

分离纯化报告

样品信息																																																																																											
样品名称	PG145	项目编号	20240103-010																																																																																								
样品性状	固体	样品重量	823mg+3130mg																																																																																								
收样日期	2024/01/03	测试期间	2024/01/04-2024/01/23																																																																																								
目标物信息																																																																																											
客户分析图谱 1:																																																																																											
<table><thead><tr><th>No.</th><th>Peak Name</th><th>Retention Time [min]</th><th>Area [pA*min]</th><th>Height [pA]</th><th>Relative Area [%]</th><th>Relative Height [%]</th><th>Amount</th></tr></thead><tbody><tr><td>n.a.</td><td>Component 1</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td></tr><tr><td>1</td><td>Component 2</td><td>6.537</td><td>0.020</td><td>0.554</td><td>0.18</td><td>0.37</td><td>n.a.</td></tr><tr><td>2</td><td></td><td>6.788</td><td>0.364</td><td>5.468</td><td>3.28</td><td>3.61</td><td>n.a.</td></tr><tr><td>3</td><td></td><td>7.037</td><td>0.100</td><td>1.020</td><td>0.90</td><td>0.67</td><td>n.a.</td></tr><tr><td>4</td><td></td><td>7.460</td><td>0.153</td><td>2.996</td><td>1.38</td><td>1.98</td><td>n.a.</td></tr><tr><td>5</td><td></td><td>7.703</td><td>9.204</td><td>126.435</td><td>82.97</td><td>83.54</td><td>n.a.</td></tr><tr><td>6</td><td></td><td>7.912</td><td>0.382</td><td>5.970</td><td>3.45</td><td>3.94</td><td>n.a.</td></tr><tr><td>7</td><td></td><td>8.732</td><td>0.870</td><td>8.898</td><td>7.84</td><td>5.88</td><td>n.a.</td></tr><tr><td>n.a.</td><td>Component 3</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td><td>n.a.</td></tr><tr><td colspan="2">Total:</td><td></td><td>11.093</td><td>151.342</td><td>100.00</td><td>100.00</td><td></td></tr></tbody></table>				No.	Peak Name	Retention Time [min]	Area [pA*min]	Height [pA]	Relative Area [%]	Relative Height [%]	Amount	n.a.	Component 1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	1	Component 2	6.537	0.020	0.554	0.18	0.37	n.a.	2		6.788	0.364	5.468	3.28	3.61	n.a.	3		7.037	0.100	1.020	0.90	0.67	n.a.	4		7.460	0.153	2.996	1.38	1.98	n.a.	5		7.703	9.204	126.435	82.97	83.54	n.a.	6		7.912	0.382	5.970	3.45	3.94	n.a.	7		8.732	0.870	8.898	7.84	5.88	n.a.	n.a.	Component 3	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	Total:			11.093	151.342	100.00	100.00	
No.	Peak Name	Retention Time [min]	Area [pA*min]	Height [pA]	Relative Area [%]	Relative Height [%]	Amount																																																																																				
n.a.	Component 1	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.																																																																																				
1	Component 2	6.537	0.020	0.554	0.18	0.37	n.a.																																																																																				
2		6.788	0.364	5.468	3.28	3.61	n.a.																																																																																				
3		7.037	0.100	1.020	0.90	0.67	n.a.																																																																																				
4		7.460	0.153	2.996	1.38	1.98	n.a.																																																																																				
5		7.703	9.204	126.435	82.97	83.54	n.a.																																																																																				
6		7.912	0.382	5.970	3.45	3.94	n.a.																																																																																				
7		8.732	0.870	8.898	7.84	5.88	n.a.																																																																																				
n.a.	Component 3	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.																																																																																				
Total:			11.093	151.342	100.00	100.00																																																																																					
目标物保留时间	杂质 1: 7.7min	面积归一化含量 (ELSD, %)	82%																																																																																								
实验要求																																																																																											
筛选合适的色谱填料，开发制备方法，要求制备样品的 API 纯度达到 98.5%以上，最好 99%，提供关键杂质对照品 PG145-Im，要求制备馏分中该杂质含量小于 0.5%																																																																																											
试剂信息																																																																																											
试剂名称		级别	供应商																																																																																								
乙腈		色谱级	月旭																																																																																								
纯水		二级	月旭																																																																																								
仪器信息																																																																																											
仪器名称		仪器型号	仪器厂家																																																																																								
分析液相色谱仪		WIsys5000	月旭																																																																																								
制备液相色谱仪		Sail1000	月旭																																																																																								



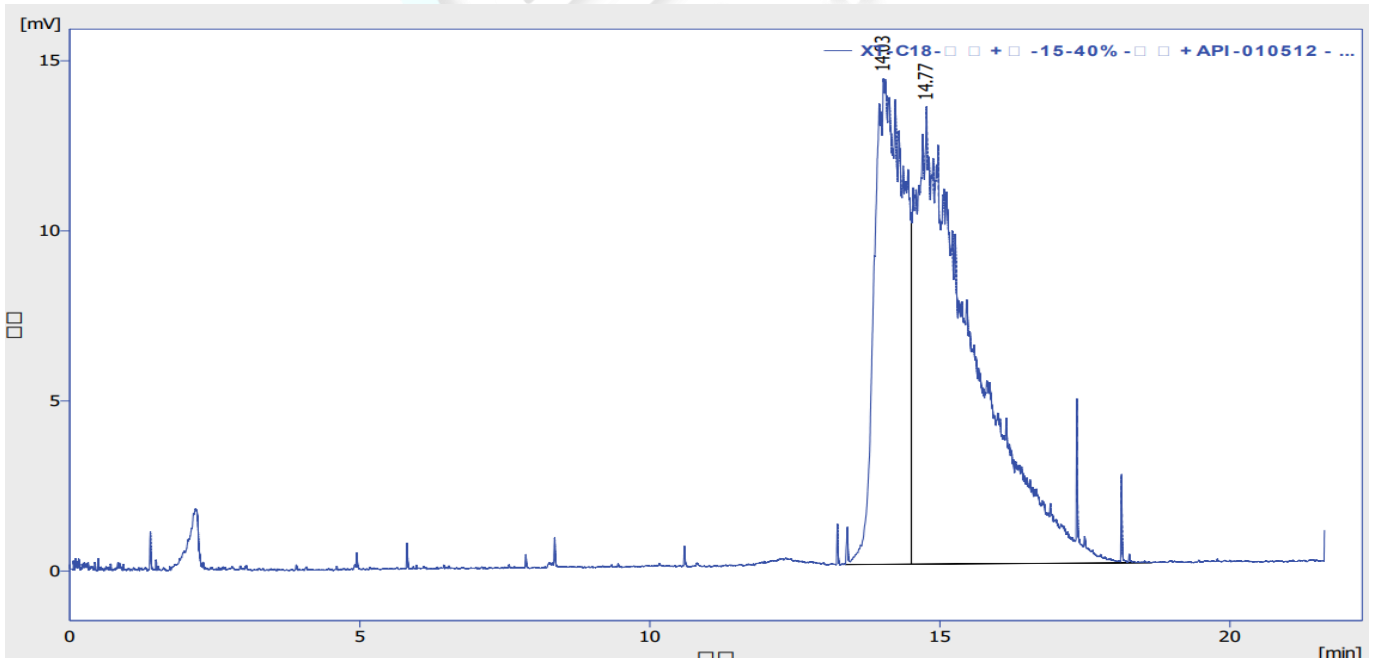
1. 试验过程

1.1. 方法开发

称取粗品 4.3mg，用 1.5ml 水溶解，过滤备用；称取目标杂质 3.3mg，用 1ml 水溶解，过滤备用，从粗品和关注杂质溶液中各取 500ul 混合后，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Xtimate 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	20μl		
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	85	15
	20	60	40

分析图谱如图 2 所示：



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 2 页 共 8 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



报告编号： 20240103-010

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	W05 [min]	不对称因子 [-]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	14.026	513.329	35.1	2468	0.66	1.614		1.179
2	14.769	947.498	64.9	1254	0.98	8.391	0.533	5.369
合计		1460.827	100.0					

图 2 方法重现图谱

结论：关注杂质与 API 包在一起，峰拖尾。

1.2. 分离纯化过程

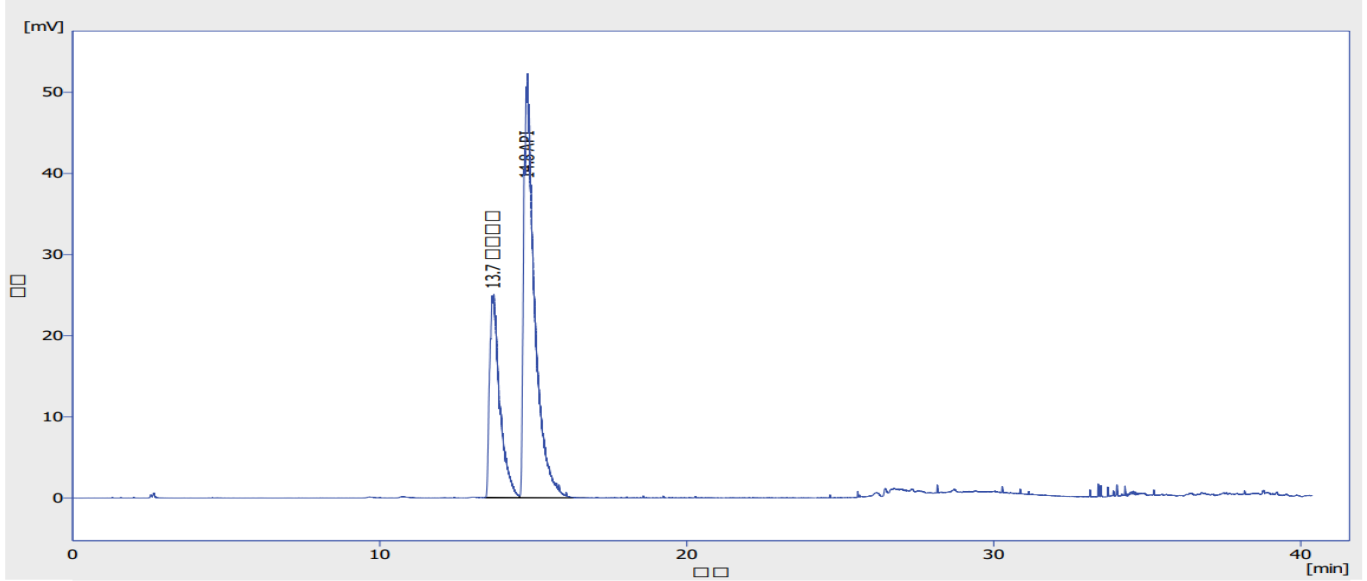
1.2.1. 方法开发

取 4.1 项下的进样小瓶进行分析：

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	20μl		
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	80	20
	20	75	25

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]	W05 [min]	不对称因子 [-]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	关注杂质	13.718	575.612	31.1	10006	0.32	2.471		1.914
2	API	14.822	1272.641	68.9	10990	0.33	2.920	1.987	2.319
	合计		1848.254	100.0					

图 3 方法开发图谱

1.2.2. 样品制备

样品 1：将客户新寄过来的 840mg,用 25ml 水溶解，使粗品溶液浓度为 33.6mg/ml，过滤备用；

样品 2：将客户新寄过来的 3130mg,用 50ml 水溶解，使粗品溶液浓度为 62.6mg/ml，过滤备用，制备液相条件如下所示：

仪器	Sail1000		
色谱柱	Ultimate XB-C18 50*250mm,10μm		
流动相 A	纯水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	80ml/min		
进样量	33.6mg / 200mg/1000mg		
柱温	室温		
检测器	ELSD		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	83	17
	25	76	24

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

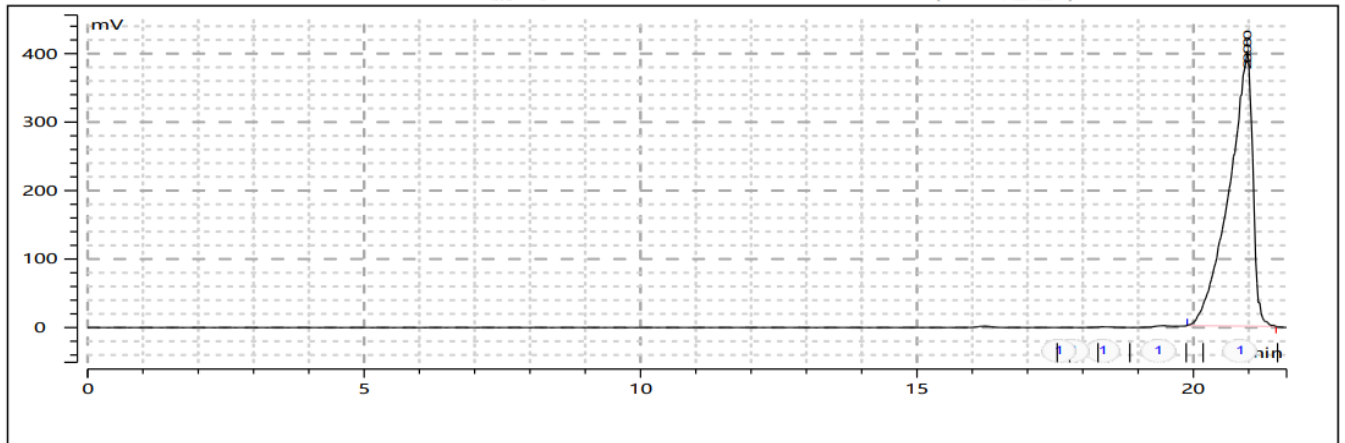
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

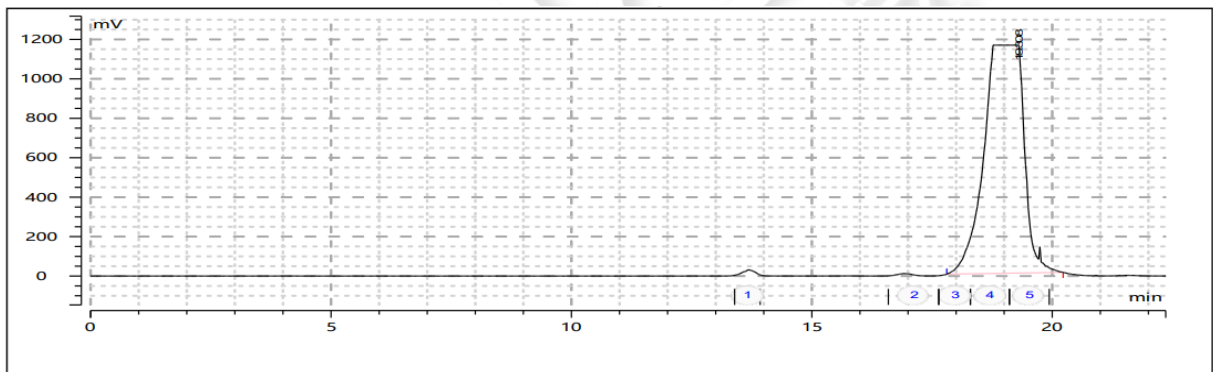


制备图谱如图 4，图 5，图 6 所示：



No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mV*s)	峰宽 (min)	半峰宽 (min)	峰高 (mV)	面积百分比 (%)	峰类型	峰纯度	PDA 匹配名称
1	N.A.	20.980	11875.101	0.422	0.457	403.623	100.000	BB*	0	
2	总计									

图 4 粗品制备图(33.6mg)

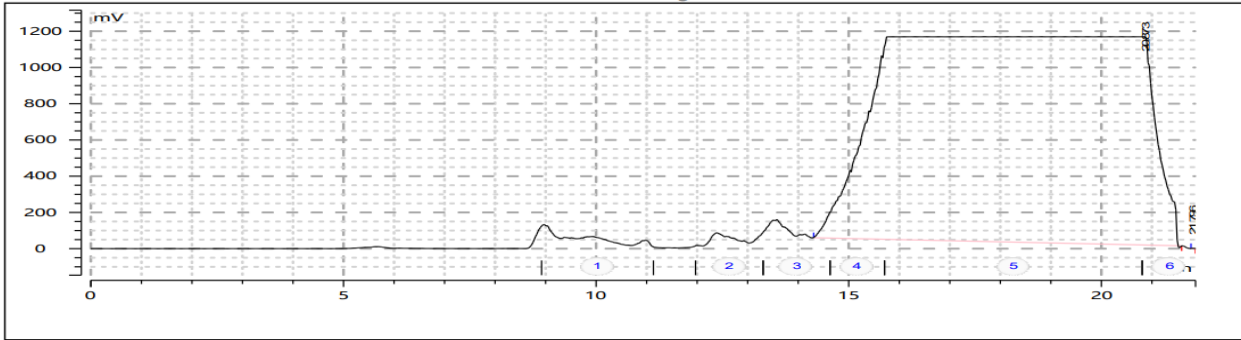


峰列表

No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mV*s)	峰宽 (min)	半峰宽 (min)	峰高 (mV)	面积百分比 (%)	峰类型	峰纯度	PDA 匹配名称
1	N.A.	19.308	66801.337	1.156	0.874	1156.389	100.000	BB*	0	
2	总计									

图 5 粗品制备图(200mg)





峰列表

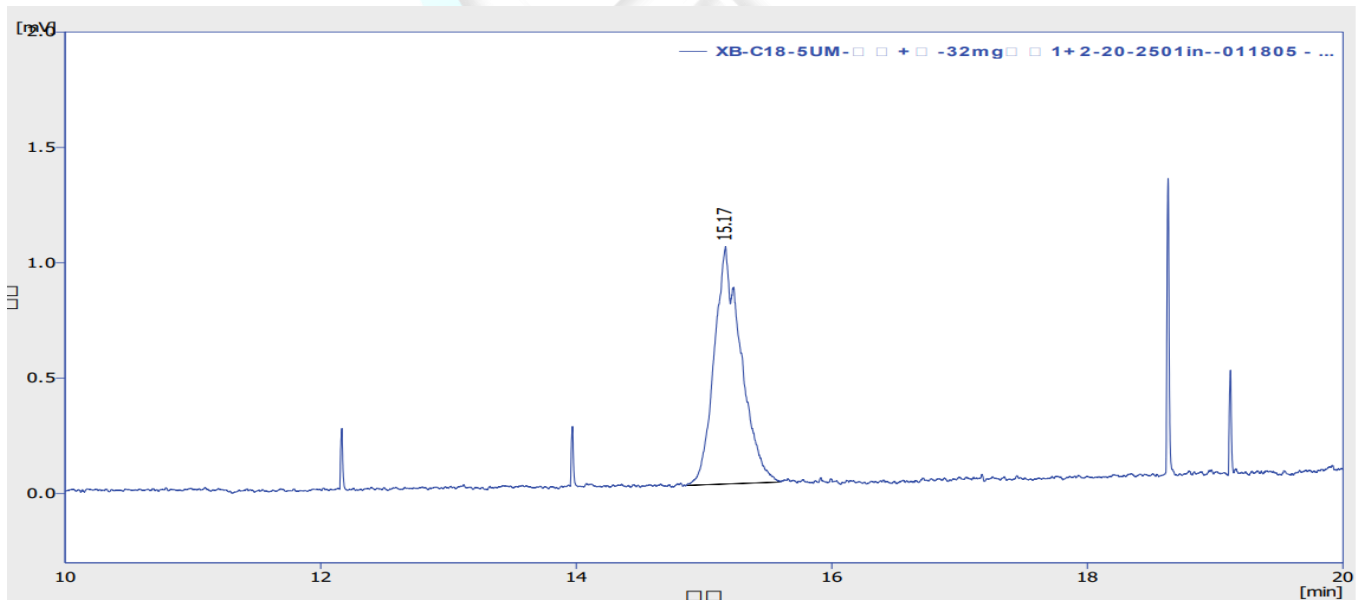
No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mV*s)	峰宽 (min)	半峰宽 (min)	峰高 (mV)	面积百分比 (%)	峰类型	峰纯度	PDA 匹配名称
1	N.A.	20.873	406279.000	5.914	5.844	1149.965	99.999	BB*	0	
2	N.A.	21.796	5.509	0.063	0.038	2.241	0.001	BB	0	
3	总计									

图 6 粗品制备图(1000mg)

经过制备，将上述制备目标馏分分别取样分析，并将剩余馏分分别冻干。

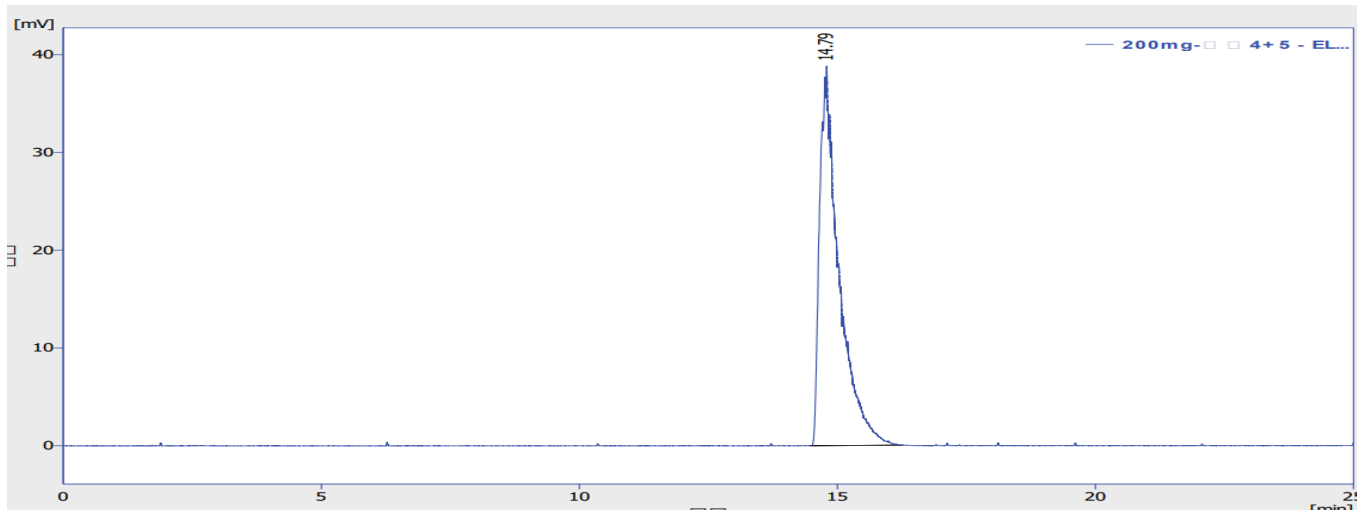
1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中制备液分别进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.2.1”一致。分析图谱如图 7，图 8，图 9 所示：



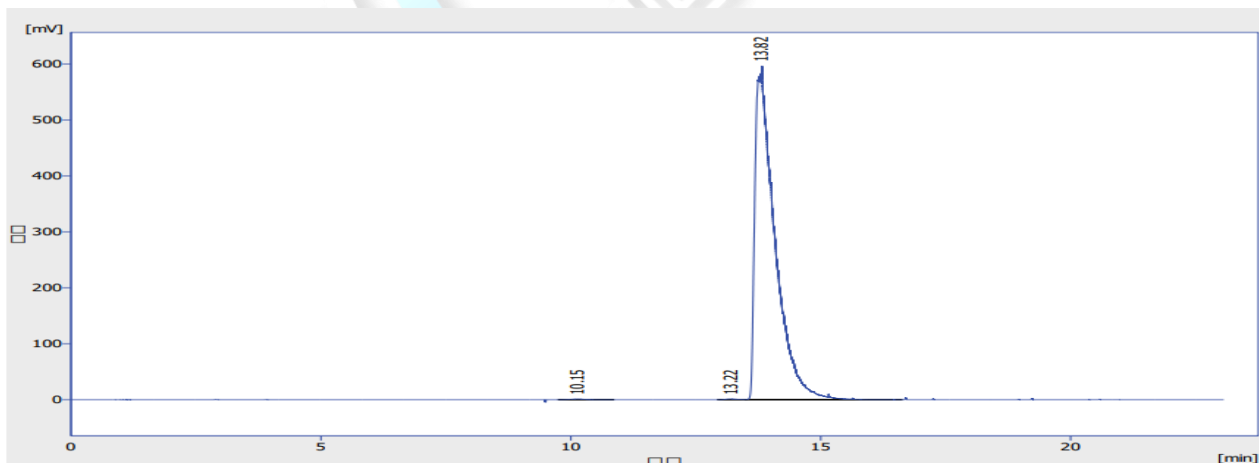
	化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	W05 [min]	不对称因子 [-]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1		15.167	15.023	100.0	23077	0.23	1.497		1.272
		合计	15.023	100.0					

图 8 制备液分析图谱（33.6mg）



	化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	W05 [min]	不对称因子 [-]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1		14.794	999.895	100.0	9298	0.36	2.960		2.241
		合计	999.895	100.0					

图 9 制备液分析图谱（200mg）



	化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	W05 [min]	不对称因子 [-]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1		10.147	25.945	0.2	6268	0.30	0.971		1.036
2		13.222	24.272	0.1	12602	0.28	1.374	6.268	1.142
3		13.824	16478.016	99.7	6384	0.41	3.179	1.038	2.346
		合计	16528.234	100.0					

图 11 制备液分析图谱（1000mg）

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



结论：由图可见，当上样量达到 1000mg 时，收集的制备液面积归一化含量为 99.7%，其他杂质与关注目标杂质含量均小于 0.5%，纯度符合客户要求。

1.2.4. 回收率

上样量（单针）/mg	回收量/mg	回收率/%
33.6mg	约 1mg	3%
200mg	34mg	17%
1000mg	650mg	65%

备注:33.6mg 与 200mg 的制备粗品来自 853mg 粗品；1000mg 的制备粗品来自 3130mg 粗品。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C18，50×250mm,10μm 在此色谱条件下进行制备，单针最大上样量为 1000mg 时，制备收集到的目标物纯度为 99.8%，其他杂质与关注目标杂质含量均小于 0.5%，制备结果满足客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2024/01/23

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 8 页 共 8 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

