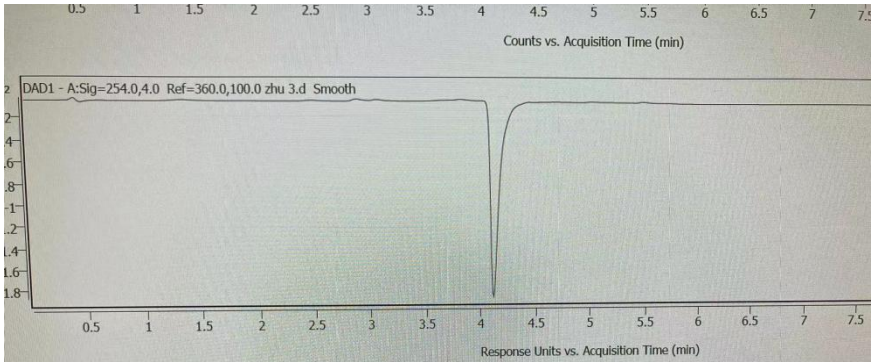


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	VB-6	项目编号	FLCHFwLC-20231030-001
样品性状	黄色粉末	样品重量	1.06g
收样日期	2023/10/30	测试期间	2023/10/30~2023/11/27
目标物信息			
			
目标物保留时间	4.1min	面积归一化含量 (254nm, %)	/
实验要求			
分离并制备两个异构体，光学纯度大于 95%			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
三氟乙酸	AR	阿拉丁	
正己烷	HPLC	麦克林	
乙醇	HPLC	阿拉丁	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
半制备型高效液相色谱仪	月旭 WelPrep2000	月旭科技	
制备型高效液相色谱仪	月旭 Sail1000	月旭科技	

1. 试验过程

1.1. 方法开发

流动相配置:

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 A：纯正己烷抽滤至试剂瓶即可。

流动相 B：量筒量取 500mL 乙醇并加入 500 μ l 三氟乙酸，混匀抽滤至试剂瓶即可。

样品配置：

样品溶液：10mg/mL 溶于乙醇。

按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	月旭 WelPrep2000		
色谱柱	Ultimate Amy-D (4.6 \times 250mm,5 μ m)		
流动相 A	正己烷		
流动相 B	乙醇 (含 0.1%TFA)		
流速	1mL/min		
进样量	2 μ l		
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	80	20
	20	80	20

分析图谱如图 2 所示：

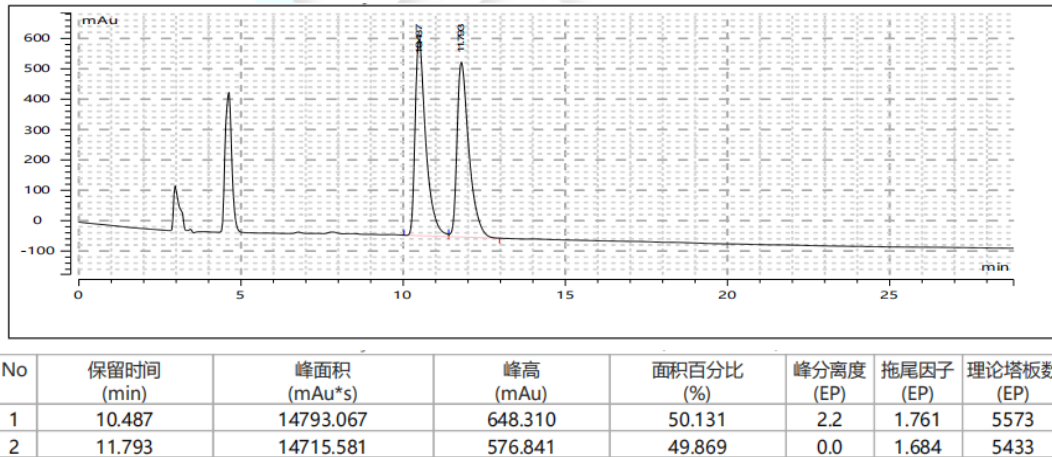


图 2 方法开发图谱



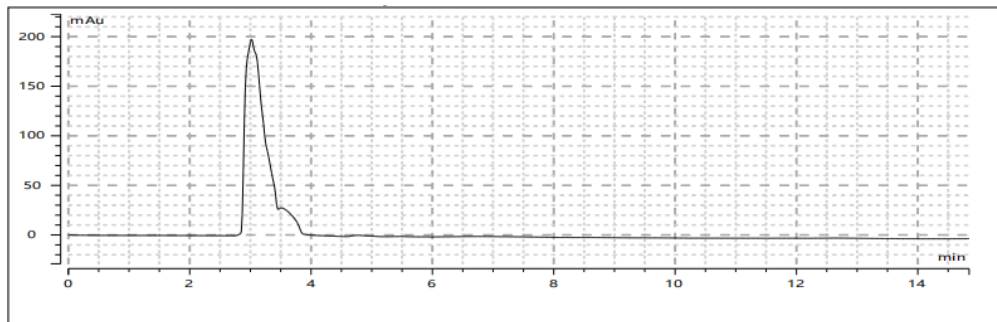


图3 空白溶剂图谱

结论：通过面积归一化法，可以确定 RT10.5min 和 RT11.8min 为两个目标物质。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 样品制备

仪器	月旭 Sail1000		
色谱柱	Ultimate Amy-D (30×250mm,5μm)		
流动相 A	正己烷		
流动相 B	乙醇（含 0.1%TFA）		
流速	25mL/min		
进样量	10mg		
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	80	20
	40	80	20

制备图谱如下图 4 所示：

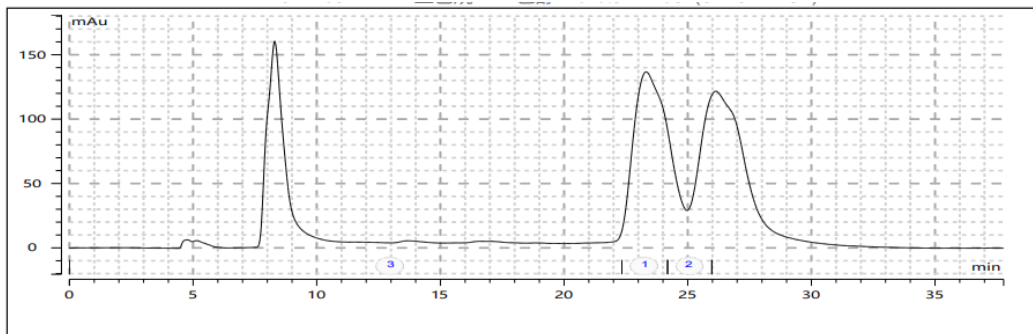


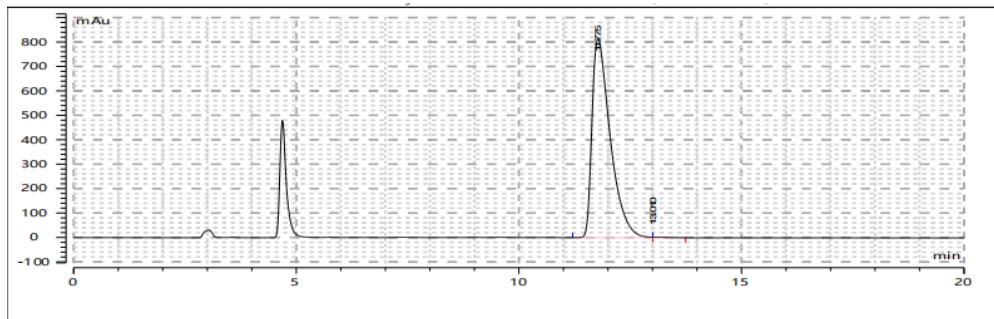
图4 样品制备图谱

多次制备后收集目标馏分并旋干进行检测。



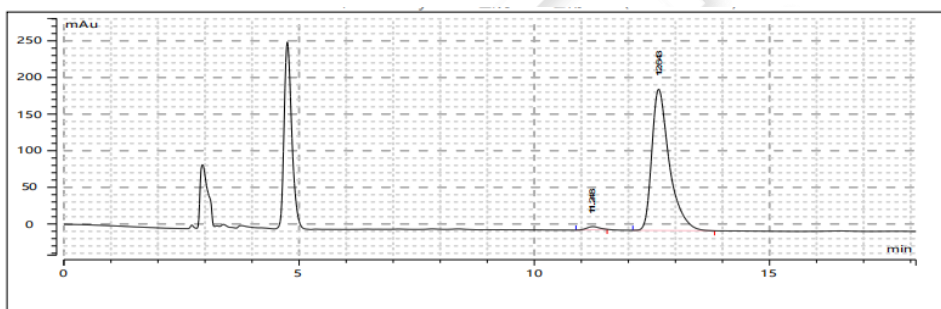
1.2.2. 馏分分析

将 1.2.1 中收集到的馏分旋干后进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如下图所示：



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	11.775	23127.497	813.779	99.811	1.9	1.921	4213
2	13.010	43.799	1.800	0.189	0.0	0.046	8174

图 5 峰 1 分析图



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	11.248	74.298	4.208	1.469	2.5	1.021	8757
2	12.643	4983.563	193.010	98.531	0.0	1.563	6344

图 6 峰 2 分析图

结论：由图可见制备液仅为目标物质，且峰 1 光学纯度 99.6%，峰 2 光学纯度 97%，满足客户要求。

2. 结果

使用月旭 Ultimate Amy-D 在此色谱条件下进行制备，制得光学纯度为 99.6%的峰 1 共 410mg，光学纯度为 97%的峰 2 共 480mg。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2023/11/27

