

分离纯化报告

样品信息					
样品名称	茶皂素粗提物	项目编号	20241211-1158		
样品性状	灰褐色固体	样品重量	/		
收样日期	2024/12/13	测试期间	2024/12/13-2024/12/18		
样品结构信息					
/					
目标物信息					
客户分析图					
号: DAD1A, Sig=265, 4 Ref=off					
保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%
2.431	BB	0.70	2710.19	737.62	77.31
3.704	BB	0.81	328.53	26.02	9.37
4.600	BB	1.07	466.85	31.74	13.32
总和			3505.57		
号: DAD1B, Sig=348, 4 Ref=off					
保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%
2.431	BB	0.82	2241.59	594.00	77.93
3.704	BB	0.82	261.41	20.60	9.09
4.600	BB	1.09	373.23	25.34	12.98
图 1 客户分析图					
目标物保留时间	杂质 1: 2.4min 杂质 2: 3.7min 杂质 3: 4.6min	面积归一化含量 (265nm,348nm, %)	杂质 1: 77% 杂质 2: 9.37% 杂质 3: 13.3%		
实验要求					
筛选合适色谱柱, 开发制备方法, 制备三个目标物, 要求纯度 95%以上					
试剂信息					
试剂名称	级别	供应商			
甲醇	色谱级	月旭			
水	一级	月旭			

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 1 页 共 7 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



甲醇	制备级	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 (100ml)	月旭

1. 试验过程

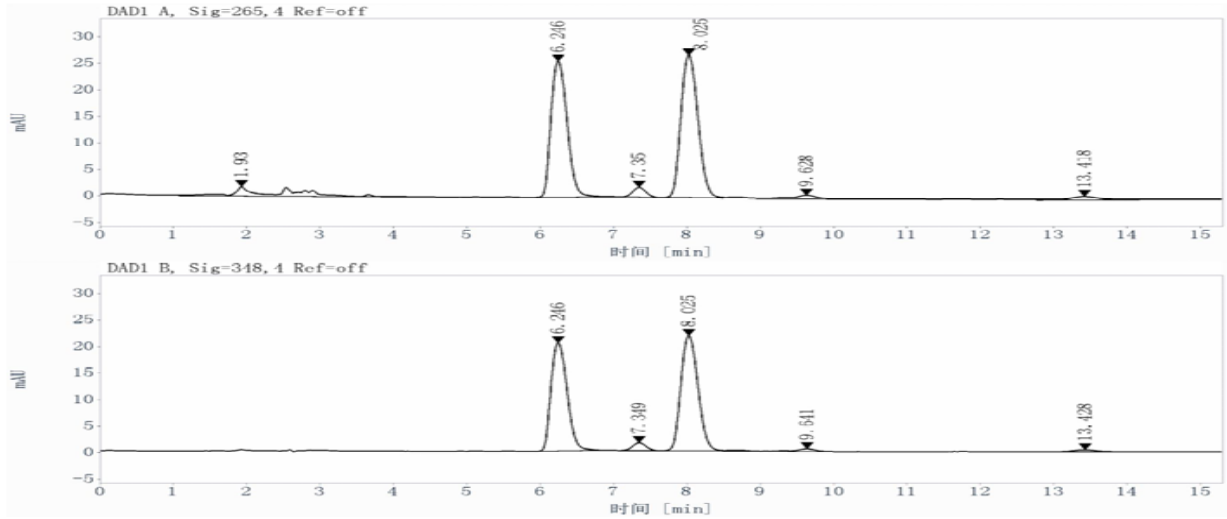
1.1. 方法重现

称取粗品 3.2mg，置于 2mL 离心管中，加入适量 1.5ml 水和 0.5ml 乙腈溶解，过滤至进样小瓶中待用，另称取标准品 4.3mg，用 2ml 纯水溶解，过滤至进样小瓶中待用，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Xtimate 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	20μl		
柱温	30°C		
检测波长	265nm,348nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	55	45
	30	55	45

分析图谱如图 2，图 3 所示：





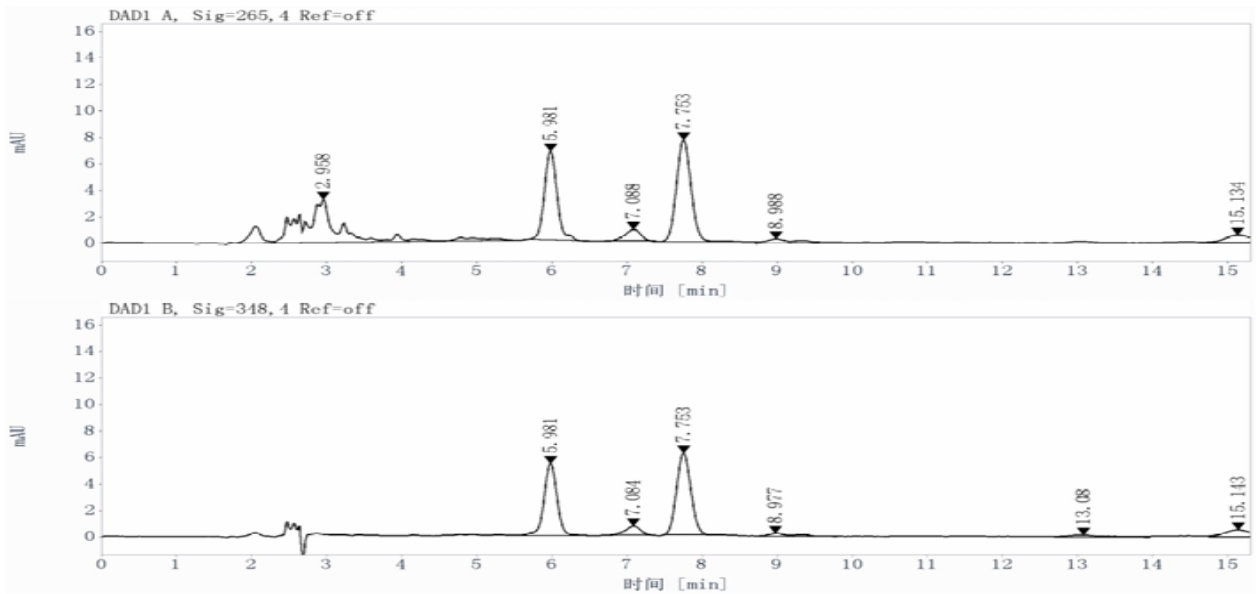
信号:

化合物名称

DAD1 A, Sig=265,4 Ref=off

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
1.93	74.52	7.785		1.30	83.1
6.25	394.28	41.19	6.95	1.24	3993.3
7.35	23.38	2.443	3.03	0.95	7770.3
8.03	433.14	45.25	1.79	1.15	5753.6
9.63	12.25	1.279	3.78	0.71	8188.5
13.42	19.67	2.055	7.11	1.08	7022.8

图2 粗品方法重现图谱



信号:

化合物名称

DAD1 A, Sig=265,4 Ref=off

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	128.08	35.90		1.66	1516.1
5.98	78.10	21.89	10.03	1.20	6398.8
7.09	12.49	3.500	3.27	0.89	5605.5
7.75	105.43	29.56	1.81	1.07	7593.6
8.99	9.64	2.702	2.93	1.55	5413.7
15.13	23.00	6.449	10.52	1.55	7933.3

图3 标品分析图

结论：通过与客户沟通确认 6.2min, 7.3min, 8.0min 即为三个目标物。

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



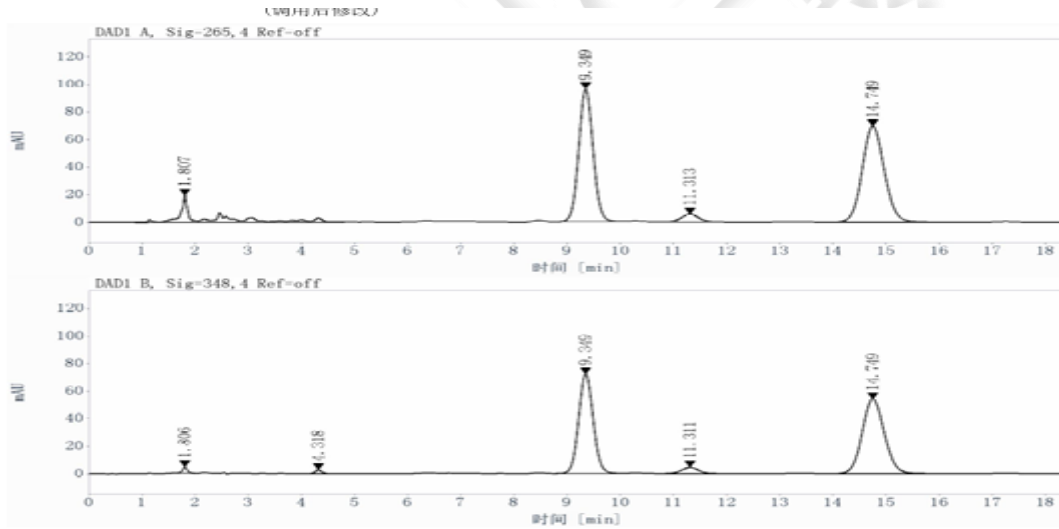
1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

取 1.1 项下的进样小瓶进行分析：

色谱柱	Ultimate XS-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	20μl		
柱温	30°C		
检测波长	265nm,348nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	60	40
	30	60	40

分析图谱如下图 4 所示：



信号:	DAD1 A, Sig=265,4 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
	1.81	411.96	9.442		0.78	1856.2
	9.35	1806.38	41.40	22.81	1.06	5749.7
	11.31	131.24	3.008	3.65	1.06	6027.9
	14.75	2013.43	46.15	5.13	1.09	6066.7

信号:	DAD1 B, Sig=348,4 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
	1.81	28.28	0.9151		0.96	2855.6
	4.32	22.75	0.7360	14.19	1.06	6243.2
	9.35	1369.74	44.32	14.03	1.06	5618.4
	11.31	101.86	3.295	3.61	1.00	5949.6
	14.75	1568.19	50.74	5.11	1.09	6019.3

图 4 方法开发图谱

1.2.2. 样品制备

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



称取 40mg 样品，加入纯 6ml 和乙腈 2ml 溶解稀释，过滤，使其浓度为 5mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器	Sail1000		
色谱柱	Ultimate XS-C18 21.2×250mm, 5 μ m		
流动相 A	水		
流动相 B	制备级甲醇		
流速	20ml/min		
进样量	40mg		
柱温	室温		
检测波长	265nm,348nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	60	40
	30	60	40

制备图谱如图 5 所示：

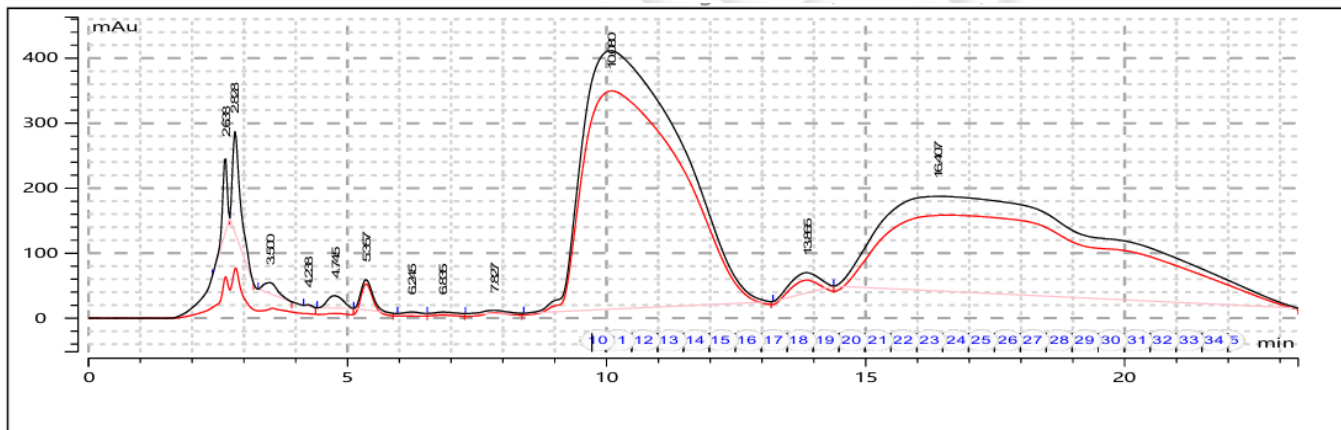


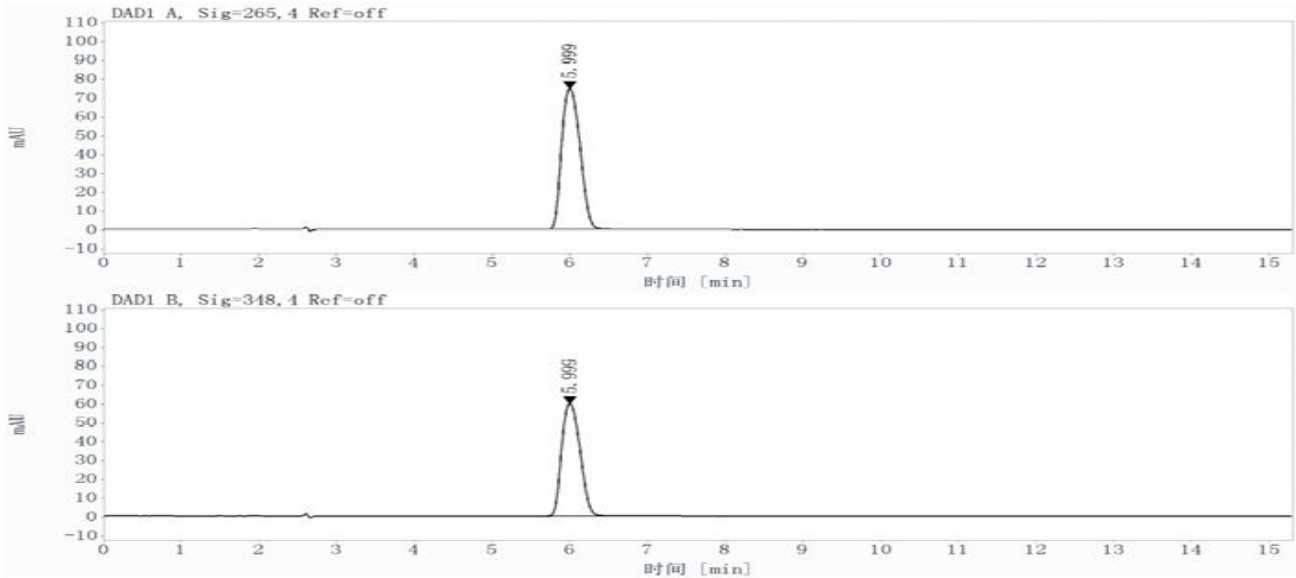
图 5 粗品制备图

经过制备，将收集到的目标馏分段收集到馏分收集瓶中，待分析合格后冻干。

1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中冻干的杂质进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 6，图 7，图 8 所示：

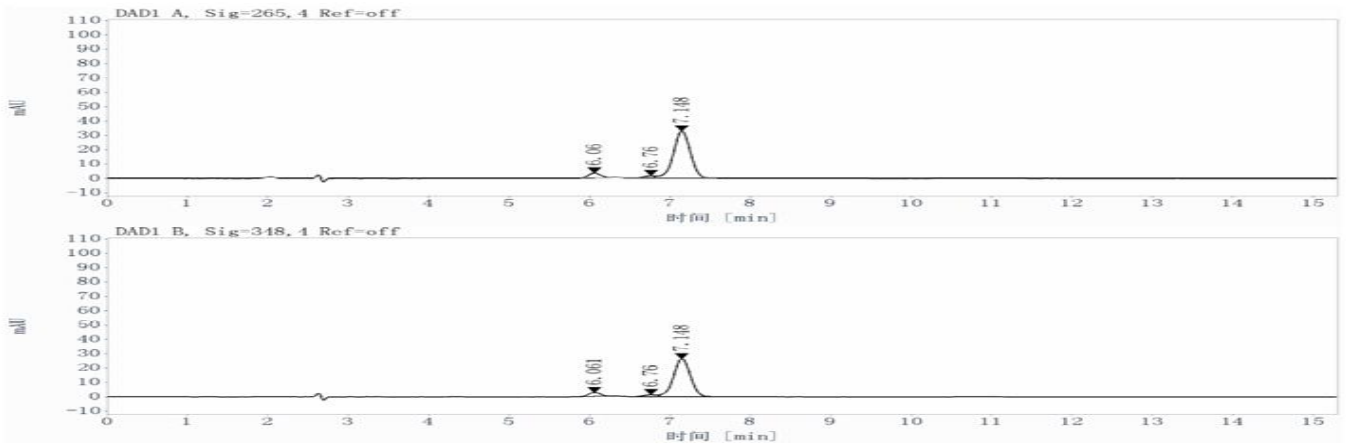




信号:	DAD1 A, Sig=265,4 Ref=off					
化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	6.00	1223.84	100.0		1.21	3126.8

信号:	DAD1 B, Sig=348,4 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
	6.00	975.47	100.0		1.21	3124.6

图6 制备液 11-14 分析图谱（杂质 1）

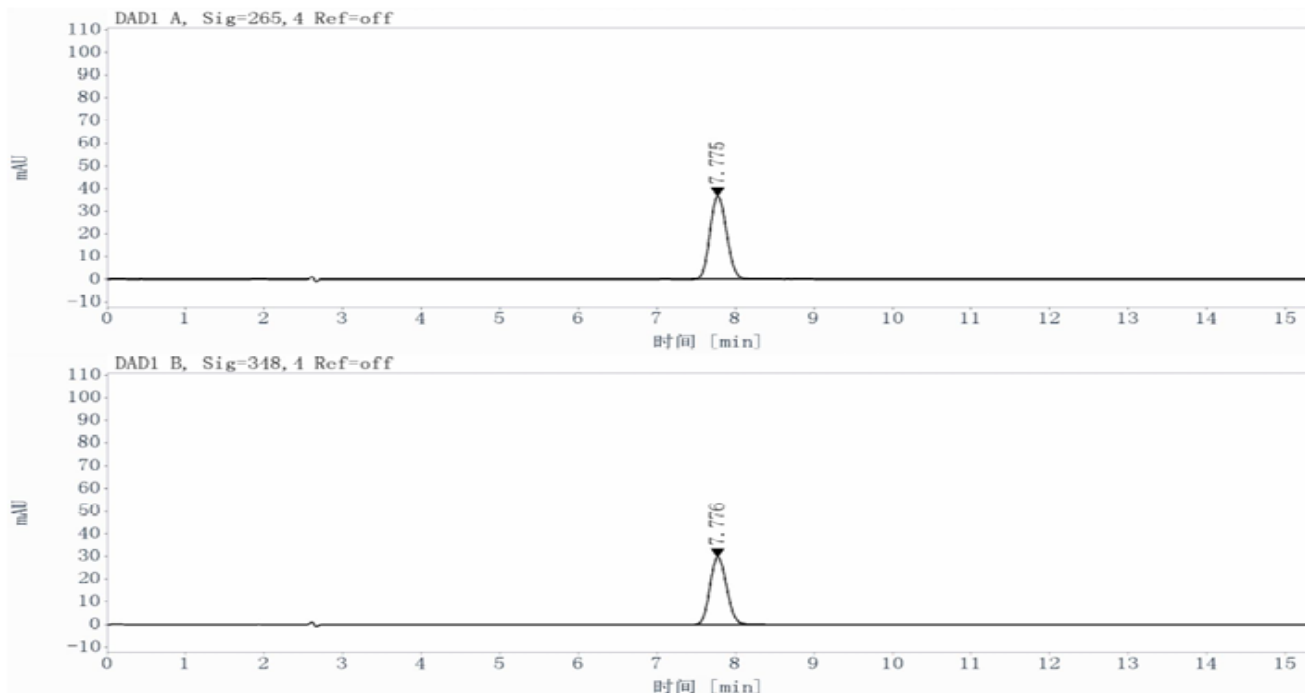


信号:	DAD1 A, Sig=265,4 Ref=off					
化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积百分比	分离度USP	拖尾因子	理论塔板USP
	6.06	34.64	6.567		1.15	7457.3
	6.76	14.66	2.780	1.66	0.64	2333.9
	7.15	478.13	90.65	0.83	0.94	5697.7

信号:	DAD1 B, Sig=348,4 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
	6.06	27.39	6.474		1.17	7537.0
	6.76	15.19	3.591	1.66	0.79	2326.0
	7.15	380.42	89.93	0.83	0.94	5710.5

图7 制备液 18 分析图谱（杂质 2）





信号:	DAD1 A, Sig=265, 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
	7.78	542.76	100.0		1.10	6313.1

信号:	DAD1 B, Sig=348, 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
	7.78	440.88	100.0		1.10	6303.2

图 8 制备液 23-33 分析图谱（杂质 3）

结论：由图可见，在波长 265nm,348nm 下。馏分 11-14 纯度分析 99%以上，馏分 23-33 纯度分析 99%以上，馏分 18 纯度分析 90%，由于含量较低，位于两个目标峰中间，需要二纯，已与客户沟通，结果满足客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® XS-C18, 21.2×250mm,5μm 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 40mg 时，制备收集到的馏分 11-14（杂质 1）纯度分析 99%以上，馏分 23-33（杂质 2）纯度分析 99%以上，馏分 18（杂质 3）纯度分析 90%，由于含量较低，位于两个目标峰中间，需要二纯，已与客户沟通，结果满足客户要求，制备结果满足客户要求。

