

二十烷二酸单叔丁酯-CAD 检测器检测报告



二十烷二酸单叔丁酯（CAS: 683239-16-9）是一种不可切割的 ADC 连接物, 用于合成抗体-药物结合物(ADC), 二十烷二酸单叔丁酯也是一种基于烷基链的 PROTAC 连接剂,可用于合成 PROTAC。

二十烷二酸单叔丁酯 (20-(tert-Butoxy)-20-oxoicosanoic acid) 是一种长链烷基二酸衍生物, 具有酸性, 可以通过酯化反应合成, 主要用作有机合成中间体。这种化合物在药物合成领域具有重要的意义, 尤其是在合成具有生物活性的分子方面, 例如用于制备治疗糖尿病和肥胖症等疾病的生物活性分子胰岛素类衍生物。

在制备二十烷二酸单叔丁酯的过程中, 由于目标物及其有关物质紫外吸收较弱, 电喷雾检测器 (CAD) 可以作为一种高效的检测手段, 用于监控反应进程和鉴定产物的纯度。HPLC-CAD 被用于检测合成过程中的中间体和最终产物, 确保了合成路径的高选择性和高收率, CAD 检测器在确保合成路径的高效性和产物的质量控制方面发挥了关键作用。

1、仪器和材料:

仪器: 日立 Primaide PLUS 液相色谱仪

CAD 检测器 (英迈仪器, 型号: CADetector a1)

串联检测器检测, 紫外检测器在前, CAD 检测器在后。

试剂: 纯水 (屈臣氏蒸馏水), 乙腈 (色谱纯), 三氟乙酸 (分析纯)

样品: 二十烷二酸单叔丁酯粗品 (2 种)

2、方法与结果:

2.1 色谱条件:

色谱柱: C18 柱 250*4.6mm, 5 μ m

柱温: 45°C

流速: 1mL/min

进样量：2 μ L 及 20 μ L

流动相 A：0.1%TFA 水溶液

流动相 B：乙腈

梯度条件：

时间(min)	A	B
0	30	70
20	5	95
45	5	90
46	30	70
55	30	70

紫外检测器条件：214nm

CAD 检测器条件：

仪器型号：英迈仪器 CADetector a1

漂移管温度：40 $^{\circ}$ C

雾化气流：3L/min

极化电流：1 μ A

极化气流：1L/min

Gain: 0.05

2.2 样品制备：

稀释剂：甲醇

样品 1：样品称取约 30mg，置 10mL 容量瓶，用甲醇溶解并稀释至刻度，即得（样品浓度：约 3mg/mL）。

样品 2：样品称取约 100mg，置 10mL 容量瓶，用甲醇溶解并稀释至刻度，即得（样品浓度：约 10mg/mL）。

2.3 实验结果:

2.3.1 样品 1

结果: 浓度 3mg/mL, 进样 2 μ L;

CAD 检测器, 主峰出峰不平头, 杂质检出正常;

紫外检测器主峰较小, 杂质不能检出

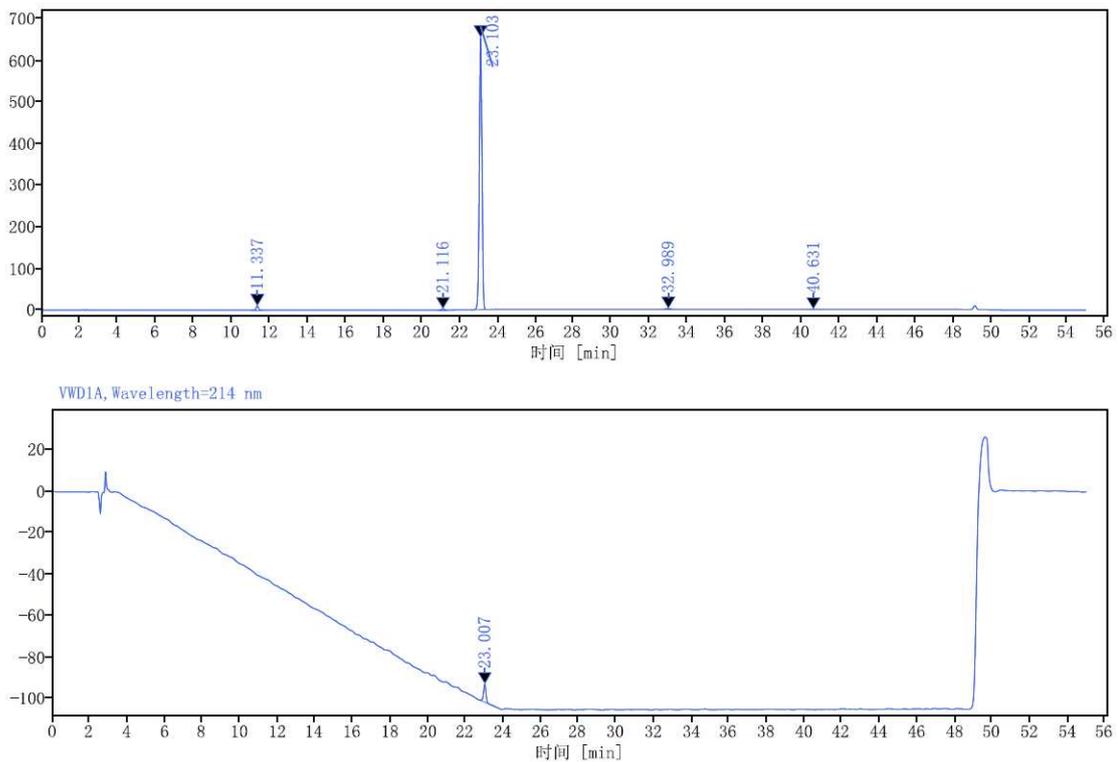


图 1: 样品 1-CAD 检测器及紫外检测器检测结果

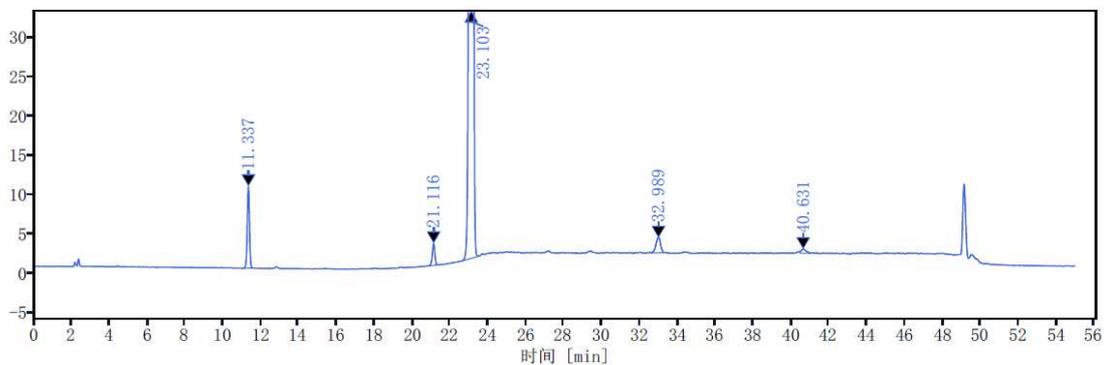


图 2: 样品 1-CAD 检测器局部放大图

2.3.1 样品 2

结果：浓度 10mg/mL，进样 20 μ L；

CAD 检测器，主峰出峰平头，杂质检出正常；

紫外检测器主峰较小，杂质不能检出

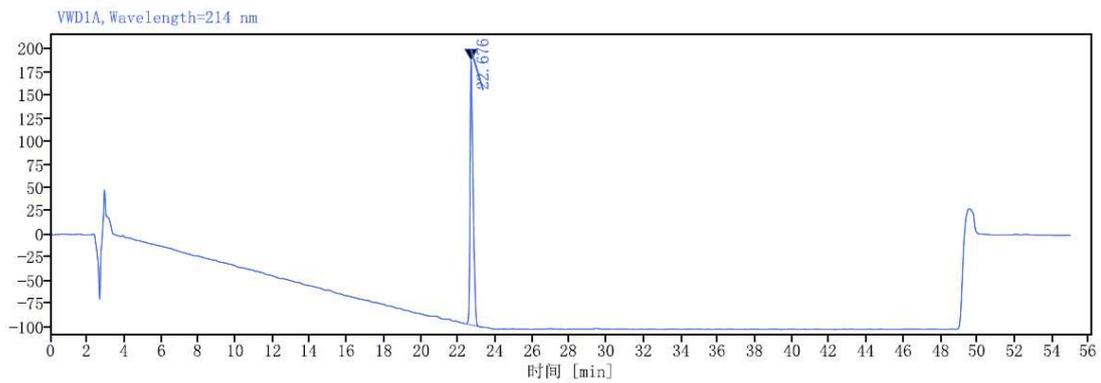
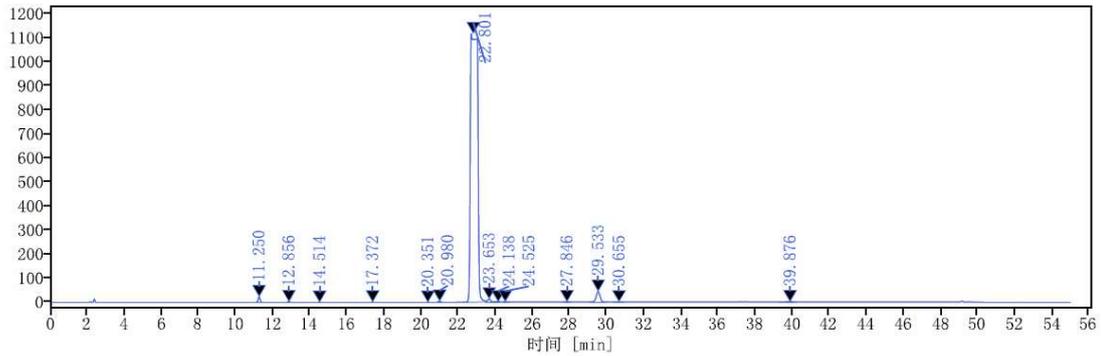


图 3：样品 2-CAD 检测器及紫外检测器检测结果

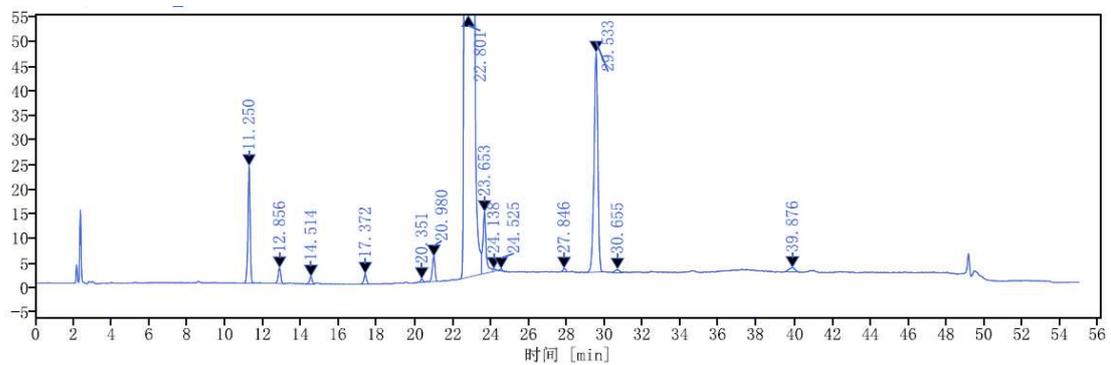


图 4：样品 2-CAD 检测器局部放大图

3、实验结论：

从实验结果可知：

电雾式检测器（CAD）对二十烷二酸单叔丁酯及其有关物质响应良好，与紫外检测器比较，具有较大的检测优势。

4、讨论：

电喷雾检测器（CAD）在二十烷二酸单叔丁酯的合成过程中可以发挥重要作用：

1. **监测反应进程：**通过 HPLC-CAD 方法，可以实时监测合成过程中的中间体和最终产物，及时了解反应的进展情况，从而对反应条件进行调整。
2. **提高纯度：**CAD 检测器具有高灵敏度，能够有效检测到微量的杂质，帮助研究人员评估合成路径的纯度，确保最终产物的质量。
3. **优化产率：**在合成过程中，通过 CAD 检测器对各个步骤的中间体和产物进行定量分析，可以优化反应条件，提高目标化合物的产率。
4. **选择性分析：**CAD 检测器对化合物的响应与其结构无关，这有助于在合成过程中对特定化合物进行选择分析，避免不必要的副反应。
5. **工业化放大：**由于 CAD 检测器的高灵敏度和稳定性，它适用于工业化生产中的在线监测，有助于实现合成过程的规模化和自动化。
6. **数据记录与分析：**CAD 检测器可以提供准确的色谱图谱，为合成过程的记录和分析提供数据支持，有助于研究人员进行方法的优化和改进。
7. **环境友好：**与传统的检测方法相比，使用 CAD 检测器不需要使用有害的衍生试剂，更加环保。

综上所述，CAD 检测器在二十烷二酸单叔丁酯的合成过程中，通过监测反应进程、提高产物纯度、优化产率、选择性分析、支持工业化放大、提供数据记录与分析以及环境友好等方面，为合成过程的优化提供重要支持。