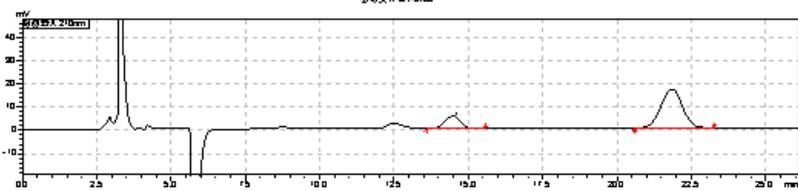


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	糖类	项目编号	20230516-388
样品性状	黄色粘稠液体	样品重量	30mL(200mg/mL)
收样日期	2023/04/19	测试期间	2023/04/20~2023/06/16
目标物信息			
			
图 1 客户分析谱图			
目标物保留时间	21.5min	面积归一化含量 (210nm, %)	/
实验要求			
样品中主要含三种糖类：二糖、三糖、四糖；洗脱液最好用纯水，玻璃层析柱优先。			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
甲酸铵	AR	西亚试剂	
乙腈	HPLC	月旭	
水	二级	月旭	
乙醇	HPLC	阿拉丁	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
高效液相色谱仪	月旭 Wisys5000	月旭	
半制备型高效液相色谱仪	月旭 WelPrep2000	月旭	
蒸发光散射检测器	月旭 ELSD-5450	月旭	

1. 试验过程

1.1. 方法重现

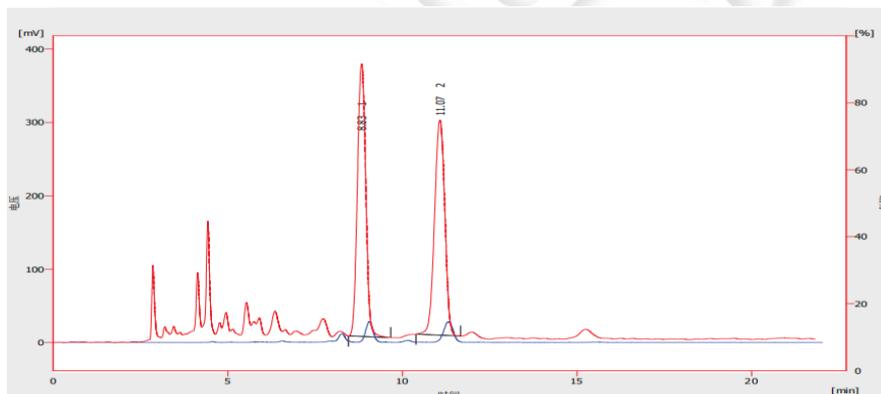
样品配置：吸取 100 μ l 样品置于进样小瓶中，加入 900 μ l 50%乙腈水稀释即得。按照以下色谱分析



方法进行分析：

仪器	月旭 Wisys5000		
色谱柱	Ultimate HILIC Amide (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	10mM 甲酸铵		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1mL/min		
进样量	10μl		
柱温	50°C		
检测波长	210nm		
ELSD	漂移管温度 45°C, 载气 3.5bar		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	35	65
	25	35	65

分析图谱如图 2 所示，红色为紫外检测器，蓝色为蒸发光散射检测器：



	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	不对称因子 [-]	柱效/米 [t.p./m]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	8.832	6194.386	371.934	1.022	124627		1.029
2	11.075	6018.702	293.520	0.932	127355	4.487	0.956
	合计	12213.088	665.455				

图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 11.075min 为目标物。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

取 1.1 项下的进样小瓶进行分析：

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



色谱柱	Ultimate XB-NH ₂ (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	水		
流动相 B	色谱级乙醇		
流速	1mL/min		
进样量	10μl		
柱温	30°C		
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
	20	20	80

分析图谱如下图 3 所示，红色为紫外检测器，蓝色为蒸发光散射检测器：

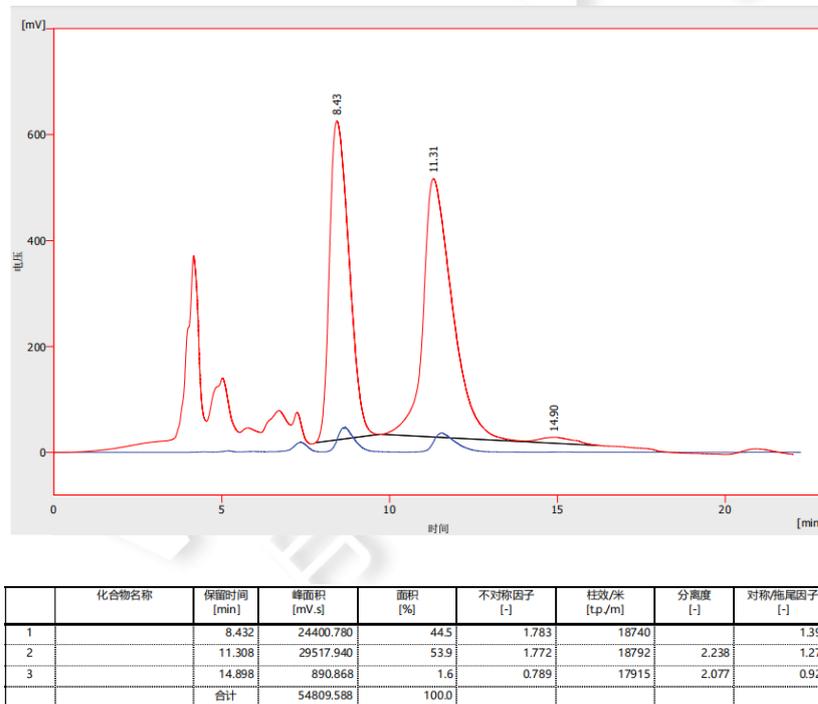


图 3 方法开发图谱

1.2.2. 样品制备

称取适量样品，加入纯水和乙醇稀释，过滤，使其浓度为 20mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器	月旭 WelPrep2000
色谱柱	Ultimate XB-NH ₂ (10×250mm,10μm)
流动相 A	水

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



流动相 B	制备级乙醇		
流速	5mL/min		
进样量	0.5mL		
柱温	室温		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	19	81
	20	19	81

制备图谱如图 4 所示:

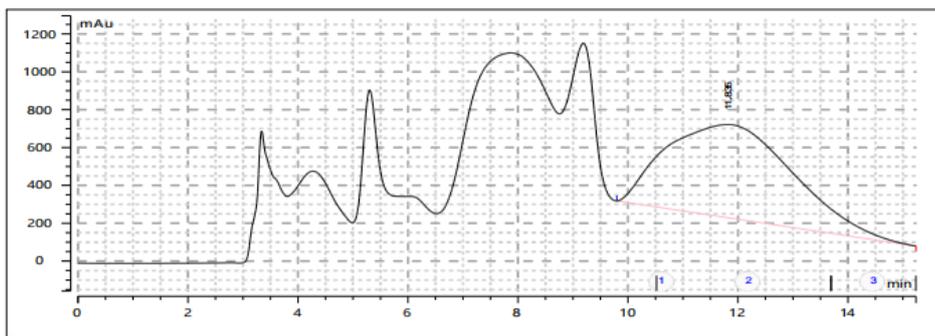
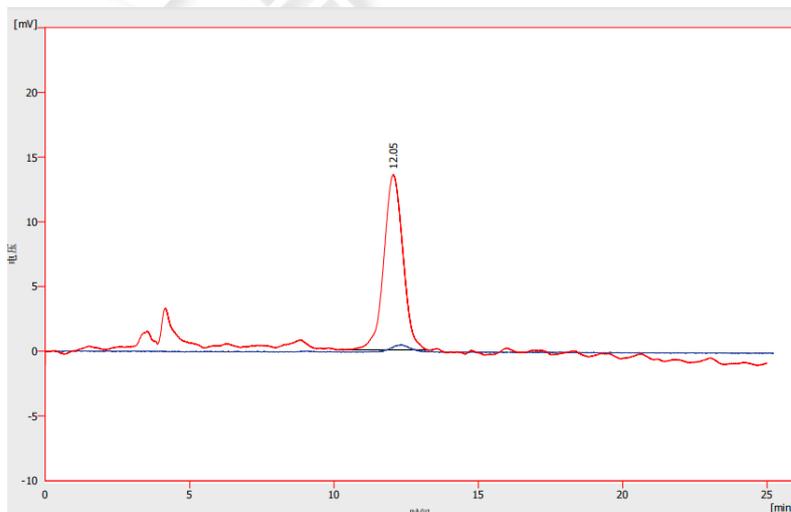


图 4 粗品制备图

经过制备, 收集到 RT10-14min 目标馏分。

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 1.2.2”一致。分析图谱如图 5, 6 所示, 红色为紫外检测器, 蓝色为蒸发光散射检测器:



化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	不对称因子 [-]	柱效/米 [tp./m]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	12.052	624.484	100.0	1.041	32843		0.980
	合计	624.484	100.0				

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



图 5 制备液分析图谱

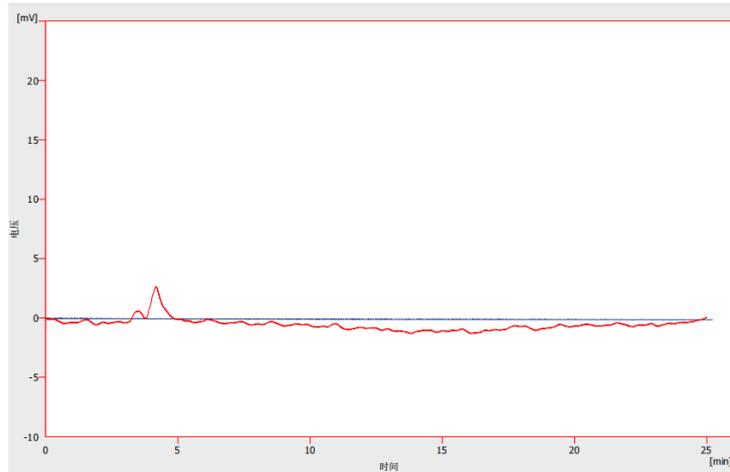


图 6 空白分析图谱（制备流动相）

结论：由图可见制备液仅有所需目标物。

2. 结论

使用月旭 Ultimate XB-NH₂ (10×250mm,10μm) 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 10mg 时，制备收集到的仅为所需目标物，制备结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2023/06/16

