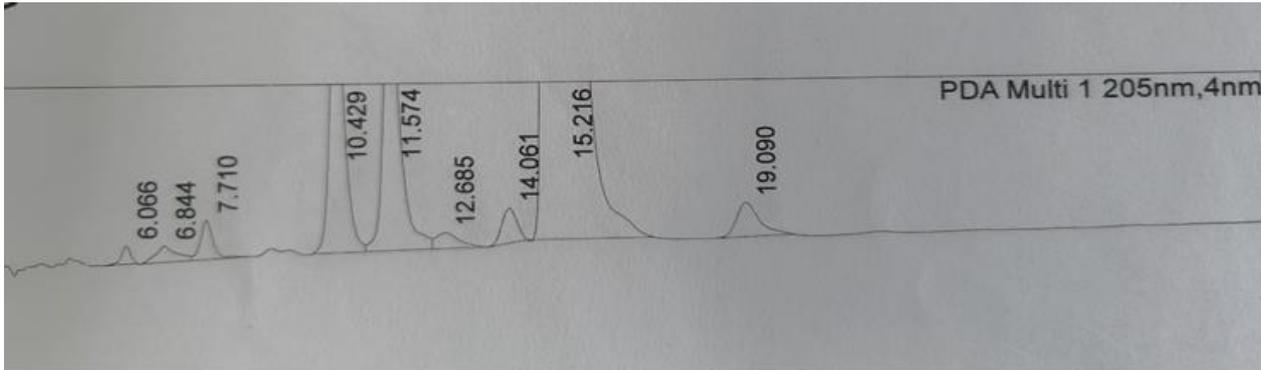


分离纯化报告

样品信息					
样品名称	积雪苷	项目编号	20240730-722		
样品性状	白色粉末	样品重量	/		
收样日期	2024/07/30	测试期间	2024/08/03-2024/08/15		
目标物信息					
					
<Peak Table> PDA Ch1 205nm					
Peak#	Name	Ret. Time	Area	Area%	Resolution(USP)
1		6.066	6521	0.136	--
2		6.844	12785	0.268	1.570
3		7.710	18457	0.386	1.603
4		10.429	161866	3.388	5.534
5		11.574	182623	3.822	1.981
6		12.685	14529	0.304	1.352
7		14.061	21488	0.450	1.671
8		15.216	4326770	90.560	1.737
9		19.090	32740	0.685	4.954
Total			4777778	100.000	
目标物保留时间	杂质 1: 10.42min 杂质 2: 11.57min	面积归一化含量 (205nm, %)	杂质 1: 3.38% 杂质 2: 3.82%		
实验要求					
要求筛选合适色谱柱开发合适的制备工艺方法					
试剂信息					
试剂名称	级别	供应商			
乙腈	色谱级	月旭			
乙腈	制备级	月旭			



乙酸铵	AR	阿拉丁
水	一级	月旭
仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
分析型液相色谱仪	LC-20AD	岛津
制备型液相色谱仪	WIsys1000	月旭

1. 试验过程

1.1. 分离纯化过程

1.1.1. 方法开发

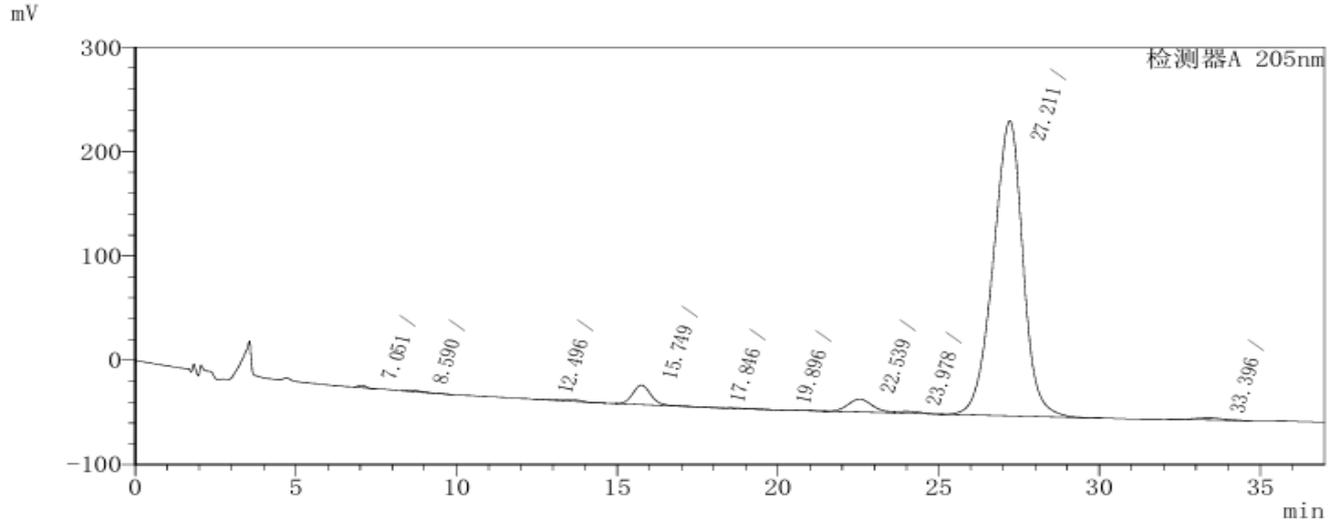
称取样品 5mg，置于 5mL 离心管中，加入 2ml 甲醇溶解，过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-C18 4.6×250mm, 10 μ m		
流动相 A	50mM 乙酸铵		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10 μ l		
柱温	30 $^{\circ}$ C		
检测波长	205nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	76	24
	40	76	24

分析图谱如下图 2 所示：



<色谱图>



<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		7.05	36334	0.18	4210	1.19	--
2		8.59	47715	0.24	1591	2.13	2.4
3		12.50	74647	0.37	833	1.48	3.0
4		15.75	739180	3.68	3843	1.14	2.4
5		17.85	28316	0.14	168919	--	3.5
6		19.90	22981	0.11	5621184	3.60	19.8
7		22.54	658711	3.28	4211	--	3.7
8		23.98	91457	0.46	2857	--	0.9
9		27.21	18234179	90.89	4223	0.94	1.9
10		33.40	128704	0.64	4797	1.00	3.4
总计			20062224	100.00			

图 2 方法开发图谱

1.1.2. 样品制备

称取 50mg 样品，加入 6ml 纯水和 8ml 甲醇溶解稀释，过滤，使其浓度为 3.57mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器	Sail1000		
色谱柱	Ultimate XB-C18 21.2×250mm, 10μm		
流动相 A	50Mm 乙酸铵		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	20ml/min		
进样量	50mg		
柱温	室温		
检测波长	205nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)

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

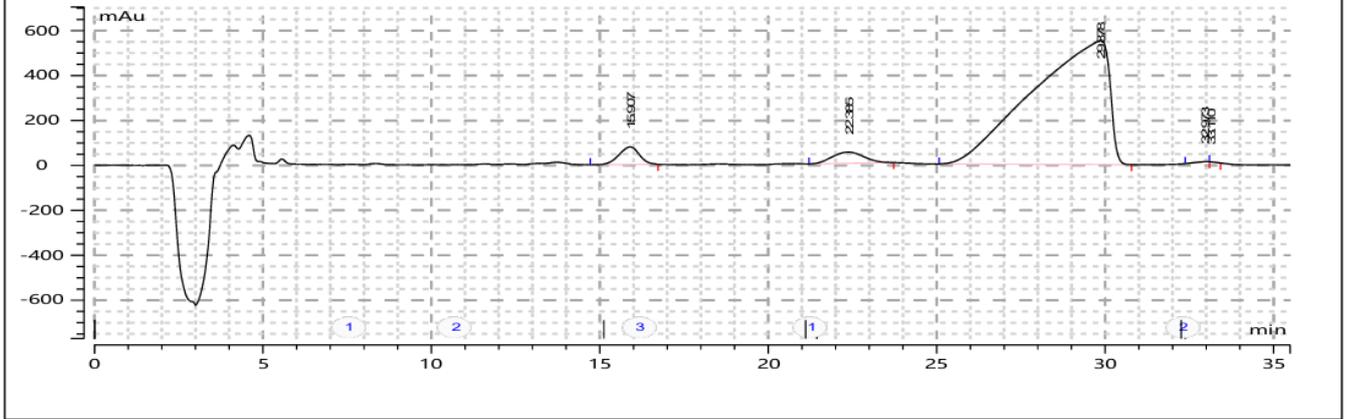
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



	0	76	24
	40	76	24

制备图谱如图 3 所示：



峰列表

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.	15.907	3302.663	1.096	0.654	78.634	3.507	BB	0	
2	N.A.	22.385	3301.874	1.664	1.064	49.887	3.507	BB	0	
3	N.A.	29.878	87481.562	4.318	2.694	553.874	92.904	BB	0	
4	N.A.	32.973	67.155	0.626	0.463	2.344	0.071	BB	0	
5	N.A.	33.110	10.144	0.256	0.289	0.271	0.011	BB	0	
6	总计									

图 3 粗品制备图

2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C18, 21.2×250mm,10μm 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 50mg 时，各杂质之间的分离度满足客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2024/08/16

