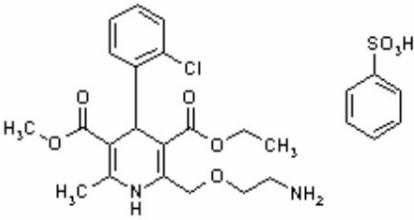
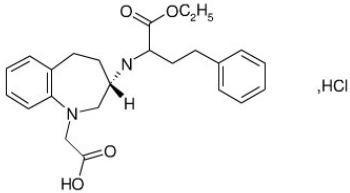


## 氨氯地平贝那普利片检测报告

### 一. 样品分子结构

中文名	英文名	分子结构
苯磺酸氨氯地平	<i>AMLODIPINE BESYLATE</i>	
盐酸贝那普利	Benazepril Hydrochloride	

### 二. 样品来源记录

#### 样品化学名:

苯磺酸氨氯地平: 3-乙基-5-甲基-2-(2-氨乙氧甲基)-4-(2-氯苯基)-1,4-二氢-6-甲基-3,5-吡啶二羧酸酯苯磺酸盐

盐酸贝那普利: 3-[[1-(乙氧羰基)-3-苯基-(1R)-丙基]氨基]-2,3,4,5-四氢-2-氧代-1H-1-(3S)-苯并氮杂卓-1-乙酸盐盐酸盐

样品测定描述: 有关物质检测、含量测定

### 三. 液相方法条件

方法来源: (自主开发)

#### 1、有关物质

具体方法:

色谱柱: Ultimate® XB-C18, 5μm, 4.6×250mm

波 长: 240nm

流动相: A: 0.025mol/L 的磷酸二氢钠 (用磷酸调 pH 值至 4.0)      B: 乙腈

梯 度:

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	70	30
3	70	30
4	60	40
22	60	40
30	70	30
40	70	30

柱温: 25°C

流速: 1.0ml/min

进样量: 10 $\mu$ l

以流动相 A: 流动相 B (60: 40) 作为溶解样品的溶剂。

#### 流动相的配制:

取 AR 级  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  3.9g 置于 2000ml 烧杯中, 加入超纯水 (电阻率为 18.2M  $\Omega \cdot \text{cm}$ ) 1000ml 溶解, 用 HPLC 级磷酸调 pH 值至 4.0, 配成流动相 A 和色谱纯乙腈均抽滤, 过 0.45 $\mu\text{m}$  滤膜;

#### 系统适应性样品溶液的配置:

分别准确称取对照品苯磺酸 5mg、杂质 C 5mg、苯磺酸氨氯地平 10mg、盐酸贝那普利 20mg、杂质 B 5mg, 置于同一 100ml 量瓶中, 加入溶剂溶解并稀释至刻度。

杂质 B 的化学名为: (3S)-3-[[[(1R)-1-(乙氧羰基)-3-苯基丙基]氨基]-2,3,4,5-四氢-2-氧代-1H-1-苯并氮杂卓-1-乙酸单盐酸盐];

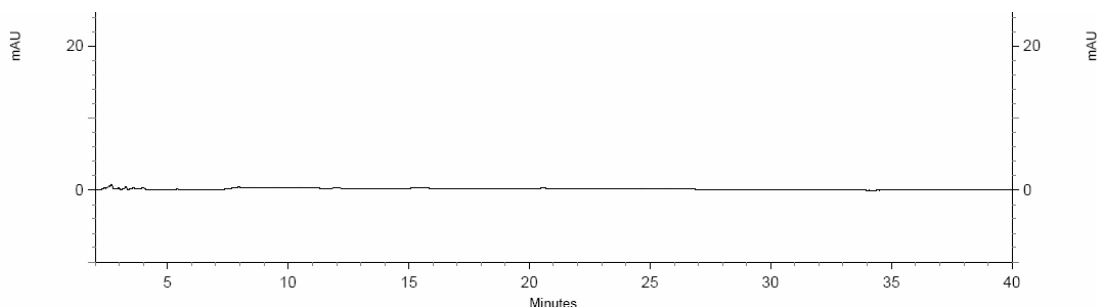
杂质 C, 盐酸贝那普利拉, 化学名为: (3S)-3-[[[(1S)-1-羧基-3-苯基丙基]氨基]-2,3,4,5-四氢-2-氧代-1H-1-苯并氮杂卓]-1-乙酸。

#### 样品处理方法:

取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取粉末适量, 加溶剂溶解并稀释成每 1ml 约含盐酸贝那普利 1mg 的溶液, 作为供试品溶液; 精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液。

有关物质测定色谱图:

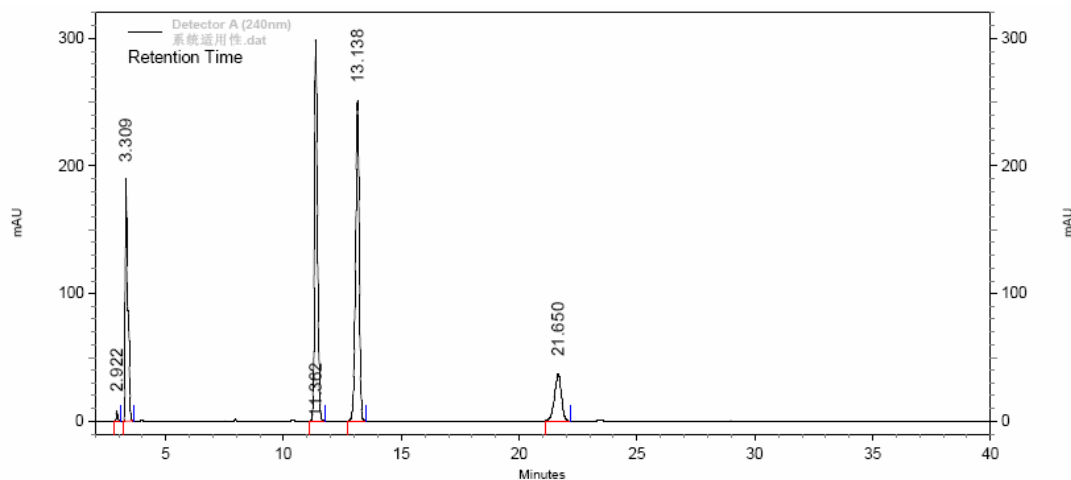
空白辅料:



Detector A  
(240nm)

Pk #	Retention Time	Area	Theoretical plates	Resolution	Asymmetry	Name
------	----------------	------	--------------------	------------	-----------	------

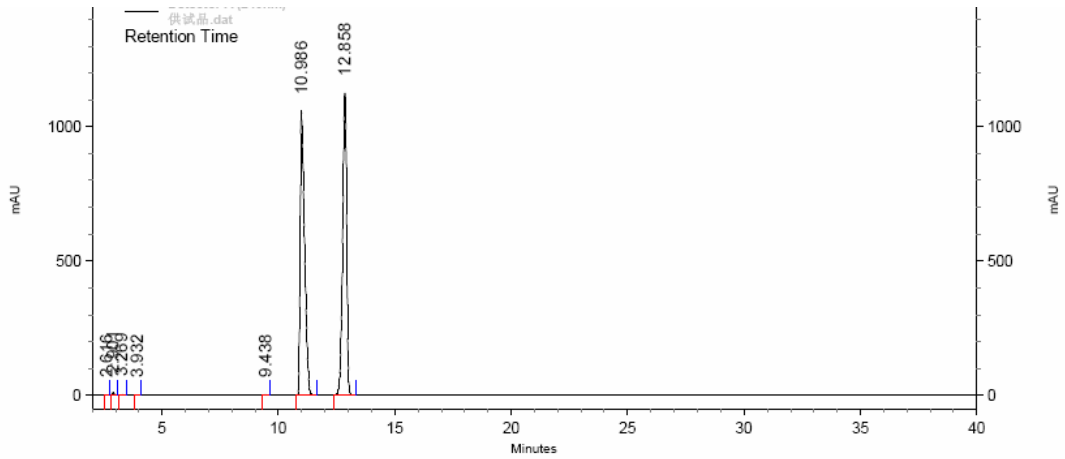
系统适应性实验:



Detector A  
(240nm)

Pk #	Retention Time	Area	Theoretical plates	Resolution	Asymmetry	Name
1	2.922	37995	9230.74	0.00	1.31	苯磺酸
2	3.309	1353604	8964.88	2.96	2.43	杂质C
3	11.362	2618478	36982.11	42.82	1.33	氨氯地平
4	13.138	2726923	33263.92	6.77	0.92	贝那普利
5	21.650	734434	26233.51	20.69	0.92	杂质B

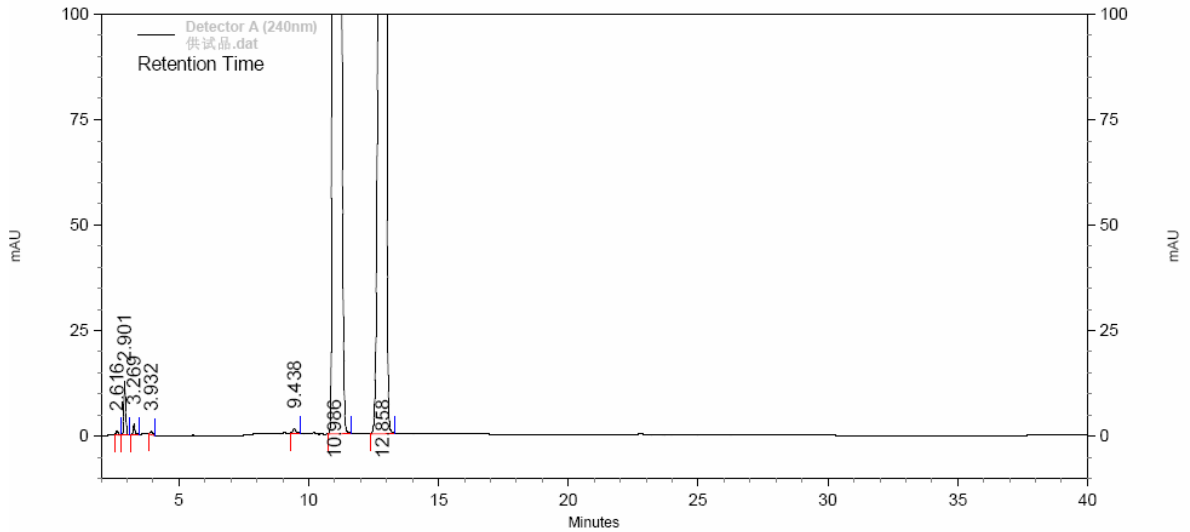
有关物质样品图谱:



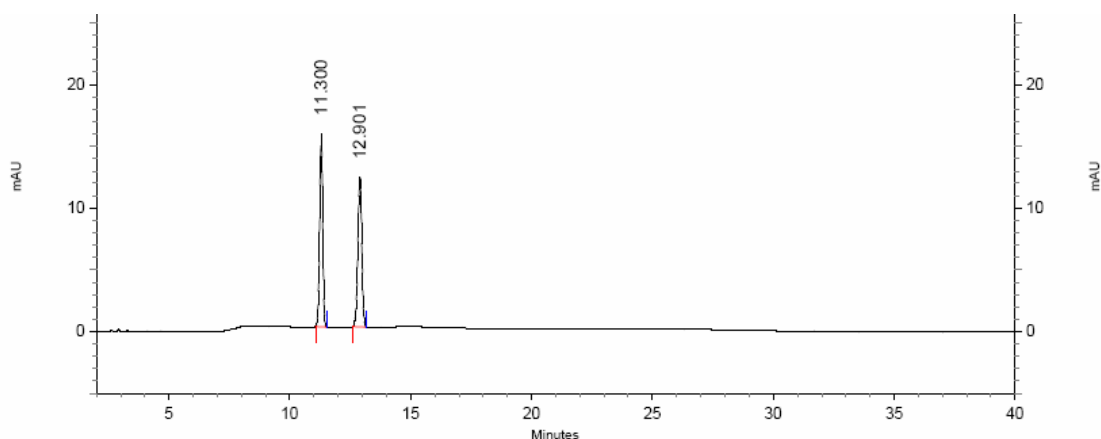
Detector A  
(240nm)

Pk #	Retention Time	Area	Theoretical plates	Resolution	Asymmetry	Name
1	2.616	5125	5347.39	0.00	1.06	
2	2.901	62199	7847.80	2.08	1.30	苯磺酸
3	3.269	12692	11791.33	2.93	1.57	杂质C
4	3.932	5220	6977.61	4.30	1.10	
5	9.438	9070	39514.07	29.12	1.36	
6	10.986	13642774	14770.20	5.61	1.93	氨氯地平
7	12.858	13505094	26215.20	5.51	0.85	贝那普利

放大:



有关物质 1%自身对照谱图:



**Detector A  
(240nm)**

Pk #	Retention Time	Area	Theoretical plates	Resolution	Asymmetry	Name
1	11.300	138422	36911.37	0.00	0.98	氨氯地平
2	12.901	137157	29098.02	5.95	0.95	贝那普利
Totals		275578				

## 2、含量测定

### 具体方法:

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

波 长: 240nm

流动相: 0.025mol/L 的磷酸二氢钠 (用磷酸调 pH 值至 4.0) —— 乙腈 (60: 40)

柱 温: 25 $^{\circ}$ C

流 速: 1.0ml/min

进样量: 10 $\mu$ l

### 流动相的配制:

取 AR 级 NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O 3.9g 置于 2000ml 烧杯中, 加入超纯水 (电阻率为 18.2M  $\Omega$  · cm) 1000ml 溶解, 用 HPLC 级磷酸调 pH 值至 4.0, 配成流动相 A 和色谱纯乙腈均抽滤, 过 0.45 $\mu$ m 滤膜;

### 系统适应性样品溶液的配制:

以对照品溶液作为系统适用性溶液。

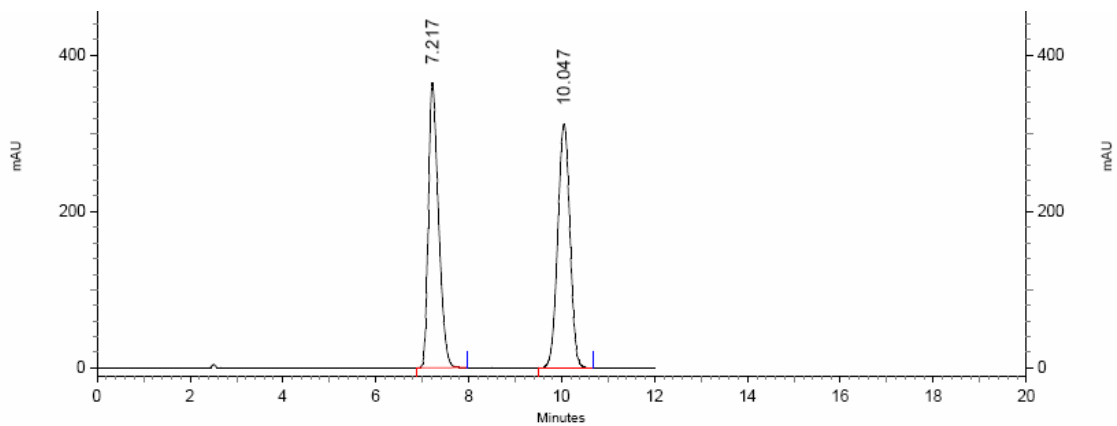
### 样品处理方法:

供试品溶液：取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于氨氯地平 5mg，盐酸贝那普利 10mg），置 25ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过。

对照品溶液：分别精密称取苯磺酸氨氯地平、盐酸贝那普利对照品各适量，置同一量瓶内，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨氯地平 0.2mg 和盐酸贝那普利 0.4mg 的溶液。

含量测定色谱图：

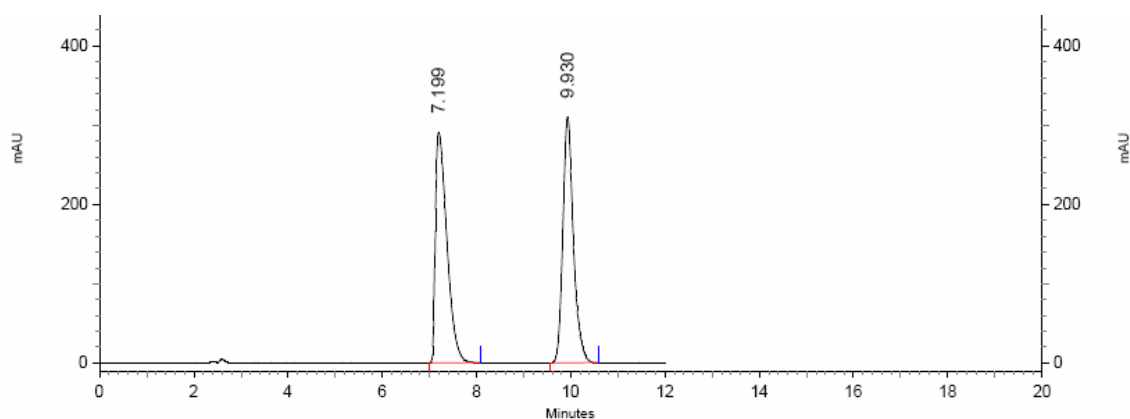
对照品色谱图：



Detector A  
(240nm)

Pk #	Retention Time	Area	Theoretical plates	Resolution	Asymmetry	Name
1	7.217	5516312	4916.51	0.00	1.42	氨氯地平
2	10.047	5636183	7030.73	6.35	1.00	贝那普利
Totals		11152494				

供试品色谱图：



**Detector A  
(240nm)**

Pk #	Retention Time	Area	Theoretical plates	Resolution	Asymmetry	Name
1	7.199	4921553	4175.43	0.00	2.17	氨氯地平
2	9.930	4774774	10233.06	6.52	1.29	贝那普利

Totals	9696327					
--------	---------	--	--	--	--	--