

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	未知杂质	项目编号	20230630-559
样品性状	黄色粘稠液体	样品重量	/
收样日期	2023/07/05	测试期间	2023/07/07~2023/07/12

目标物信息

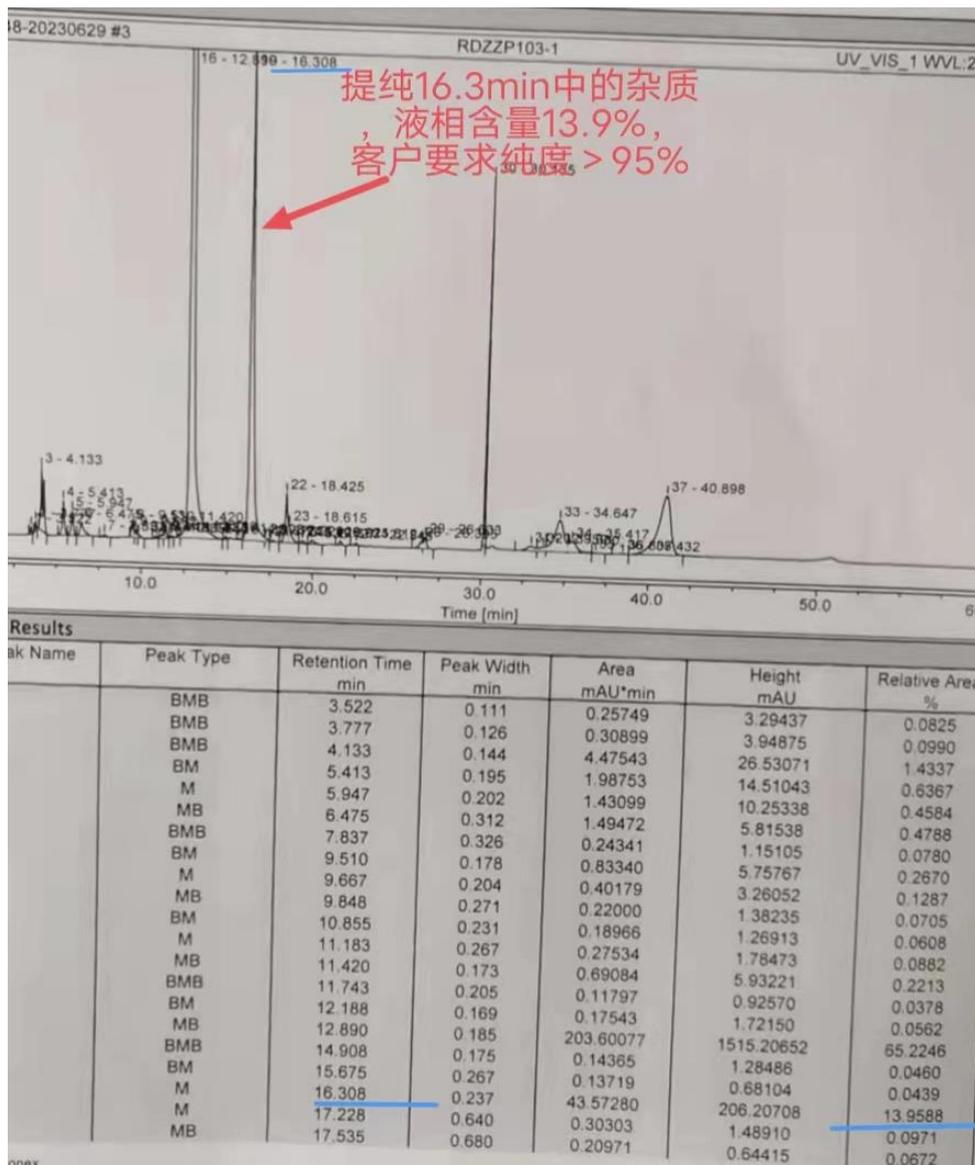


图 1 客户分析谱图

目标物保留时间	16.3min	面积归一化含量 (240nm, %)	13.9
实验要求			

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



提纯 16.3min 中的杂质，该峰纯化后结果大于 95%		
试剂信息		
试剂名称	级别	供应商
正己烷	HPLC	麦克林
乙醇	HPLC	Greagent
乙腈	HPLC	月旭
磷酸	AR	麦克林
仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
高效液相色谱仪	岛津 LC-20AD	岛津
半制备型高效液相色谱仪	月旭 WelPrep2000	月旭

1. 试验过程

1.1. 方法重现

流动相配置：

流动相 A：量取 500mL 纯水，加入 1mL 磷酸，混匀抽滤转移至试剂瓶中超声待用。

流动相 B：纯乙腈抽滤至试剂瓶即可。

样品配置：

样品溶液：吸取 200 μ l 样品至进样小瓶，加乙醇稀释至 1mL 即可。

按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	岛津 LC-20AD		
色谱柱	Ultimate XB-NH ₂ (4.6×250mm,5 μ m)		
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	1 μ l		
柱温	25℃		
检测波长	240nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	0	100

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

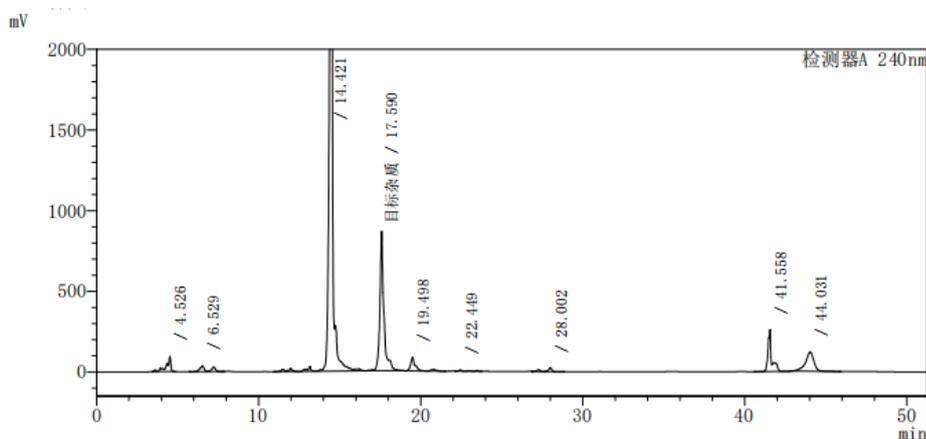
邮编：321000

邮编：211500



	3	0	100
	15	7	93
	45	40	60
	45.01	0	100
	50	0	100

分析图谱如图 2 所示：



<峰表>

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		4.526	1648051	1.872	5961	0.601	—
2		6.529	1155271	1.312	2961	1.692	5.608
3		14.421	59799022	67.927	44716	1.410	20.967
4	目标杂质	17.590	14595952	16.580	39438	1.523	10.108
5		19.498	1936168	2.199	39696	1.377	5.117
6		22.449	176624	0.201	119041	0.844	9.057
7		28.002	466646	0.530	109479	0.799	18.545
8		41.558	3976456	4.517	360351	1.478	44.053
9		44.031	4280454	4.862	41522	0.807	4.334
总计			88034645	100.000			

图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，确认目标物为 RT17.59min 处色谱峰。

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：

仪器	月旭 WelPrep2000
色谱柱	Ultimate SiO ₂ (4.6×250mm,5μm)
流动相 A	正己烷
流动相 B	乙醇
流速	1mL/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

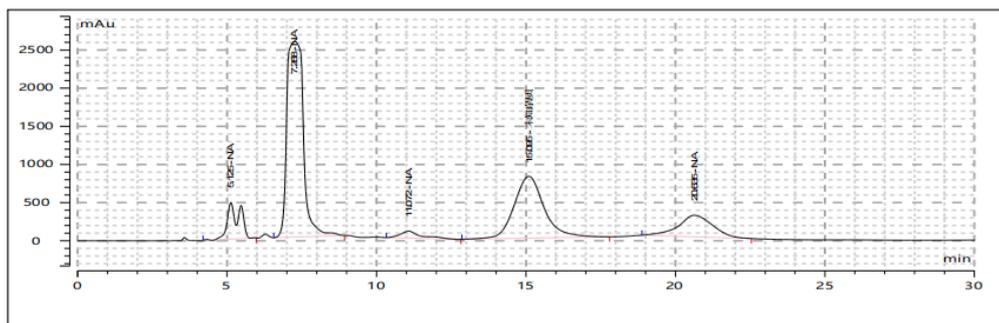
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



进样量	1 μ l		
柱温	/		
检测波长	240nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	65	35
	40	65	35

分析图谱如图 3 所示：



No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	N.A.	5.125	13840.687	7.077	2.2	1.183	462
2	N.A.	7.268	98676.377	50.458	3.9	1.279	863
3	N.A.	11.072	4271.148	2.184	3.0	1.529	2167
4	未知杂质	15.095	56277.397	28.777	3.0	1.175	1219
5	N.A.	20.635	22496.757	11.504	0.0	0.965	1705

图 3 方法开发图谱

结论：通过与图 1 和图 2 进行比较，确认目标物为 RT15.059min 处色谱峰。

1.2.2. 样品制备

取 1.1 项下的进样小瓶，梯度如下，其余条件同 1.2.1 进行制备：

仪器	月旭 WelPrep2000		
色谱柱	Ultimate SiO ₂ (10 \times 250mm,5 μ m)		
流动相 A	正己烷		
流动相 B	乙醇		
流速	5mL/min		
进样量	0.2ml		
柱温	/		
检测波长	240nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	25	70	30

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



	25.1	20	80
	35	20	80
	35.1	70	30
	40	70	30

制备图谱如图 4 所示：

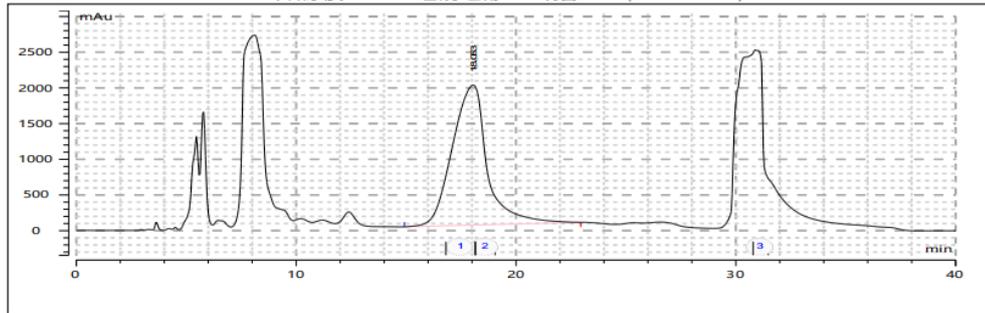
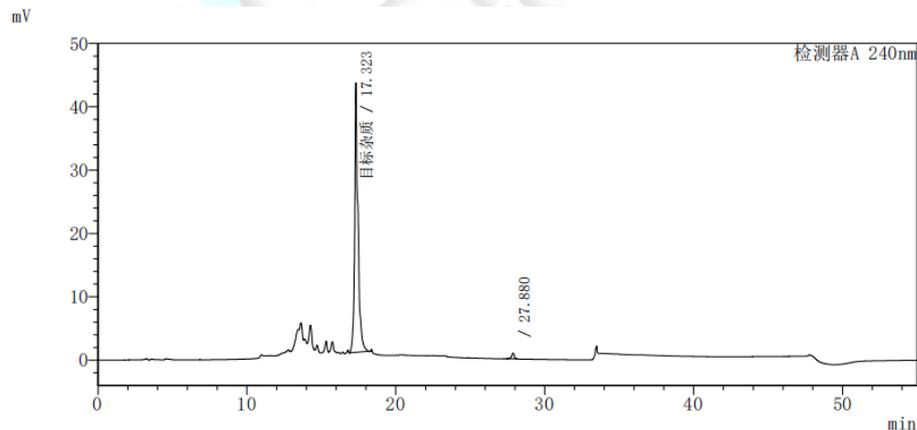


图 4 粗品制备图

经过制备，收集到 RT17-19min 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 1.1”一致。分析图谱如图 5，6 所示：



<峰表>

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	目标杂质	17.323	660089	98.341	47934	1.333	—
2		27.880	11138	1.659	123973	0.786	33.346
总计			671226	100.000			

图 5 制备液分析图谱



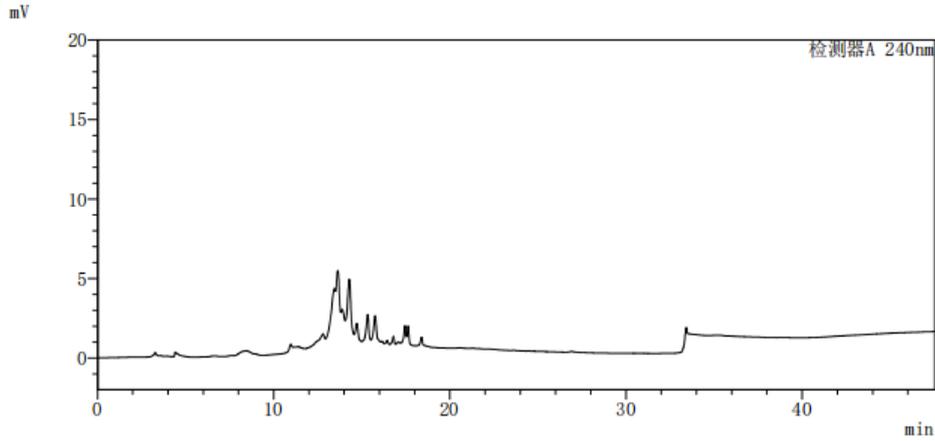


图 6 空白分析图谱（制备流动相）

2. 结论

使用月旭 Ultimate SiO_2 (10×250mm,5 μm) 在此色谱条件下进行制备，制备收集到的目标杂质纯度为 98.3%，制备结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2023/07/13

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

