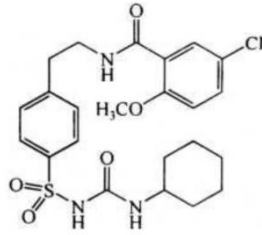


格列本脲

Glibenclamide



$C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ 494.01 CAS 号: 10238-21-8

本品为 N-[2-[4-[[[(环己氨基) 羰基] 氨基]磺酰基]苯基]乙基] -2-甲氧基-5-氯苯甲酰胺。

一、基本信息

本品为白色结晶性粉末；几乎无臭；在三氯甲烷中略溶，在甲醇或乙醇中微溶，在水或乙醚中不溶。

1. 执行标准

中国药典 2020 年版二部，第 1335 页 格列本脲。

2. 试验用样品

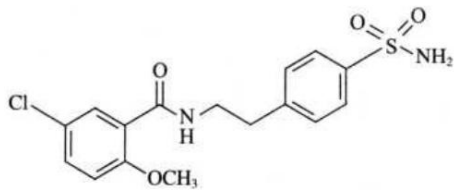
格列本脲

杂质 I

杂质 II

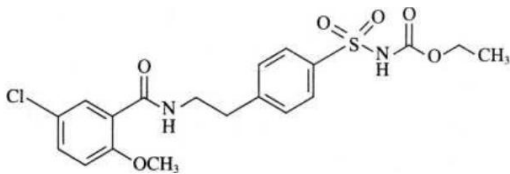
3. 杂质对照品信息

杂质 I 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰氨基)乙基]苯磺酰胺



$C_{16}H_{17}ClN_2O_4S$ 368.84

杂质 II N-[4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰氨基)乙基]苯磺酰基]氨基甲酸乙酯



$C_{19}H_{21}ClN_2O_6S$ 440.90

二、溶液配制

1. 混合杂质对照品贮备液 取杂质I对照品与杂质II对照品各15 mg，精密称定，置同一50 mL量瓶中，加甲醇10 mL，超声使溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。

2. 系统适用性溶液 分别精密量取供试品溶液与混合杂质对照品贮备液各1 mL，置同一100 mL量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

3. 供试品溶液 取本品约25 mg，精密称定，置50 mL量瓶中，加甲醇25 mL，超声使溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4. 对照溶液 供试品溶液用流动相稀释100倍。

5. 灵敏度溶液 供试品溶液用流动相稀释2000倍。

三、系统适用性要求

系统适用性溶液色谱图中，各组分出峰顺序依次为杂质I、杂质II与格列本脲。理论板数按格列本脲峰计算不低于 5000，杂质 I 峰与杂质 II 峰之间的分离度应符合要求。

四、高效液相色谱法

1. HPLC 色谱条件

色谱柱：问度 Excsep™ C18，4.6 mm×150 mm，3 μm(P/N: EC18-3120-046150S);

柱温：30 °C;

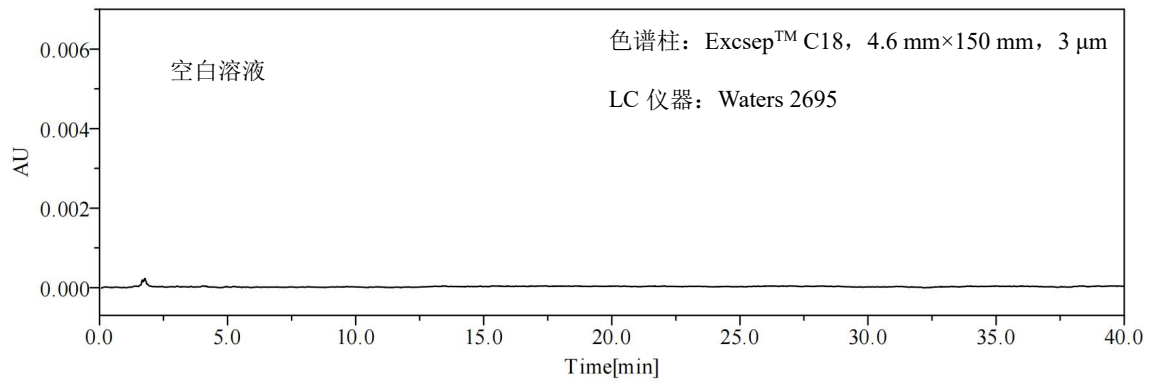
流动相：磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725 g，加水 300 mL 溶解，用磷酸调节 pH 值至 3.5±0.05)-
甲醇(3:5);

流速：1.0 mL/min;

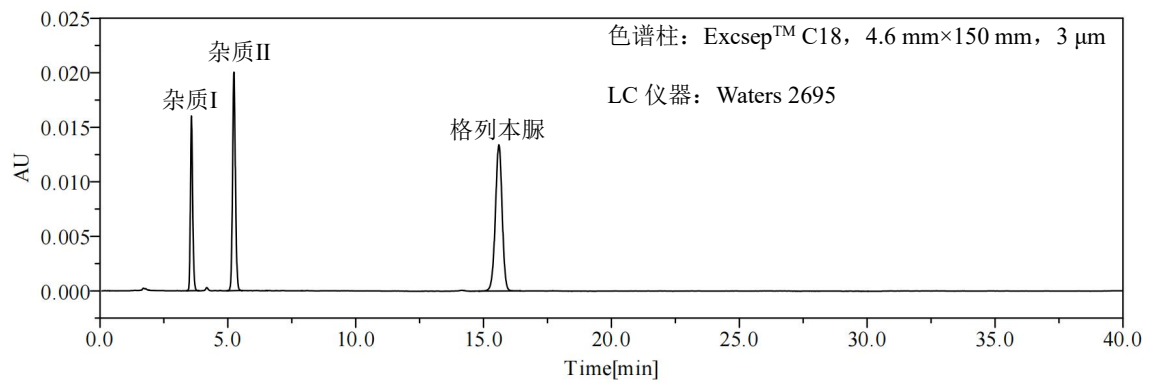
检测波长：300 nm;

进样量：20 μl，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

2. 空白溶液色谱图 (101-格列本脲-LC-L1-ON01-03-K)



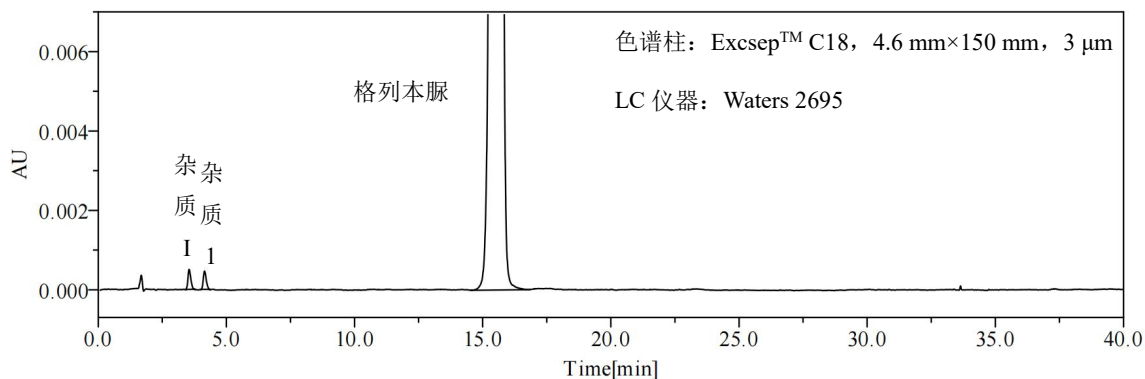
3. 系统适用性溶液色谱图 (101-格列本脲-LC-L1-ON01-03-X)



系统适用性数据表

	保留时间 (min)	理论塔板数 (USP)	拖尾因子 (USP)	分离度 (USP)
杂质I	3.578	8316	1.21	/
杂质II	5.239	10771	1.09	9.02
格列本脲	15.600	16714	0.96	29.65

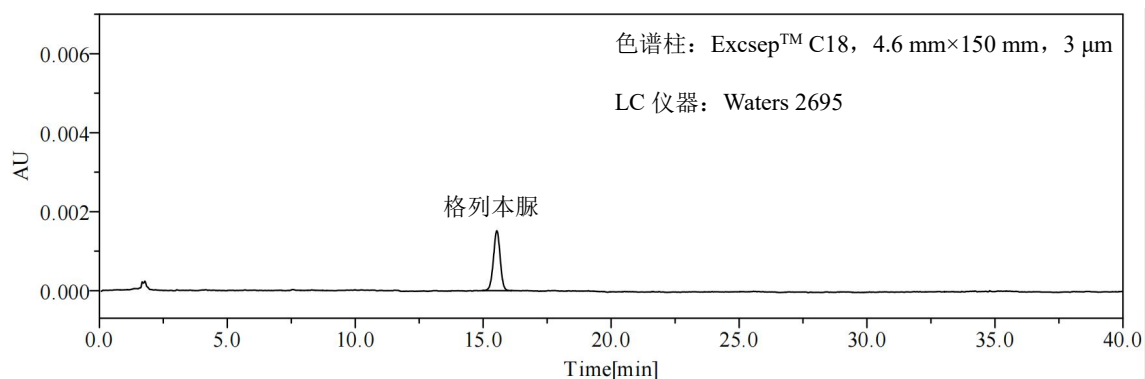
4. 供试品溶液有关物质色谱图 (101-格列本脲-LC-L1-ON01-03-G)



供试品数据表

	保留时间 (min)	理论塔板数 (USP)	拖尾因子 (USP)	分离度 (USP)
杂质I	3.548	4748	1.23	/
杂质 1	4.150	6246	1.24	2.83
格列本脲	15.584	13797	0.84	30.37

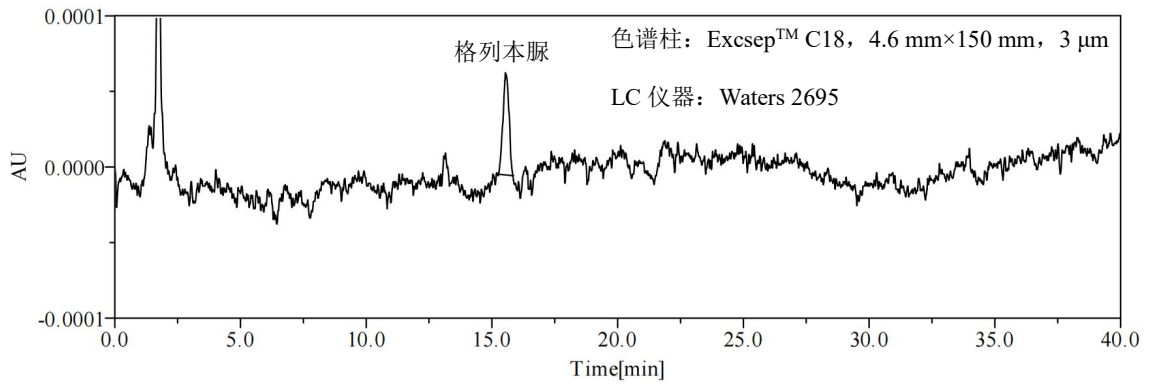
5. 对照溶液色谱图 (101-格列本脲-LC-L1-ON01-03-D)



对照数据表

	保留时间 (min)	理论塔板数 (USP)	拖尾因子 (USP)	分离度 (USP)
格列本脲	15.536	16908	0.99	/

6. 灵敏度溶液色谱图 (101-格列本脲-LC-L1-ON01-03-L)



灵敏度数据表

	保留时间 (min)	理论塔板数 (USP)	拖尾因子 (USP)	信噪比
格列本脲	15.552	16496	1.01	17.3