

## 分离纯化报告

样品信息			
样品名称	X82	项目编号	20240516-466
样品性状	白色固体	样品重量	/
收样日期	2024/05/15	测试期间	2024/05/15-2024/05/17
目标物信息			
粗品分析图:			
图 1 粗品分析图			
目标物保留时间	API: 20min	面积归一化含量	/
实验要求			
筛选合适的色谱柱，开发工艺，制备目标物，要求目标物纯度 99%			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
甲醇	色谱级	月旭	
甲醇	制备级	月旭	
纯水	一级	月旭	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
分析型高效液相	WIsys5000	月旭	
制备型高效液相	Sail1000	月旭	



## 1. 试验过程

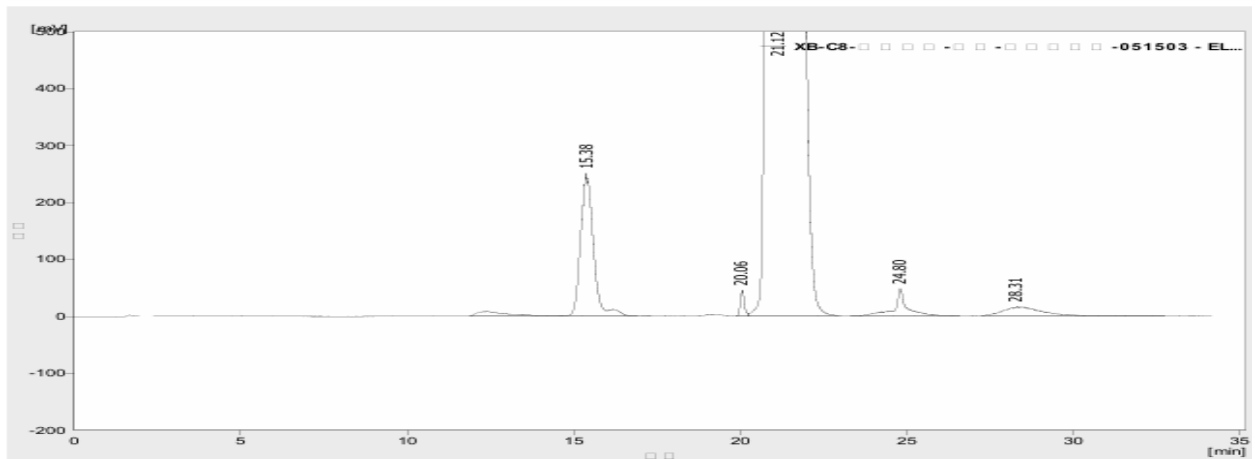
### 1.1. 分离纯化过程

#### 1.1.1. 方法开发

称取样品 60mg，用 3ml 甲醇溶解，过滤后即得，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-C8 4.6×250mm,10µm		
流动相 A	纯水		
流动相 B	甲醇		
流速	1ml/min		
进样量	10µl		
柱温	30°C		
检测器	ELSD		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	35	65
	6	35	65
	7	15	85
	19	0	100
	34	0	100

分析图谱如下图 2 所示：



结果表(不计算 - XB-C8-客户条件-梯度-继续高浓度-051503 - ELSD)

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	15.376	7257.146	2.1	8735	1.260	
2	20.057	372.100	0.1	146510	1.676	10.819
3	21.123	330401.258	97.0	4157	2.029	1.407
4	24.796	1204.926	0.4	100727	0.964	4.537
5	28.306	1248.648	0.4	3691	1.851	3.235
合计		340484.077	100.0			

图 2 方法开发图谱

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

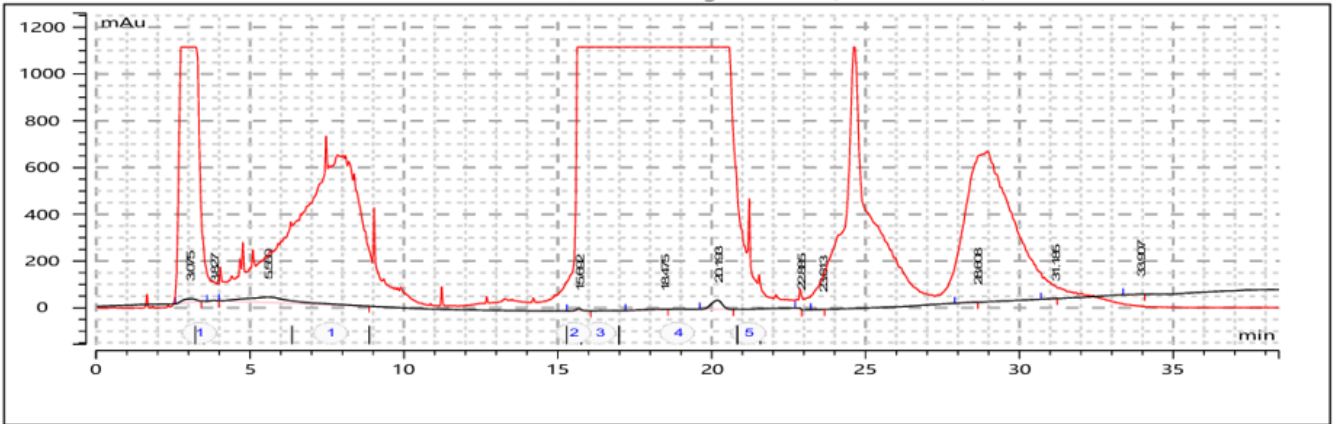


1.1.2. 样品制备

取样品约 400mg，用 10ml 甲醇溶解，过滤后即得，使其浓度为 40mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器	Sail 1000		
色谱柱	Ultimate XB-C8 21.2×250mm,10μm		
流动相 A	纯水		
流动相 B	甲醇		
流速	20ml/min		
进样量	400mg		
柱温	室温		
检测器	ELSD		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	15	85
	3	15	85
	20	0	100
	60	0	100

制备图谱如图 3 所示：



No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	半峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰类型	峰纯度	PDA 匹配名称
1	N.A.	0.567	27.906	0.037	0.021	18.995	0.008	BB	0	
2	N.A.	15.615	344071.319	5.603	5.211	1077.560	99.992	BB*	0	
3	总计									

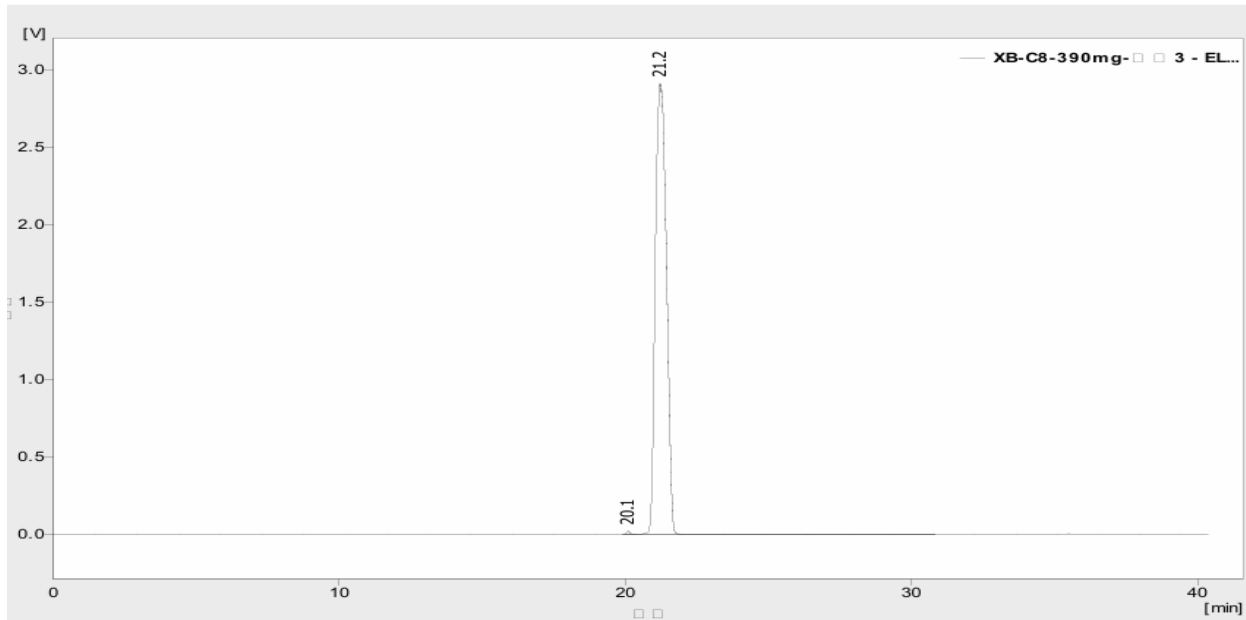
图 3 粗品制备图



经过制备，将馏分分段收集到各馏分瓶中，待分析后将纯度合格的合并冻干。

### 1.1.3. 杂质分析

将 1.1.2 中取馏分液 3-4 适量合并进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1.1”一致。分析图谱如图 4 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	20.106	117.612	0.2	239656	1.044	
2	21.203	77764.129	99.8	12514	1.473	2.385
合计		77881.741	100.0			

图 4 制备液分析图谱

结果：由图可见制备液面积归一化含量为 99.8%，纯度符合客户要求。

## 2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C8，（21.2×250mm,10μm）在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 400mg 时，制备收集到的目标物纯度为 99.8%，冻干收集到合格样品 285mg，制备结果满足客户要求。

报告人:Ada

审核人:Jim

日期:2024/05/23

