

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	STX 样品	项目编号	20230601-442
样品性状	黄色液体	样品重量	/
收样日期	2023/06/05	测试期间	2023/06/06-2023/06/09

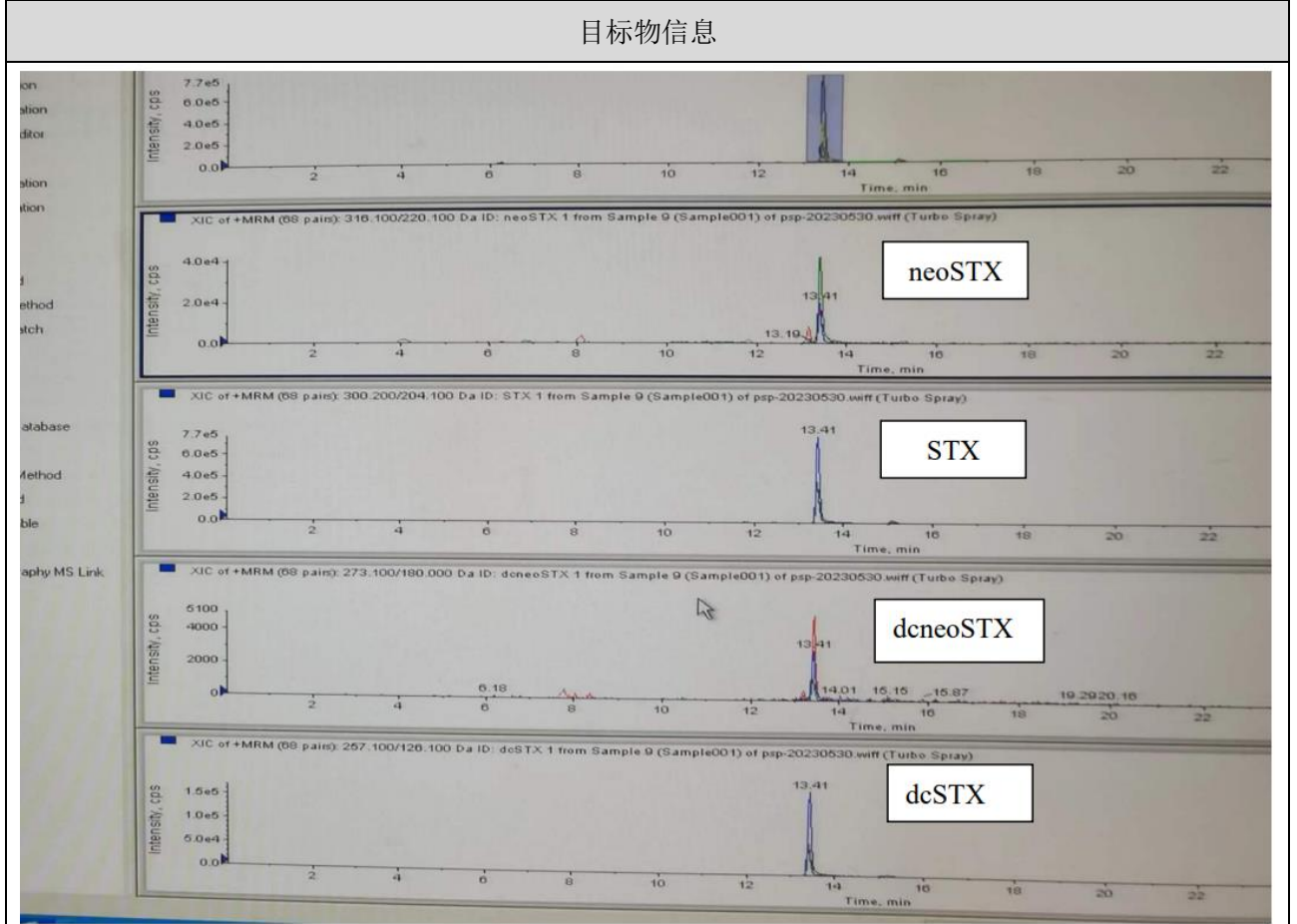


图 1 客户分析图谱

目标物保留时间	13.41min	面积归一化含量 (220nm, %)	/
---------	----------	-----------------------	---

实验要求

筛选开发合适的色谱柱和色谱方法，在稳定的条件下分离的四个物质 SXT,dcSTX, neoSXT, dcneoSTX。  
客户现在要做制备，所以不考虑衍生的方法

试剂信息

试剂名称	级别	供应商
甲酸铵	AR	麦克林
纯水	超纯水	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

乙腈	色谱级	月旭
乙腈	制备级	月旭
仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
分析液相	LC-20AD	岛津
制备液相	Sail 1000	月旭

## 1. 试验过程

### 1.1. 分离纯化过程

#### 1.1.1. 方法开发

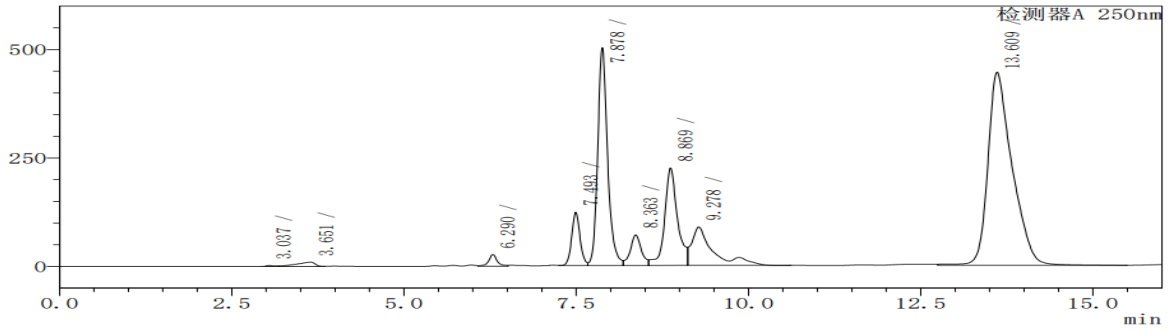
移取客户提供的液体样品 1ml 过滤至进样小瓶进行分析：

色谱柱	Xtimate XB-SCX 4.6×250mm,5μm		
流动相 A	10Mm 甲酸铵		
流动相 B	乙腈		
流速	0.6ml/min		
进样量	1μl		
柱温	30°C		
检测波长	250nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	90	10
	30	90	10

分析图谱如下图 1 所示：



<色谱图>  
nV



<峰表>

检测器A 250nm

化合物名	保留时间	面积	面积%	理论板数(US)	拖尾因子	分离度(USP)
	3.037	18629	0.081	3391	---	---
	3.651	182246	0.791	698	---	1.613
	6.290	233255	1.012	13780	---	6.881
	7.493	1030832	4.472	17106	---	5.426
	7.878	5025856	21.804	14453	1.222	1.567
	8.363	780412	3.386	13498	---	1.765
	8.869	2921313	12.674	12402	---	1.666
	9.278	1905774	8.268	6716	---	1.061
	13.609	10952055	47.514	7518	1.398	8.015
		23050373	100.000			

图1 方法开发图谱

### 1.1.2. 样品制备

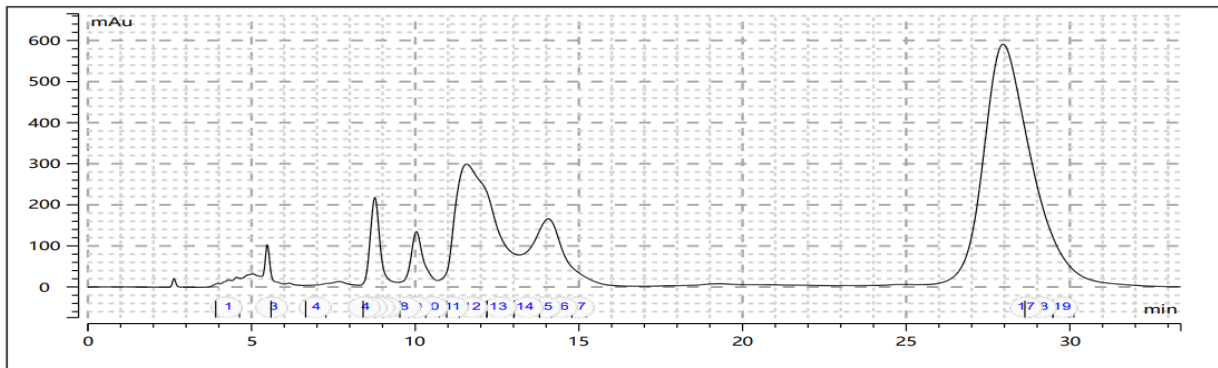
取 1.1 项下的样品 300ul，用水稀释到 1ml，过滤，制备液相条件如下所示：

色谱柱	Xtimate XB-SCX 21.2×250mm,5μm		
流动相 A	10Mm 甲酸铵		
流动相 B	乙腈		
流速	12ml/min		
进样量	1ml（样品液 300ul）		
柱温	室温		
检测波长	250nm		
梯度洗脱程序	时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
	0	90	10
	30	90	10

制备图谱如图 2 所示：



XB-SCX-21.2mm-300ul-060803-(UV-ch1-250)



峰列表

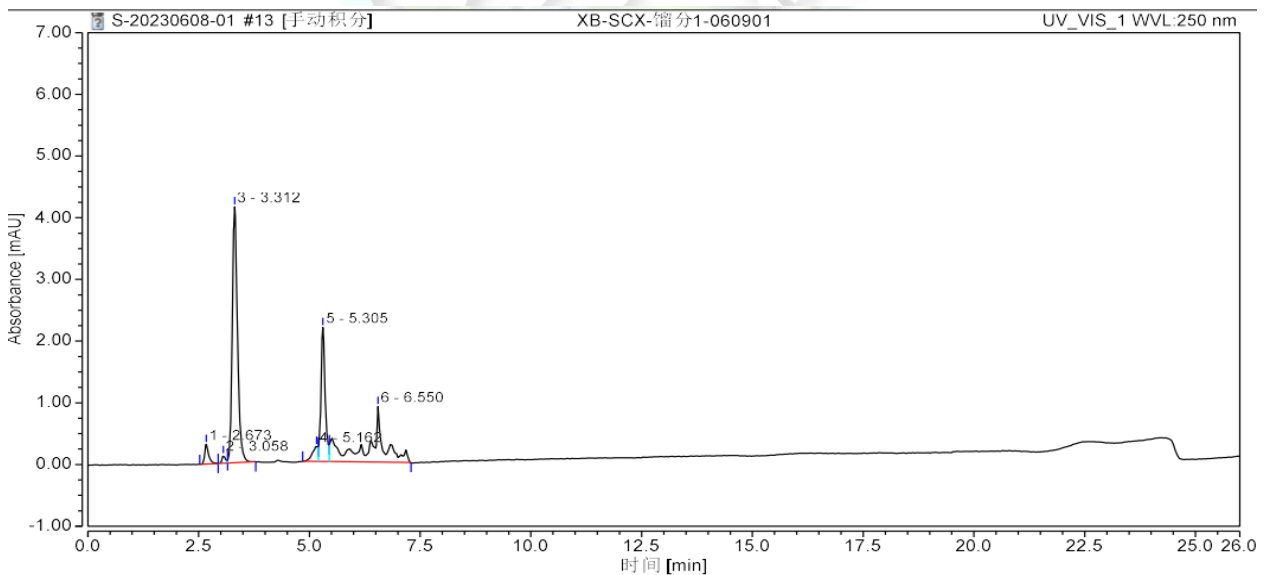
No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	半峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰类型
1	总计							

图 2 粗品制备图

经过制备，将目标馏分段收集于玻璃管中待检测。

1.1.3. 杂质分析

将 1.1.2 中的制备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 3、图 4、图 5、图 6、图 7、图 8、图 9 所示：



序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	分离度 (EP)	塔板数 (EP)	S/N
1		2.673	0.033	0.320	2.64	2.71	5243	46.4
2		3.058	0.011	0.126	0.91	1.48	7947	18.3
3		3.312	0.566	4.151	45.11	n.a.	4132	601.9
4		5.162	0.036	0.243	2.84	n.a.	n.a.	35.2
5		5.305	0.237	2.170	18.93	8.80	17803	314.7
6		6.550	0.371	0.901	29.58	n.a.	44184	130.6

图 3 馏分 1 分析图



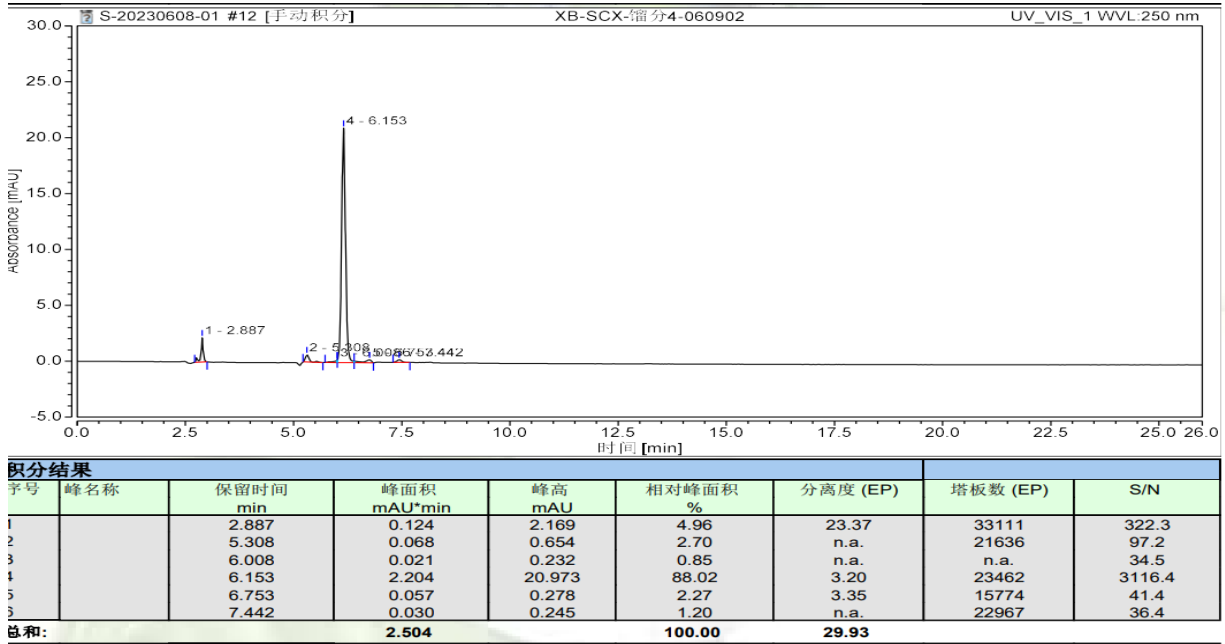


图 4 馏分 4 分析图

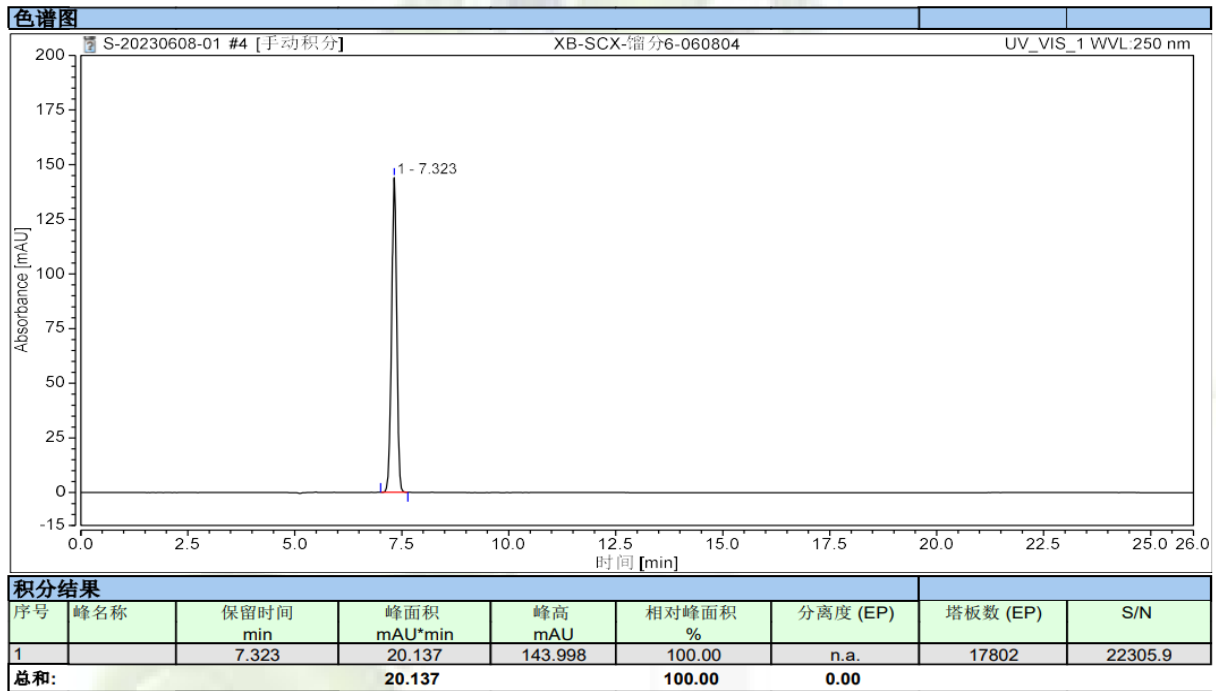


图 5 馏分 6 分析图



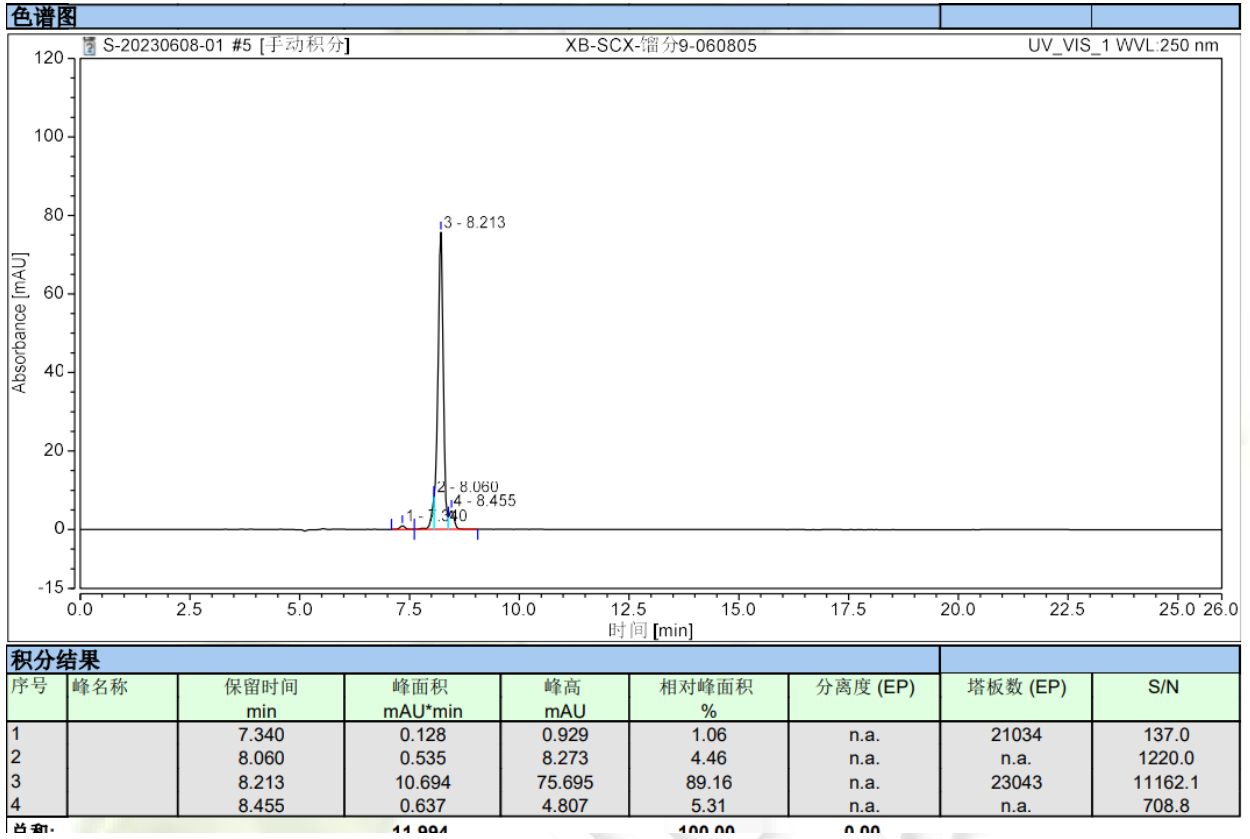


图 6 馏分 9 分析图

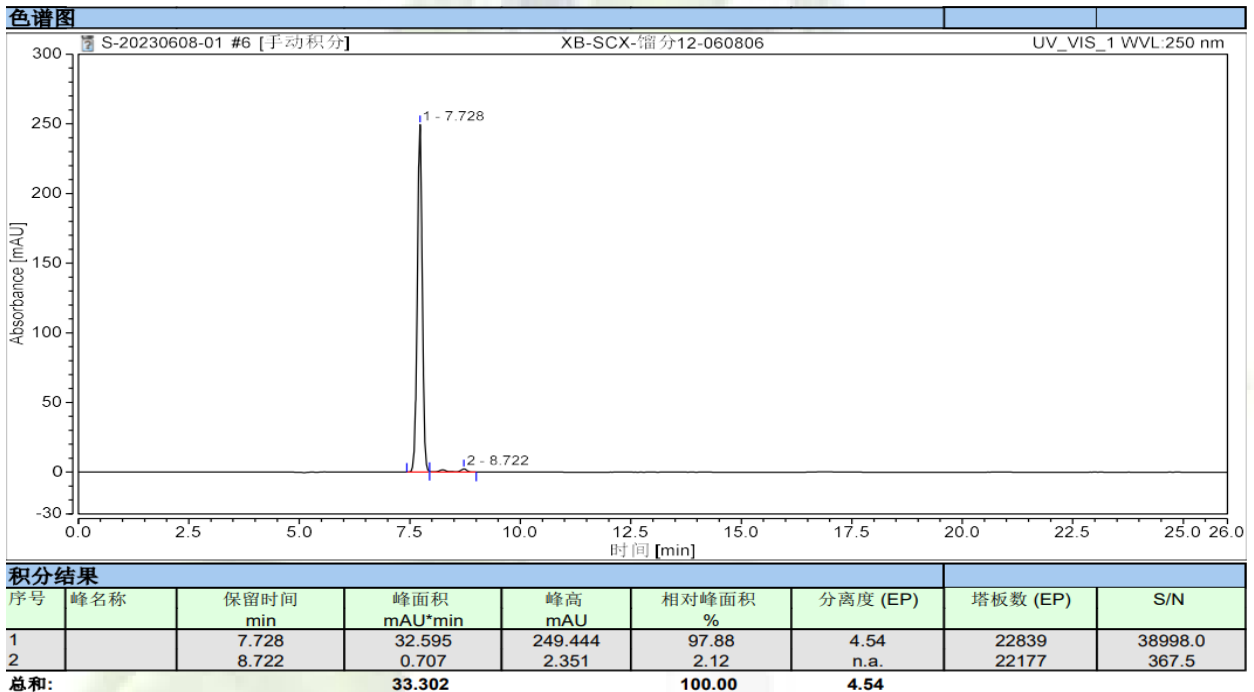


图 7 馏分 12 分析图





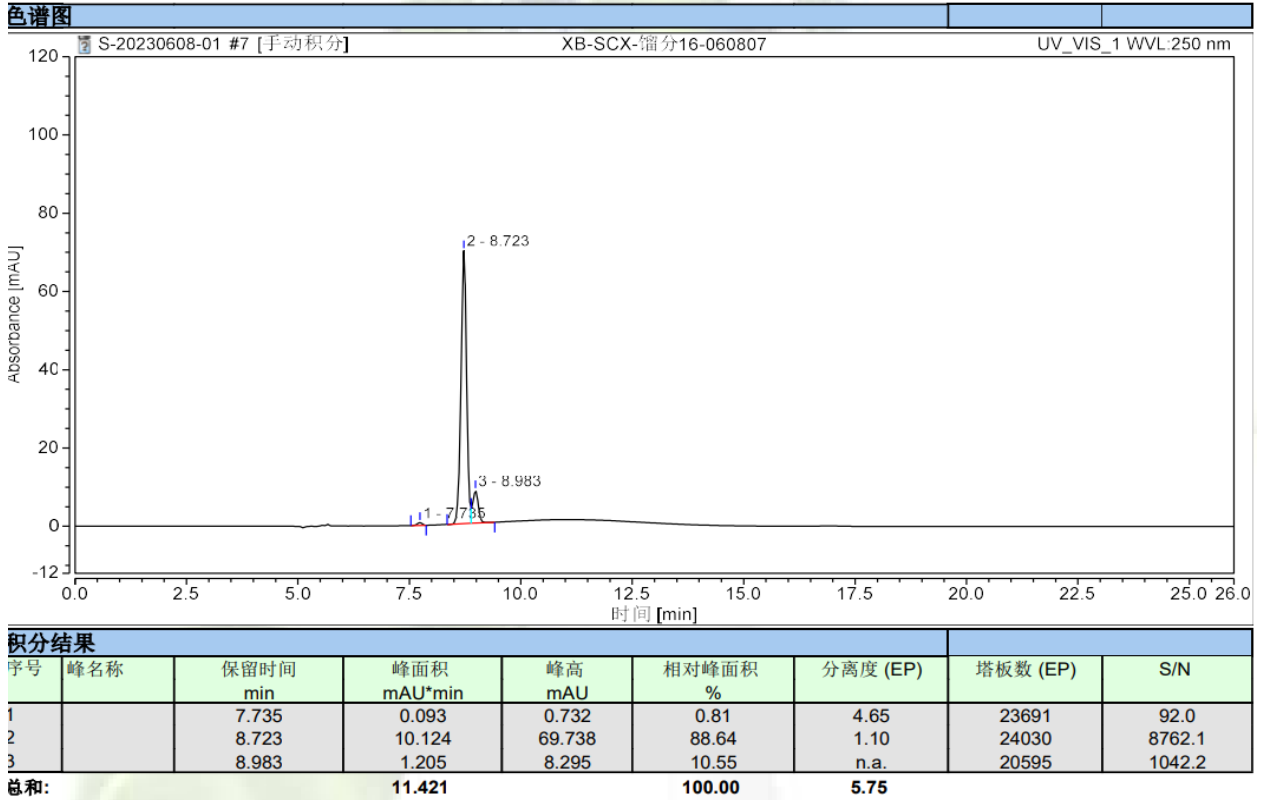


图8 馏分16分析图

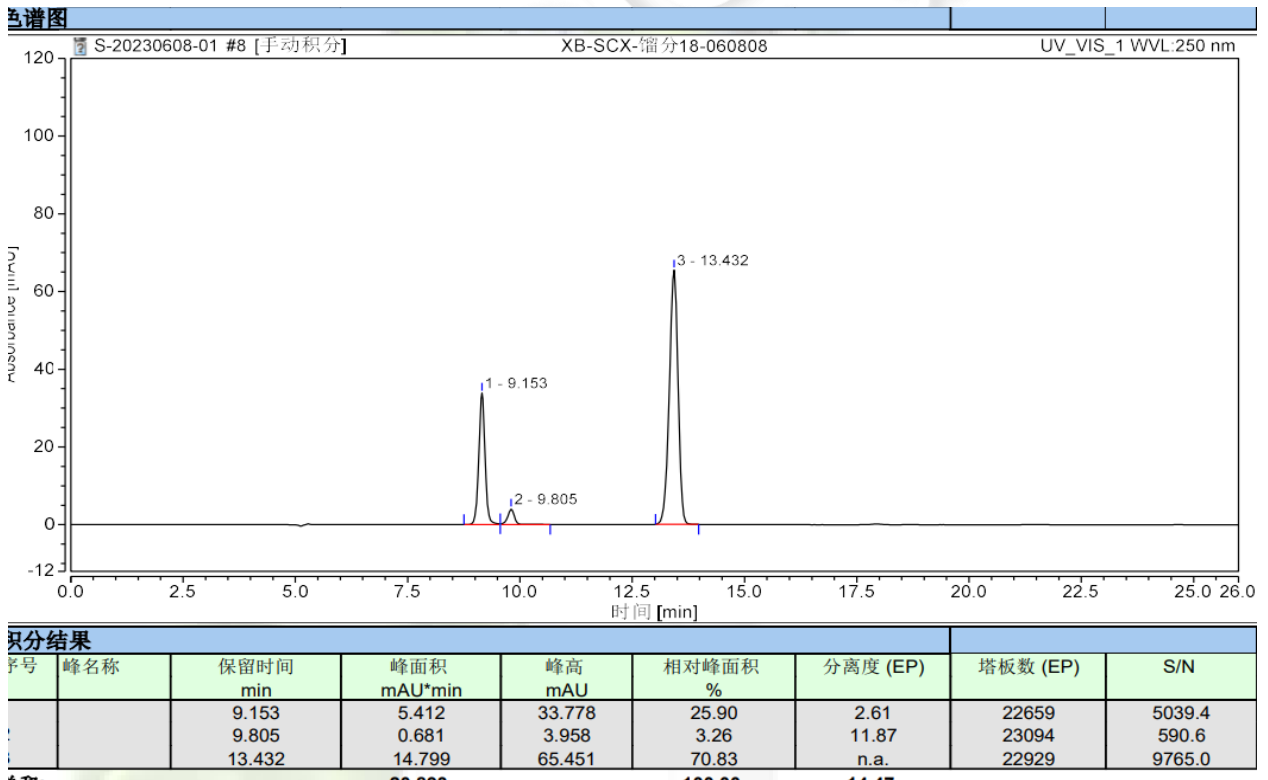


图9 馏分18分析图

结论：将馏分同时寄给客户，经客户检测确认达到分离要求，符合客户需求。



## 2. 结论

使用月旭 Xtimate XB-SCX 21.2×250mm,5 $\mu$ m 在此色谱条件下进行制备，制备结果满足客户要求。

报告人：Ada

审核人：Jim

日期：2023.06.21

