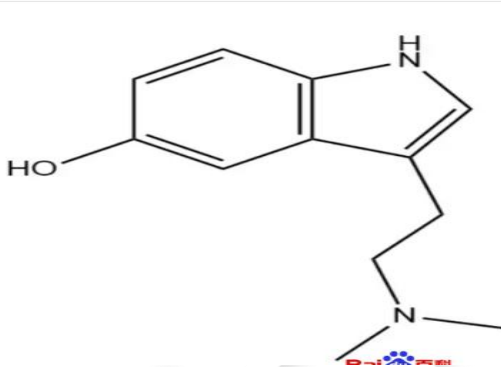
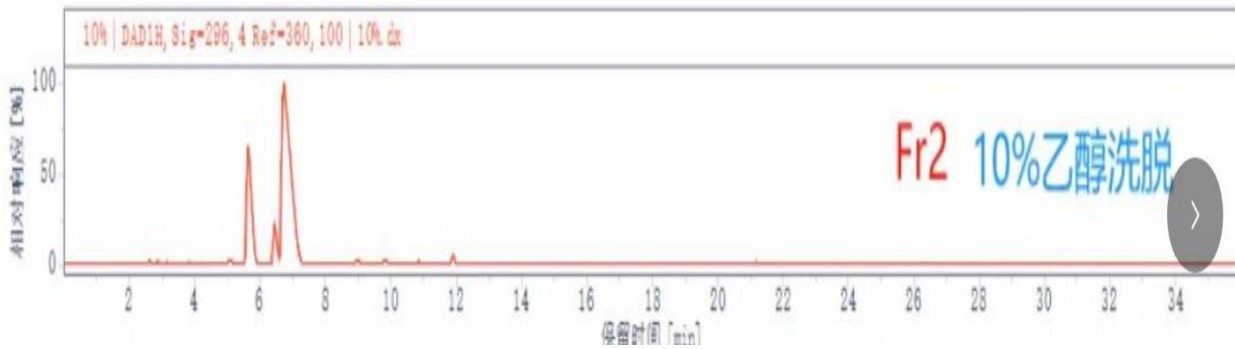


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	LYS 源叶	项目编号	20241220-1201
样品性状	液体	样品重量	/
收样日期	2024/12/23	测试期间	2024/12/23-2024/12/26
样品结构信息			
			
目标物信息			
客户粗品分析图:			
			
图 1 粗品分析图			
目标物保留时间	杂质 1: /	面积归一化含量 (295nm, %)	/
实验要求			
筛选合适色谱柱, 开发制备方法			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
乙腈	色谱级	月旭	
甲醇	色谱级	月旭	



乙腈	制备级	月旭
水	一级	月旭
仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
分析型高效液相色谱仪	Agilent 1260	安捷伦
制备型高效液相色谱仪	Sail 1000	月旭

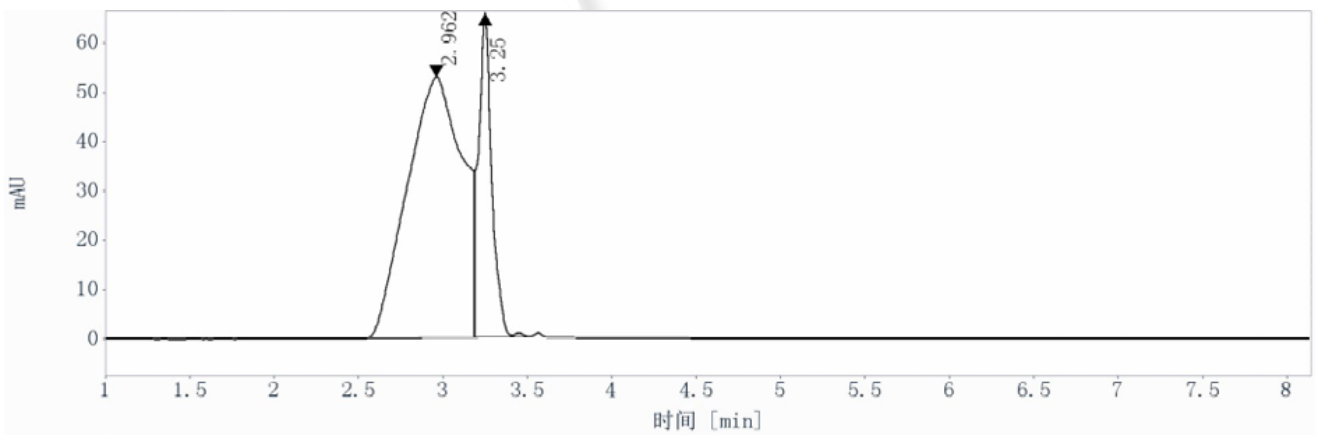
1. 试验过程

1.1. 方法重现

用客户提供的粗品和单标，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Ultimate AQ-C18 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	水		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	30°C		
检测波长	295nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	90	10
	30	90	10

分析图谱如图 2，图 3 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 2 页 共 6 页

邮编：201600

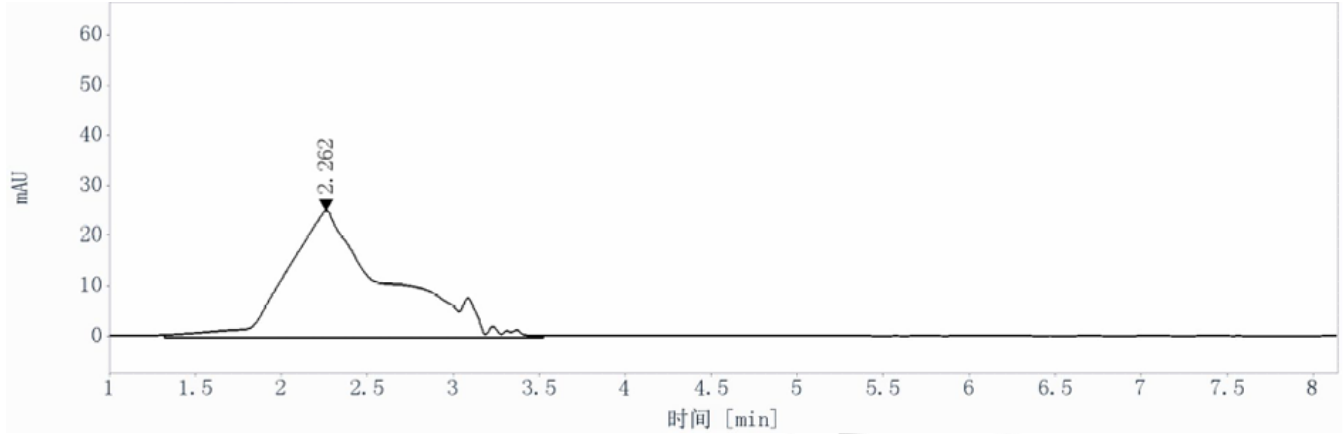
邮编：321000

邮编：211500



化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	2.96	1191.34	76.54		0.82	258.9
	3.25	365.25	23.46	0.66	1.41	8592.7

图2 粗品分析图谱



化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	2.26	1034.21	100.0		1.22	43.2

图3 标品分析图谱

结论：粗品和标品均保留弱，无法判断目标物。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

取 1.1 项下的进样小瓶进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-Phenyl 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	0.1%TFA 水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	30°C		
检测波长	295nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	95	5
	30	80	20

分析图谱如下图 4，图 5 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



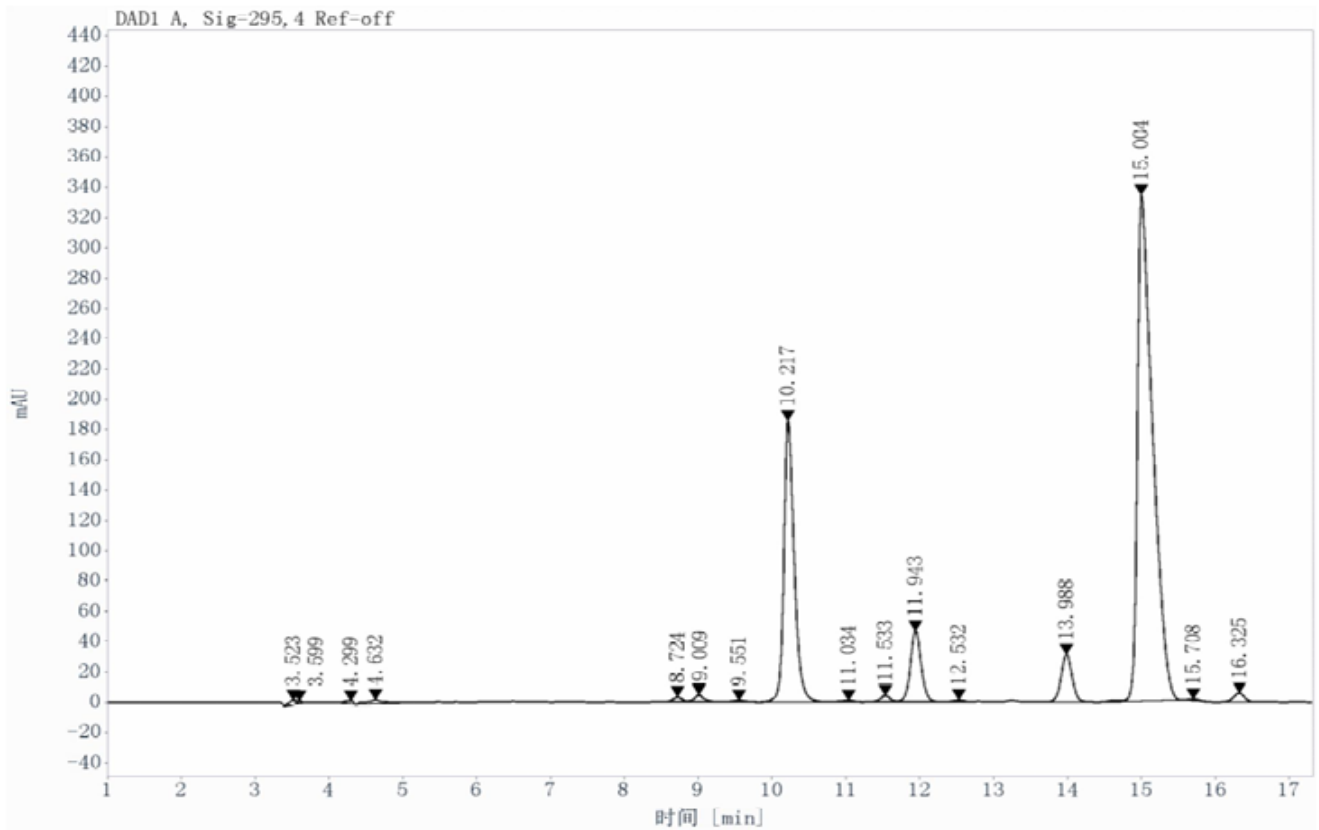
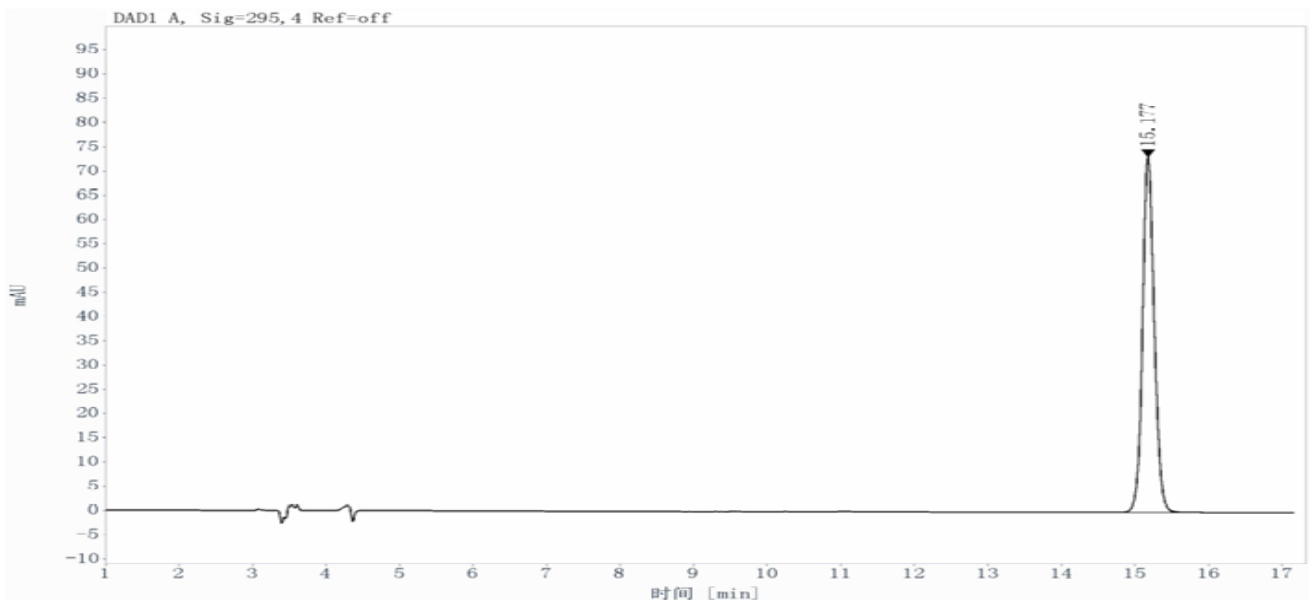


图4 粗品方法开发图谱



信号:	DAD1 A, Sig=295,4 Ref=off					
化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	15.18	811.70	100.0		1.12	44353.3

图5 标品分析图谱



1.2.2. 样品制备

移取 50ul 样品，加入 1ml 纯水溶解稀释，过滤，制备液相条件如下所示：

仪器	Sail1000		
色谱柱	Ultimate XB-Phenyl 10×250mm, 5μm		
流动相 A	0.1%TFA 水		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	5ml/min		
进样量	50ul (原液)		
柱温	室温		
检测波长	295nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	95	5
	30	85	15

制备图谱如图 6 所示：

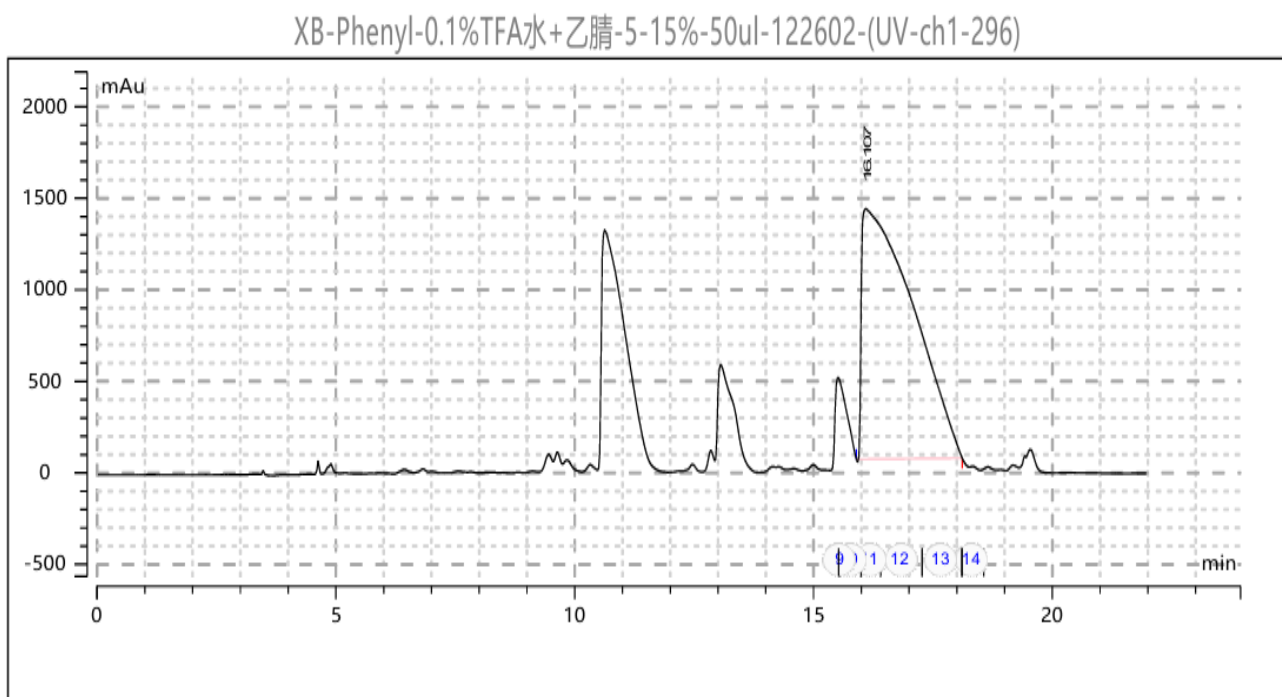


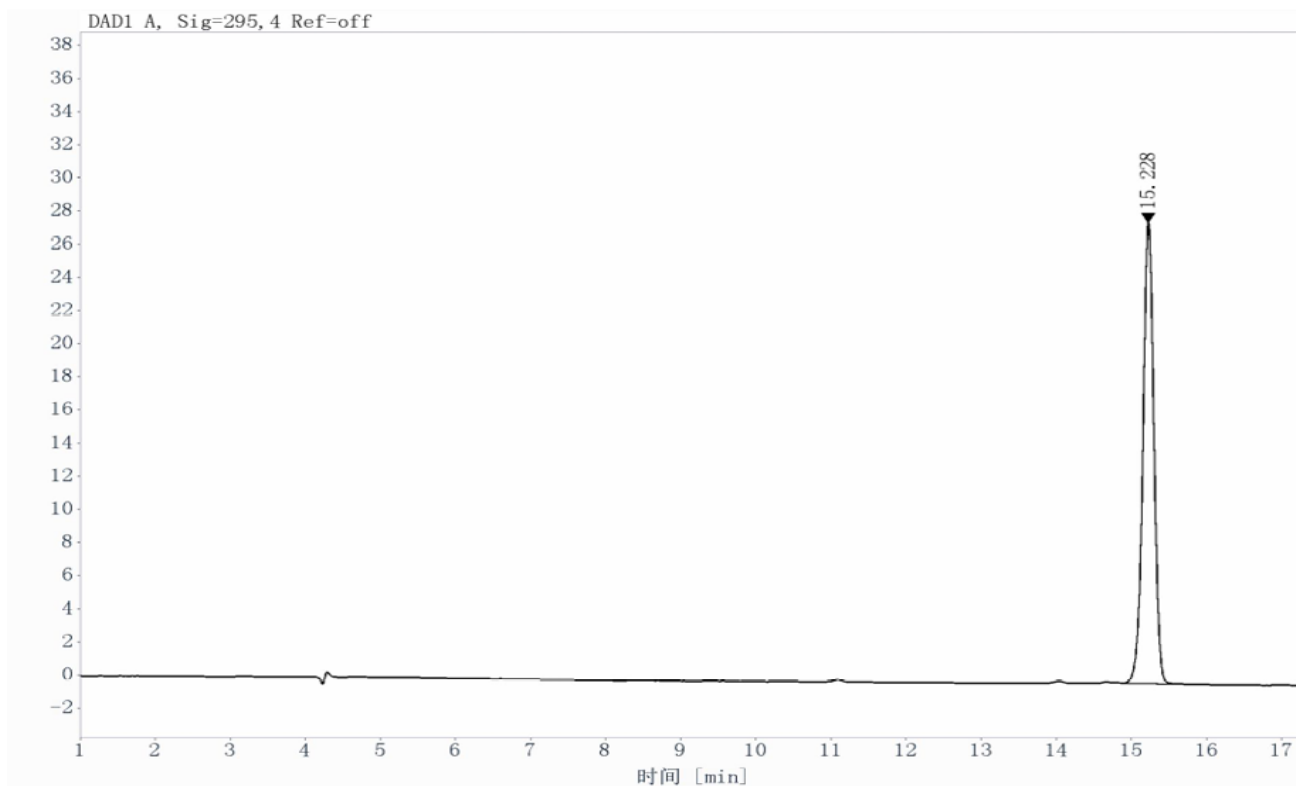
图 6 粗品制备图

经过制备，将目标物分段收集到馏分瓶中，待分析。



1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中馏分 11-13 取适量合并后，进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 6 所示：



信号:	DAD1 A, Sig=295, 4 Ref=off					
化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	15.23	281.98	100.0		0.98	52944.3

图 7 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%（295nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-Phenyl, 10×250mm,5μm 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 50ul 时，制备收集到的目标物纯度为 100%（295nm），制备结果满足客户要求。

