

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 (GLS0604 25mm \times 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GLS0008 2mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

1.2 新旧药典对比

检测项目: 有关物质测定

药典对比: 新增

1.3 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 中含坎地沙坦酯 0.2 μ g 的溶液。

1.4 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, 坎地沙坦酯峰峰高的信噪比应大于 10。

2. 实验条件

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

柱温: 25 $^{\circ}$ C

检测波长: 254nm

流速: 1mL/min

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

流动相 A: 乙腈-冰醋酸-水 (57:1:43)

流动相 B: 乙腈-冰醋酸-水 (90:1:10)

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

进样量: 10 μ L

柱压: 86bar

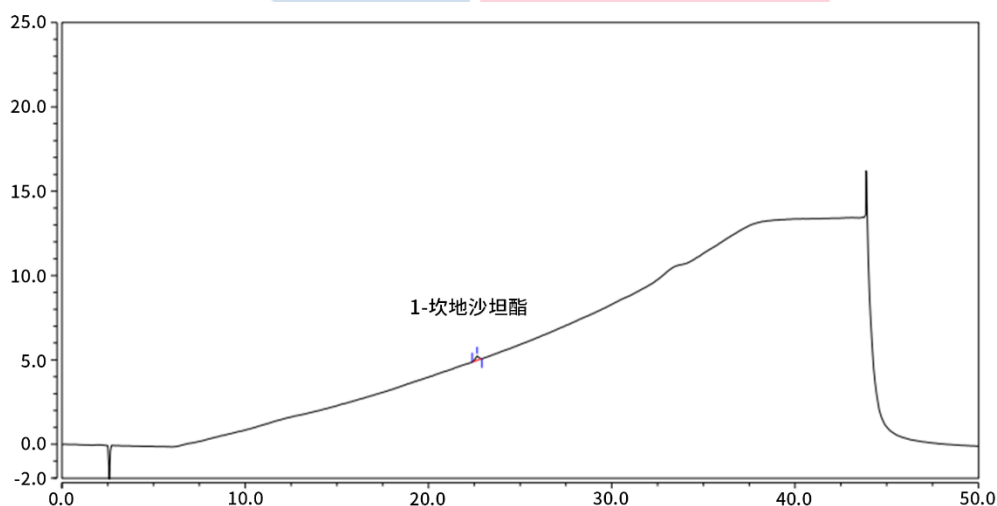
仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

※ 此实验根据2020年中国药典进行, 无改动。

3. 实验图谱

【分析结果】灵敏度溶液图谱:



No.	Name	RT/min	Area	S/N	N	Symmetry
1	坎地沙坦酯	22.650	0.057	29.2	64123	0.99

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

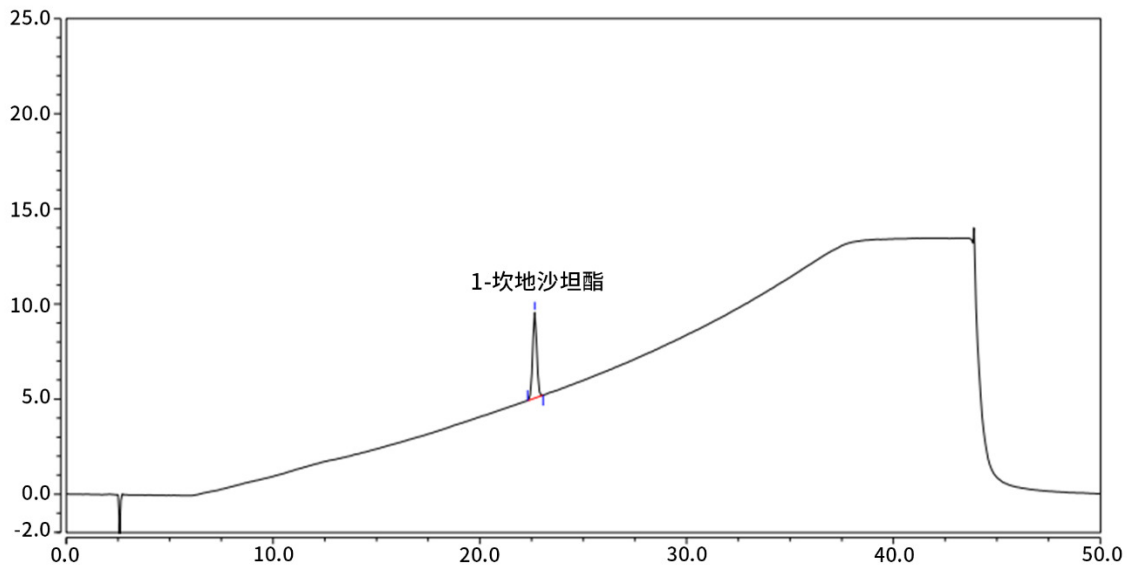
地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

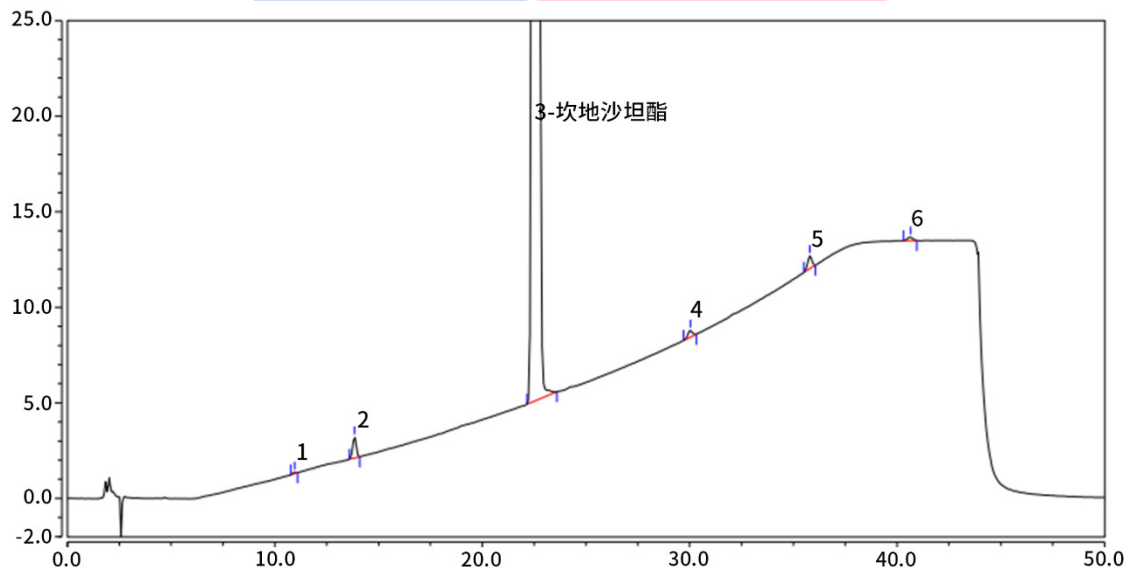
地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

【分析结果】对照溶液谱图：


No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	坎地沙坦酯	22.657	1.047	4.512	59967	1.02

【分析结果】供试品溶液谱图：


No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	坎地沙坦酯	22.573	104.123	449.953	59897	1.00

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

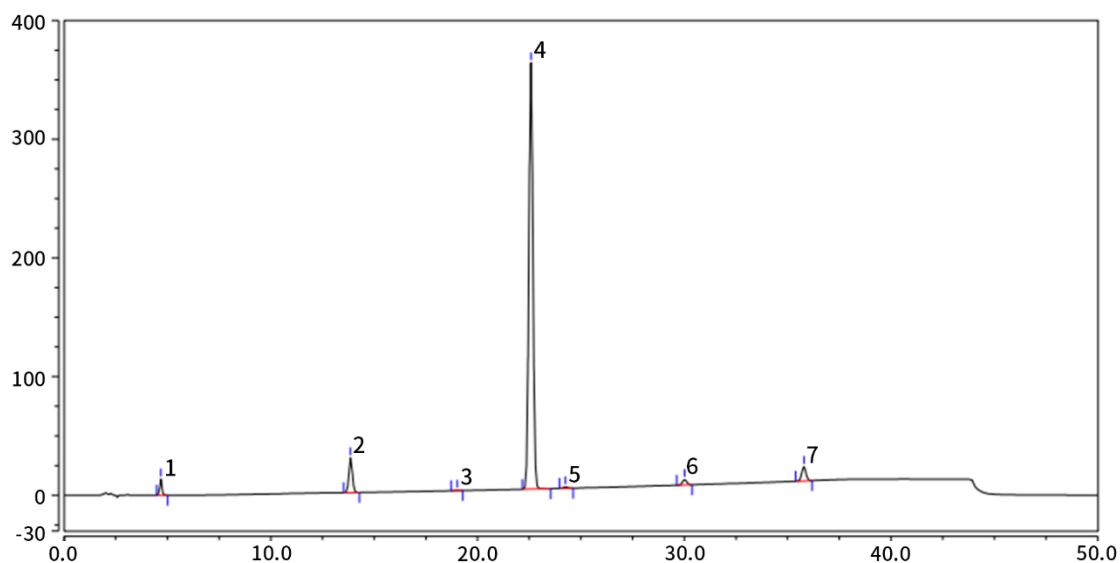
地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

【分析结果】系统适用性溶液谱图：


No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
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	/

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

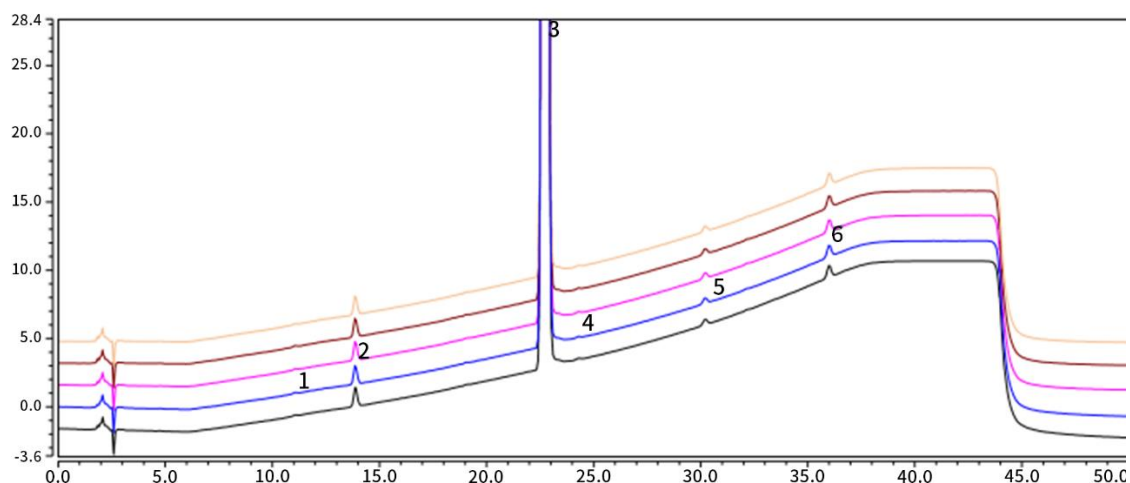
 地址: 上海市长宁区仙霞路317号
 远东国际广场A座902-903室
 电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

 地址: 上海市徐汇区桂林路418号
 1号楼701室
 电话: 021-64260228

● 成都分公司

 地址: 成都市锦江区东御街18号
 百扬大厦1707室
 电话: 028-85596177

【分析结果】重复性：

以坎地沙坦酯计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
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

※ 此实验根据2020年中国药典进行，无改动。

4. 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。

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址：上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话：021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址：上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话：021-64260228

● 成都分公司

地址：成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话：028-85596177