

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	艾瑞布林	项目编号	20230307-140
样品性状	胶状	样品重量	1.1g
收样日期	2023/03/09	测试期间	2303/03/09~2023/03/16

目标物信息

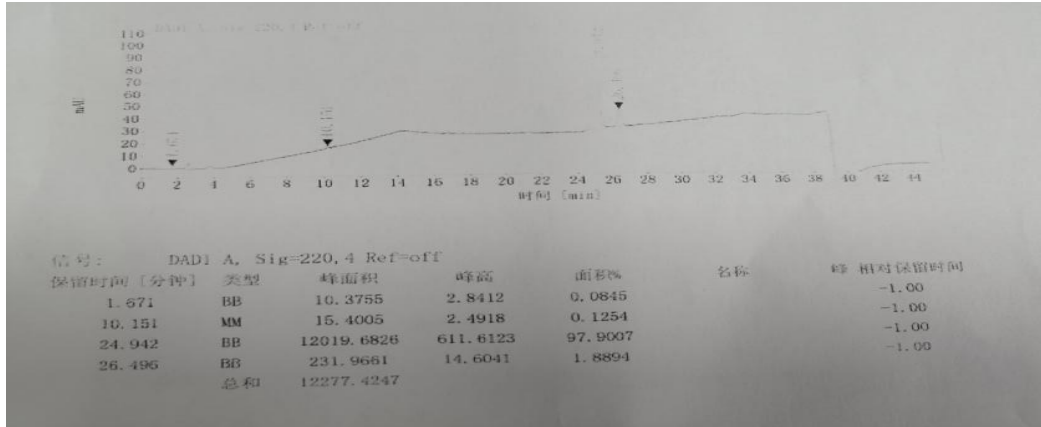


图 1 客户图谱

目标物保留时间	24.942min	面积归一化含量 (220nm, %)	97.9
---------	-----------	-----------------------	------

实验要求

提纯样品，制备后样品检测，面积归一化含量单杂 $\leq 0.15\%$ ，总杂 $\leq 1.0\%$

试剂信息

试剂名称	级别	供应商
甲醇	HPLC	月旭
水	二级	月旭

仪器信息

仪器名称	仪器型号	仪器厂家
Wisys 5000	高效液相色谱仪	月旭
WelPrep 2000	制备型高效液相色谱仪	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



1. 试验过程

1.1. 方法重现

样品配置：精确称取 30mg 样品，置于 10mL 容量瓶中，加入适量乙腈震荡溶解并定容至刻度线，吸取适量过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-Phenyl, 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	40°C		
检测波长	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	40	60
	10	10	90
	20	10	90
	30	0	100
	35	0	100
	35.01	40	60
	45	40	60

分析图谱如图 2 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

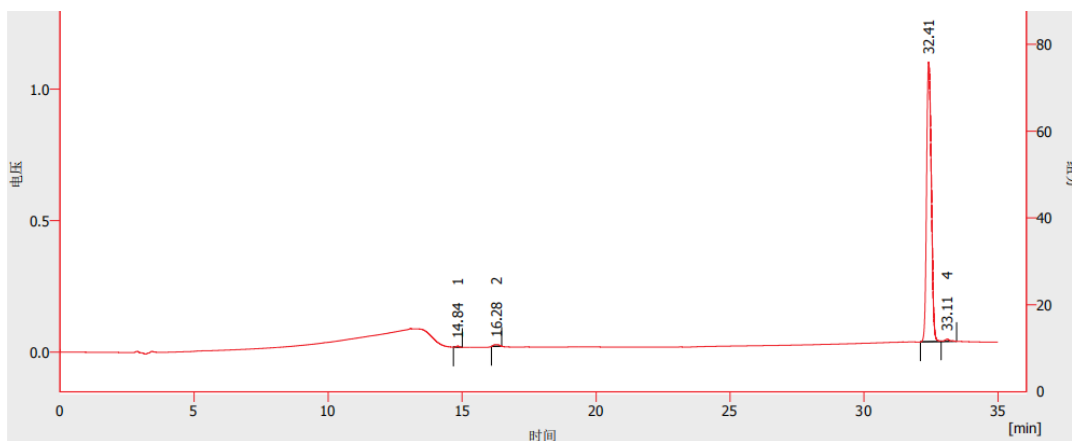
第 2 页 共 7 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500





	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	14.837	36.473	4.954	0.3	89596		1.000
2	16.277	98.650	6.868	0.7	23173	4.613	1.058
3	32.415	13000.961	1064.099	98.0	155736	42.794	1.172
4	33.108	126.405	8.828	1.0	190950	2.201	1.164
	合计	13262.489	1084.749	100.0			

图2 方法重现图谱

结论：通过与图1进行比较，可以确定 32.415min 处为目标物。

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：

仪器	Wisys5000		
色谱柱	Ultimate Alk-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	40℃		
检测波长	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	40	60
	5	5	95
	25	5	95
	30	0	100
	35	0	100

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



	35.01	40	60
	40	40	60

分析图谱如下图 3 所示:

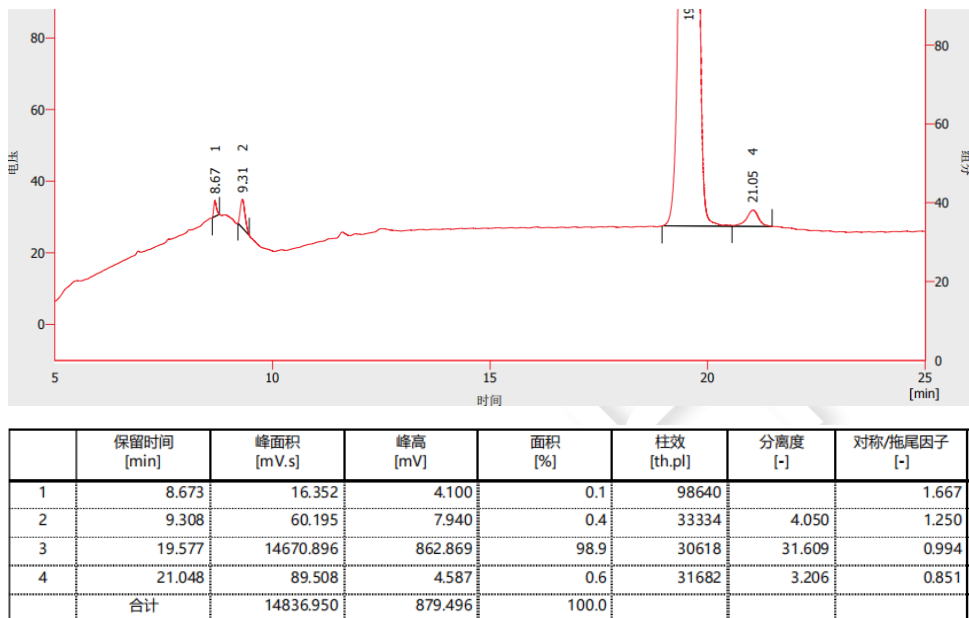


图 3 方法开发梯度图谱

结论: 根据与图 2 比对, 可确定 19.577min 为目标物。由于样品均在 95%流动相 B 的阶段出峰, 可进行 95%流动相 B 等度分析, 用 WelPrep2000 进行分析, 分析图谱如下图 4 所示:

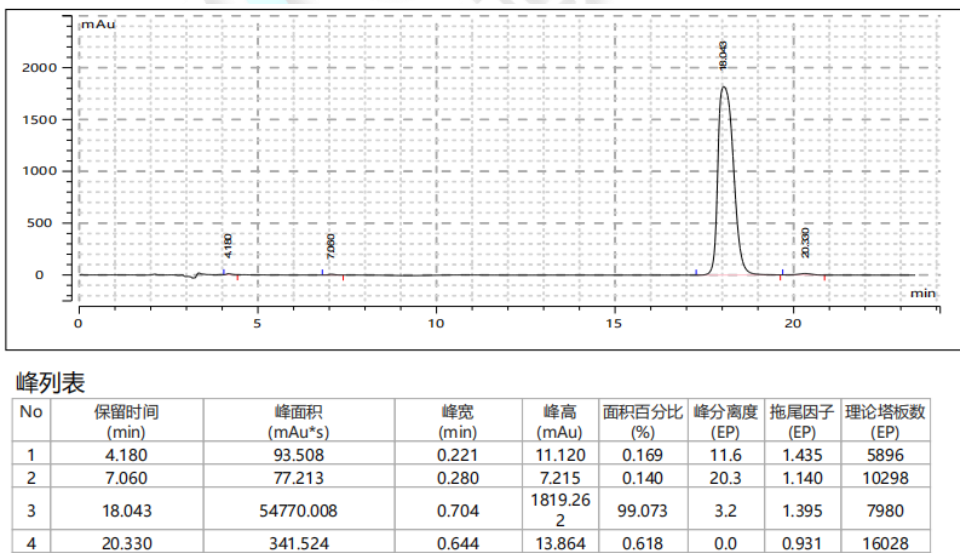


图 4 方法开发等度图谱

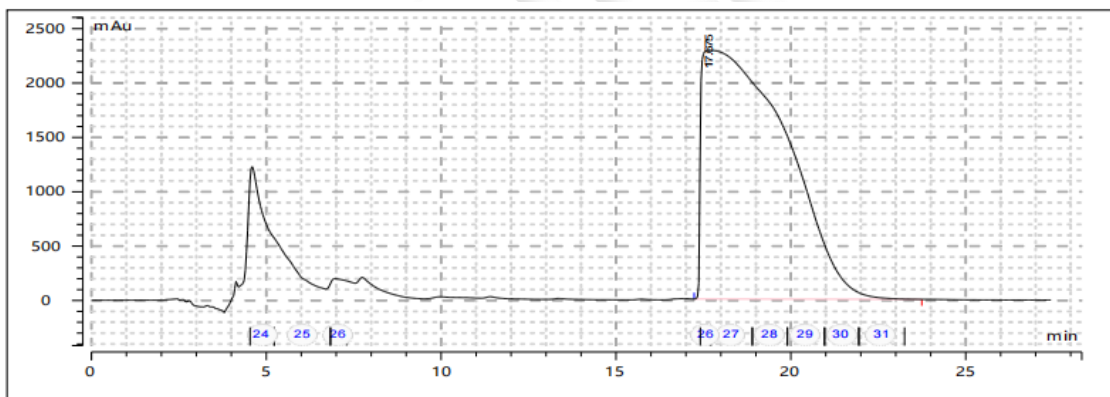


1.2.2. 样品制备

称取适量样品，加入纯水和乙腈溶解稀释，过滤，使其浓度为 3mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器	WelPrep2000		
色谱柱	Ultimate Alk-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	1mL		
柱温	40°C		
检测波长	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	5	95
	30	5	95

制备图谱如图 5 所示：



峰列表

No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	17.675	384302.932	4.030	2287.84 1	100.000	0.0	6.921	204

图 5 粗品制备图

1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中得到的目标物进行液相色谱分析，分析编号为 27、28、29 的制备液，具体分析条件同“步骤 1.2.1”一致。分析图谱如图 6，7，8 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。

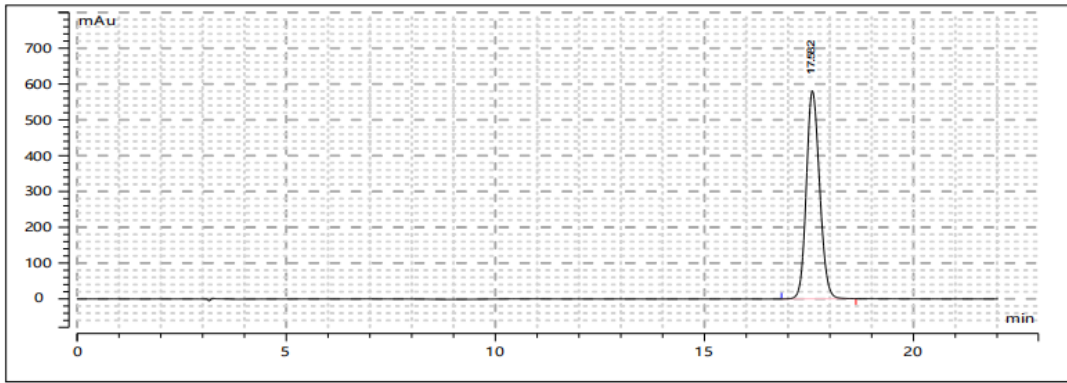
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

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

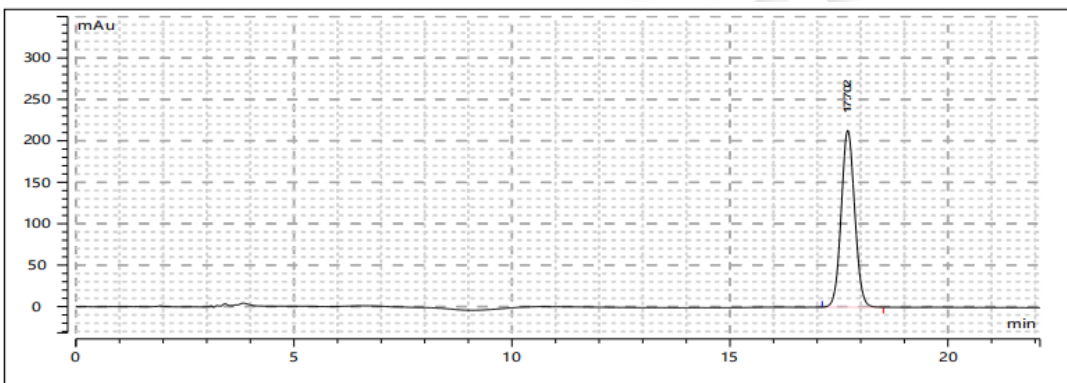




峰列表

No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	17.582	12813.944	0.578	581.696	100.000	0.0	1.137	14840

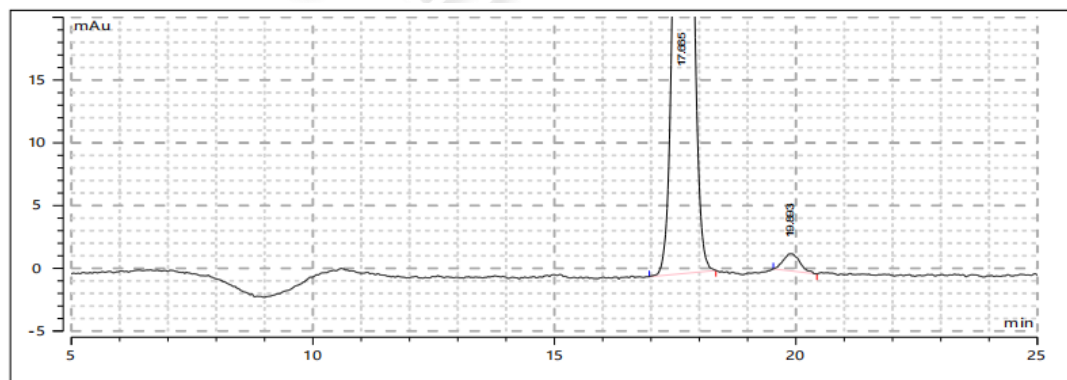
图6 制备液 27 分析图谱



峰列表

No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	17.702	4598.370	0.564	213.786	100.000	0.0	1.060	15820

图7 制备液 28 分析图谱



峰列表

No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	17.665	1779.268	0.562	82.861	98.190	3.7	1.035	15866
2	19.893	32.796	0.475	1.368	1.810	0.0	1.212	15368

图8 制备液 29 分析图谱

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



结论：由图可见，在 4.6mm×250mm 规格色谱柱下上样量 3mg，制备液 27、28 面积归一化含量为 100%（220nm），纯度符合客户要求，制备液 29 面积归一化含量为 98.19%（220nm），不符合客户要求，因此无法继续增加上样量。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® Alk-C18 4.6×250mm, 5μm 在此色谱条件下上样量 3mg，可以收集到满足客户纯度要求的馏分，并且由于主成分与主峰后杂质结构差异较小，分离度无法进一步提高，因此无法增加上样量；根据线性放大经验，样品在 50mm×250mm 规格制备柱单针上样量 360mg 收集到满足客户纯度要求的馏分，纯度不符合要求的馏分可以继续纯化。

日期：2023/03/16

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 7 页 共 7 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

