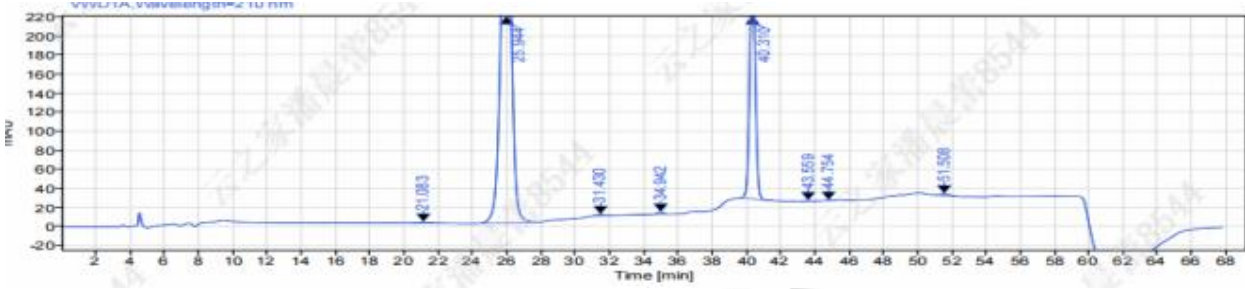


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	生物碱	项目编号	20240401-281
样品性状	黄色粉末	样品重量	80mg
收样日期	2024/04/02	测试期间	2024/04/02~2024/04/24
目标物信息			
			
目标物保留时间	25.944min	面积归一化含量 (210nm, %)	75.518%
实验要求			
制备目标物，目标物纯度大于 99%，收率大于 80%			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
磷酸二氢钾	AR	阿拉丁	
三乙胺	AR	麦克林	
磷酸	AR	麦克林	
甲醇	HPLC	月旭	
乙腈	HPLC	月旭	
纯水	二级	月旭	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
分析液相	Waters e2695	Waters	
制备液相	Sail 1000	月旭	



1. 试验过程

1.1. 方法重现

取 1mg 样品，置于 5mL 离心管中，加入 5ml 50%乙醇水溶液进行溶解，过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器信息	Waters e2695		
色谱柱	Ultimate XB-C8(4.6×250mm,5μm)		
柱压	12MPa		
流动相	流动相 A: 磷酸二氢钾缓冲盐 流动相 B: 纯甲醇		
柱温	40℃		
检测波长	210nm		
流速	0.8ml/min		
进样量	20ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	60	40
	25	45	55
	45	20	80
	55	20	80
	56	60	40

分析图谱如图 1 所示：

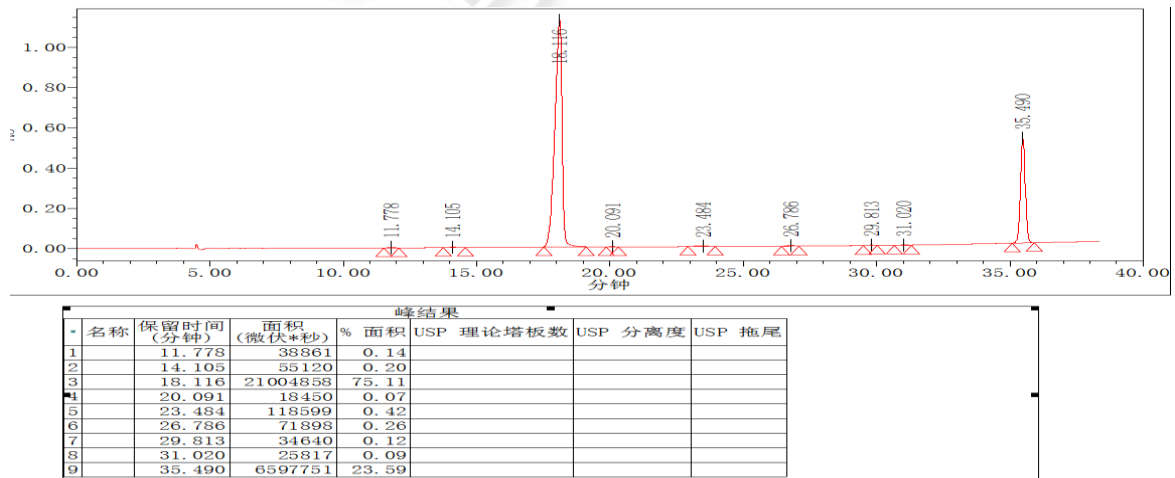


图 1 方法重现图谱

结论：通过与客户提供图谱进行比较，可以确定 18.116min 为目标物。

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



1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

取 4.1 项下的进样小瓶按以下方法进行分析：

仪器信息	Waters e2695		
色谱柱	Ultimate XB-C8(4.6×250mm,5μm)		
柱压	12MPa		
流动相	流动相 A: 0.1%乙酸水 流动相 B: 纯甲醇		
柱温	40℃		
检测波长	210nm		
流速	1ml/min		
进样量	20ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	90	10
	25	40	60
	45	20	80
	55	90	10
	56	90	10

分析图谱如下图 2 所示：

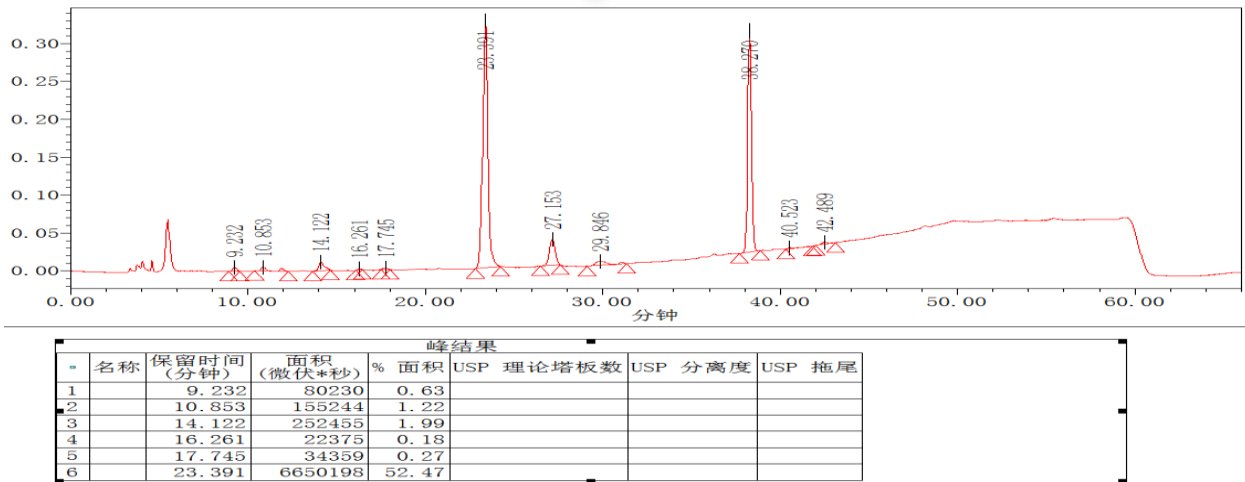


图 2 方法开发分析图谱



1.2.2. 样品制备

称取适量样品，加入纯水和乙腈溶解稀释，过滤，使其浓度为 10mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器信息	Sail 1000		
色谱柱	Ultimate XB-C8(21.2×250mm,10μm)		
柱压	3MPa		
流动相	流动相 A: 0.1%乙酸水 流动相 B: 纯甲醇		
检测波长	210nm		
流速	15ml/min		
进样量	20mg		
洗脱程序	时间	A	B
	0	90	10
	30	70	30
	45	50	50
	55	90	10
	56	90	10

制备图谱如图 3 所示：

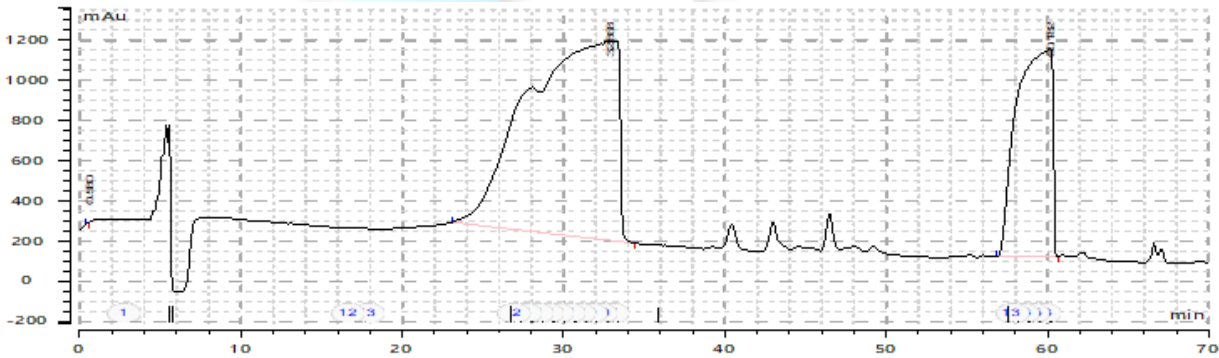


图 3 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分，进行分析。

1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中收集的杂质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 4 所示：



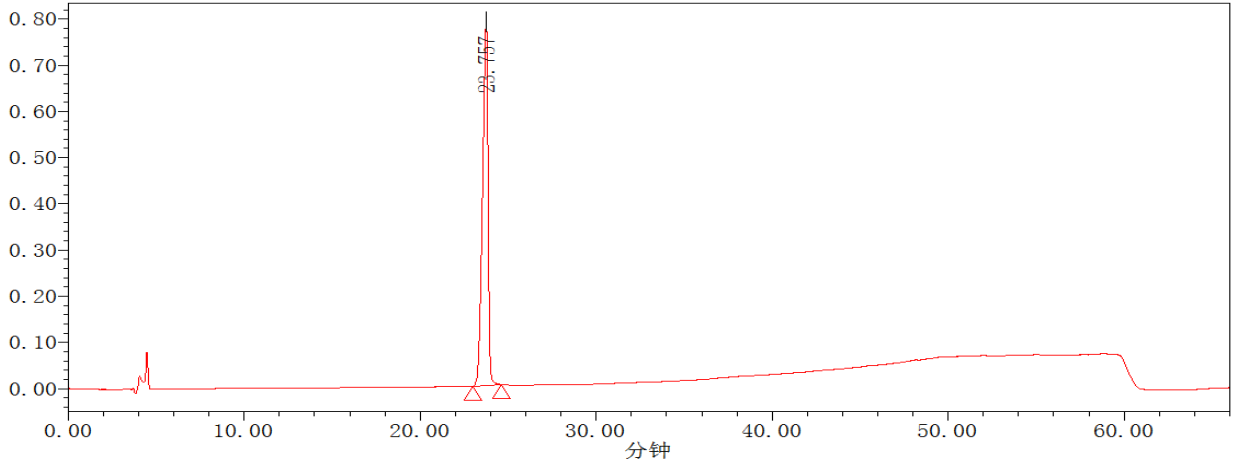


图 4 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 100%（210nm），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 20mg 时，制备收集到的目标物纯度为 100%（210nm），制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期: 2024/05/06

