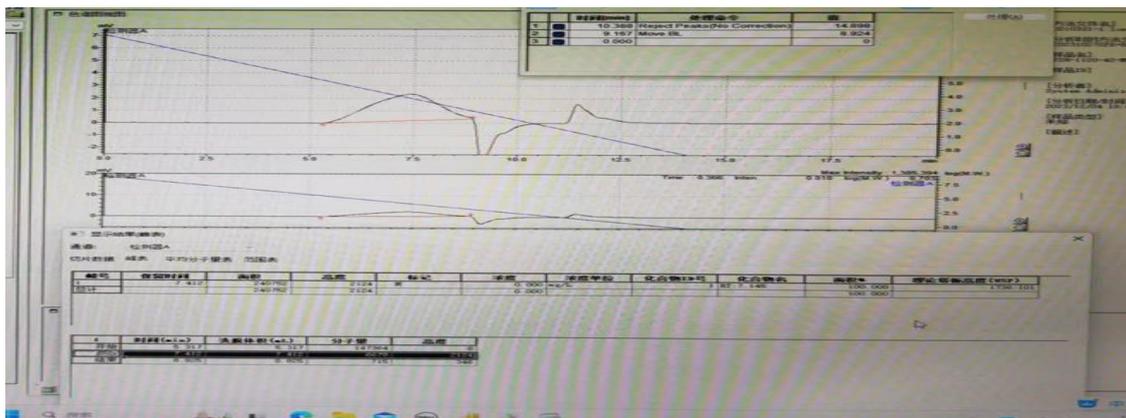


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	多糖 M6000	项目编号	20231212-1178
样品性状	灰白色固体粉末	样品重量	/
收样日期	2023/12/26	测试期间	2023/12/27-2024/01/03

目标物信息

客户分析图谱 1:



客户制备图谱 2:



目标物保留时间	杂质 1: /	面积归一化含量 (220nm, %)	/
实验要求			
筛选合适色谱柱分析和制备，确保收集馏分段的分子段的 PDI 在 1.2 以下，最好能在 1.1			
试剂信息			
试剂名称	级别		供应商
氯化钠	AR		阿拉丁



纯水	一级	月旭
仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
液相分析色谱	LC-20AD	岛津
液相制备色谱	Welprep2000	月旭

1. 试验过程

1.1. 分离纯化过程

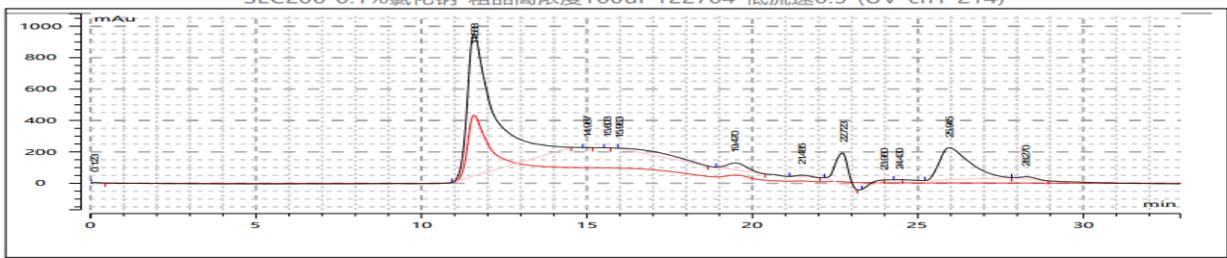
1.1.1. 样品制备

称取样品 10.14mg，置于 5mL 离心管中，用移液枪移取 0.9%氯化钠溶液 1ml 溶解，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	Xtimate SEC-200 7.8*300mm, 5 μ m
流动相	0.1%氯化钠
流速	0.5ml/min
进样量	100 μ l
柱温	室温
检测波长	220nm
洗脱时间	30min

分析图谱如图 3 所示：





峰列表

SEC200-0.1%氯化钠-粗品高浓度100ul-122704-低流速0.5-(UV-ch1-214)

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	峰纯度	PDA 匹配名称
1	N.A.	0.123	54.040	0.203	0.123	5.906	0.072	BB	0	
2	N.A.	11.588	51563.856	1.095	0.663	907.330	68.611	BB	0	
3	N.A.	14.987	11.102	0.231	0.153	1.239	0.015	BB	0	
4	N.A.	15.603	6.076	0.172	0.107	0.976	0.008	BB	0	
5	N.A.	15.963	2399.915	2.543	2.640	1.319	3.193	BB	0	
6	N.A.	19.470	1814.369	1.055	0.665	43.038	2.414	BB	0	
7	N.A.	21.485	311.110	0.686	0.466	11.032	0.414	BB	0	
8	N.A.	22.723	5182.421	0.681	0.418	201.224	6.896	BB	0	
9	N.A.	23.960	404.041	0.635	0.618	2.551	0.538	BB	0	
10	N.A.	24.430	7.158	0.229	0.146	0.845	0.010	BB	0	
11	N.A.	25.945	12918.947	1.519	0.977	203.324	17.190	BB	0	
12	N.A.	28.270	481.234	0.852	0.535	14.303	0.640	BB	0	
13	总计									

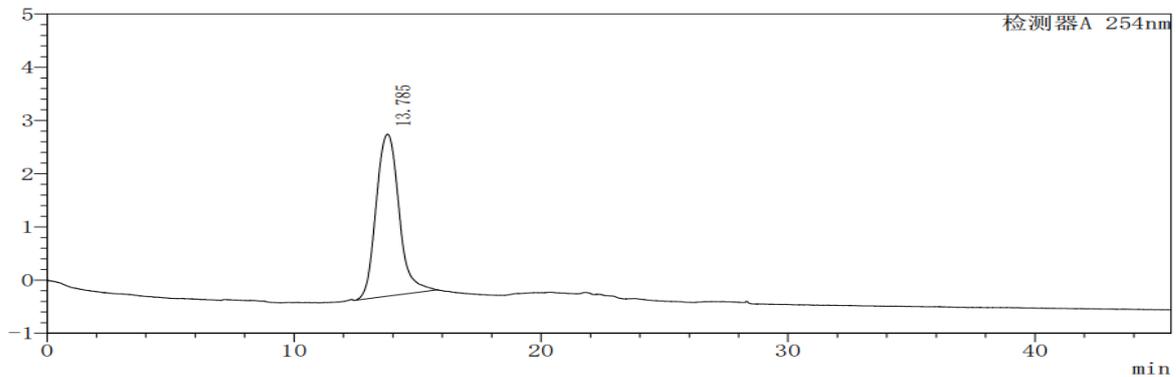
图3 粗品制备图谱

经过制备，收集 13min-19min 目标馏分,每隔 1 分钟收集 1 管。

1.1.2. 杂质分析

将 1.1.1 中收集的杂质进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1.1”一致。分析图谱如图 4,5,6 所示：

<色谱图>
mV



<峰表>

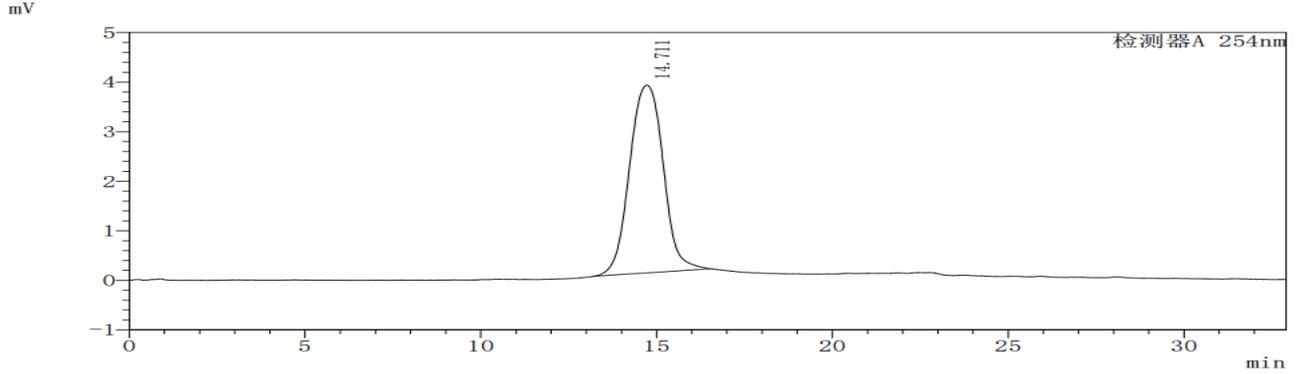
检测器A 254nm

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		13.785	196176	100.000	1144	1.170	—
总计			196176	100.000			

图4 制备液分析图谱(13min)



<色谱图>

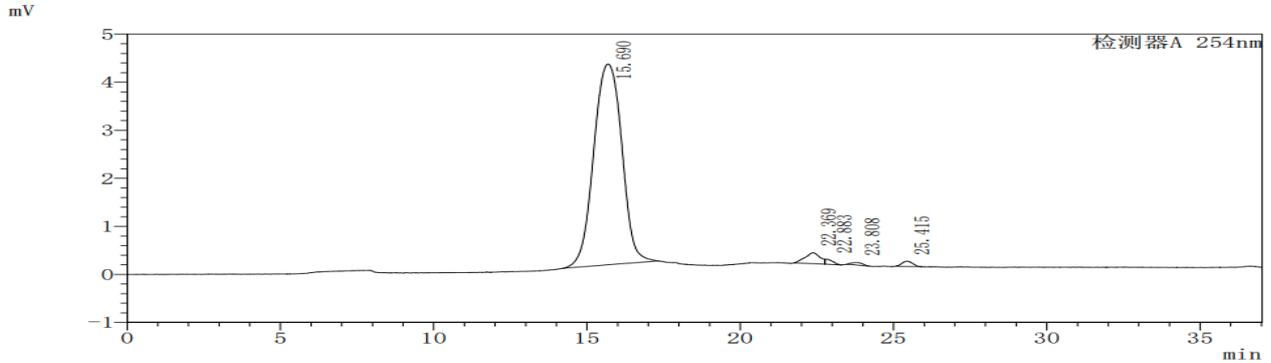


<峰表>

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		14.711	252373	100.000	1254	1.043	--
总计			252373	100.000			

图 5 制备液分析图谱(14min)

<色谱图>



<峰表>

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		15.690	266088	95.103	1538	0.990	--
2		22.369	7841	2.802	6948	--	4.996
3		22.883	1844	0.659	289	--	0.159
4		23.808	1375	0.492	19649	1.143	0.305
5		25.415	2641	0.944	25119	1.117	2.433
总计			279789	100.000			

图 6 制备液分析图谱(15min)

结论：经过与客户沟通，该分析结果满足客户要求。

2. 结论

使用月旭 Xtimate SEC-200 7.8*300mm, 5 μ m 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 100ul(c=10mg/ml)时，制备结果以及收集到的目标物分析结果满足客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2024/01/05

