

坎地沙坦酯有关物质

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: Inertsil ODS-HL 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-87132)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm x 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GL0008 2mL透明瓶带刻度+GL0143 红膜白胶垫片)
- MPA-200 电动移液枪 (1065-43503)

1.2 新旧药典对比

检测项目: 有关物质测定

药典对比: 新增 【溶液配制】

供试品溶液 取本品细粉适量, 加溶剂溶解并稀释制成每1mL中约含坎地沙坦酯0.4mg的溶液, 滤过。

对照溶液 精密量取供试品溶液1mL, 置100mL量瓶中, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀。系统适用性

贮备溶液 取坎地沙坦酯适量, 加溶剂溶解并稀释制成每1mL中约含坎地沙坦酯 0.4mg的

溶液, 取20mL, 在90 $^{\circ}$ C水浴加热2小时后, 放冷, 加乙腈至20mL, 摇匀。系统适用性溶液

取杂质 I 对照品适量, 加溶剂溶解并稀释制成每1mL中约含40 μ g的溶液。取2mL, 置20mL量瓶中, 用系统适用性贮备溶液稀释至刻度, 摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量, 用溶剂定量稀释制成每1mL中约含坎地沙坦酯0.2 μ g的溶液。

测定法 精密量取供试品溶液和对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。

【系统适用性要求】

系统适用性溶液色谱图中, 出峰顺序为杂质 I 峰、杂质 II 峰、杂质 III 峰、坎地沙坦酯峰、杂质 IV 峰、杂质 V 峰与杂质 VI 峰; 各峰间的分离度均应符合规定。灵敏度溶液色谱图中,

坎地沙坦酯峰高的信噪比应大于10。

1.3 色谱条件

色谱柱：Inertsil ODS-HL 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-87132)

流动相：以乙腈-冰醋酸-水（57：1：43）为流动相A，乙腈-冰醋酸-水（90：1：10）为流

动相B，按下表进行梯度洗脱：

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0	100	0
3	100	0
33	0	100
40	0	100
41	100	0
50	100	0

柱温：25℃

检测波长：254 nm

流速：1mL/min

进样量：10 μ L

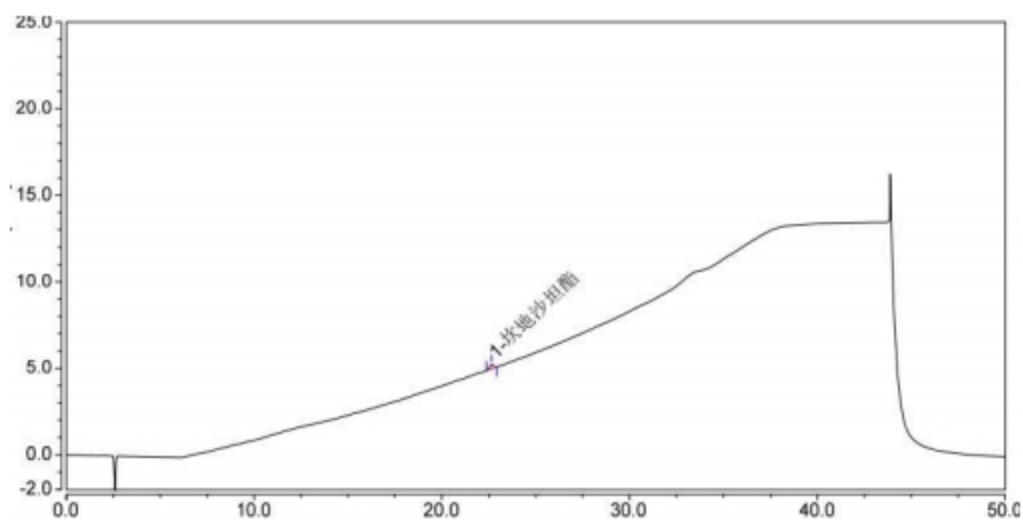
柱压：86bar

仪器型号：Thermo Ultimate 3000

检测器：DAD

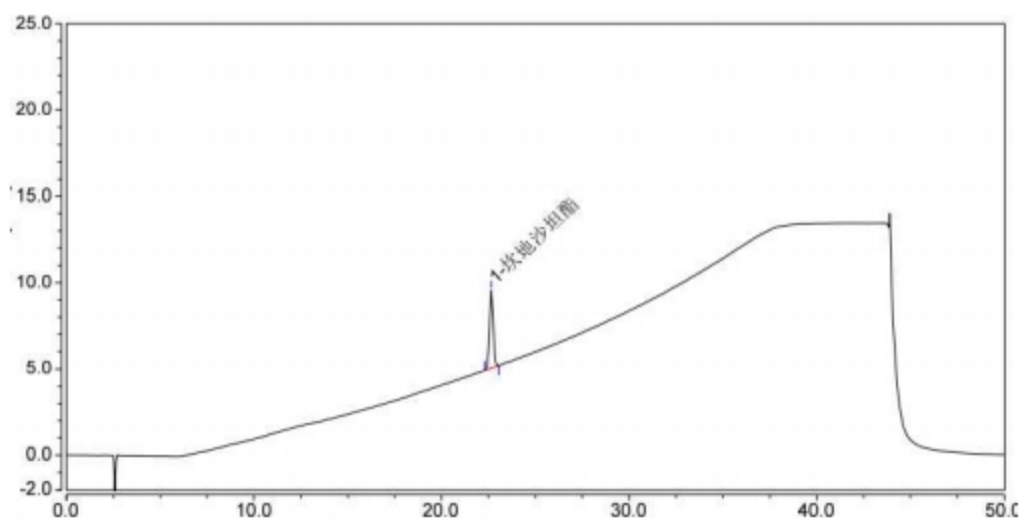
2. 实验结果与讨论

灵敏度图谱:



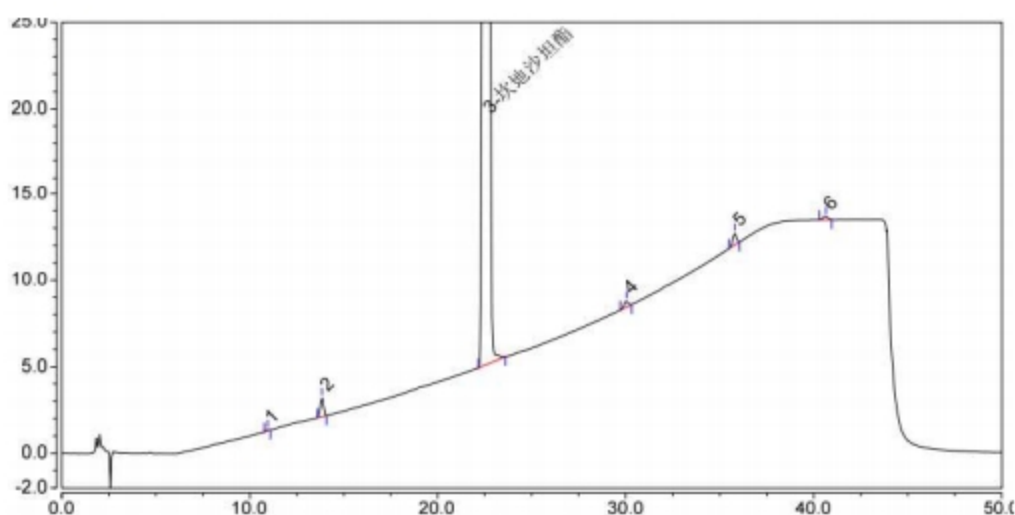
	名称	t/min	峰面积	信噪比	理论塔板数	拖尾因子
1	坎地沙坦酯	22.650	0.057	29.2	64123	0.99

对照溶液图谱:



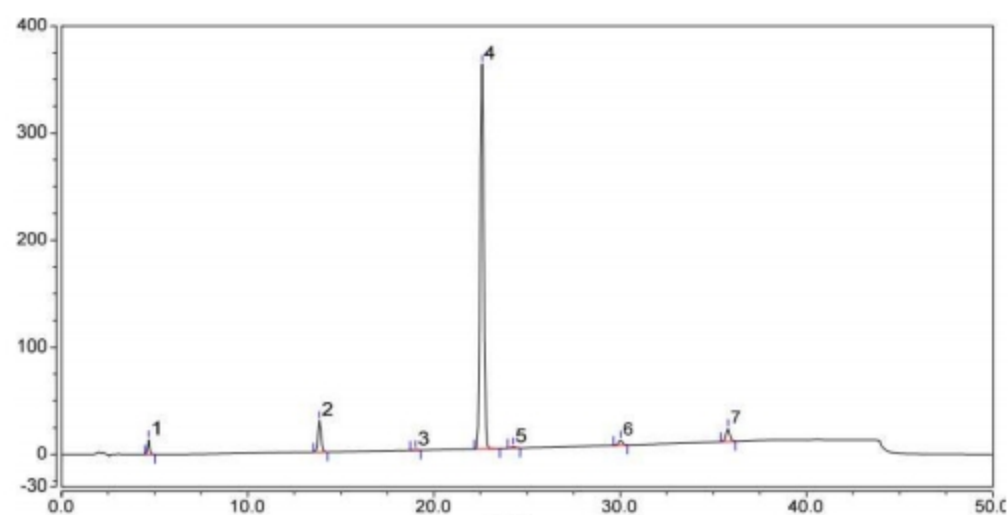
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	坎地沙坦酯	22.657	1.047	4.512	59967	1.02

供试品图谱:



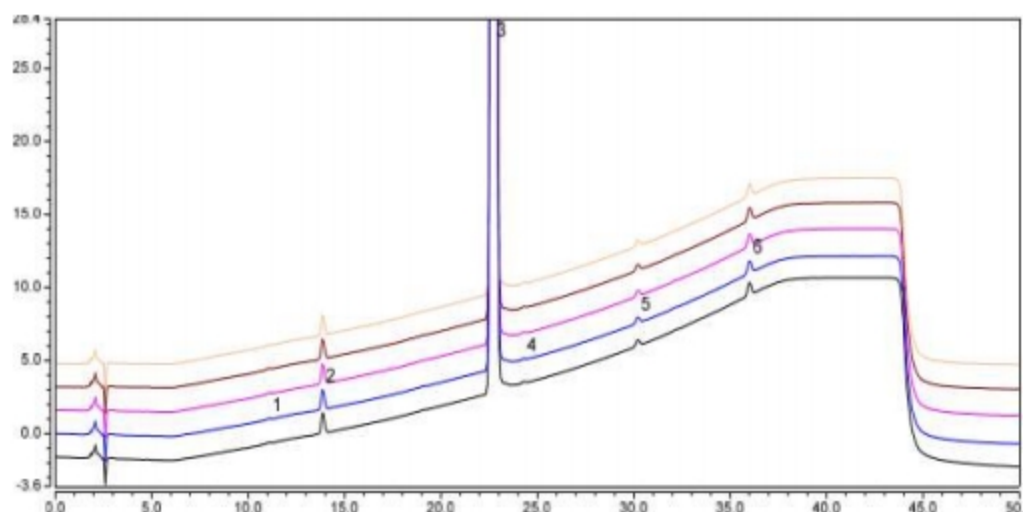
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	坎地沙坦酯	22.573	104.123	449.953	59897	1.00

系统适用性图谱:



序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	杂质 I	4.677	1.578	13.643	10361	1.09	36.73
2	杂质 II	13.860	5.791	29.235	30720	1.03	16.00
3	杂质 III	19.017	0.103	0.482	53692	0.98	10.23
4	坎地沙坦酯	22.583	83.066	359.094	59943	1.02	4.52
5	杂质 IV	24.260	0.271	1.177	67967	1.00	15.22
6	杂质 V	30.017	1.099	4.565	97755	1.02	15.15
7	杂质 VI	35.787	2.870	12.150	143761	1.03	-

重复性数据:



坎地沙坦酯:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	22.727	106.362	476.557	65503	1.01
2	22.727	106.275	475.846	65465	1.00
3	22.730	106.116	475.294	65562	1.00
4	22.727	106.020	474.668	65347	1.01
5	22.727	106.134	475.248	65378	1.02

3. 结论

按照2020药典测试要求, 使用Inertsil ODS-HL 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-87132) 分析坎地沙坦酯有关物质。各杂质与坎地沙坦酯的分离度良好, 且出峰顺序符合药典要求。灵敏度测试, 坎地沙坦酯满足信噪比大于10的要求。实验数据重复性良好。故Inertsil ODS- HL 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-87132)适合用于2020版药典对坎地沙坦酯及有关物质的分析。