

分离纯化报告


样品信息																																																																																							
样品名称	聚乙二醇衍生物	项目编号	20240301-157																																																																																				
样品性状	白色固体	样品重量	/																																																																																				
收样日期	2024/03/06	测试期间	2024/03/08-2024/03/19																																																																																				
目标物信息																																																																																							
 <table border="1"> <caption>进样结果</caption> <thead> <tr> <th>峰</th> <th>名称</th> <th>信号说明</th> <th>RT (min)</th> <th>峰面积</th> <th>峰面积 %</th> <th>峰高</th> <th>峰宽%</th> <th>USP 分离度</th> <th>S/N</th> <th>S/N USP</th> <th>USP 规格数</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td></td> <td>RID1A,Refractive Index Signal</td> <td>9.770</td> <td>25327.888</td> <td>3.781</td> <td>998.414</td> <td>6.80</td> <td></td> <td>867.10</td> <td></td> <td>3984</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td></td> <td>RID1A,Refractive Index Signal</td> <td>11.586</td> <td>561773.456</td> <td>83.873</td> <td>11798.999</td> <td>80.41</td> <td>1.85</td> <td>11428.98</td> <td></td> <td>1209</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td></td> <td>RID1A,Refractive Index Signal</td> <td>12.823</td> <td>2046.226</td> <td>0.306</td> <td>89.293</td> <td>0.61</td> <td></td> <td>86.48</td> <td></td> <td>87.89</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td></td> <td>RID1A,Refractive Index Signal</td> <td>15.760</td> <td>4854.691</td> <td>0.725</td> <td>136.988</td> <td>0.95</td> <td></td> <td>3.76</td> <td>134.83</td> <td>4818</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td></td> <td>RID1A,Refractive Index Signal</td> <td>18.574</td> <td>74398.591</td> <td>11.108</td> <td>1622.445</td> <td>11.06</td> <td>2.69</td> <td>1571.56</td> <td></td> <td>3698</td> </tr> <tr> <td>6</td> <td></td> <td>RID1A,Refractive Index Signal</td> <td>21.559</td> <td>1388.129</td> <td>0.207</td> <td>24.707</td> <td>0.17</td> <td>2.23</td> <td>23.87</td> <td></td> <td>3201</td> </tr> </tbody> </table>				峰	名称	信号说明	RT (min)	峰面积	峰面积 %	峰高	峰宽%	USP 分离度	S/N	S/N USP	USP 规格数	1		RID1A,Refractive Index Signal	9.770	25327.888	3.781	998.414	6.80		867.10		3984	2		RID1A,Refractive Index Signal	11.586	561773.456	83.873	11798.999	80.41	1.85	11428.98		1209	3		RID1A,Refractive Index Signal	12.823	2046.226	0.306	89.293	0.61		86.48		87.89	4		RID1A,Refractive Index Signal	15.760	4854.691	0.725	136.988	0.95		3.76	134.83	4818	5		RID1A,Refractive Index Signal	18.574	74398.591	11.108	1622.445	11.06	2.69	1571.56		3698	6		RID1A,Refractive Index Signal	21.559	1388.129	0.207	24.707	0.17	2.23	23.87		3201
峰	名称	信号说明	RT (min)	峰面积	峰面积 %	峰高	峰宽%	USP 分离度	S/N	S/N USP	USP 规格数																																																																												
1		RID1A,Refractive Index Signal	9.770	25327.888	3.781	998.414	6.80		867.10		3984																																																																												
2		RID1A,Refractive Index Signal	11.586	561773.456	83.873	11798.999	80.41	1.85	11428.98		1209																																																																												
3		RID1A,Refractive Index Signal	12.823	2046.226	0.306	89.293	0.61		86.48		87.89																																																																												
4		RID1A,Refractive Index Signal	15.760	4854.691	0.725	136.988	0.95		3.76	134.83	4818																																																																												
5		RID1A,Refractive Index Signal	18.574	74398.591	11.108	1622.445	11.06	2.69	1571.56		3698																																																																												
6		RID1A,Refractive Index Signal	21.559	1388.129	0.207	24.707	0.17	2.23	23.87		3201																																																																												
目标物保留时间	API: 11.586min	面积归一化含量	89.2%																																																																																				
实验要求																																																																																							
要求开发分析和制备方法使主峰（谱图中 11.586min 出峰位置为主成分）分离度大于 1.5，且主峰能够和前面杂质完全分离，方法可调整，要求制备 API 纯度接近 100%，主成分分子量为 4 万左右。																																																																																							
试剂信息																																																																																							
试剂名称	级别		供应商																																																																																				
纯水	一级		月旭																																																																																				
乙腈	色谱级		月旭																																																																																				
仪器信息																																																																																							
仪器名称	仪器型号		仪器厂家																																																																																				
分析型高效色谱仪	LC-20AD		岛津																																																																																				
分析型高效色谱仪	WIsys5000		月旭																																																																																				
制备型高效色谱仪	Sail1000		月旭																																																																																				

图 1 客户粗品分析图谱



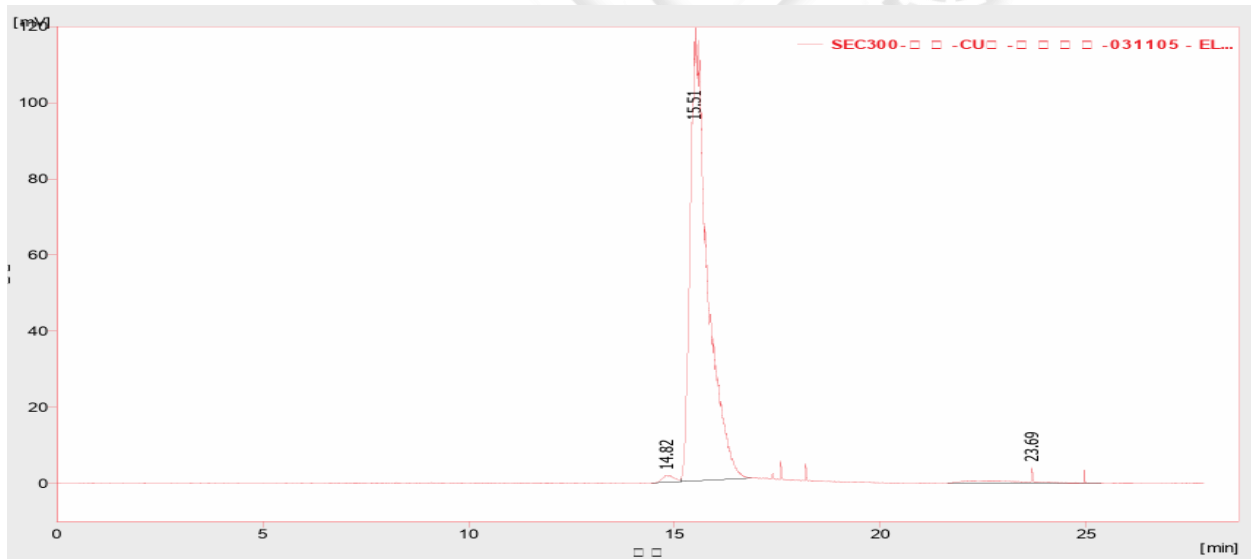
1. 试验过程

1.1. 方法重现

取 10.2mg 样品，置于 5mL 离心管中，加入 2ml 水溶解，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 300 4.6×300mm, 5μm
流动相 A	纯水
流动相 B	/
流速	0.35ml/min
进样量	10μl
柱温	30°C
检测器	ELSD
梯度时间	30min

分析图谱如图 2 所示：



化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	峰高 [mV]	分离度 [-]
1	14.817	36.418	1.0	13074	1.827	
2	15.514	3436.167	96.9	8919	119.024	1.190
3	23.688	72.649	2.0	8221808	4.118	23.749
合计		3545.235	100.0		124.969	

图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，杂质未完全检出，包进主峰，重新筛柱。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

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

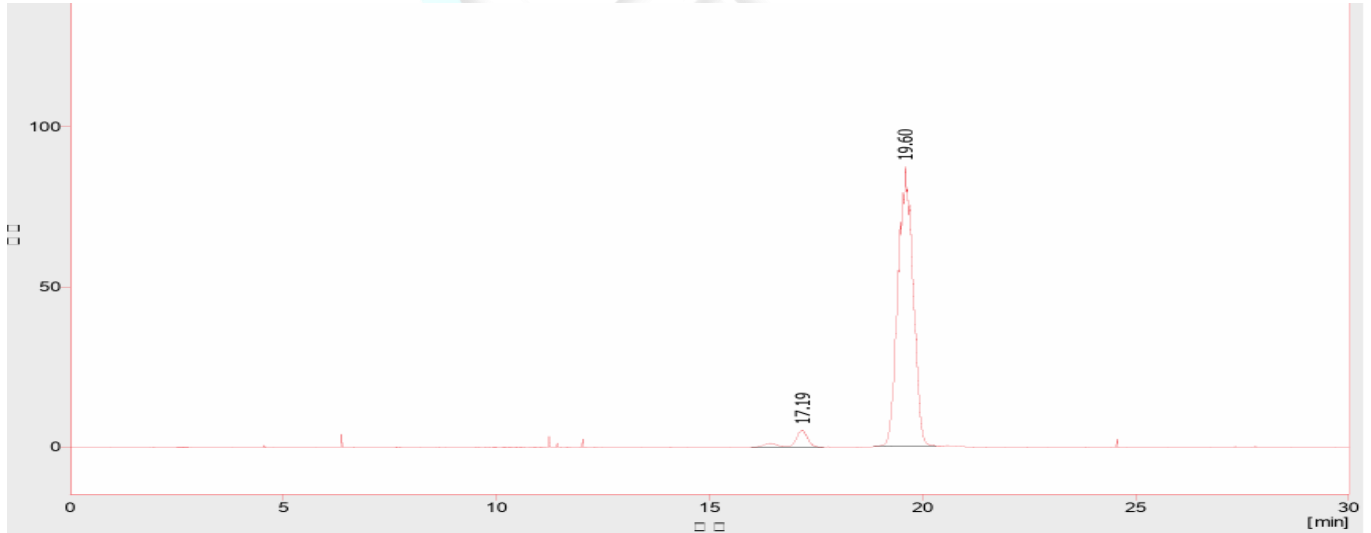
Tel:400-810-6969



取 4.1 项下的进样小瓶进行分析：

仪器	WIsys5000		
色谱柱	Ultimate XB-C18 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	纯水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	30°C		
检测器	ELSD		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	65	35
	30	50	50
	30.1	5	95
	40	5	95
	40.1	65	35
	50	65	35

分析图谱如下图 3 所示：



	化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	峰高 [mV]	分离度 [-]
1		17.188	118.568	5.3	22730	5.287	
2		19.601	2132.914	94.7	14277	87.258	4.350
	合计		2251.482	100.0		92.545	

图 3 方法开发图谱



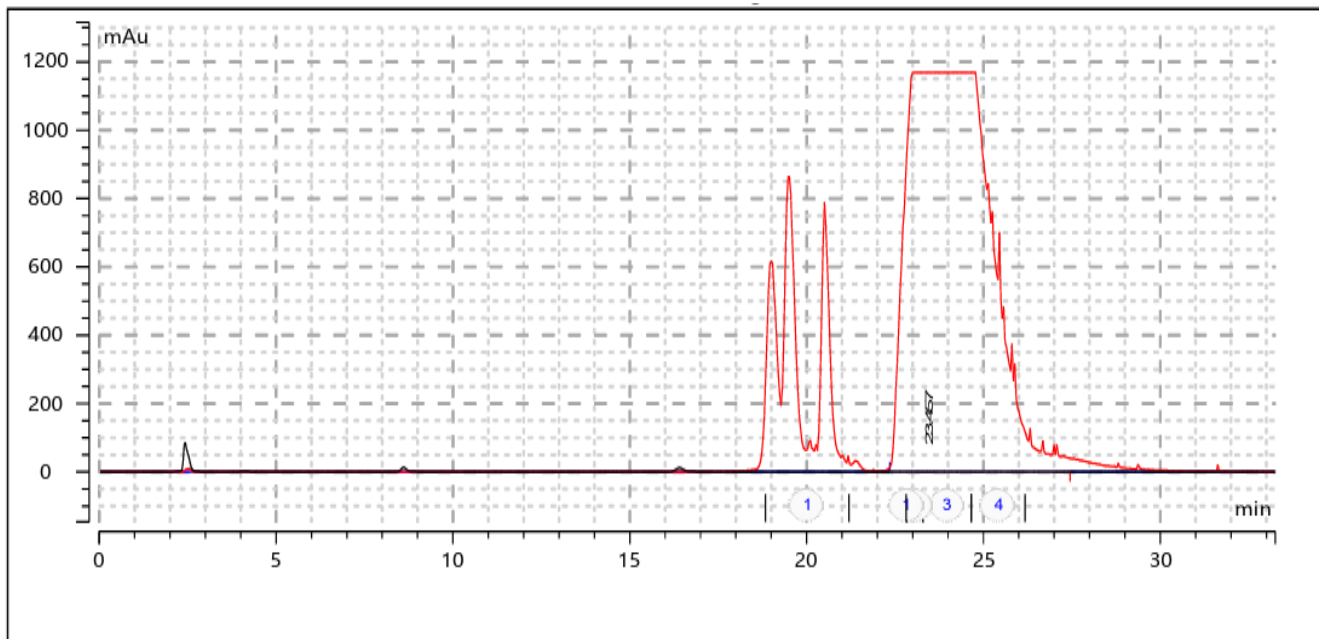
1.2.2. 样品制备

称取约 90mg 样品，加入 2ml 纯水溶解稀释，过滤，使其浓度约为 45mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器	Sai11000		
色谱柱	Ultimate XB-C18 21.2×250mm, 5μm		
流动相 A	纯水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	20ml/min		
进样量	45mg		
柱温	室温		
检测波长	ELSD		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	2	70	30
	32	50	50
	32.1	5	95
	40	5	95
	40.1	70	30
	50	70	30

制备图谱如图 4 所示：





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.	24.793	195588.675	2.750	2.799	1155.709	100.000	BB*	0	
2	总计									

图 4 粗品制备图

经过制备，将目标馏分段收集到三角瓶中。

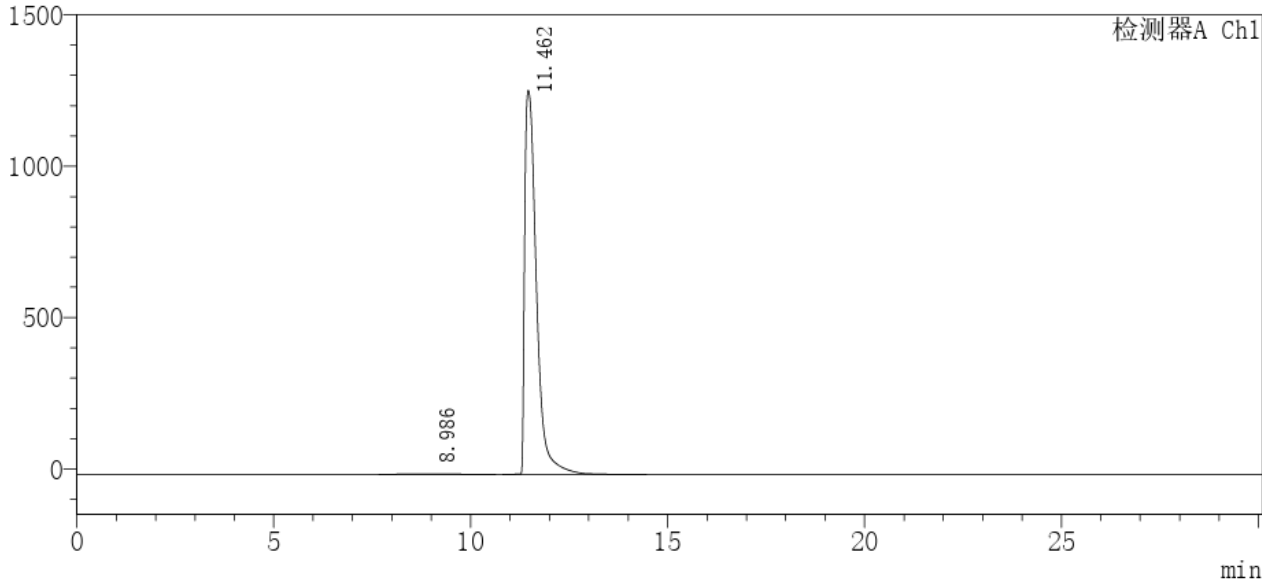
1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中收集的馏分分别进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。典型分析图谱如图 5 所示：



<色谱图>

mV



<峰表>

检测器A Ch1

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		8.986	54489	0.208	220	1.106	--
2		11.462	26182036	99.792	8588	2.239	1.696
总计			26236525	100.000			

图5 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 99.79%，纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C18, 21.2×250mm,5μm 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 45mg 时，制备收集到的目标物纯度为 99.79%，制备结果满足客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2024/03/22

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

