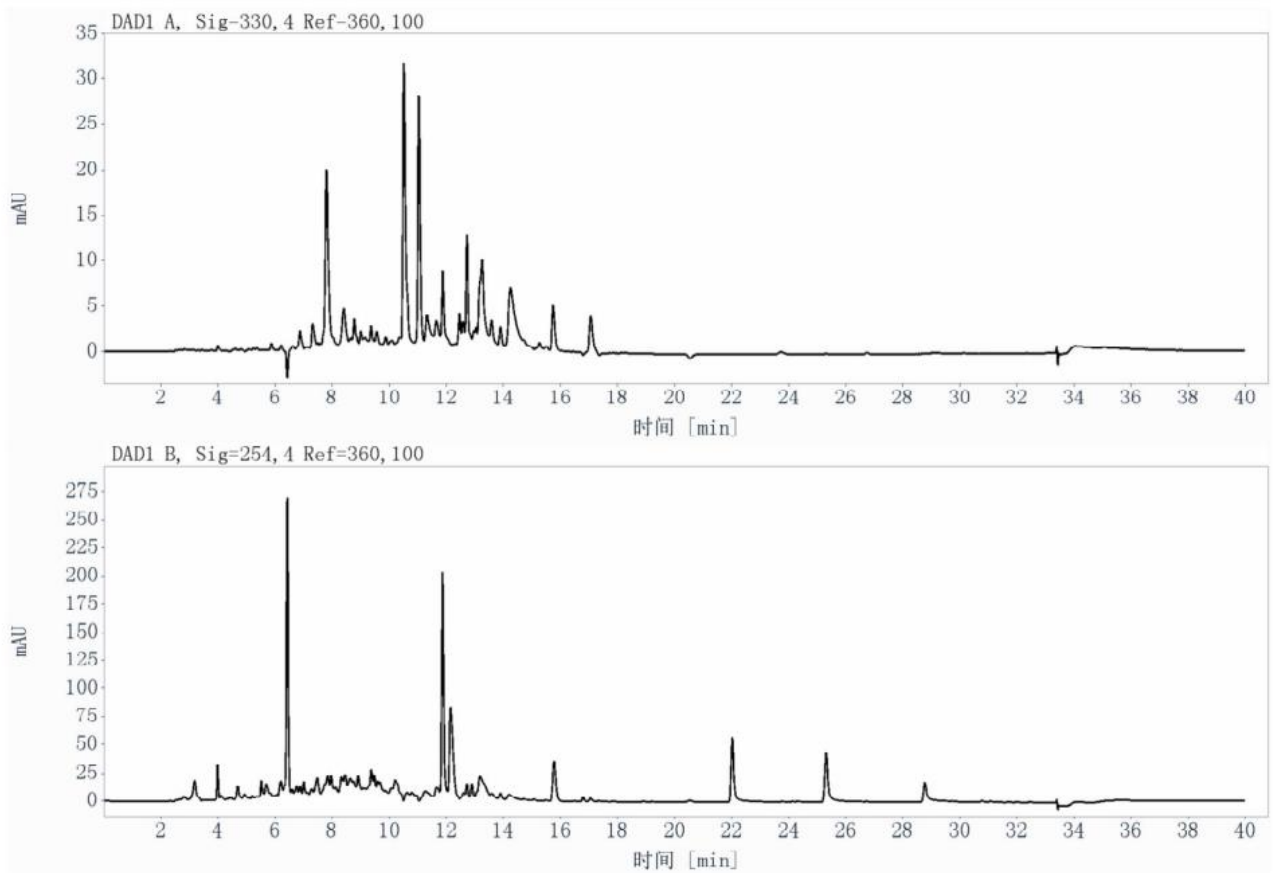


图4 CXM 方法重现图谱

结论：可以重现客户图谱，JZ-01 和 JZ-02 中 RT11.5min，RT12.1min 为分离的目标峰。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

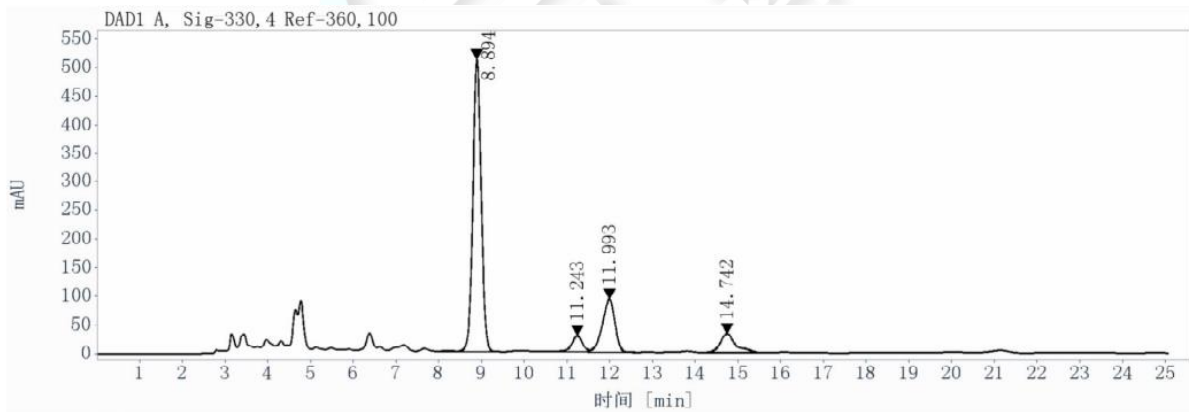
按照以下色谱条件进行分析：

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



仪器	Agilent1260		
色谱柱	Ultimate XB-C18 (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	0.1%TFA 水		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	1mL/min		
进样量	40μl		
柱温	/		
检测波长	330nm/254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	60	40
	30	60	40
	30.1	5	95
	35	5	95
	35.01	60	40
	45	60	40

分析图谱如下图所示:



信号:

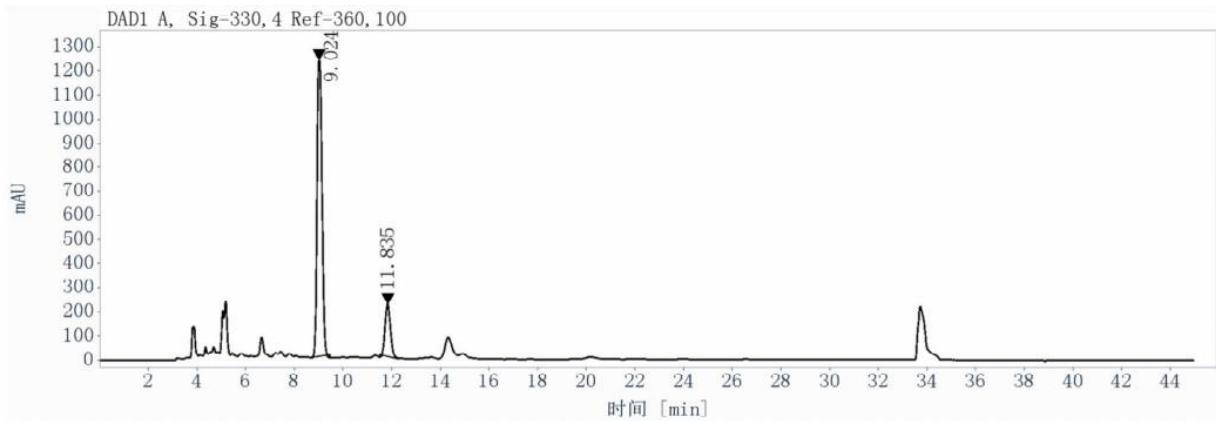
DAD1 A, Sig=330, 4 Ref=360, 100

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
8.89	6908.89	68.55		1.04	10172.6
11.24	471.73	4.680	5.94	0.90	10554.7
11.99	1867.11	18.52	1.53	0.87	7852.0
14.74	831.62	8.251	4.91	1.36	10404.1

图5 JZ-01 方法开发图谱





信号: DAD1 A, Sig=330, 4 Ref=360, 100

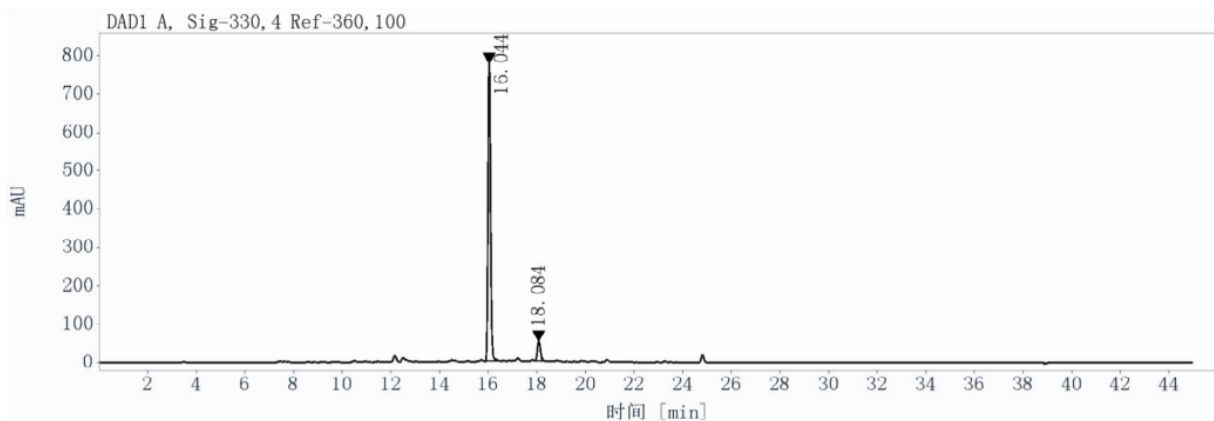
化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	9.02	17270.33	83.76		1.20	10853.4
	11.84	3347.91	16.24	7.43	1.05	13315.7

图6 JZ-02 方法开发图谱

LXH 和 CXM 样品用以下梯度进行分析：

梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	80	20
	30	40	60
	30.1	5	95
	35	5	95
	35.01	80	20
	45	80	20

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=330, 4 Ref=360, 100					
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
	16.04	5614.57	92.49		1.15	114305.4
	18.08	456.01	7.512	9.57	1.18	93569.4

图 7 LXH 方法开发图谱

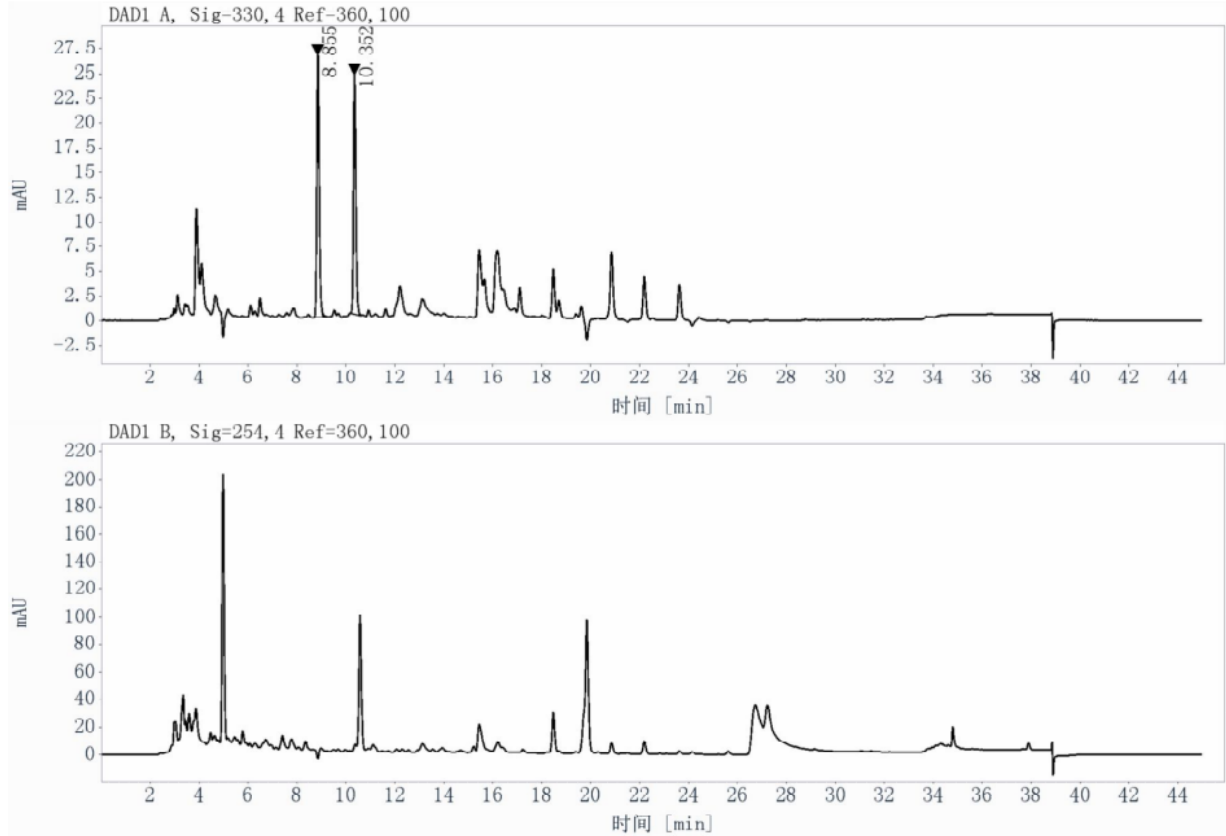


图 8 CXM 方法开发图谱

样品 JZ-01 中 RT8.9min, RT12min 为所需分离目标峰，分离度较大，且该体系适用于其他三个样品。

1.2.2. 样品制备

仪器信息	月旭 Sail100
色谱柱	Ultimate XB-C18 (10×250mm,7μm)
流动相	0.1%TFA: 甲醇
柱温	/
检测波长	330nm/254nm
流速	5mL/min

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



进样量	3mg		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	65	35
	34	65	35
	35	95	5
	40	95	5
	41	65	35
	50	65	35

制备图谱如下图所示：

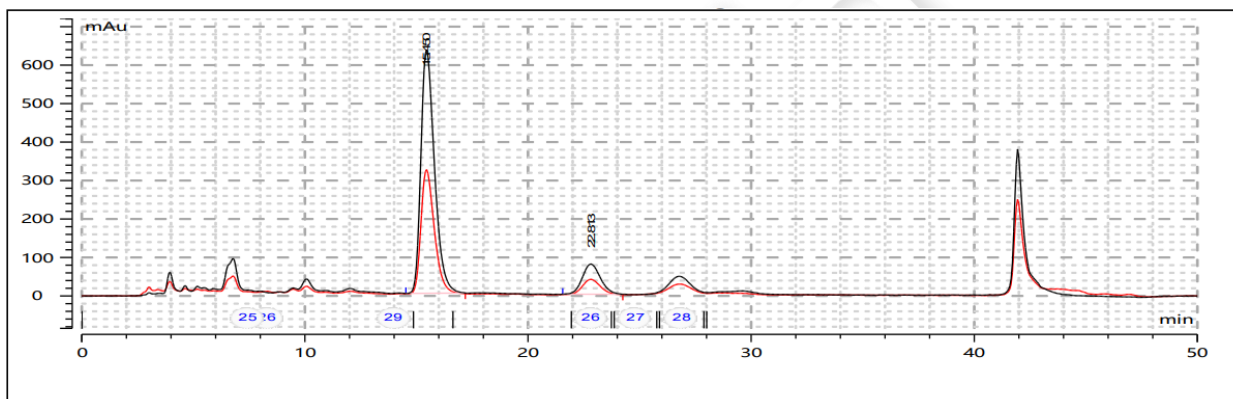


图9 JZ-01 样品制备图谱

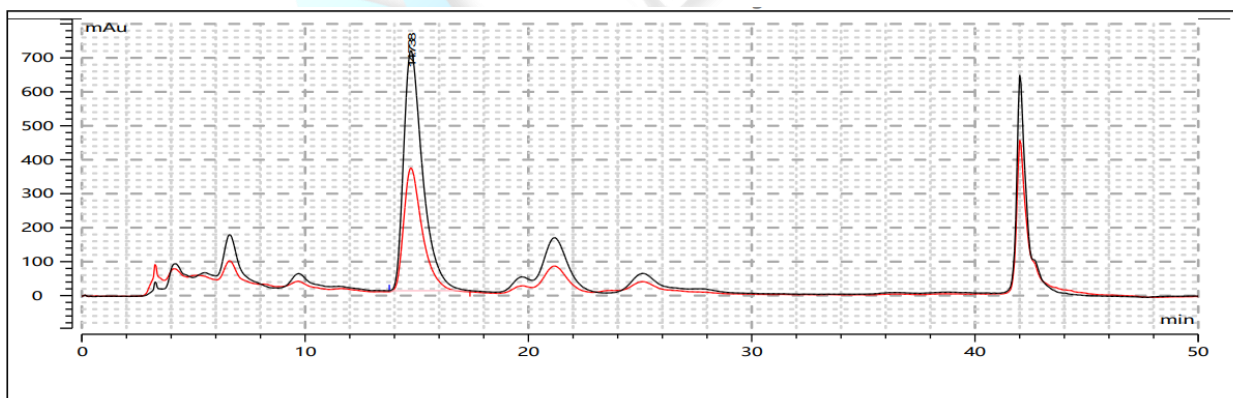


图10 JZ-02 样品制备图谱

收集 JZ-01 中 RT15.4min 和 RT22.8min 两个目标峰进行检测。

LXH 和 CXM 样品用以下梯度进行制备：



梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	80	20
	30	40	60
	30.1	5	95
	35	5	95
	35.01	80	20
	45	80	20

制备图谱如下图所示：

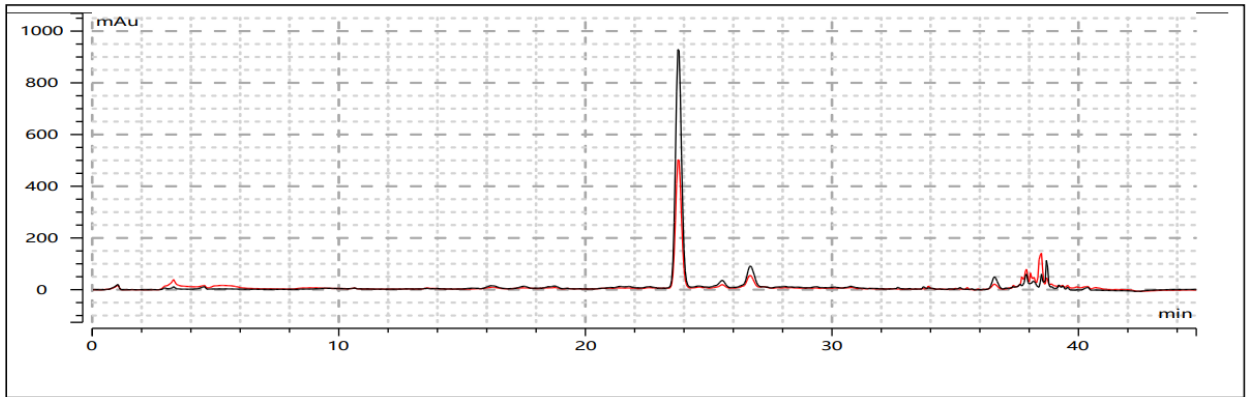
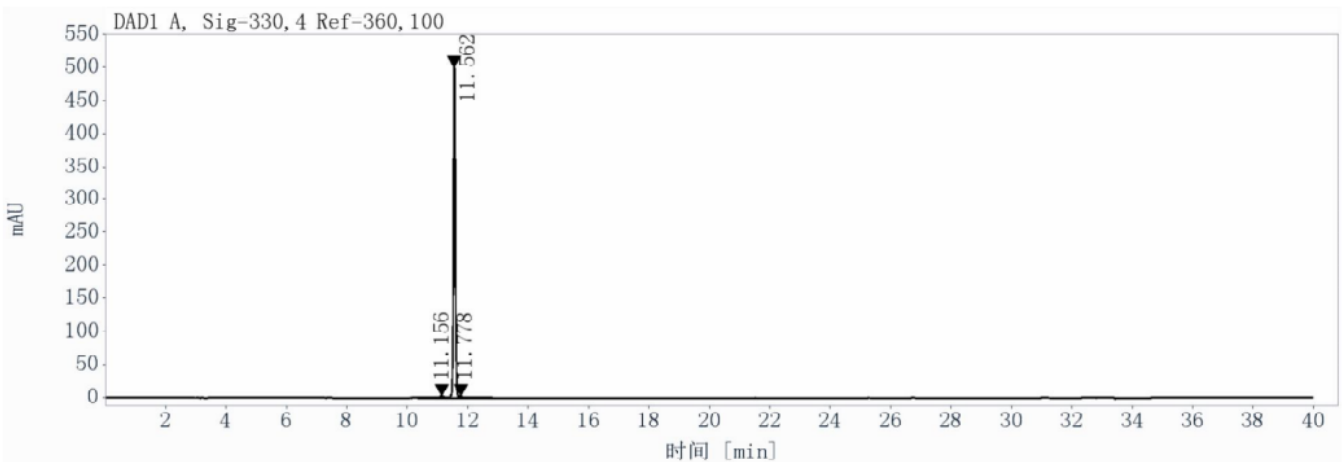


图 11 LXH 样品制备图谱

CXM 样品进入色谱柱后柱压急速升高，无法制备。

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 1.2.1”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

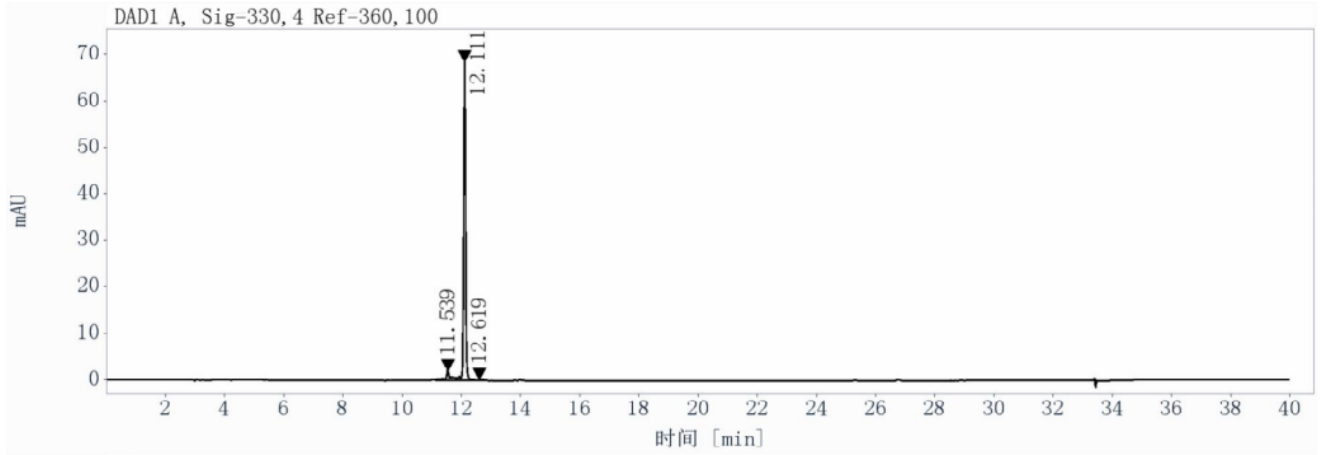
Tel:400-810-6969



信号: DAD1 A, Sig=330, 4 Ref=360, 100

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
	11.16	40.36	1.760		0.66	39905.2
	11.56	2224.41	97.00	2.40	1.08	161583.5
	11.78	28.35	1.236	1.51	4.24	76176.9

图 12 JZ-01-RT15.4min 馏分检测图谱



信号: DAD1 A, Sig=330, 4 Ref=360, 100

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
	11.54	29.99	8.687		1.02	104879.3
	12.11	313.13	90.70	4.41	1.09	171941.5
	12.62	2.11	0.6116	2.48	1.69	29618.5

图 13 JZ-01-RT22.8min 馏分检测图谱

结论：能够分离所需目标峰。

2. 结论

使用月旭 Ultimate XB-C18，在对应色谱条件下进行制备样品，能够分离所需目标峰，且除 CXM 外其他样品同样可以在该制备柱上进行分析，结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2024/08/27

