

## 测试报告

样品信息			
样品名称	坎地沙坦酯	编号	W20141020-001
样品重量	\	剂型	\
收样日期	2014/10/20	测试期间	2014/10/22-10/24
样品描述	白色粉末		
测试需求			
测试成分	有关物质		
参考标准			
参考标准	2015 版药典征求意见稿	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	岛津 LC-20AD

● 色谱条件:

色谱柱:	1. 月旭 Ultimate® Plus C18 ( 4.6*250mm , 5μm )
流动相:	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
检测波长:	254nm
柱温:	室温
流速:	1.0ml/min
进样量:	10μl
注意事项:	

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:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

## ● 流动相配置:

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

梯度程序:

时间 ( min )	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

## ● 对照溶液的配制:

空白溶液 ( 稀释液 ): 乙腈: 水=3: 2。

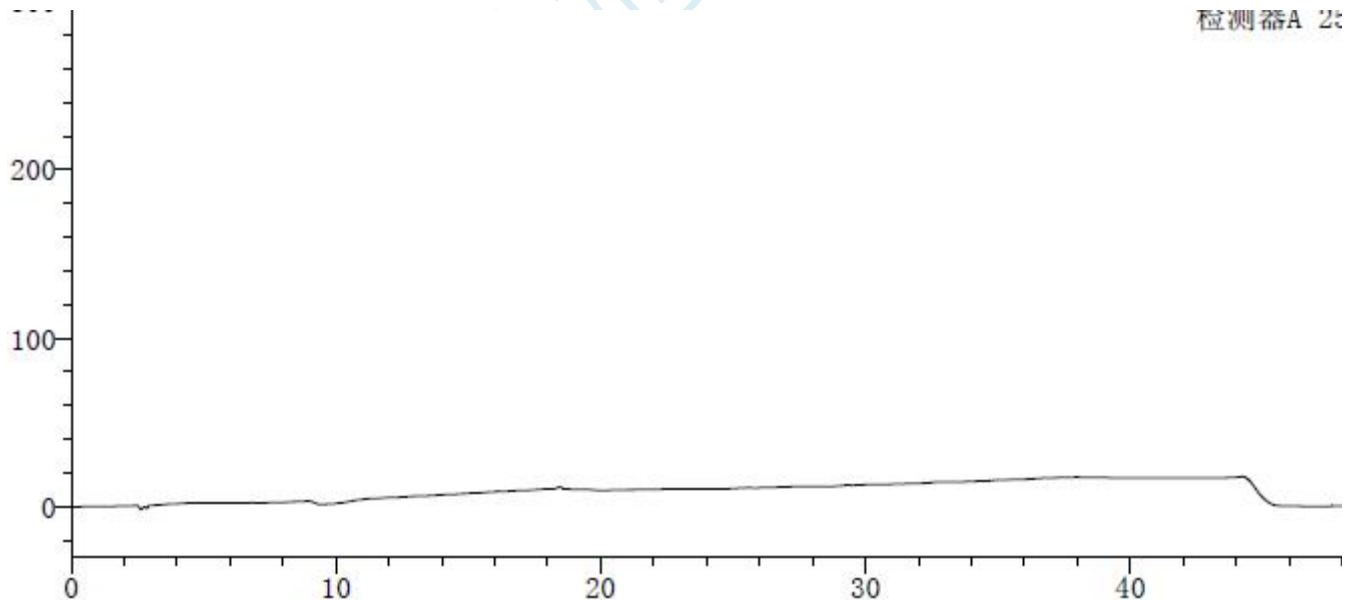
供试品溶液: 精密称取供试品用稀释液溶解定容至每 1ml 含坎地沙坦酯 0.4mg 的溶液。

对照品溶液: 精密移取 1.0ml 供试品溶液至 100ml 容量瓶中, 用稀释液定容至刻度。

系统适用性溶液: 精密量取 20.0ml 供试品溶液, 加 0.1mol/L 盐酸溶液 1.0ml, 在 90 度水浴加热 10min 后, 加 1.0ml 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中和, 摇匀, 即得。

## ● 谱图和数据:

### 1. 空白溶液



### 2. 对照溶液

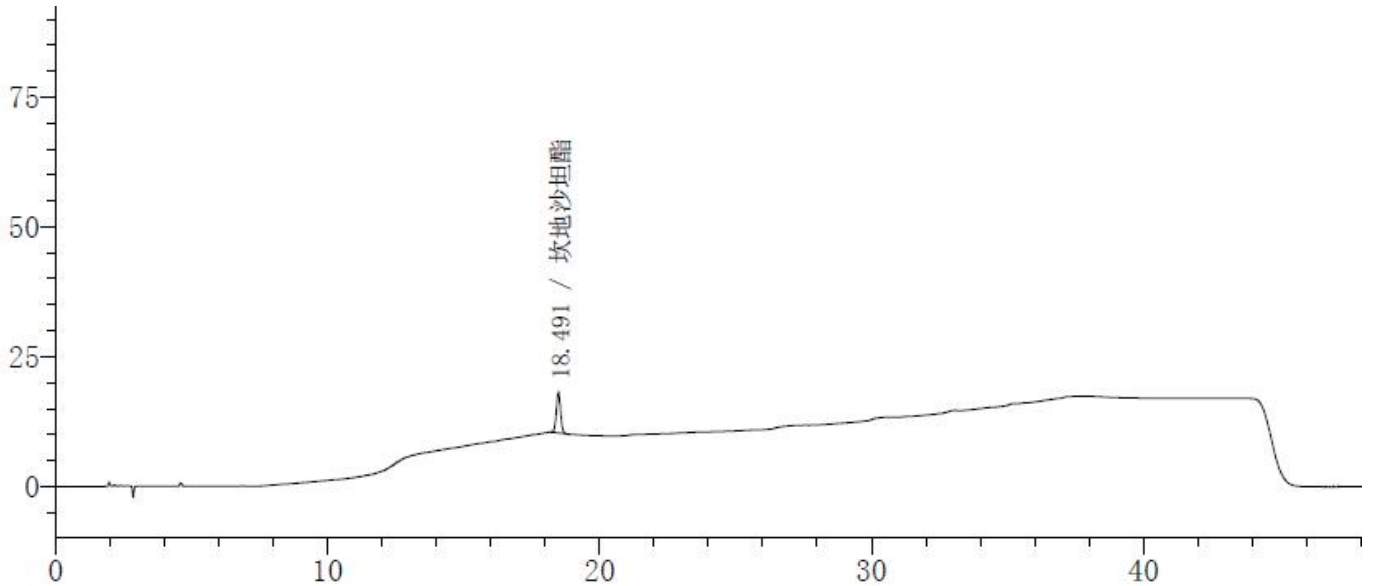
声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

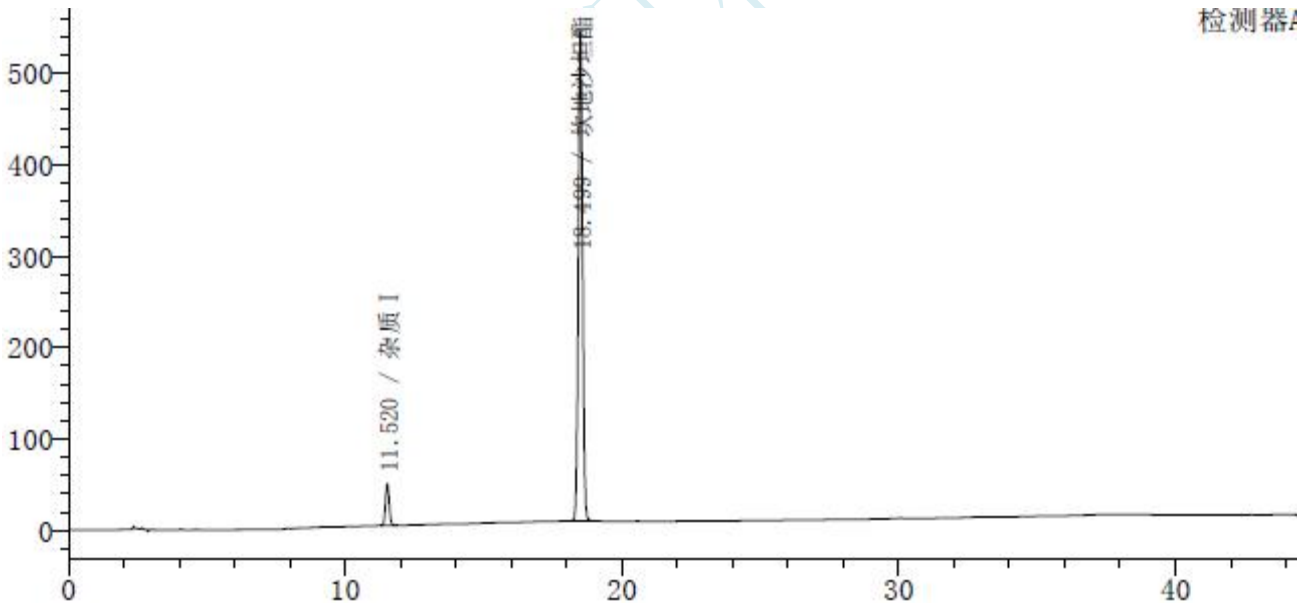


<峰表>

检测器A 254nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子
1	18.491	坎地沙坦酯	84368	7851	100.000	64503	1.039
总计			84368	7851	100.000		

### 3.系统适用性溶液



<峰表>

检测器A 254nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子
1	11.520	杂质 I	424024	45304	6.923	32541	1.054
2	18.499	坎地沙坦酯	5701110	535927	93.077	65902	1.037
总计			6125134	581231	100.000		

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。

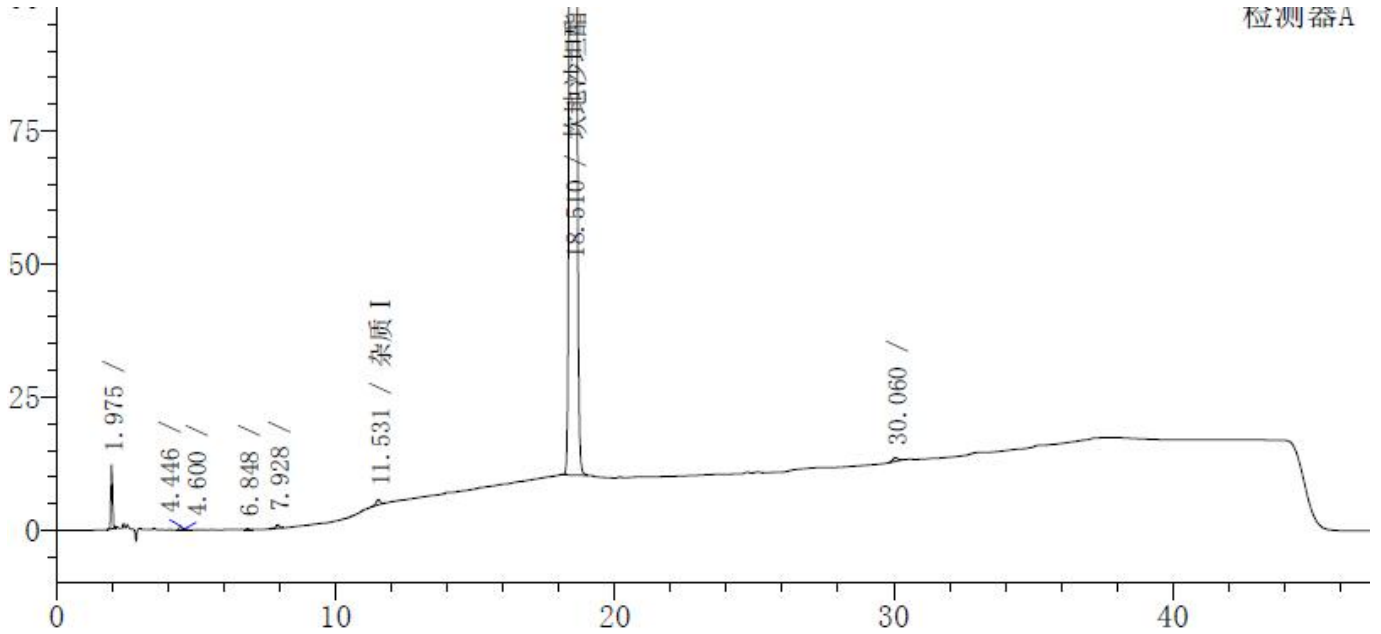
Add:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

## 4. 供试品溶液



\\丰农\  
检测器A 254nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子
1	1.975		47908	12097	0.627	4340	1.191
2	4.446		4124	696	0.054	10819	--
3	4.600		1446	238	0.019	8792	--
4	6.848		986	148	0.013	21137	1.089
5	7.928		6319	664	0.083	17107	0.827
6	11.531	杂质 I	10037	1020	0.131	30749	1.039
7	18.510	坎地沙坦酯	7565425	704216	98.959	64916	1.034
8	30.060		8742	709	0.114	133247	0.910
总计			7644987	719789	100.000		

## ● 结论

药典要求	Plus-C18
杂质 I 相对保留时间约 0.6	0.62
坎地沙坦酯 Rt 约 20min	18.499
坎地沙坦酯 $N \geq 12000$	32541
坎地沙坦酯 $T \leq 1.50$	1.037
是否符合要求	符合

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:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

使用月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6\*250mm, 5µm) 色谱柱检测坎地沙坦酯完全满足方法要求。

## 检测方法:

**【检查】 有关物质** 取含量测定项下的细粉适量, 加乙腈-水(3:2)溶解并稀释制成每 1ml 中含坎地沙坦酯 0.4mg 的溶液, 过滤, 取续滤液作为供试品溶液; 精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用乙腈-水(3:2)稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液, 照高效液相色谱法 (中国药典 2010 年版二部附录 V D) 测定。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (推荐 Ecosil C18 柱或 Kromasil 100-5 C18 柱, 4.6mm×250mm, 5µm, 或效能相当的色谱柱); 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, 检测波长为 254nm。按下表进行线性梯度洗脱。取供试品溶液 20ml, 加 0.1mol/L 盐酸溶液 1.0ml, 在 90℃ 水浴加热 10 分钟后, 加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1.0ml 中和, 摇匀, 作为系统适用性溶液; 取系统适用性溶液 10µl 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 坎地沙坦酯峰保留时间约为 20 分钟, 杂质 I 的相对保留时间约为 0.6; 理论板数按坎地沙坦酯峰计不低于 12000, 拖尾因子不得过 1.5。精密量取供试品溶液和对照溶液各 10µl 注入液相色谱仪, 记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰, 杂质 I 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.8 倍 (0.8%), 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍 (0.5%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍 (1.5%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

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

## 报告签字

测试: 李良翔

日期: 2014-10-24

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:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

月旭科技