

## 米格列奈钙片检测报告

### 一. 样品分子结构

中文名	英文名	分子式
米格列奈钙片	Mitiglinide Calcium Hydrate Tablets	C38H48CaN2O6·2H2O

### 二. 样品来源记录

样品测定描述：主成分含量测定，或有关物质检测

### 三. 液相方法条件

方法来源：（根据国家食品药品监督管理局标准）

具体方法：

色谱柱：Welchrom® -C18， 5 $\mu$ m, 4.6 $\times$ 250mm

波 长：210nm

流动相：乙腈-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液（用磷酸调节 pH 值至 3.0）（45:55）

柱 温：30 $^{\circ}$ C

流 速：1.0ml/min

进样量：20 $\mu$ l

含量测定标准品溶液的配制：

米格列奈钙对照品适量，用甲醇溶解并制定成浓度为 0.1mg/ml 的溶液；

含量测定样品溶液的配制：

取本品 20 片，精密称定，研细，取细粉适量（约相当于米格列奈钙 25mg），精密称定，置 250ml 的量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，过滤，取续滤液作为供试品溶液；

有关物质测定供试品溶液的配制：

取本品适量（约相当于米格列奈钙 10mg），精密称定，置 10ml 的量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，过滤，取续滤液作为供试品溶液

有关物质测定标准品溶液的配制：

另精密量取含量测定项下的对照品溶液适量，用甲醇稀释制成每 1ml 中约含 2 μg 的溶液，作为对照溶液；

系统适应性样品溶液的配置：

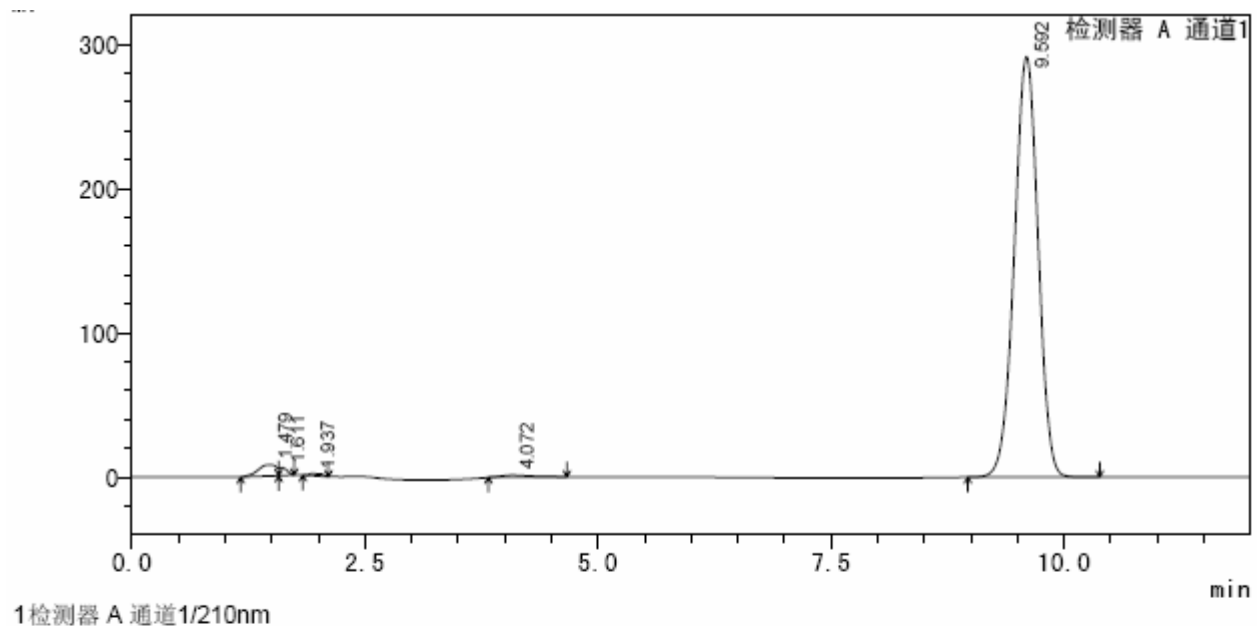
取有关物质对照品（2S）-2-苯甲基丁二酸适量，用供试品溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含米格列奈钙为 1mg 和有关物质对照品为 5 μg 的溶液，作为系统适用性试验溶液；

系统适应性要求：

理论板数按米格列奈峰计算不低于 3000，米格列奈峰与有关物质对照品峰的分离度应符合要求

#### 四. 谱图及数据

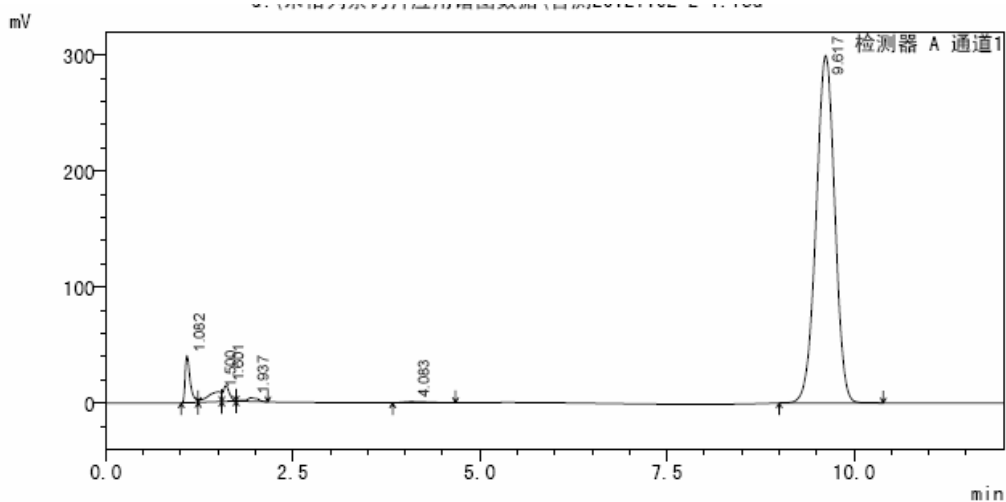
含量测定对照品溶液色谱图：



峰表

峰#	保留时间	面积	高度	面积 %	分离度	拖尾因子	理论塔板#
1	1.479	107579	7737	2.010	0.000	0.000	203.596
2	1.611	30330	5483	0.567	0.330	0.000	282.277
3	1.937	15035	1615	0.281	1.071	1.394	1169.291
4	4.072	25328	1275	0.473	5.787	1.780	1016.049
5	9.592	5175248	291430	96.670	11.216	0.989	6565.842
总计		5353521	307541	100.000			

含量测定供试品溶液色谱图:

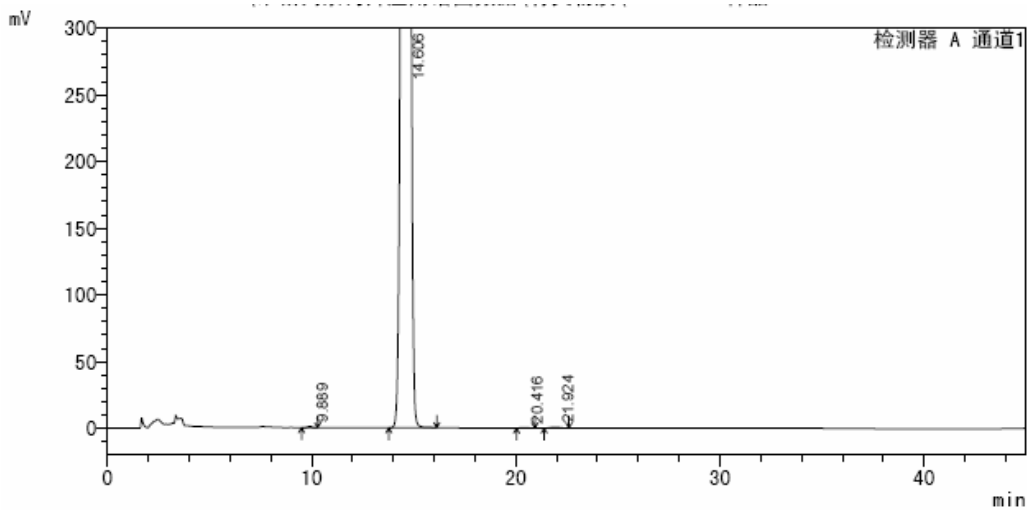


1 检测器 A 通道1/210nm

峰表

峰#	保留时间	面积	高度	面积 %	分离度	拖尾因子	理论塔板#
1	1.082	190428	40529	3.381	0.000	0.000	1072.763
2	1.500	107679	8555	1.912	1.267	0.000	128.898
3	1.601	75850	13646	1.347	0.280	0.000	1100.052
4	1.937	31746	3100	0.564	1.550	0.952	1036.842
5	4.083	19052	927	0.338	5.383	1.808	860.861
6	9.617	5206854	299463	92.458	10.845	0.939	6875.226
总计		5631608	366220	100.000			

有关物质供试品溶液色谱图:

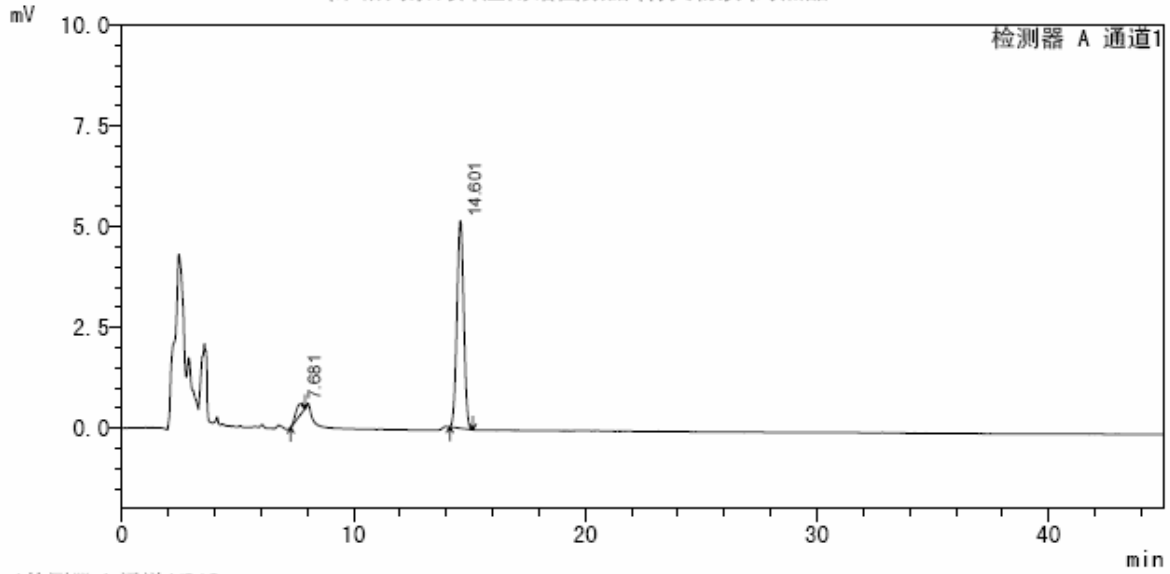


1 检测器 A 通道1/210nm

峰表

峰#	保留时间	面积	高度	面积 %	分离度	拖尾因子	理论塔板#
1	9.889	15200	1079	0.032	0.000	0.928	11335.391
2	14.606	47486572	2180393	99.910	10.020	0.996	10504.925
3	20.416	6325	253	0.013	9.242	1.115	14124.925
4	21.924	21312	737	0.045	2.058	1.036	12683.366
总计		47529409	2182462	100.000			

有关物质对照品溶液色谱图:

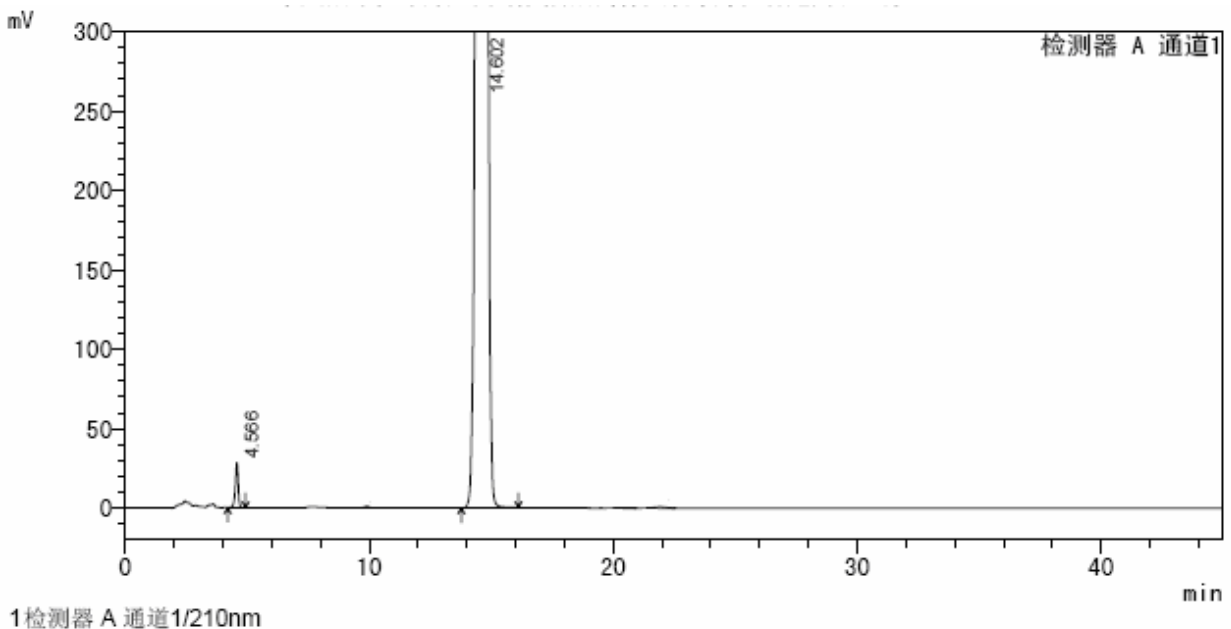


峰表

检测器 A Ch1 210nm

峰#	保留时间	面积	高度	面积 %	分离度	拖尾因子	理论塔板#
1	7.681	5936	282	5.340	0.000	0.789	3500.710
2	14.601	105227	5151	94.660	12.967	1.019	11357.095
总计		111163	5433	100.000			

系统适用性试验溶液色谱图:

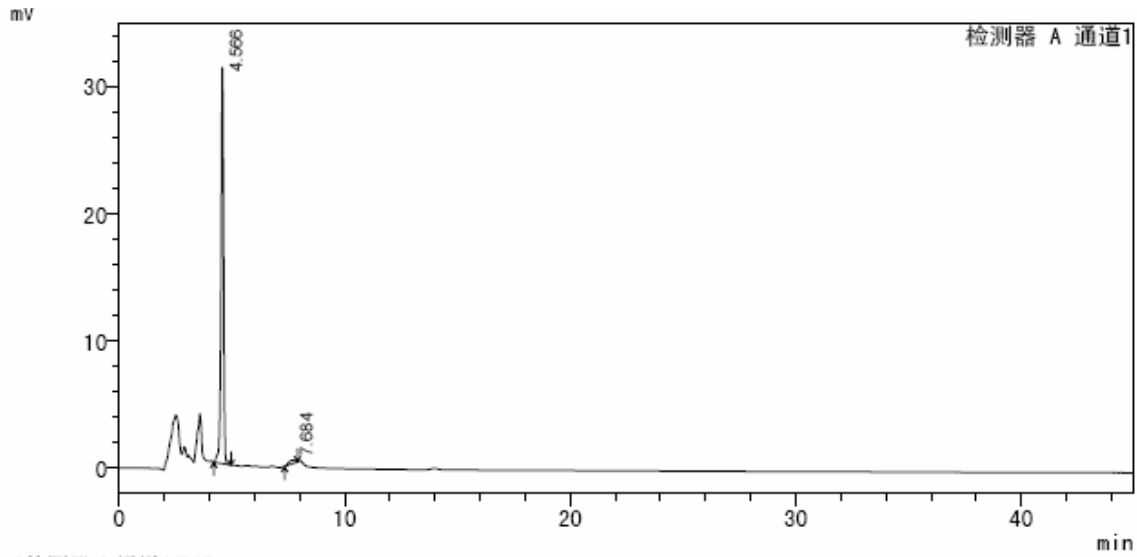


峰表

检测器 A Ch1 210nm

峰#	保留时间	面积	高度	面积 %	分离度	拖尾因子	理论塔板#
1	4.566	233876	28299	0.498	0.000	0.899	6818.720
2	14.602	46705748	2144210	99.416	10.097	0.992	10468.122

(2S)-2-苯甲基丁二酸对照品溶液色谱图:



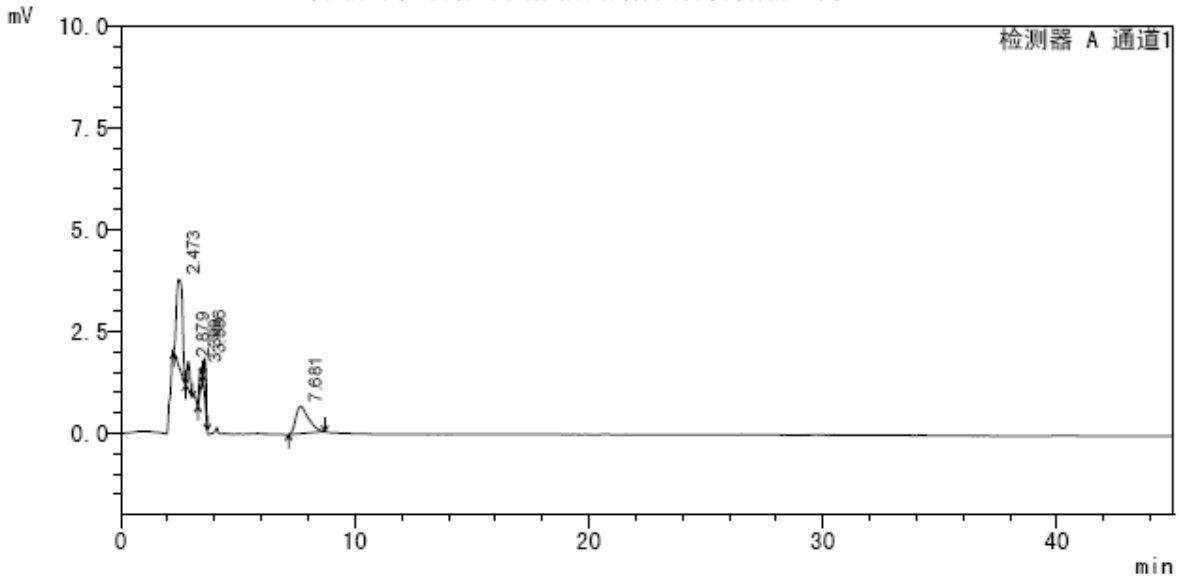
1检测器 A 通道1/210nm

峰表

检测器 A Ch1 210nm

峰#	保留时间	面积	高度	面积 %	分离度	拖尾因子	理论塔板#
1	4.566	246027	31207	97.844	0.000	0.918	7443.905
2	7.684	5122	267	2.156	8.697	0.818	3700.816
总计		251448	31474	100.000			

溶剂空白溶液色谱图:



1检测器 A 通道1/210nm

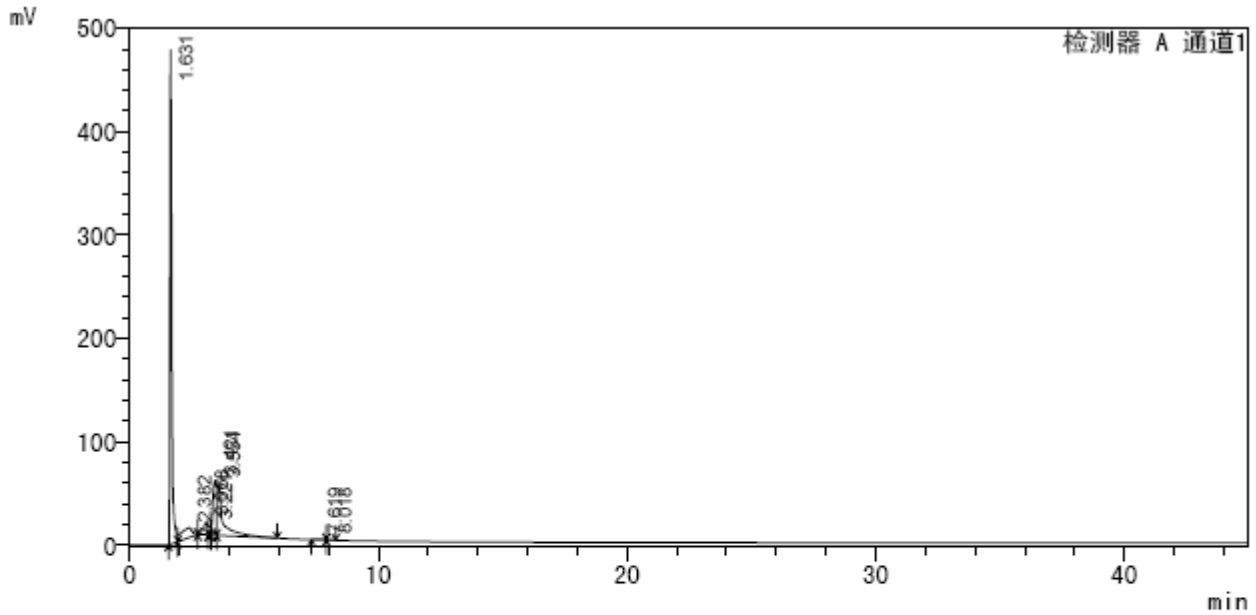
峰表

检测器 A Ch1 210nm

峰#	保留时间	面积	高度	面积 %	分离度	拖尾因子	理论塔板#
1	2.473	38158	2132	48.203	0.000	1.198	564.911
2	2.879	5618	691	7.096	1.259	1.284	2517.589
3	3.399	3810	551	4.813	2.486	0.996	5202.966
4	3.586	6115	984	7.724	1.042	1.160	6977.567
5	7.681	25461	669	32.163	7.015	1.550	952.000
总计		79161	5027	100.000			

月旭色谱柱 —— 超“月”极限 “旭”写辉煌

空白辅料溶液色谱图:



1检测器 A 通道1/210nm

峰表

检测器 A Ch1 210nm

峰#	保留时间	面积	高度	面积 %	分离度	拖尾因子	理论塔板#
1	1.631	2368340	478528	55.864	0.000	2.076	2332.753
2	2.382	302355	9526	7.132	1.531	0.000	126.902
3	3.068	144740	12693	3.414	1.176	0.000	1451.132
4	3.221	64588	9175	1.523	0.209	0.000	129.497
5	3.421	515970	52982	12.171	0.225	0.000	446.943
6	3.554	834384	51421	19.681	0.238	0.000	915.330
7	7.619	5784	311	0.136	8.348	0.974	3654.799
8	8.018	3316	322	0.078	1.020	1.450	13246.138
总计		4239477	614958	100.000			