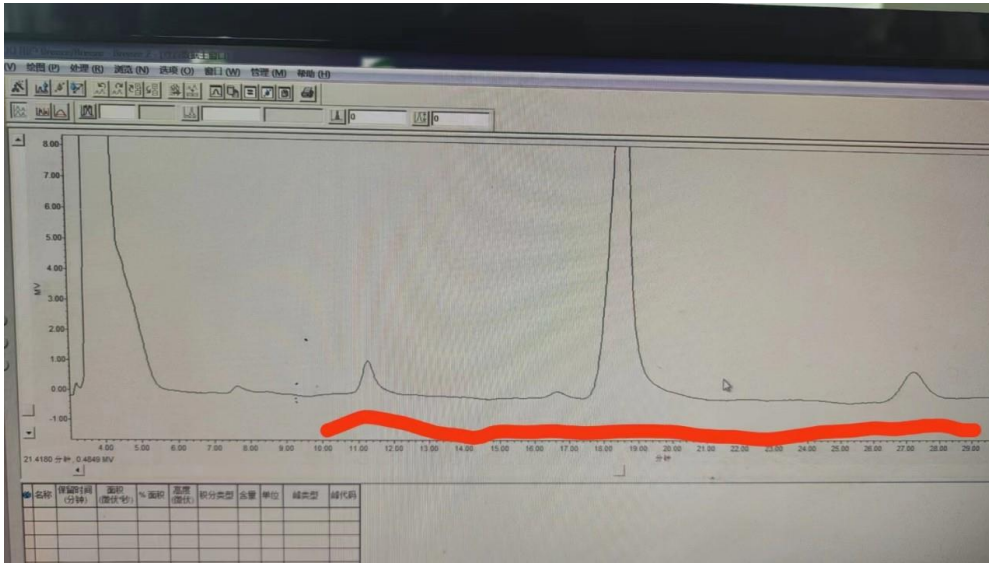


## 分离纯化报告

样品信息			
样品名称	P90s	项目编号	20240717-667
样品性状	透明液体	样品重量	50mg/mL, 约 7mL
收样日期	2024/07/18	测试期间	2024/07/22~2024/07/25
目标物信息			
			
图 1 客户图谱			
目标物保留时间	18min 27min	面积归一化含量 (%)	/
实验要求			
筛选合适的制备柱，制备目标物纯度大于 95，测试 10*250, 10um 半制备柱上样量和压力			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
水	二级	月旭科技	
乙腈	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	岛津 LC-20AD	岛津	
高效液相色谱仪	月旭 Wisys5000	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. 方法重现

流动相配置：

流动相 A：超纯水过滤至试剂瓶，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：

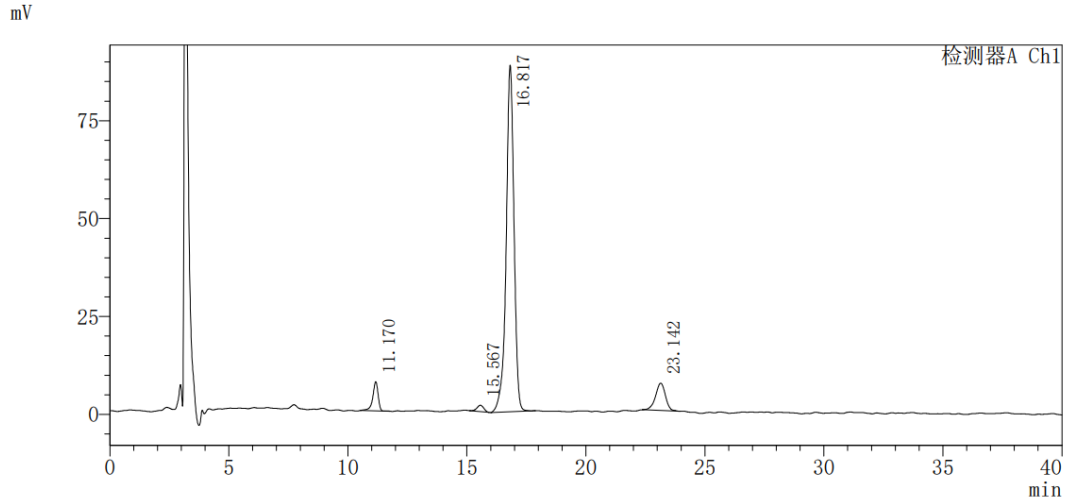
样品溶液：客户样品 200 $\mu$ l 加 600 $\mu$ l 乙腈稀释后过滤至进样小瓶即可。

按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	岛津 LC-20AD		
色谱柱	Ultimate XB-NH <sub>2</sub> (4.6 $\times$ 250mm,5 $\mu$ m)		
流动相 A	水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1mL/min		
进样量	40 $\mu$ l		
柱温	/		
示差检测器	流通池温度 40 $^{\circ}$ C		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	30	70
	40	30	70

分析图谱如下图所示：





<峰表>

检测器A Ch1

峰号	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	11.170	115370	4.862	12828	0.819	--
2	15.567	32594	1.374	13216	0.950	9.393
3	16.817	2022817	85.244	13384	0.908	2.227
4	23.142	202178	8.520	15341	0.927	9.519
总计		2372959	100.000			

图2 方法重现图谱

结论：可以重现客户图谱，RT16.8min，RT23.1min 为所需目标峰。

## 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：

仪器	月旭 Wisys5000		
色谱柱	Ultimate XB-C18 (4.6×250mm,10μm)		
流动相	水：乙腈		
流速	1mL/min		
进样量	40μl		
柱温	/		
ELSD 检测器	蒸发器温度：80℃，气压：3.5bar，增益：动态，过滤：1s		
洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	30	70
	40	30	70

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

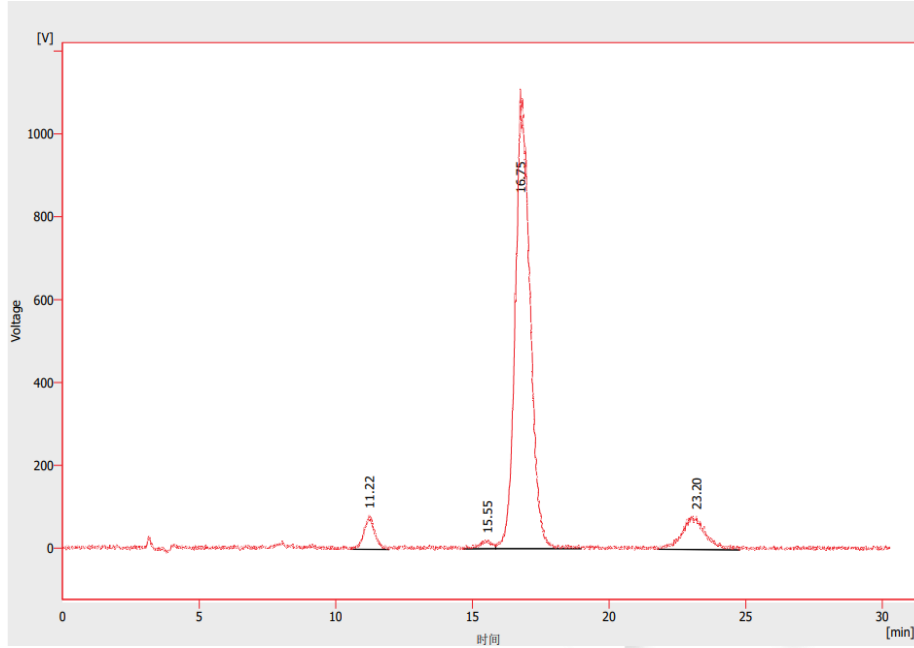
第3页共6页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500





	化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	不对称因子 [-]	分离度 [-]
1		11.222	2240.801	4.6	4421	1.248	
2		15.546	645.850	1.3	10826	0.541	6.813
3		16.746	41373.844	84.2	4505	1.639	1.509
4		23.195	4856.360	9.9	4409	0.895	5.399
		合计	49116.854	100.0			

图 3 方法开发图谱

该方法在 ELSD 检测器及 10um 规格分析柱上可以重现，RT16.8min，RT23.2min 为所需目标峰。

### 1.2.2. 样品制备

样品配置：客户样品加乙腈稀释至溶剂为 70%乙腈水。

仪器信息	月旭 Sail100
色谱柱	Ultimate XB-NH2 (10×250mm,10μm)
柱压	1.55Mpa
流动相	乙腈：水=78：22
柱温	/
ELSD 检测器	蒸发器温度：80℃，气压：3.5bar，增益：动态，过滤：1s
流速	5mL/min
进样量	75mg
运行时间	40min

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

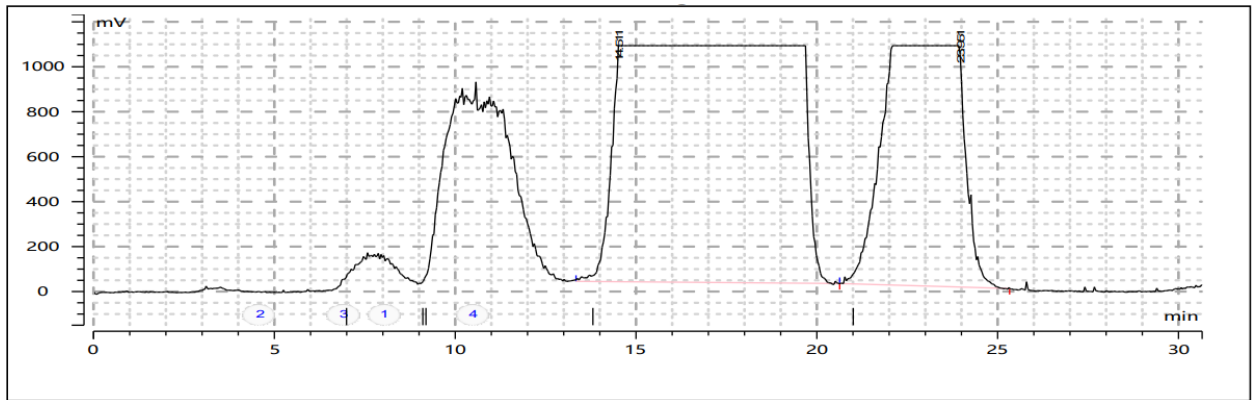
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



制备图谱如下图所示：



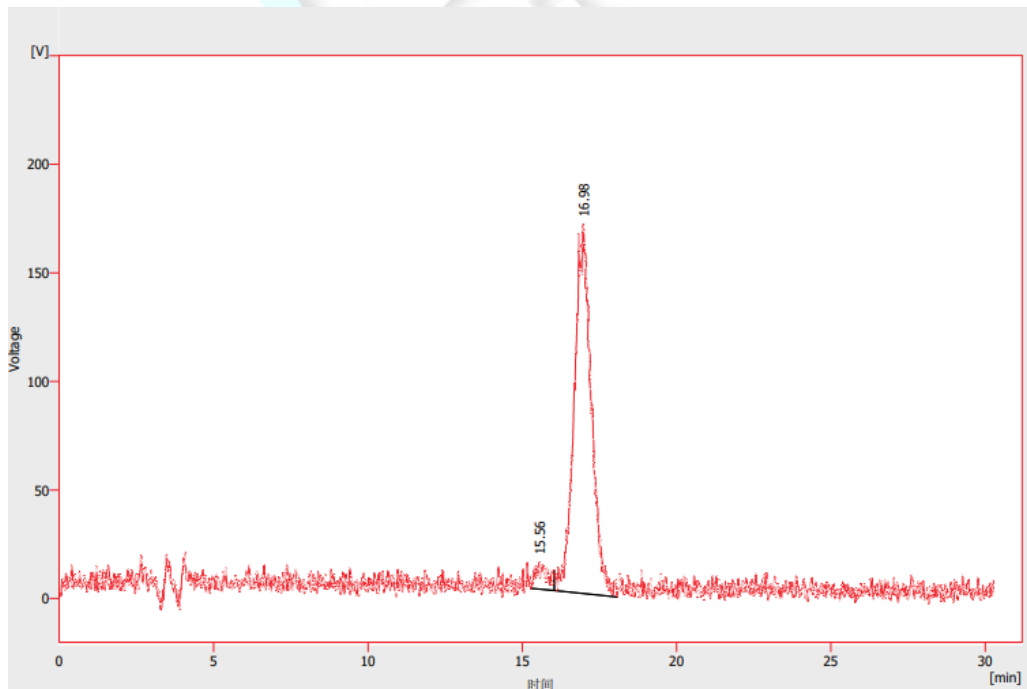
No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	14.511	351799.103	1050.590	68.203	1.4	5.272	38
2	23.951	164015.702	1074.239	31.797	0.0	0.610	537

图 4 样品制备图谱

收集目标峰进行检测。

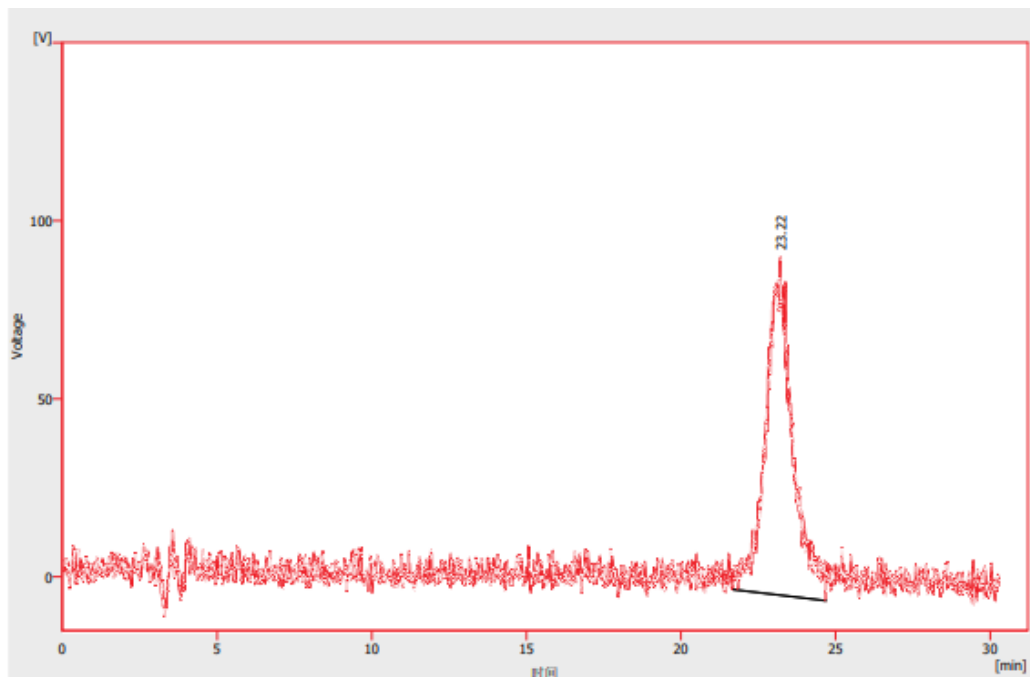
### 1.2.3. 馏分分析

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：



	化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	不对称因子 [-]	分离度 [-]
1		15.564	313.799	4.5	135702	1.945	
2		16.984	6584.689	95.5	4977	1.023	2.516

图 5 馏分 1 检测图谱



	化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	不对称因子 [-]	分离度 [-]
1		23.224	5626.696	100.0	5136	1.028	
		合计	5626.696	100.0			

图 5 馏分 2 检测图谱

结论：纯度均大于 95%，最大上样量 75mg，压力为 1.55Mpa。

## 2. 结论

使用月旭 Ultimate XB-NH<sub>2</sub>，在对应色谱条件下进行制备样品，能够收集所需目标峰，纯度均大于 95%，最大上样量 75mg，压力为 1.55Mpa。制备结果满足客户要求。

报告人：Queena

审核人：Jim

日期：2024/07/26

