

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	呕吐毒素	项目编号	20241120-1099
样品性状	白色粉末	样品重量	约 10mg
收样日期	2024/11/22	测试期间	2024/11/~2024/11/
目标物信息			
目标物保留时间	0.93min	面积归一化含量 (218nm, %)	/
实验要求			
分离目标物			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
乙腈	HPLC	月旭科技	
正己烷	HPLC	麦克林	
乙醇	HPLC	阿拉丁	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
高效液相色谱仪	Agilent1260	安捷伦	
半制备型高效液相色谱仪	月旭 WelPrep2000	月旭科技	

1. 试验过程

1.1. 方法重现

流动相配置：

流动相：色谱级乙腈抽滤至试剂瓶即可。

样品配置：

样品溶液：1mg/mL 溶于乙腈。

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 4 页

邮编：201600

邮编：321000

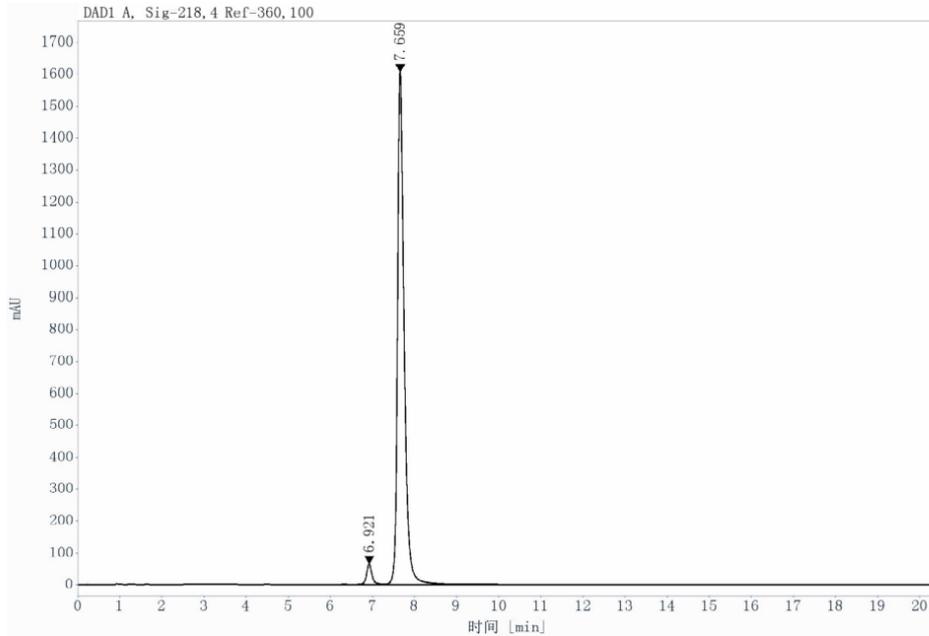
邮编：211500



按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器	Agilent1260
色谱柱	Ultimate HILIC Amphion II (4.6×250mm,5μm)
流动相	乙腈
流速	1mL/min
进样量	10μl
柱温	/
检测波长	218nm

分析图谱如图 1 所示：



信号:	DAD1 A, Sig=218, 4 Ref=360, 100					
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
	6.92	590.59	3.247		1.16	16043.1
	7.66	17598.32	96.75	3.01	1.39	12747.9

图 1 方法重现图谱

结论：通过客户图谱对比，可以确定 RT7.66min 为目标物。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

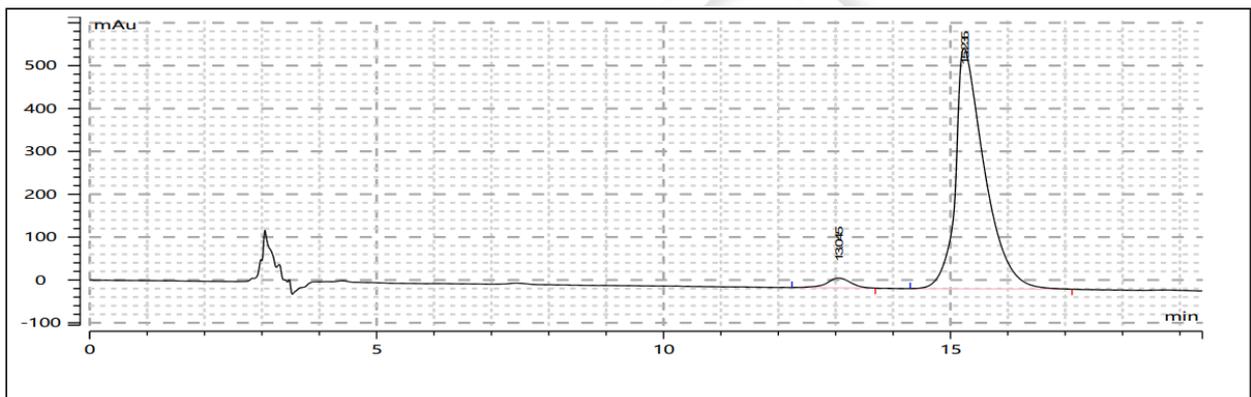
样品配置：

样品溶液：2mg/mL 溶于乙醇。



仪器	月旭 WelPrep2000		
色谱柱	Ultimate XB-NH ₂ (4.6×250mm,5μm)		
流动相 A	正己烷		
流动相 B	乙醇		
流速	1mL/min		
进样量	20μl		
柱温	/		
检测波长	218nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	85	15
	20	85	15

分析图谱如下图 2 所示:



No	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	面积百分比 (%)	峰分离度 (EP)	拖尾因子 (EP)	理论塔板数 (EP)
1	13.045	657.860	3.219	2.8	0.949	5197
2	15.235	19777.101	96.781	0.0	1.544	5379

图 2 方法开发图谱

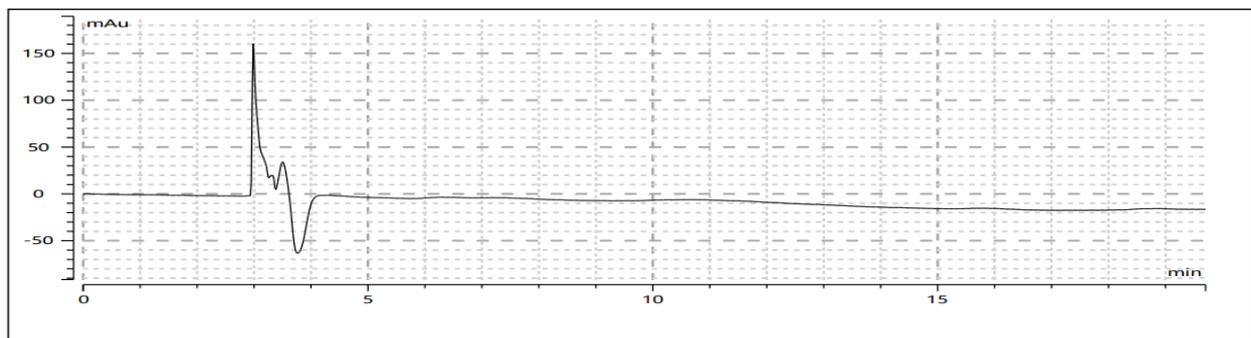


图 3 空白图谱



结论：和图 1 对比，根据面积归一法可以确定 RT15.235min 为目标物。

1.2.2. 样品制备

仪器	月旭 WelPrep2000		
色谱柱	Ultimate XB-NH ₂ (10×250mm,5μm)		
流动相 A	正己烷		
流动相 B	乙醇		
流速	5mL/min		
进样量	5mg		
柱温	/		
检测波长	218nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	85	15
	25	85	15

制备图谱如下图 4 所示：

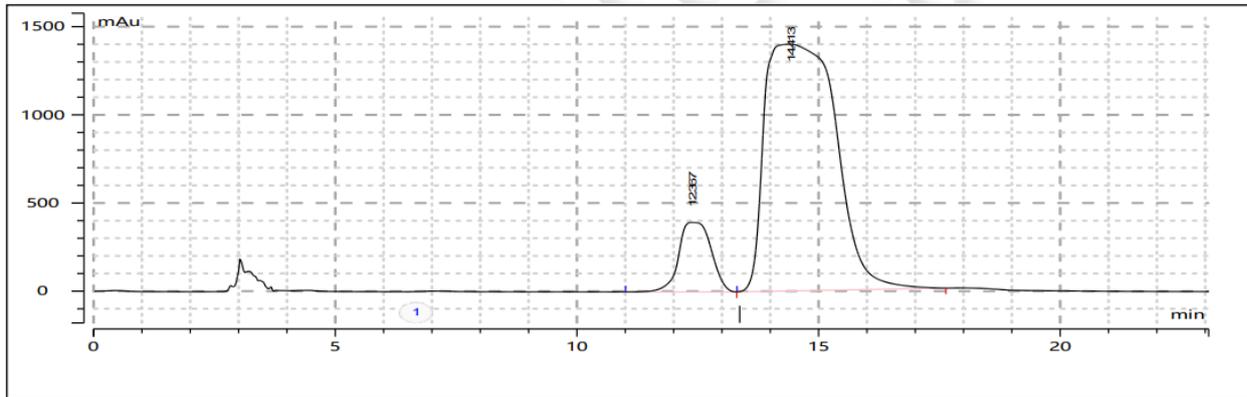


图 4 样品制备图谱

结论：进样量 5mg 目标物与杂质峰正好达到基线分离。

2. 结果

使用月旭 Ultimate XB-NH₂ 在此色谱条件下进行制备，单针运行时间 18min，套针进样可缩短至 8min 一针，制备结果满足客户要求。

