

中华人民共和国药典

2020 年版

二 部

国家药典委员会 编

中国医药科技出版社

图书在版编目(CIP)数据

中华人民共和国药典：2020年版. 二部 / 国家药典委员会编. —北京：中国医药科技出版社，2020.5

ISBN 978-7-5214-1598-8

I. ①中… II. ①国… III. ①国家药典-中国 IV. ①R921.2

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2020)第 026539 号

请扫描下方二维码,进行配备登记、
使用增值服务。咨询电话:010-62228771



责任编辑 何红梅 匡罗均 高雨濛 刘 鹤 赵 敏
责任校对 张洁蕾 刘丽英 杨佳玉 许明双 王 朔 胡雅慧 李亚旗 沈 雯
美术编辑 陈君杞

出版 中国医药科技出版社
地址 北京市海淀区文慧园北路甲 22 号
邮编 100082
电话 发行: 010-62227427 邮购: 010-62236938
网址 www.cmstp.com
规格 880×1230mm 1/16
印张 125 1/4
字数 5345 千字
版次 2020 年 5 月第 1 版
印次 2020 年 5 月第 1 次印刷
印刷 北京新华印刷有限公司
经销 全国各地新华书店
书号 ISBN 978-7-5214-1598-8
定价 980.00 元

版权所有 盗版必究

举报电话: 010-62228771

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

前 言

《中华人民共和国药典》(简称《中国药典》)2020年版为第十一版药典。按照第十一届药典委员会成立大会暨全体委员大会审议通过的药典编制大纲要求,以建立“最严谨的标准”为指导,以提升药品质量、保障用药安全、服务药品监管为宗旨,在国家药品监督管理局的领导下,在相关药品检验机构、科研院校的大力支持和国内外药品生产企业及学会协会积极参与下,国家药典委员会组织完成了《中国药典》2020年版编制各项工作。2020年4月9日,第十一届药典委员会执行委员会审议通过了《中国药典》2020年版(草案)。经国家药品监督管理局会同国家卫生健康委员会审核批准颁布后施行。

本版药典收载品种5911种,新增319种,修订3177种,不再收载10种,因品种合并减少6种。一部中药收载2711种,其中新增117种、修订452种。二部化学药收载2712种,其中新增117种、修订2387种。三部生物制品收载153种,其中新增20种、修订126种;新增生物制品通则2个、总论4个。四部收载通用技术要求361个,其中制剂通则38个(修订35个)、检测方法及其他通则281个(新增35个、修订51个)、指导原则42个(新增12个、修订12个);药用辅料收载335种,其中新增65种、修订212种。

本版药典主要特点:

稳步推进药典品种收载。品种收载以临床应用为导向,不断满足国家基本药物目录和基本医疗保险用药目录收录品种的需求,进一步保障临床用药质量。及时收载新上市药品标准,充分体现我国医药创新发展最新成果。

健全国家药品标准体系。通过完善药典凡例以及相关通用技术要求,进一步体现药品全生命周期管理理念。结合中药、化学药、生物制品各类药品特性,将质量控制关口前移,强化药品生产源头以及全过程的质量管理。逐步形成以保障制剂质量为原料药、药用辅料和药包材标准体系,为推动关联审评审批制度改革提供技术支撑。

扩大成熟分析技术应用。紧跟国际前沿,不断扩大成熟检测技术在药品质量控制中的推广和应用,检测方法的灵敏度、专属性、适用性和可靠性显著提升,药品质量控制手段得到进一步加强。如新增聚合酶链式反应(PCR)法、DNA测序技术指导原则等,推进分子生物学检测技术在中药饮片、动物组织来源材料、生物制品起始材料、微生物污染溯源鉴定中的应用;新增X射线荧光光谱法、单抗制品特性分析方法、采用转基因检测技术应用于重组产品活性检测等。

提高药品安全和有效控制要求。重点围绕涉及安全性和有效性的检测方法和限量开展研究,进一步提高药品质量的可控性。在安全性方面,进一步加强了对药材饮片重金属及有害元素、禁用农药残留、真菌毒素以及内源性有毒成分的控制。加强了对化学药杂质的定性定量研究,对已知杂质和未知杂质分别控制;对注射剂等高风险制剂增订了与安全性相关的质控项目,如渗透压摩尔浓度测定等。加强了生物制品病毒安全性控制、建立了疫苗氢氧化铝佐剂以及重组技术产品相关蛋白的控制。在有效性方面,建立和完善了中药材与饮片专属性鉴别方法,部分产品制定了与临床疗效相关的成分含量控制。结合通过仿制药质量与疗效一致性评价品种的注册标准,修订了药典相关标准的溶出度项目;进一步完善了化学药与有效性相关的质量控制要求。增订人用聚乙二醇化重组蛋白及多肽制品、蠕变应原制品和人用基因治疗制品总论等,重组类治疗生物制品增订相关蛋白检测及限度要求等。

提升辅料标准水平。重点增加制剂生产常用药用辅料标准的收载,完善药用辅料自身安全性和功能性指标,逐步健全药用辅料国家标准体系,促进药用辅料质量提升,进一步保证制剂质量。

加强国际标准协调。加强与国外药典的比对研究,注重国际成熟技术标准的借鉴和转化,不断推进与各国药典标准的协调。参考人用药品注册技术要求国际协调会(ICH)相关指导原则,新增遗传毒性杂质

控制指导原则，修订原料药物与制剂稳定性试验、分析方法验证、药品杂质分析等指导原则，新增溶出度测定流池法、堆密度和振实密度测定法，修订残留溶剂测定法等，逐步推进 ICH 相关指导原则在《中国药典》的转化实施。

强化药典导向作用。紧跟国际药品标准发展的趋势，兼顾我国药品生产的实际状况，在药品监管理念、质量控制要求、检测技术应用、工艺过程控制、产品研发指导等方面不断加强。在检测项目和限量设置方面，既考虑保障药品安全的底线，又充分关注临床用药的可及性，进一步强化药典对药品质量控制的导向作用。

完善药典工作机制。始终坚持公开、公正、公平的原则，不断完善药品标准的形成机制。组织药品检验机构、科研院校等单位持续开展标准课题研究，鼓励更多药品生产企业、行业组织和社会各界积极参与国家药品标准制修订工作，积极研究和回应业界反馈意见和建议。严格执行专业委员会工作规则，强化委员管理，防止利益冲突。完善质量保证体系、优化工作流程、加强风险防控、强化全程管理，进一步保障药典编制质量。

本版药典编制秉承科学性、先进性、实用性和规范性的原则，不断强化《中国药典》在国家药品标准中的核心地位，标准体系更加完善、标准制定更加规范、标准内容更加严谨、与国际标准更加协调，药品标准整体水平得到进一步提升，全面反映出我国医药发展和检测技术应用的现状，在提高我国药品质量，保障公众用药安全，促进医药产业健康发展，提升《中国药典》国际影响力等方面必将发挥重要作用。

国家药典委员会

2020 年 4 月

第十一届药典委员会委员名单

主任委员 焦 红(女)

副主任委员 曾益新 陈时飞 张伯礼 陈凯先 曹雪涛

执行委员 (按姓氏笔画排序)

丁 健	丁丽霞(女)	马双成	王 平	王 阶
王小刚	王广基	王军志	王佑春	尤启冬
田保国	丛 斌	兰 奋	朱 俊	刘景起
江英桥	孙飘扬	李 松	李 波	李 昱
李大鹏	杨 威	杨宝峰	杨昭鹏	肖 伟
吴以岭	吴海东	沈 琦(女)	张 伟	张 玫(女)
张 锋	张伯礼	张清波	陈 钢	陈志南
陈时飞	陈凯先	陈桂良	陈赛娟(女)	林瑞超
果德安	罗卓雅(女)	金宁一	周建平	周思源
赵 冲	胡昌勤	南 楠(女)	钟廷雄	钟国跃
侯仁萍(女)	饶春明	施亚琴(女)	贺浪冲	钱忠直
涂家生	黄璐琦	曹雪涛	屠鹏飞	董润生
程 京	程翼宇	焦 红(女)	曾益新	裴 钢
熊先军	魏于全			

顾问委员 (按姓氏笔画排序)

王永炎	刘又宁	刘昌孝	孙 燕	李大魁
李连达	肖培根	陈可冀	罗国安	金少鸿
金有豫	赵 铠	侯惠民	俞永新	姚乃礼
姚新生	高学敏	高润霖		

委 员 (按姓氏笔画排序)

丁 健	丁 野	丁丽霞(女)	马 辰(女)	马 融
马双成	马玉楠(女)	马超美(女)	王 玉	王 平
王 伟	王 阶	王 杰(天津)	王 杰(山东)	王 建
王 柯	王 彦(女)	王 勇	王 浩	王 璇(女)
王 薇(女)	王小刚	王广基	王永炎	王向峰
王庆全	王庆国	王军志	王如伟	王佑春
王国治	王知坚	王春龙	王荣福	王峥涛
王铁杰(女)	王跃生	王智民	王箐舟(女)	支志明
尤启冬	毛秀红(女)	公雪杰(女)	孔令义	邓艳萍(女)
石远凯	石建功	叶 敏	叶 强	叶文才
叶正良	申玉华(女)	申昆玲(女)	田保国	田瑞华
史大卓	白 玉(女)	白政忠	仝小林	丛 斌
乐 健	邝耀深	冯 芳(女)	冯 丽(女)	冯 怡(女)
兰 奋	宁保明	尼玛顿珠	匡海学	朴晋华(女)
毕开顺	吕 扬(女)	吕佩源	吕爱平	朱 俊

朱凤才	朱立国	朱依淳	朱晓新	仲 平
多 杰	刘 平	刘 英(女)	刘 浩	刘又宁
刘大为	刘万卉	刘玉玲(女)	刘永利	刘昌孝
刘建勋	刘保奎	刘海青	刘海静(女)	刘菊妍(女)
刘铜华	刘雁鸣(女)	刘景起	米亚嫫(女)	江英桥
安国红(女)	那生桑	孙 逊(女)	孙 黎	孙 燕
孙宁玲(女)	孙会敏	孙苓苓(女)	孙建宁(女)	孙晓波
孙增涛	孙飘扬	阳长明	芮 菁(女)	花宝金
苏来曼·哈力克	杜冠华	杜增辉	李 宁	李 军(女)
李 松	李 波	李 昱	李 剑	李 高
李 萍(女)	李 晶(女)	李大魁	李大鹏	李云霞(女)
李长贵	李文莉(女)	李玉华(女)	李向日(女)	李会林(女)
李连达	李青翠(女)	李泳雪(女)	李绍平	李玲玲(女)
李振国	李琦涵	李敬云(女)	杨 明	杨 威
杨 焕(女)	杨化新(女)	杨世林	杨汇川	杨永健
杨利红(女)	杨秀伟	杨宏伟(女)	杨宝峰	杨建红(女)
杨昭鹏	杨美成(女)	杨晓明	肖 伟	肖小河
肖培根	肖新月(女)	吴 松	吴以岭	吴永林
吴传斌	吴海东	吴婉莹(女)	邱明华	邱模炎
何 兰(女)	何仲贵	余 立(女)	余伯阳	狄 斌
邹全明	邹忠梅(女)	沈 琦(女)	沈心亮	沈平嫫(女)
宋平顺	张 伟	张 玫(女)	张 锋	张 强
张小茜(女)	张卫东	张玉英(女)	张立群	张永文
张亚杰(女)	张志荣	张伯礼	张启明	张陆勇
张奉春	张春涛	张保献	张爱华(女)	张清波
张雯洁(女)	张尊建	张满来	陆益红(女)	陆敏仪
阿 萍(女)	阿吉艾克拜尔·艾萨		陈 英(女)	陈 钢
陈 楠(女)	陈 震	陈 薇(女)	陈士林	陈万生
陈卫衡	陈可冀	陈代杰	陈志南	陈时飞
陈国广	陈凯先	陈桂良	陈恩强	陈惠鹏
陈道峰	陈碧莲(女)	陈赛娟(女)	邵 泓(女)	苗 虹(女)
范 颖(女)	范骁辉	范慧红(女)	茅向军	林 彤(女)
林 娜(女)	林 梅(女)	林文翰	林丽英(女)	林瑞超
果德安	罗 萍(女)	罗志福	罗卓雅(女)	罗国安
罗建辉	罗跃华	季 申(女)	金 方(女)	金 斌
金于兰(女)	金少鸿	金宁一	金有豫	金红宇
金征宇	周 旭(女)	周立春(女)	周国平	周建平
周思源	周跃华	郑 台	郑 健(女)	郑国钢
郑海发	单炜力	孟淑芳(女)	练鸿振	赵 冲
赵 明	赵 明(女)	赵 铠	赵中振	赵志刚
赵维良	赵瑞华(女)	郝海平	胡 欣	胡昌勤
南 楠(女)	钟大放	钟廷雄	钟国跃	钟瑞建
钟赣生	侯仁萍(女)	侯雪梅(女)	侯惠民	俞 辉

俞永新	饶春明	施亚琴(女)	闻京伟	姜 红(女)
姜雄平	洪利娅(女)	洪建文(女)	祝 明(女)	姚乃礼
姚新生	贺浪冲	秦少容(女)	秦冬梅(女)	袁 军(女)
都广礼	热娜·卡斯木(女)		聂 晶(女)	聂小春
莫结丽(女)	贾立群	顾政一	钱忠直	钱家鸣(女)
笔雪艳(女)	倪 健	倪维芳(女)	徐 飞	徐丽华(女)
徐兵河	徐宏喜	徐寒梅(女)	徐愚聪	高 月(女)
高 申	高 华(女)	高 凯	高 春(女)	高 颖(女)
高 磊(女)	高秀梅(女)	高学敏	高润霖	郭 青(女)
郭巧生	郭旻彤	郭洪祝	郭景文	郭殿武
唐旭东	唐启盛	唐素芳(女)	唐锁勤	唐黎明
涂家生	陶巧凤(女)	黄 民	黄 瑛(女)	黄尧洲
黄晓龙	黄璐琦	梅 丹(女)	梅之南	曹 玲(女)
曹 晖	曹晓云(女)	曹雪涛	常俊标	崔一民
崔俊明	庾石山	梁成罡	梁争论	梁蔚阳(女)
屠鹏飞	绳金房	彭 成	斯拉甫·艾白	董关木
董顺玲	董润生	蒋 琳(女)	嵇 扬(女)	程 京
程作用	程奇珍(女)	程鹏飞(女)	程翼宇	傅欣彤(女)
焦 红(女)	奥乌力吉	鲁 静(女)	鲁卫星	鲁秋红(女)
曾 苏	曾 明	曾令冰	曾令高	曾益新
谢贵林	蔡少青	蔡姗英(女)	蔡美明(女)	裴 钢
廖嵩平	谭 睿(女)	谭仁祥	熊先军	樊夏雷
潘 阳	戴 红(女)	戴 忠	魏 锋	魏于全
魏立新	魏建和			

观 察 员 (排名不分先后)

中国药学会
 国际药用辅料协会(中国)有限公司
 中国非处方药物协会
 中国化学制药工业协会
 中国生化制药工业协会
 中国外商投资企业协会药品研制和开发行业委员会
 中国药品监督管理研究会
 中国医药包装协会
 中国医药保健品进出口商会
 中国医药创新促进会
 中国医药设备工程协会
 中国医药质量管理协会
 中国中药协会

常设机构参与编写工作人员

(按姓氏笔画排序)

王 旭
申明睿
许华玉
张 军
尚 悦
赵宇新
倪 龙
麻广霖

王 绯
白晓菊
李 贺
张 鹏
岳志华
赵剑锋
徐昕怡
程奇蕾

王志军
朱 冉
李 浩
张志芬
岳瑞齐
郝 博
高 洁
曾 熠

王晓娟
任重远
李慧义
张筱红
周 怡
洪小栩
郭中平
翟为民

石上梅
任跃明
宋宗华
陈 蕾
赵 雄
顾 宁
曹 琰

目 录

中国药典沿革	I
本版药典(二部)新增品种名单	VII
本版药典(二部)未收载 2015 年版药典(二部)中的品种名单	IX
本版药典(二部)收载药品名称与 2015 年版(二部)收载药品名称变更对照	X
凡例	XI
品名目次	1~20
品种正文 第一部分	1~1881
品种正文 第二部分	1883~1899
索引	索引 1~索引 59
中文索引	索引 3~索引 22
英文索引	索引 23~索引 59

中国药典沿革

1953年版(第一版) 1949年10月1日中华人民共和国成立后,党和政府十分关怀人民的医药卫生保健工作,当年11月卫生部召集在京有关医药专家研讨编纂药典问题。1950年1月卫生部从上海抽调药学专家孟目的教授负责组建中国药典编纂委员会和处理日常工作的干事会,筹划编制新中国药典。

1950年4月在上海召开药典工作座谈会,讨论药典的收载品种原则和建议收载的品种,并根据卫生部指示,提出新中国药典要结合国情,编出一部具有民族化、科学化、大众化的药典。随后,卫生部聘请药典委员49人,分设名词、化学药、制剂、植物药、生物制品、动物药、药理、剂量8个小组,另聘请通讯委员35人,成立了第一届中国药典编纂委员会。卫生部部长李德全任主任委员。

1951年4月24日至28日在北京召开第一届中国药典编纂委员会第一次全体会议,会议对药典的名称、收载品种、专用名词、度量衡问题以及格式排列等作出决定。干事会根据全会讨论的意见,对药典草案进行修订,草案于1952年底报卫生部核转政务院文教委员会批准后,第一部《中国药典》1953年版由卫生部编印发行。

该版药典共收载品种531种,其中化学药215种,植物药与油脂类65种,动物药13种,抗生素2种,生物制品25种,各类制剂211种。1957年出版《中国药典》1953年版增补本。

1963年版(第二版) 1955年卫生部组建第二届药典委员会,聘请委员49人,通讯委员68人,此届委员会因故未能开展工作。1957年卫生部组建第三届药典委员会,聘请委员80人,药学专家汤腾汉教授为这届委员会主任委员(不设通讯委员),同年7月28日至8月5日在北京召开第一次全体委员会议,卫生部李德全部长做了药典工作报告,特别指出第一版《中国药典》未收载广大民众习用的中药的缺陷。会议在总结工作的基础上,通过了制订药典的原则,讨论了药典的性质和作用,修改了委员会章程,并一致认为应把合乎条件的中药收载到药典中。8月27日卫生部批准委员会分设药理与医学、化学药品、药剂、生化药品、生药、生物制品六个专门委员会及名词小组,药典委员会设常务委员会,日常工作机构改称秘书室。

1958年经常务委员会研究并经卫生部批准,增聘中医专家8人、中药专家3人组成中医药专门委员会,组织有关省市的中医药专家,根据传统中医药的理论和经验,起草中药材和中药成方(即中成药)的标准。

1959年6月25日至7月5日在北京召开委员会第二次全体会议,会议主要审议新版药典草稿,并确定收载品种。草稿经修订补充后,分别由各专门委员会审定,于1962年完成送审稿,报请国务院批准后付印。1965年1月26日卫生部颁布《中国药典》1963年版。

该版药典共收载品种1310种,分一、二两部,各有凡例和有关的附录。一部收载中药材446种和中药成方制剂197种;二部收载化学药品667种。此外,一部记载药品的“功能与主治”,二部增加了药品的“作用与用途”。

1977年版(第三版) 由于“文革”影响,在相当一段时间内,药典委员会工作陷于停顿。1972年4月28日国务院批复卫生部“同意恢复药典委员会,四部(卫生部、燃料化学工业部、商业部、解放军总后卫生部)参加,卫生部牵头”。据此,同年5月31日至6月10日在北京召开了编制国家新药典工作会议,出席会议的有全国各省(自治区、直辖市)的药品检验、药政管理以及有关单位代表共88人。这次会议着重讨论了编制药典的指导思想、方法、任务和要求,交流了工作经验,确定了编制新药典的方案,并分工落实起草任务。1973年4月,在北京召开第二次全国药典工作会议,讨论制订药典的原则要求,以及中西药品的标准样稿和起草说明书,并根据药材主产地和药品生产情况,调整了起草任务。1979年10月4日卫生部颁布《中国药典》1977年版,自1980年1月1日起执行。

该版药典共收载品种1925种。一部收载中草药(包括少数民族药材)、中草药提取物、植物油脂以及单味药制剂等882种,成方制剂(包括少数民族药成方)270种,共1152种;二部收载化学药品、生物制品等773种。

1985年版(第四版) 1979年卫生部组建第四届药典委员会,聘请委员112人,卫生部部长钱信忠兼任主任委员。同年11月22日至28日在北京召开第一次全体委员会议,会议讨论修改了委员会章程、药品标准工作管理办法及工作计划。委员会分设:中医、中药、医学与药理、化学药、生化药、药剂、抗生素、生物制品、放射性药品及名词10个专业组。由有关专业组分别推荐新药典收录的品种,中医专业组负责审查拟定一部收录的品种范围;医学与药理专业组负责审查拟定二部收录的品种范围;由主产地所在的省(自治区、直辖市)药品检验所和有关单位负责起草标准,药典委员会办公室组织交叉复核;部分项目组成专题协作组,通过实验研究后起草,参与标准草案审议的除专业组委员外,还邀请了药品检验所和企业的代表。经卫生部批准,《中国药典》1985年版于1985年9月出版,1986年4月1日起执行。

该版药典共收录品种1489种。一部收录中药材、植物油脂及单味制剂506种,成方制剂207种,共713种;二部收录化学药品、生物制品等776种。1987年11月出版《中国药典》1985年版增补本,新增品种23种,修订品种172种、附录21项。1988年10月,第一部英文版《中国药典》1985年版正式出版,同年还出版了药典二部注释选编。

1985年7月1日《中华人民共和国药品管理法》正式执行,该法规定“药品必须符合国家药品标准或者省、自治区、直辖市药品标准”。明确“国务院卫生行政部门颁布的《中华人民共和国药典》和药品标准为国家药品标准”。“国务院卫生行政部门的药典委员会,负责组织国家药品标准的制定和修订”。进一步确定了药品标准的法定性质和药典委员会的任务。

1990年版(第五版) 1986年卫生部组建第五届药典委员会,聘请委员150人,卫生部崔月犁部长兼任主任委员,常设办事机构改为秘书长制。同年5月5日至8日召开第一次全体委员会议,讨论修订了委员会章程,通过了“七五”期间标准工作设想,确定了编制《中国药典》1990年版的指导思想和原则要求,分别举行了中药材、中药成方制剂、化学药、抗生素、生化药及药理等专业会议,安排起草和科研任务。1989年3月,药典委员会常设机构开始组织对1990年版药典标准的审稿和编辑加工。同年12月在北京举行药典委员会主任委员、副主任委员和各专业组长扩大会议进行审议,报卫生部批准后付印。1990年12月3日卫生部颁布《中国药典》1990年版,自1991年7月1日起执行。

该版药典收录品种共计1751种。一部收录784种,其中中药材、植物油脂等509种,中药成方及单味制剂275种;二部收录化学药品、生物制品等967种。与1985年版药典收录品种相比,一部新增80种,二部新增213种(含1985年版药典一部移入5种);删去25种(一部3种,二部22种);根据实际情况对药品名称作了适当修订。药典二部品种项下规定的“作用与用途”和“用法与用量”,分别改为“类别”和“剂量”,另组织编著《临床用药须知》一书,以指导临床用药。有关品种的红外光吸收图谱,收入《药品红外光谱集》另行出版,该版药典附录内不再刊印。

《中国药典》1990年版的第一、第二增补本先后于1992年、1993年出版,英文版于1993年7月出版。

第五届药典委员会还完成了《中国药典》1985年版增补本和英文版的编制等工作。

1995年版(第六版) 1991年卫生部组建第六届药典委员会,聘请委员168人,卫生部陈敏章部长兼任主任委员。同年5月16日至18日召开第一次全体委员会议,讨论通过了委员会的章程和编制《中国药典》1995年版设计方案,并成立由主任委员、副主任委员和专家共11人组成的常务委员会。分设13个专业组,即中医专业组、中药材专业组、中成药专业组、西医专业组、药理专业组、化学药专业一组、化学药专业二组、化学药专业三组、抗生素专业组、生化药品专业组、生物制品专业组、放射性药品专业组、药品名词专业组。

1993年,《中国药典》1995年版附录初稿发往各地,作为起草、修订正文标准的依据。1994年7月各地基本完成了标准的起草任务,由药典委员会各专业委员会分别组织审稿工作。1994年11月29日提交常务委员会扩大会议讨论审议,获得原则通过,报请卫生部审批付印。卫生部批准颁布《中国药典》1995年版,自1996年4月1日起执行。

该版药典收录品种共计2375种。一部收录920种,其中中药材、植物油脂等522种,中药成方及单味制剂398种;二部收录1455种,包括化学药、抗生素、生化药、放射性药品、生物制品及辅料等。一部新增品种142种,二部新增品种499种。二部药品外文名称改用英文名,取消拉丁名;中文名称只收录药品法定通用名称,不再列副名。

《中国药典》1995年版的第一、第二增补本先后于1997年、1998年出版,英文版于1997年出版。

第六届药典委员会还完成了《中国药典》1990年版的增补本、英文版及二部注释和一部注释选编、《药品红外光谱集》(第一卷)、《临床用药须知》(第二版)、《中药彩色图集》、《中药薄层色谱彩色图集》及《中国药品通用名称》的编制工作。

1993年5月21日卫生部决定将药典委员会常设机构从中国药品生物制品检定所分离出来,作为卫生部的直属单位。

2000年版(第七版) 1996年卫生部组建第七届药典委员会,聘请委员204人,其中名誉委员18人,卫生部陈敏章部长兼任主任委员。1998年9月,根据中编办(1998)32号文,卫生部药典委员会更名为国家药典委员会,并成建制划转国家药品监督管理局管理。因管理体制的变化等原因,在经有关部门同意后,按照第七届药典委员会章程精神,1999年12月第七届药典委员会常务委员会会议同意调整主任委员和副主任委员。国家药品监督管理局局长郑筱萸兼任主任委员。本届委员会设专业委员会共16个,分别为:中医专业委员会、中药第一专业委员会、中药第二专业委员会、中药第三专业委员会、中药第四专业委员会、医学专业委员会、药品名词专业委员会、附录专业委员会、制剂专业委员会、药理专业委员会、化学药品第一专业委员会、化学药品第二专业委员会、抗生素专业委员会、生化药品专业委员会、放射性药品专业委员会、生物制品专业委员会。

1996年召开第七届药典委员会常务委员会第一次会议,通过了《中国药典》2000年版设计方案,一部确立了“突出特色,立足提高”,二部确立了“赶超与国情相结合,先进与特色相结合”的指导思想。1996年10月起,各专业委员会先后召开会议,落实设计方案提出的任务并分工进行工作。1997年底至1999年10月,先后对完成的附录与制剂通则和药典初稿征求了各有关方面的意见,并先后召开了16个专业委员会审定稿会议。《中国药典》2000年版于1999年12月经第七届药典委员会常务委员会会议审议通过,报请国家药品监督管理局批准颁布,于2000年1月出版发行,2000年7月1日起正式执行。

该版药典共收载品种2691种,其中新增品种399种,修订品种562种。一部收载992种,二部收载1699种。附录作了较大幅度的改进和提高,一部新增10个,修订31个;二部新增27个,修订32个。二部附录中首次收载了药品标准分析方法验证要求等六项指导原则,现代分析技术在这版药典中得到进一步扩大应用。为了严谨起见,将“剂量”、“注意”项内容移至《临床用药须知》。

《中国药典》2000年版的第一、第二增补本先后于2002年、2004年出版,英文版于2002年出版。

第七届药典委员会还完成了《中国药典》1995年版增补本和英文版、《中国药品通用名称》(一九九八年增补本)、《药品红外光谱集》(第二卷)及《临床用药须知》(第三版)的编制工作。

2005年版(第八版) 2002年10月国家药品监督管理局(2003年9月更名为国家食品药品监督管理局)组建第八届药典委员会,聘请委员312人,不再设立名誉委员。国家药品监督管理局局长郑筱萸兼任主任委员,原常务委员会更名为执行委员会。本届委员会设专业委员会24个,在上一届专业委员会的基础上,增设了民族药专业委员会(筹)、微生物专业委员会、药品包装材料与辅料专业委员会;原生物制品专业委员会扩增为血液制品专业委员会、病毒制品专业委员会、细菌制品专业委员会、体细胞治疗与基因治疗专业委员会、重组制品专业委员会和体外诊断用生物试剂专业委员会。

2002年10月召开的第八届药典委员会全体大会及执行委员会第一次会议,通过了本届药典委员会提出的“《中国药典》2005年版设计方案”。设计方案明确了“坚持继承与发展、理论与实际相结合”的方针;确定了“科学、实用、规范”等药典编纂原则;决定将《中国生物制品规程》并入药典,设为药典三部;并编制首部中成药《临床用药须知》。

2002年11月起,各专业委员会先后召开会议,安排设计方案提出的任务并分别进行工作。2003年7月,首先完成了附录草案,并发有关单位征求意见。2004年初药典附录与品种初稿基本完成,增修订内容陆续在国家药典委员会网站上公示3个月,征求全国各有关方面的意见。6月至8月,各专业委员会相继召开了审定稿会议。9月,《中国药典》2005年版经过第八届药典委员会执行委员会会议审议通过,12月报请国家食品药品监督管理局批准颁布,于2005年1月出版发行,2005年7月1日起正式执行。

该版药典共收载品种3217种,其中新增525种,修订1032种。一部收载1146种,其中新增154种、修订453种;二部收载1970种,其中新增327种、修订522种;三部收载101种,其中新增44种、修订57种。

该版药典附录亦有较大幅度调整。一部收载附录 98 个,其中新增 12 个、修订 48 个,删除 1 个;二部收载附录 137 个,其中新增 13 个、修订 65 个、删除 1 个;三部收载附录 134 个。一、二、三部共同采用的附录分别在各部中予以收载,并进行了协调统一。

该版药典对药品的安全性问题更加重视。药典一部增加了有害元素测定法和中药注射剂安全性检查法应用指导原则。药典二部增加了药品杂质分析指导原则、正电子类和钨^[99mTc]放射性药品质量控制指导原则;有 126 个静脉注射剂增订了不溶性微粒检查,增修订细菌内毒素检查的品种达 112 种;残留溶剂测定法中引入国际间已协调统一的有关残留溶剂的限度要求,并有 24 种原料药增订了残留溶剂检查。药典三部增订了逆转录酶活性检查法、人血白蛋白铝残留量测定法等。本版药典结合我国医药工业的现状和临床用药的实际情况,将原《澄明度检查细则和判断标准》修订为“可见异物检查法”,以加强注射剂等药品的用药安全。

该版药典根据中医药理论,对收载的中成药标准项下的〔功能与主治〕进行了科学规范。

该版药典三部源于《中国生物制品规程》。自 1951 年以来,该规程已有六版颁布执行,分别为 1951 年及 1952 年修订版、1959 年版、1979 年版、1990 年版及 1993 年版(诊断制品类)、1995 年版、2000 年版及 2002 年版增补本。2002 年翻译出版了第一部英文版《中国生物制品规程》(2000 年版)。

《中国药典》2005 年版的增补本于 2009 年年初出版,英文版于 2005 年 9 月出版。

第八届药典委员会还完成了《中国药典》2000 年版增补本、《药品红外光谱集》(第三卷)、《临床用药须知》(中成药第一版、化学药第四版)及《中国药典》2005 年版英文版的编制工作。

2010 年版(第九版) 2007 年 11 月国家食品药品监督管理局组建第九届药典委员会。本届新增委员的遴选首次向社会公开选拔,采取差额选举、无记名投票的方式选举新增委员。该届委员会共有 323 名委员组成,其中续聘委员 163 名、新增委员 160 名(2008 年增补 2 名)。国家食品药品监督管理局局长邵明立兼任主任委员。该届委员会下设执行委员会和 25 个专业(工作)委员会。在上一届专业委员会的基础上,正式成立民族医药专业委员会;增设政策与发展委员会、标准物质专业委员会、标准信息工作委员会、注射剂工作委员会等 4 个专业(工作)委员会;取消原体细胞治疗与基因治疗专业委员会;将原体外诊断用生物试剂专业委员会与原血液制品专业委员会合并为血液制品专业委员会;将原 4 个中药专业委员会调整重组为中药材与饮片专业委员会、中成药专业委员会和天然药物专业委员会 3 个专业委员会。

2007 年 12 月召开第九届药典委员会成立暨全体委员大会,会议审议修订了《药典委员会章程》,并通过了“《中国药典》2010 年版编制大纲”,编制大纲明确了《中国药典》2010 年版编制工作的指导思想、基本原则、发展目标和主要任务。随后,各专业委员会分别开展工作,进行品种遴选、科研立项、任务落实。

该版药典在编制工作的组织保障和科学管理方面进行了大胆探索和管理上的创新。药典部分科研任务首次以《标准研究课题任务书》的形式,明晰承担单位的职责与义务,明确项目的工作任务、研究目标、考核指标及进度要求。2008 年 12 月首次在编制工作进行的过程中召开全体委员参加的药典工作会议,研究解决药典编制工作中存在的问题。2009 年 3 月至 8 月各专业委员会相继集中召开审定稿会议。2009 年 8 月 27 日提交第九届药典委员会执行委员会扩大会议讨论审议,获得原则通过。该版药典于 2010 年 1 月出版发行,自 2010 年 7 月 1 日起正式执行。

该版药典与历版药典比较,收载品种明显增加。共收载品种 4567 种,其中新增 1386 种,修订 2237 种。药典一部收载品种 2165 种,其中新增 1019 种、修订 634 种;药典二部收载品种 2271 种,其中新增 330 种、修订 1500 种;药典三部收载品种 131 种,其中新增 37 种、修订 94 种。

该版药典附录一部收载附录 112 个,其中新增 14 个、修订 47 个;二部收载附录 152 个,其中新增 15 个、修订 69 个;三部收载附录 149 个,其中新增 18 个、修订 39 个。一、二、三部共同采用的附录分别在各部中予以收载,并尽可能做到统一协调、求同存异、体现特色。

该版药典中现代分析技术得到进一步扩大应用,除在附录中扩大收载成熟的新技术方法外,品种正文中进一步扩大了对新技术的应用;药品的安全性保障得到进一步加强,除在凡例和附录中加强安全性检查总体要求外,在品种正文标准中增加或完善安全性检查项目;对药品质量可控性、有效性的技术保障得到进一步提升,除在附录中新增和修订相关的检查方法和指导原则外,在品种正文标准中增加或完善有效性检查项目;为适应药品监督管理的需要,制剂通则中新增了药用辅料总体要求;积极引入了国际协调组织在药品杂质控制、

无菌检查法等方面的要求和限度。此外,该版药典也体现了对野生资源保护与中药可持续发展的理念,不再收载濒危野生药材。

第九届药典委员会还完成了《中国药典》2005年版增补本、《药品红外光谱集》(第四卷)、《临床用药须知》(中药材和饮片第一版、中成药第二版、化学药第五版)、《中药材显微鉴别彩色图鉴》及《中药材薄层色谱彩色图集》(第一册、第二册)的编制工作。

2015年版(第十版) 2010年12月国家食品药品监督管理局(2013年3月22日更名为国家食品药品监督管理总局)组建第十届药典委员会。该届药典委员遴选工作按照新修订的《新增委员遴选办法》和《第十届药典委员会委员遴选工作方案》,向全社会公开征集新增委员候选人,并采取差额选举、无记名投票的方式选举新增委员。本届委员会共有委员351名,其中续聘委员248名,新增委员103名。时任第十一届全国人大常委会副委员长桑国卫任名誉主任委员,时任卫生部部长陈竺任主任委员,时任卫生部副部长、国家药品监督管理局局长邵明立任常务副主任委员。该届委员会下设执行委员会和23个专业委员会。执行委员会委员共计67名。其中院士委员28名、资深专家3名、各专业委员会主任20名、相关部委专家4名、总局相关技术单位负责人7名。根据药典标准工作需要,本届委员会以第九届药典委员会专业委员会设置为基础,对专业委员会的设立进行了适当调整;为加强化学药标准的制定工作,增设了化学药品第三专业委员会,扩大化学药委员的人数;同时,根据实际工作需要,取消政策与发展委员会、标准信息工作委员会和注射剂工作委员会。

2010年12月第十届药典委员会成立暨全体委员大会召开。会议审议通过了“《中国药典》2015年版编制大纲”,编制大纲明确了《中国药典》2015年版编制工作的指导思想、基本原则、发展目标和主要任务。

按照《国家药品安全“十二五”规划》的要求,国家药典委员会以实施“国家药品标准提高行动计划”为基础,组织各专业委员会和相关机构开展药典编制工作。药典委员会常设机构首次将ISO 9001质量管理体系引入药典编制的全过程管理,按照规范的“中国药典编制工作程序”开展品种遴选、课题立项、试验研究、标准起草、复核和审定等各项工作,稳步推进该版药典编制工作。2015年2月4日《中国药典》2015年版经第十届药典委员会执行委员会全体会议审议通过,于2015年6月5日经国家食品药品监督管理总局批准颁布,自2015年12月1日起实施。

该版药典进一步扩大药品品种的收载和修订,共收载品种5608种。一部收载品种2598种,其中新增品种440种、修订品种517种、不收载品种7种。二部收载品种2603种,其中新增品种492种、修订品种415种、不收载品种28种。三部收载品种137种,其中新增品种13种、修订品种105种、新增生物制品通则1个、新增生物制品总论3个、不收载品种6种。该版药典首次将上版药典附录整合为通则,并与药用辅料单独成卷作为《中国药典》四部。四部收载通则总数317个,其中制剂通则38个、检测方法240个(新增27个)、指导原则30个(新增15个)、标准品、标准物质及试液试药相关通则9个。药用辅料收载270种,其中新增137种、修订97种、不收载2种。

该版药典完善了药典标准体系的建设,整体提升质量控制的要求,进一步扩大了先进、成熟检测技术的应用,药用辅料的收载品种大幅增加,质量要求和安全性控制更加严格,使《中国药典》的引领作用和技术导向作用进一步体现。

在编制该版药典的过程中,还完成了《中国药典》2010年版第一、二、三增补本,《红外光谱集》(第五卷),《中国药品通用名称》,《国家药品标准工作手册》(第四版),《中国药典注释》的编制和修订工作,组织开展了《中国药典》2015年版英文版、《临床用药须知》2015年版的编制工作。

2020年版(第十一版) 2017年8月原国家食品药品监督管理总局组建第十一届药典委员会。本届委员会遴选工作按照新修订的《第十一届药典委员会委员遴选工作方案》,向全社会公开征集新增委员候选人,并采取差额选举、无记名投票的方式选举新增委员。本届委员会共有委员405名,时任国家食品药品监督管理总局局长毕井泉任主任委员。下设执行委员会和26个专业委员会。执行委员会委员共计67名,其中院士委员16名、资深委员10名、各专业委员会主任26名、机构委员15名。专业委员会的设置在上届委员会的基础上进行了适当调整,增设了中药风险评估专业委员会和生物制品通则专业委员会。此外,还特别设立了观察员,由来自中国药学会、中国医药质量管理协会等社会团体和行业协会的13名代表组成。

2017年8月29日第十一届药典委员会成立大会暨第一次全体委员会议在北京召开,审议通过了《中国

药典》2020 年版编制大纲。按照大纲的指导思想、总体目标、基本原则和具体目标,国家药典委员会继续以实施“国家药品标准提高行动计划”为基础,组织各专业委员会和相关机构按照中国药典编制工作程序开展品种遴选、课题立项、试验研究、起草复核和标准审定等各项工作。

根据国务院机构改革部门职能调整以及部分人员变动情况,对第十一届药典委员会执行委员会委员进行届中调整,国家药品监督管理局局长焦红任主任委员,国家卫生健康委员会副主任曾益新、国家药品监督管理局副局长陈时飞和张伯礼、陈凯先、曹雪涛三位院士共同担任副主任委员。2020 年 4 月 9 日,第十一届药典委员会执行委员会以视频会议方式审议通过了《中国药典》2020 年版(草案)。经国家药品监督管理局会同国家卫生健康委员会批准颁布后施行。

本版药典进一步扩大药品品种和药用辅料标准的收载,本版药典收载品种 5911 种,新增 319 种,修订 3177 种,不再收载 10 种,因品种合并减少 6 种。一部中药收载 2711 种,其中新增 117 种、修订 452 种。二部化学药收载 2712 种,其中新增 117 种、修订 2387 种。三部生物制品收载 153 种,其中新增 20 种、修订 126 种;新增生物制品通则 2 个、总论 4 个。四部收载通用技术要求 361 个,其中制剂通则 38 个(修订 35 个)、检测方法及其他通则 281 个(新增 35 个、修订 51 个)、指导原则 42 个(新增 12 个、修订 12 个);药用辅料收载 335 种,其中新增 65 种、修订 212 种。

本版药典持续完善了以凡例为基本要求、通则为总体规定、指导原则为技术引导、品种正文为具体要求的药典架构,不断健全以《中国药典》为核心的国家药品标准体系。贯彻药品全生命周期的管理理念,强化药品研发、生产、流通、使用等全过程质量控制。紧跟国际先进标准发展的趋势,密切结合我国药品生产实际,不断提升保证药品安全性和有效性的检测技术要求,充分发挥药典对促进药品质量提升、指导药品研发和推动产业高质量发展的导向作用。

在编制本版药典期间,还完成了《中国药典》2015 年版第一增补本的工作,出版了《中国药典中药材薄层色谱彩色图集》、《中国药典中成药薄层色谱彩色图集》等药典配套丛书,组织开展了《中国药典》2020 年版英文版的编制工作。

本版药典(二部)新增品种名单

注射用门冬氨酸鸟氨酸	注射用托拉塞米	美司钠
马来酸氟伏沙明	吗替麦考酚酯分散片	美司钠注射液
马来酸氟伏沙明片	伏格列波糖	盐酸乙哌立松
扎来普隆	伏格列波糖片	盐酸乙哌立松片
乌苯美司片	伏格列波糖胶囊	盐酸左布比卡因
丙戊酸钠缓释片(Ⅰ)	米氮平	盐酸左布比卡因注射液
丙泊酚乳状注射液(曾用名:丙泊酚注射液)	米氮平片	盐酸托烷司琼片
丙酸氟替卡松	那他霉素	盐酸托烷司琼胶囊
左卡尼汀	那他霉素滴眼液	盐酸曲普利啶
左甲状腺素钠	坎地沙坦酯片	盐酸伊达比星
左甲状腺素钠片	克霉唑阴道膨胀栓[曾用名:克霉唑栓(指含膨胀棉条的克霉唑栓)]	注射用盐酸伊达比星
右佐匹克隆	更昔洛韦胶囊	盐酸奈福泮胶囊
右佐匹克隆片	来曲唑	盐酸度洛西汀
卡培他滨	来曲唑片	盐酸度洛西汀肠溶片
卡培他滨片	吡哌美辛片	盐酸度洛西汀肠溶胶囊
甲钴胺片	佐米曲普坦分散片	盐酸羟甲唑啉
甲钴胺注射液	阿托伐他汀钙	盐酸羟甲唑啉喷雾剂
甲磺酸多沙唑嗪	阿利沙坦酯	盐酸羟甲唑啉喷鼻液
甲磺酸多沙唑嗪片	阿利沙坦酯片	盐酸羟苄唑
甲磺酸多沙唑嗪胶囊	阿那曲唑片	盐酸羟苄唑滴眼液(曾用名:羟苄唑滴眼液)
甲磺酸瑞波西汀	苯磺酸左氨氯地平	盐酸奥布卡因
甲磺酸瑞波西汀片	苯磺酸左氨氯地平片	盐酸奥布卡因滴眼液
甲磺酸瑞波西汀胶囊	拉西地平	氢糖美辛肠溶片
兰索拉唑肠溶胶囊	拉西地平片	氢糖美辛肠溶胶囊
矛头蝮蛇血凝酶(曾用名:蛇毒血凝酶、血凝酶)	依巴斯汀	脂肪乳注射液($C_{14\sim 24}$)(曾用名:脂肪乳注射液)
注射用矛头蝮蛇血凝酶(曾用名:注射用蛇毒血凝酶、注射用血凝酶)	依巴斯汀片	酒石酸溴莫尼定
地红霉素肠溶片	草酸艾司西酞普兰	酒石酸溴莫尼定滴眼液
地红霉素肠溶胶囊	枸橼酸坦度螺酮	酚磺乙胺
西尼地平胶囊	枸橼酸坦度螺酮胶囊	注射用酚磺乙胺
西吡氯铵	抗凝血用枸橼酸钠溶液[曾用名:(1)输血用枸橼酸钠注射液(适应症为仅用于单采原料血浆的体外抗凝血);(2)枸橼酸钠抗凝剂]	铝碳酸镁
西吡氯铵含漱液	枸橼酸钾颗粒	铝碳酸镁咀嚼片
西咪替丁注射液	氟尿苷(曾用名:氟脲苷)	葡萄糖酸钙氯化钠注射液
西洛他唑片	复方氨基酸(15)双肽(2)注射液	硝酸益康唑阴道膨胀栓[曾用名:硝酸益康唑栓(指含膨胀棉条的硝酸益康唑栓)]
托拉塞米		氯沙坦钾
托拉塞米片		氯沙坦钾片
托拉塞米胶囊		氯沙坦钾胶囊

酮咯酸氨丁三醇

酮咯酸氨丁三醇注射液

腺苷

腺苷注射液[曾用名:腺苷注射液
(供诊断用)]

去氨加压素片(曾用名:醋酸去氨
加压素片)

注射用去氨加压素(曾用名:注射
用醋酸去氨加压素)

磷酸氟达拉滨

注射用磷酸氟达拉滨

磷酸腺嘌呤(曾用名:维生素 B₄)

磷酸腺嘌呤片(曾用名:维生素
B₄ 片)

碘帕醇注射液

本版药典(二部)未收载 2015 年版药典(二部)中的品种名单

鱼肝油

重组人生长激素

注射用重组人生长激素

重组人胰岛素

重组人胰岛素注射液

精蛋白重组人胰岛素注射液

盐酸吡硫醇注射液

注射用盐酸吡硫醇

有分析/分离纯化技术疑问或者需求，欢迎随时联系沟通

梁先生 137 1033 9880 QQ:230 466 0397

产 品：Kromasil色谱柱，Waters色谱柱，SGE进样针，
知名品牌（Waters, Thermo, 安捷伦）维修配件
药物杂质对照品
液相色谱进样瓶专用洗瓶机，溶出介质自动脱气仪

技术服务：

- 1、注射剂降解杂质及长期稳定性整体深度研究
- 2、药物杂质定制
- 3、专业药物微量杂质制备分离纯化服务
- 4、化合物结构确证及结构解析服务
- 5、原料药杂质整体研究
- 6、分析方法开发及工业制备工艺优化
- 7、中药研究及纯化服务
- 8、手性化合物方法开发以及手性拆分服务

本版药典(二部)收载药品名称与 2015 年版(二部)收载药品名称变更对照

本版药典名称

去氨加压素注射液

盐酸氮卓斯汀

盐酸氮卓斯汀片

盐酸氮卓斯汀鼻喷雾剂

诊断用碘^[131 I]化钠胶囊

2015 年版药典名称

醋酸去氨加压素注射液

盐酸氮卓斯汀

盐酸氮卓斯汀片

盐酸氮卓斯汀鼻喷雾剂

碘^[131 I]化钠胶囊

凡 例

总 则

一、《中华人民共和国药典》简称《中国药典》，依据《中华人民共和国药品管理法》组织制定和颁布实施。《中国药典》一经颁布实施，其所载同品种或相关内容的上版药典标准或原国家药品标准即停止使用。

《中国药典》由一部、二部、三部、四部及其增补本组成。一部收载中药，二部收载化学药品，三部收载生物制品及相关通用技术要求，四部收载通用技术要求和药用辅料。除特别注明版次外，《中国药典》均指现行版。

本部为《中国药典》二部。

二、《中国药典》主要由凡例、通用技术要求和品种正文构成。

凡例是为正确使用《中国药典》，对品种正文、通用技术要求以及药品质量检验和检定中有关共性问题的统一规定和基本要求。

通用技术要求包括《中国药典》收载的通则、指导原则以及生物制品通则和相关总论等。

《中国药典》各品种项下收载的内容为品种正文。

三、药品标准由品种正文及其引用的凡例、通用技术要求共同构成。

本版药典收载的凡例、通则/生物制品通则、总论的要求对未载入本版药典的其他药品标准具同等效力。

四、凡例和通用技术要求中采用“除另有规定外”这一用语，表示存在与凡例或通用技术要求有关规定不一致的情况时，则在品种正文中另作规定，并据此执行。

五、品种正文所设各项规定是针对符合《药品生产质量管理规范》(Good Manufacturing Practices, GMP)的产品而言。任何违反 GMP 或有未经批准添加物质所生产的药品，即使符合《中国药典》或按照《中国药典》未检出其添加物质或相关杂质，亦不能认为其符合规定。

六、《中国药典》的英文名称为 Pharmacopoeia of the People's Republic of China；英文简称为 Chinese Pharmacopoeia；英文缩写为 ChP。

通用技术要求

七、通则主要包括制剂通则、其他通则、通用检测方法。制剂通则系为按照药物剂型分类，针对剂型特点所规定的基本技术要求。通用检测方法系为各品种进行相同项目检验时所应采用的统一规定的设备、程序、方法及限度等。

指导原则系为规范药典执行，指导药品标准制定和修订，提高药品质量控制水平所规定的非强制性、推荐性技术要求。

生物制品通则是对生物制品生产和质量控制的基本要求，总论是对某一类生物制品生产和质量控制的相关技术要求。

品 种 正 文

八、品种正文系根据药物自身的理化与生物学特性，按照批准的处方来源、生产工艺、贮藏运输条件等所制定的、用以检测药品质量是否达到用药要求并衡量其质量是否稳定均一的技术规定。

九、品种正文内容根据品种和剂型的不同，按顺序可分别列有：(1)品名（包括中文名、汉语拼音与英文名）；(2)有机药物的结构式；(3)分子式与分子量；(4)来源或有机药物的化学名称；(5)含量或效价规定；(6)处方；(7)制法；(8)性状；(9)鉴别；(10)检查；(11)含量或效价测定；(12)类别；

(13)规格；(14)贮藏；(15)制剂；(16)标注；(17)杂质信息等。

原料药与制剂中已知杂质的名称与结构式等信息一般均在原料药正文中列出，相应制剂正文直接引用。复方制剂中活性成分相互作用产生的杂质，一般列在该品种正文项下。

十、品种正文中引用的药品系指本版药典收载的品种，其质量应符合相应的规定。

名称与编排

十一、品种正文收载的药品中文名称通常按照《中国药品通用名称》收载的名称及其命名原则命名，《中国药典》收载的药品中文名称均为法定名称；本部药典收载的原料药英文名除另有规定外，均采用国际非专利药名(International Nonproprietary Names, INN)。

有机药物的化学名称系根据中国化学会编撰的《有机化学命名原则》命名，母体的选定与国际纯粹与应用化学联合会(International Union of Pure and Applied Chemistry, IUPAC)的命名系统一致。

十二、药品化学结构式按照世界卫生组织(World Health Organization, WHO)推荐的“药品化学结构式书写指南”书写。

十三、品种正文按药品中文名称笔画顺序排列，同笔画数的字按起笔笔形一丨丿丶的顺序排列；单方制剂排在其原料药后面；放射性药品集中编排；索引按汉语拼音顺序排序的中文索引、英文名和中文名对照索引排列。

项目与要求

十四、制法项下主要记载药品的重要工艺要求和质量管理要求。

(1) 所有药品的生产工艺应经验证，并经国务院药品监督管理部门批准，生产过程均应符合《药品生产质量管理规范》的要求。

(2) 来源于动物组织提取的药品，其所用动物种属要明确，所用脏器均应来自经检疫的健康动物，涉及牛源的应取自无牛海绵状脑病地区的健康牛群；来源于人尿提取的药品，均应取自健康人群。上述药品均应有明确的病毒灭活工艺要求以及质量管理要求。

(3) 直接用于生产的菌种、毒种、来自人和动物的细胞、DNA重组工程菌及工程细胞，来源途径应经国务院药品监督管理部门批准并应符合国家有关的管理规范。

十五、性状项下记载药品的外观、臭、味、溶解度以及物理常数等。

(1) 外观性状是对药品的色泽和外表感观的规定，其中臭与味指药品本身所固有的，可供制剂开发时参考。

(2) 溶解度是药品的一种物理性质。各品种项下选用的部分溶剂及其在该溶剂中的溶解性能，可供精制或制备溶液时参考；对在特定溶剂中的溶解性能需作质量控制时，在该品种检查项下另作具体规定。药品的近似溶解度以下列名词术语表示：

极易溶解	系指溶质 1g(ml)能在溶剂不到 1ml 中溶解；
易溶	系指溶质 1g(ml)能在溶剂 1~不到 10ml 中溶解；
溶解	系指溶质 1g(ml)能在溶剂 10~不到 30ml 中溶解；
略溶	系指溶质 1g(ml)能在溶剂 30~不到 100ml 中溶解；
微溶	系指溶质 1g(ml)能在溶剂 100~不到 1000ml 中溶解；
极微溶解	系指溶质 1g(ml)能在溶剂 1000~不到 10 000ml 中溶解；
几乎不溶或不溶	系指溶质 1g (ml) 在溶剂 10 000ml 中不能完全溶解。

试验法：除另有规定外，称取研成细粉的供试品或量取液体供试品，于 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 一定容量的溶剂中，每隔 5 分钟强力振摇 30 秒钟；观察 30 分钟内的溶解情况，如无目视可见的溶质颗粒或液滴时，即视为完全溶解。

(3) 物理常数包括相对密度、馏程、熔点、凝点、比旋度、折光率、黏度、吸收系数、碘值、皂化值和酸值等；其测定结果不仅对药品具有鉴别意义，也可反映药品的纯度，是评价药品质量的主要指标之一。

十六、鉴别项下规定的试验方法，系根据反映该药品某些物理、化学或生物学等特性所进行的药物鉴别试验，不完全代表对该药品化学结构的确证。

十七、检查项下包括反映药品的安全性与有效性的试验方法和限度、均一性与纯度等制备工艺要求等内容；对于规定中的各种杂质检查项目，系指该药品在按既定工艺进行生产和正常贮藏过程中可能含有或产生并需要控制的杂质（如残留溶剂、有关物质等）；改变生产工艺时需另考虑增修订有关项目。

对于生产过程中引入的有机溶剂，应在后续的生产环节予以有效去除。除正文已明确列有“残留溶剂”检查的品种必须对生产过程中引入的有机溶剂依法进行该项检查外，其他未在“残留溶剂”项下明确列出的有机溶剂或未在正文中列有此项检查的各品种，如生产过程中引入或产品中残留有机溶剂，均应按通则“残留溶剂测定法”检查并应符合相应溶剂的限度规定。

采用色谱法检测有关物质时，杂质峰（或斑点）不包括溶剂、辅料或原料药的非活性部分等产生的色谱峰（或斑点）。必要时，可采用适宜的方法对上述非杂质峰（或斑点）进行确认。

处方中含有抑菌剂的注射剂和眼用制剂，应建立适宜的检测方法对抑菌剂的含量进行控制。正文已明确列有抑菌剂检查的品种必须依法对产品中使用的抑菌剂进行该项检查，并应符合相应的限度规定。

供直接分装成注射用无菌粉末的原料药，应按照注射剂项下相应的要求进行检查，并应符合规定。

各类制剂，除另有规定外，均应符合各制剂通则项下有关的各项规定。

十八、含量测定项下规定的试验方法，用于测定原料药及制剂中有效成分的含量，一般可采用化学、仪器或生物测定方法。

十九、类别系按药品的主要作用与主要用途或学科的归属划分，不排除在临床实践的基础上作其他类别药物使用。

二十、制剂的规格，系指每一支、片或其他每一个单位制剂中含有主药的重量（或效价）或含量（%）或装量。注射液项下，如为“1ml：10mg”，系指1ml中含有主药10mg；对于列有处方或标有浓度的制剂，也可同时规定装量规格。

二十一、贮藏项下的规定，系为避免污染和降解而对药品贮存与保管的基本要求，以下列名词术语表示：

遮光 系指用不透光的容器包装，例如棕色容器或适宜黑色材料包裹的无色透明、半透明容器；

避光 系指避免日光直射；

密闭 系指将容器密闭，以防止尘土及异物进入；

密封 系指将容器密封以防止风化、吸潮、挥发或异物进入；

熔封或严封 系指将容器熔封或用适宜的材料严封，以防止空气与水分的侵入并防止污染；

阴凉处 系指不超过20℃；

凉暗处 系指避光并不超过20℃；

冷处 系指2~10℃；

常温（室温）系指10~30℃。

除另有规定外，贮藏项下未规定贮藏温度的一般系指常温。

由于注射剂与眼用制剂等的包装容器均直接接触药品，可视为该制剂的组成部分，因而可写为“密闭保存”。

二十二、标注项下的规定，系指开展检定工作等所需的信息，应采取适宜的方式（如药品说明书等）注明。

二十三、制剂中使用的原料药和辅料，均应符合本版药典的规定；本版药典未收载者，必须制定符合药用要求的标准，并需经国务院药品监督管理部门批准。

同一原料药用于不同制剂（特别是给药途径不同的制剂）时，需根据临床用药要求制定相应的质量控制项目。

检验方法和限度

二十四、本版药典品种正文收载的所有品种，均应按规定的方法进行检验。采用药典规定的方法进行

检验时,应对方法的适用性进行确认。如采用其他方法,应进行方法学验证,并与规定的方法比对,根据试验结果选择使用,但应以本版药典规定的方法为准。

二十五、本版药典中规定的各种纯度和限度数值以及制剂的重(装)量差异,系包括上限和下限两个数值本身及中间数值。规定的这些数值不论是百分数还是绝对数字,其最后一位数字都是有效位。

试验结果在运算过程中,可比规定的有效数字多保留一位数,而后根据有效数字的修约规则进舍至规定有效位。计算所得的最后数值或测定读数值均可按修约规则进舍至规定的有效位,取此数值与标准中规定的限度数值比较,以判断是否符合规定的限度。

二十六、原料药的含量(%),除另有注明者外,均按重量计。如规定上限为100%以上时,系指用本版药典规定的分析方法测定时可能达到的数值,它为药典规定的限度或允许偏差,并非真实含有量;如未规定上限时,系指不超过101.0%。

制剂的含量限度范围,系根据主药含量的多少、测定方法误差、生产过程不可避免偏差和贮存期间可能产生降解的可接受程度而制定的,生产中应按标示量100%投料。如已知某一成分在生产或贮存期间含量会降低,生产时可适当增加投料量,以保证在有效期内含量能符合规定。

标准品与对照品

二十七、标准品与对照品系指用于鉴别、检查、含量或效价测定的标准物质。标准品系指用于生物检定或效价测定的标准物质,其特性量值一般按效价单位(或 μg)计,以国际标准物质进行标定;对照品系指采用理化方法进行鉴别、检查或含量测定时所用的标准物质,其特性量值一般按纯度(%)计。

标准品与对照品的建立或变更批号,应与国际标准物质或原批号标准品或对照品进行对比并经过协作标定,然后按照国家药品标准物质相应的工作程序进行技术审定,确认其质量能够满足既定用途后方可使用。

标准品与对照品均应附有使用说明书,一般应标明批号、特性量值、用途、使用方法、贮藏条件和装量等。

标准品与对照品均应按其标签或使用说明书所示的内容使用和贮藏。

计 量

二十八、试验用的计量仪器均应符合国务院质量技术监督部门的规定。

二十九、本版药典采用的计量单位

(1) 法定计量单位名称和单位符号如下:

长度	米(m)	分米(dm)	厘米(cm)	毫米(mm)	微米(μm)	纳米(nm)
体积	升(L)	毫升(ml)	微升(μl)			
质(重)量	千克(kg)	克(g)	毫克(mg)	微克(μg)	纳克(ng)	皮克(pg)
物质的量	摩尔(mol)	毫摩尔(mmol)				
压力	兆帕(MPa)	千帕(kPa)	帕(Pa)			
温度	摄氏度($^{\circ}\text{C}$)					
动力黏度	帕秒($\text{Pa}\cdot\text{s}$)	毫帕秒($\text{mPa}\cdot\text{s}$)				
运动黏度	平方米每秒(m^2/s)		平方毫米每秒(mm^2/s)			
波数	厘米的倒数(cm^{-1})					
密度	千克每立方米(kg/m^3)		克每立方厘米(g/cm^3)			
放射性活度	吉贝可(GBq)	兆贝可(MBq)	千贝可(kBq)	贝可(Bq)		

(2) 本版药典使用的滴定液和试液的浓度,以 mol/L (摩尔/升)表示者,其浓度要求精密标定的滴定液用“XXX 滴定液(YYY mol/L)”表示;作其他用途不需精密标定其浓度时,用“YYY mol/L XXX 溶液”表示,以示区别。

(3) 有关的温度描述,一般以下列名词术语表示:

水浴温度 除另有规定外,均指 98~100℃;
热水 系指 70~80℃;
微温或温水 系指 40~50℃;
室温(常温) 系指 10~30℃;
冷水 系指 2~10℃;
冰浴 系指约 0℃;
放冷 系指放冷至室温。

(4) 符号“%”表示百分比,系指重量的比例;但溶液的百分比,除另有规定外,系指溶液 100ml 中含有溶质若干克;乙醇的百分比,系指在 20℃时容量的比例。此外,根据需要可采用下列符号:

% (g/g) 表示溶液 100g 中含有溶质若干克;
% (ml/ml) 表示溶液 100ml 中含有溶质若干毫升;
% (ml/g) 表示溶液 100g 中含有溶质若干毫升;
% (g/ml) 表示溶液 100ml 中含有溶质若干克。

(5) 缩写“ppm”表示百万分比,系指重量或体积的比例。

(6) 缩写“ppb”表示十亿分比,系指重量或体积的比例。

(7) 液体的滴,系在 20℃时,以 1.0ml 水为 20 滴进行换算。

(8) 溶液后标示的“(1→10)”等符号,系指固体溶质 1.0g 或液体溶质 1.0ml 加溶剂使成 10ml 的溶液;未指明用何种溶剂时,均系指水溶液;两种或两种以上液体的混合物,名称间用半字线“-”隔开,其后括号内所示的“:”符号,系指各液体混合时的体积(重量)比例。

(9) 本版药典所用药筛,选用国家标准的 R40/3 系列,分等如下:

筛号	筛孔内径(平均值)	目号
一号筛	2000 μ m \pm 70 μ m	10 目
二号筛	850 μ m \pm 29 μ m	24 目
三号筛	355 μ m \pm 13 μ m	50 目
四号筛	250 μ m \pm 9.9 μ m	65 目
五号筛	180 μ m \pm 7.6 μ m	80 目
六号筛	150 μ m \pm 6.6 μ m	100 目
七号筛	125 μ m \pm 5.8 μ m	120 目
八号筛	90 μ m \pm 4.6 μ m	150 目
九号筛	75 μ m \pm 4.1 μ m	200 目

粉末分等如下:

最粗粉 指能全部通过一号筛,但混有能通过三号筛不超过 20% 的粉末;
粗粉 指能全部通过二号筛,但混有能通过四号筛不超过 40% 的粉末;
中粉 指能全部通过四号筛,但混有能通过五号筛不超过 60% 的粉末;
细粉 指能全部通过五号筛,并含能通过六号筛不少于 95% 的粉末;
最细粉 指能全部通过六号筛,并含能通过七号筛不少于 95% 的粉末;
极细粉 指能全部通过八号筛,并含能通过九号筛不少于 95% 的粉末。

(10) 乙醇未指明浓度时,均系指 95% (ml/ml) 的乙醇。

三十、计算分子量以及换算因子等使用的原子量均按最新国际原子量表推荐的原子量。

精 确 度

三十一、本版药典规定取样量的准确度和试验精密度。

(1) 试验中供试品与试药等“称重”或“量取”的量，均以阿拉伯数码表示，其精确度可根据数值的有效数位来确定，如称取“0.1g”，系指称取重量可为0.06~0.14g；称取“2g”，系指称取重量可为1.5~2.5g；称取“2.0g”，系指称取重量可为1.95~2.05g；称取“2.00g”，系指称取重量可为1.995~2.005g。

“精密称定”系指称取重量应准确至所取重量的千分之一；“称定”系指称取重量应准确至所取重量的百分之一；“精密量取”系指量取体积的准确度应符合国家标准中对该体积移液管的精密度要求；“量取”系指可用量筒或按照量取体积的有效数位选用量具。取用量为“约”若干时，系指取用量不得超过规定量的±10%。

(2) 恒重，除另有规定外，系指供试品连续两次干燥或炽灼后称重的差异在0.3mg以下的重量；干燥至恒重的第二次及以后各次称重均应在规定条件下继续干燥1小时后进行；炽灼至恒重的第二次称重应在继续炽灼30分钟后进行。

(3) 试验中规定“按干燥品(或无水物，或无溶剂)计算”时，除另有规定外，应取未经干燥(或未去水，或未去溶剂)的供试品进行试验，并将计算中的取用量按检查项下测得的干燥失重(或水分，或溶剂)扣除。

(4) 试验中的“空白试验”，系指在不加供试品或以等量溶剂替代供试液的情况下，按同法操作所得的结果；含量测定中的“并将滴定的结果用空白试验校正”，系指按供试品所耗滴定液的量(ml)与空白试验中所耗滴定液的量(ml)之差进行计算。

(5) 试验时的温度，未注明者，系指在室温下进行；温度高低对试验结果有显著影响者，除另有规定外，应以25℃±2℃为准。

试药、试液、指示剂

三十二、试验用的试药，除另有规定外，均应根据通则试药项下的规定，选用不同等级并符合国家标准或国务院有关行政主管部门规定的试剂标准。试液、缓冲液、指示剂与指示液、滴定液等，均应符合通则的规定或按照通则的规定制备。

三十三、试验用水，除另有规定外，均系指纯化水。酸碱度检查所用的水，均系指新沸并放冷至室温的水。

三十四、酸碱性试验时，如未指明用何种指示剂，均系指石蕊试纸。

动物试验

三十五、动物试验所使用的动物应为健康动物，其管理应按国务院有关行政主管部门颁布的规定执行。动物品系、年龄、性别、体重等应符合药品检定要求。

随着药品纯度的提高，凡是有准确的化学和物理方法或细胞学方法能取代动物试验进行药品质量检测的，应尽量采用，以减少动物试验。

说明书、包装与标签

三十六、药品说明书应符合《中华人民共和国药品管理法》及国务院药品监督管理部门对说明书的规定。

三十七、直接接触药品的包装材料和容器应符合国务院药品监督管理部门的有关规定，均应无毒、洁净，与内容药品应不发生化学反应，并不得影响内容药品的质量。

三十八、药品标签应符合《中华人民共和国药品管理法》及国务院药品监督管理部门对包装标签的规定，不同包装标签其内容应根据上述规定印制，并应尽可能多地包含药品信息。

三十九、麻醉药品、精神药品、医疗用毒性药品、放射性药品、外用药品和非处方药品的说明书和包装标签，必须印有规定的标识。

品 名 目 次

品种正文 第一部分

一 画 乙

乙胺吡嗪利福异烟片(Ⅱ)	3
乙胺利福异烟片	4
乙胺嘧啶	6
乙胺嘧啶片	6
乙琥胺	7
乙酰半胱氨酸	7
乙酰半胱氨酸颗粒	8
喷雾用乙酰半胱氨酸	8
乙酰谷酰胺	9
乙酰谷酰胺注射液	9
乙酰唑胺	10
乙酰唑胺片	11
乙酰胺注射液	11
乙酰螺旋霉素	12
乙酰螺旋霉素片	13
乙酰螺旋霉素胶囊	13
乙醇	14

二 画 二十丁七

二甲双胍格列本脲片(Ⅰ)	15
二甲双胍格列本脲片(Ⅱ)	17
二甲双胍格列本脲胶囊(Ⅰ)	18
二甲双胍格列本脲胶囊(Ⅱ)	20
二甲硅油	21
二甲硅油气雾剂	21
二甲硅油片	22
二甲磺酸阿米三嗪	22
二氟尼柳	23
二氟尼柳片	24
二氟尼柳胶囊	24
二盐酸奎宁	25
二盐酸奎宁注射液	26
二氧化碳	26
二羟丙茶碱	28

二羟丙茶碱片	28
二羟丙茶碱注射液	29
二硫化硒	29
二硫化硒洗剂	30
二巯丁二钠	30
注射用二巯丁二钠	31
二巯丁二酸	31
二巯丁二酸胶囊	31
二巯丙醇	32
二巯丙醇注射液	32
十一烯酸	32
十一烯酸锌	33
十一酸睾酮	33
十一酸睾酮软胶囊	34
十一酸睾酮注射液	34
丁溴东莨菪碱	35
丁溴东莨菪碱注射液	36
丁溴东莨菪碱胶囊	36
丁酸氢化可的松	37
丁酸氢化可的松乳膏	37
七氟烷	38
吸入用七氟烷	38

三 画

三千大口山门己马

三唑仑	39
三唑仑片	39
三硅酸镁	40
三磷酸腺苷二钠	41
干燥硫酸钙	42
大豆油(供注射用)	42
口服补液盐散(Ⅰ)	43
口服补液盐散(Ⅱ)	44
口服补液盐散(Ⅲ)	44
山梨醇	45
山梨醇注射液	46
门冬氨酸	46
门冬氨酸鸟氨酸	47
注射用门冬氨酸鸟氨酸	48

门冬酰胺	49
门冬酰胺片	50
门冬酰胺酶(埃希)	50
注射用门冬酰胺酶(埃希)	51
门冬酰胺酶(欧文)	52
注射用门冬酰胺酶(欧文)	53
己烯雌酚	53
己烯雌酚片	54
己烯雌酚注射液	54
己酮可可碱	55
己酮可可碱肠溶片	56
己酮可可碱注射液	56
己酮可可碱葡萄糖注射液	57
己酮可可碱氯化钠注射液	58
己酮可可碱缓释片	58
己酸羟孕酮	59
己酸羟孕酮注射液	60
马来酸曲美布汀	60
马来酸曲美布汀片	61
马来酸曲美布汀胶囊	62
马来酸伊索拉定	63
马来酸伊索拉定片	63
马来酸麦角新碱	64
马来酸麦角新碱注射液	65
马来酸依那普利	65
马来酸依那普利片	66
马来酸依那普利胶囊	67
马来酸咪达唑仑片	68
马来酸氟伏沙明	68
马来酸氟伏沙明片	70
马来酸氯苯那敏	70
马来酸氯苯那敏片	71
马来酸氯苯那敏注射液	72
马来酸氯苯那敏滴丸	72
马来酸噻吗洛尔	73
马来酸噻吗洛尔片	74
马来酸噻吗洛尔滴眼液	74

四 画

扎来普隆 比贝牛壬升乌六巴双水

扎来普隆	74
扎来普隆片	75
扎来普隆胶囊	76
木糖醇	77
木糖醇颗粒	78
五肽胃泌素	78
五肽胃泌素注射液	79
五氟利多	79
五氟利多片	80
厄贝沙坦	80
厄贝沙坦片	82
厄贝沙坦分散片	83
厄贝沙坦胶囊	83
比沙可啶	84
比沙可啶肠溶片	84
比沙可啶栓	85
贝诺酯	85
贝诺酯片	86
贝敏伪麻片	87
牛磺酸	88
牛磺酸片	88
牛磺酸胶囊	89
牛磺酸散	89
牛磺酸颗粒	89
牛磺酸滴眼液	90
壬苯醇醚	90
壬苯醇醚阴道片	91
壬苯醇醚栓	92
壬苯醇醚膜	92
升华硫	92
硫软膏	93
乌司他丁	93
乌司他丁溶液	93
注射用乌司他丁	95
乌拉地尔	95
乌拉地尔注射液	96
乌苯美司	97
乌苯美司片	98
乌苯美司胶囊	98
乌洛托品	99
六甲蜜胺	100
六甲蜜胺片	100
六甲蜜胺胶囊	101

巴柳氮钠	101
巴氯芬	102
巴氯芬片	103
双水杨酯	103
双水杨酯片	104
双环醇	104
双环醇片	105
双氢青蒿素	106
双氢青蒿素片	107
双氢青蒿素哌嗪片	108
双唑泰栓	110
双羟萘酸噻嘧啶	110
双羟萘酸噻嘧啶片	111
双羟萘酸噻嘧啶颗粒	111
双氯芬酸钠	112
双氯芬酸钠肠溶片	113
双氯芬酸钠肠溶胶囊	113
双氯芬酸钠栓	114
双氯芬酸钠搽剂	115
双氯芬酸钠滴眼液	115
双氯芬酸钾	116
双氯芬酸钾片	117
双氯芬酸钾胶囊	117
双氯非那胺	118
双氯非那胺片	119
双嘧达莫	119
双嘧达莫片	120
双嘧达莫注射液	120
双嘧达莫缓释胶囊	121
水合氯醛	121
水杨酸	122
水杨酸软膏	122
水杨酸二乙胺	123
水杨酸二乙胺乳膏	123
水杨酸镁	124
水杨酸镁片	124
水杨酸镁胶囊	124

五 画

去甘艾本可丙左右布戊扑卡 叶甲生白他兰头司尼加对矛丝

去乙酰毛花苷	125
去乙酰毛花苷注射液	126
去氢胆酸	126
去氢胆酸片	127
去氧氟尿苷	127

去氧氟尿苷片	128
去氧氟尿苷分散片	129
去氧氟尿苷胶囊	129
去羟肌苷	130
去羟肌苷肠溶胶囊	132
去羟肌苷咀嚼片	133
甘油	133
甘油栓	134
甘油果糖氯化钠注射液	135
甘油磷酸钠	135
甘油磷酸钠注射液	136
甘氨酸	136
甘氨酸双唑钠	137
注射用甘氨酸双唑钠	137
甘氨酸谷氨酰胺	138
甘氨酸	139
甘氨酸冲洗液	140
甘露醇	140
甘露醇注射液	141
艾司唑仑	142
艾司唑仑片	142
艾司唑仑注射液	143
艾司奥美拉唑钠	143
注射用艾司奥美拉唑钠	145
艾司奥美拉唑镁肠溶片	146
本苄醇	148
可待因桔梗片	149
丙戊酸钠	150
丙戊酸钠片	150
丙戊酸钠缓释片(I)	151
注射用丙戊酸钠	152
丙戊酸镁	152
丙戊酸镁片	153
丙谷胺	154
丙谷胺片	154
丙谷胺胶囊	155
丙泊酚	155
丙泊酚乳状注射液	157
丙氨酸谷氨酰胺	160
丙氨酸谷氨酰胺注射液	162
注射用丙氨酸谷氨酰胺	162
丙氨酸	163
丙硫异烟胺	164
丙硫异烟胺肠溶片	165
丙硫氧嘧啶	165
丙硫氧嘧啶片	166
丙硫氧嘧啶肠溶片	167
丙酸交沙霉素	168

丙酸交沙霉素颗粒	169	右旋糖酐 70 葡萄糖注射液	205	叶酸	232
丙酸倍氯米松	169	右旋糖酐 70 氯化钠注射液	205	叶酸片	233
丙酸倍氯米松吸入气雾剂	170	右旋糖酐铁	206	甲地高辛	234
丙酸倍氯米松吸入粉雾剂	170	右旋糖酐铁片	206	甲地高辛片	234
丙酸倍氯米松乳膏	171	右旋糖酐铁注射液	207	甲芬那酸	235
丙酸氟替卡松	171	布美他尼	208	甲芬那酸片	236
丙酸氯倍他索	174	布美他尼片	209	甲芬那酸胶囊	236
丙酸氯倍他索乳膏	174	布美他尼注射液	209	甲状腺粉	237
丙酸睾酮	175	布洛伪麻片	210	甲状腺片	237
丙酸睾酮注射液	175	布洛伪麻胶囊	210	甲苯咪唑	238
丙磺舒	176	布洛芬	211	甲苯咪唑片	239
丙磺舒片	177	布洛芬口服溶液	211	甲苯磺丁脲	239
左卡尼汀	177	布洛芬片	212	甲苯磺丁脲片	240
左甲状腺素钠	178	布洛芬胶囊	212	甲砒霉素	240
左甲状腺素钠片	179	布洛芬混悬滴剂	213	甲砒霉素肠溶片	241
左炔诺孕酮	180	布洛芬缓释胶囊	213	甲砒霉素胶囊	242
左炔诺孕酮片	181	布洛芬糖浆	214	甲钴胺	243
左炔诺孕酮炔雌醇(三相)片	181	戊四硝酯粉	214	甲钴胺片	243
左炔诺孕酮炔雌醚片	182	戊四硝酯片	215	甲钴胺注射液	244
左氧氟沙星	183	戊酸雌二醇	215	甲钴胺胶囊	245
左氧氟沙星片	185	戊酸雌二醇注射液	216	甲氧苄啶	245
左氧氟沙星滴眼液	185	扑米酮	216	甲氧苄啶片	246
左旋多巴	186	扑米酮片	217	甲氧苄啶注射液	246
左旋多巴片	187	卡马西平	217	甲氧氯普胺	247
左旋多巴胶囊	187	卡马西平片	218	甲氧氯普胺片	247
左羟丙哌嗪	188	卡马西平胶囊	219	盐酸甲氧氯普胺注射液	248
左羟丙哌嗪片	189	卡比马唑	219	甲氨蝶呤	249
左羟丙哌嗪胶囊	190	卡比马唑片	220	甲氨蝶呤片	250
左奥硝唑	191	卡比多巴	220	注射用甲氨蝶呤	250
左奥硝唑氯化钠注射液	192	卡比多巴片	221	甲基多巴	251
石杉碱甲	193	卡巴胆碱	221	甲基多巴片	251
石杉碱甲片	194	卡巴胆碱注射液	222	甲酚	252
石杉碱甲注射液	194	卡托普利	222	甲酚皂溶液	252
石杉碱甲胶囊	195	卡托普利片	223	甲硝唑	253
右布洛芬	195	卡前列甲酯	224	甲硝唑片	254
右布洛芬胶囊	196	卡前列甲酯栓	224	甲硝唑阴道泡腾片	255
右佐匹克隆	197	卡莫司汀	224	甲硝唑注射液	255
右佐匹克隆片	198	卡莫司汀注射液	225	甲硝唑栓	256
右酮洛芬氨丁三醇	199	卡莫氟	225	甲硝唑胶囊	256
右酮洛芬氨丁三醇胶囊	201	卡莫氟片	226	甲硝唑葡萄糖注射液	256
右旋糖酐 20	201	卡铂	226	甲硝唑氯化钠注射液	257
右旋糖酐 20 葡萄糖注射液	202	卡铂注射液	227	甲硝唑凝胶	258
右旋糖酐 20 氯化钠注射液	203	卡培他滨	228	甲硫氨酸	259
右旋糖酐 40	203	卡培他滨片	229	甲硫氨酸片	260
右旋糖酐 40 葡萄糖注射液	204	卡维地洛	230	甲硫酸新斯的明	260
右旋糖酐 40 氯化钠注射液	204	卡维地洛片	230	甲硫酸新斯的明注射液	261
右旋糖酐 70	204	卡维地洛胶囊	231	甲紫	261

甲紫溶液	262	注射用头孢地嗪钠	303	头孢羟氨苄	350
甲巯咪唑	262	头孢西丁钠	304	头孢羟氨苄片	351
甲巯咪唑片	263	注射用头孢西丁钠	305	头孢羟氨苄胶囊	352
甲巯咪唑肠溶片	263	头孢曲松钠	305	头孢羟氨苄颗粒	352
甲萘酮	264	注射用头孢曲松钠	307	头孢替唑钠	353
甲萘酮片	264	头孢米诺钠	307	注射用头孢替唑钠	354
甲醛溶液	265	注射用头孢米诺钠	309	头孢硫脒	355
甲磺酸多沙唑嗪	265	头孢克肟	310	注射用头孢硫脒	356
甲磺酸多沙唑嗪片	266	头孢克肟片	311	头孢噻吩钠	357
甲磺酸多沙唑嗪胶囊	267	头孢克肟胶囊	312	注射用头孢噻吩钠	359
甲磺酸加贝酯	268	头孢克肟颗粒	313	头孢噻肟钠	360
注射用甲磺酸加贝酯	269	头孢克洛	313	注射用头孢噻肟钠	362
甲磺酸培氟沙星	269	头孢克洛干混悬剂	315	司可巴比妥钠	362
甲磺酸培氟沙星片	270	头孢克洛片	315	司可巴比妥钠胶囊	363
甲磺酸培氟沙星注射液	271	头孢克洛胶囊	316	司他夫定	363
甲磺酸培氟沙星胶囊	271	头孢克洛颗粒	316	司他夫定胶囊	365
甲磺酸酚妥拉明	272	头孢呋辛钠	317	司坦唑醇	366
甲磺酸酚妥拉明片	273	注射用头孢呋辛钠	319	司坦唑醇片	366
甲磺酸酚妥拉明注射液	274	头孢呋辛酯	319	司帕沙星	367
甲磺酸酚妥拉明胶囊	274	头孢呋辛酯片	320	司帕沙星片	368
注射用甲磺酸酚妥拉明	275	头孢呋辛酯胶囊	321	司帕沙星胶囊	369
甲磺酸瑞波西汀	275	头孢孟多酯钠	322	司莫司汀	370
甲磺酸瑞波西汀片	277	注射用头孢孟多酯钠	323	司莫司汀胶囊	370
甲磺酸瑞波西汀胶囊	278	头孢拉定	324	尼可刹米	370
生长抑素	278	头孢拉定干混悬剂	326	尼可刹米注射液	371
注射用生长抑素	279	头孢拉定片	327	尼尔雌醇	371
白消安	280	头孢拉定胶囊	327	尼尔雌醇片	372
白消安片	280	头孢拉定颗粒	328	尼美舒利	372
他扎罗汀	281	注射用头孢拉定	328	尼美舒利片	373
他扎罗汀凝胶	281	头孢泊肟酯	330	尼莫地平	374
他唑巴坦	282	头孢泊肟酯干混悬剂	334	尼莫地平片	375
兰索拉唑	283	头孢泊肟酯片	335	尼莫地平分散片	376
兰索拉唑肠溶片	283	头孢泊肟酯胶囊	335	尼莫地平软胶囊	377
兰索拉唑肠溶胶囊	284	头孢哌酮	336	尼莫地平注射液	377
注射用兰索拉唑	286	头孢哌酮钠	337	尼莫地平胶囊	378
头孢丙烯	286	注射用头孢哌酮钠	339	尼索地平	379
头孢丙烯干混悬剂	288	头孢美唑钠	340	尼索地平片	380
头孢丙烯片	289	注射用头孢美唑钠	342	尼索地平胶囊	380
头孢丙烯胶囊	289	头孢唑肟钠	342	尼群地平	381
头孢丙烯颗粒	290	注射用头孢唑肟钠	344	尼群地平片	382
头孢他啶	291	头孢唑林钠	344	尼群地平软胶囊	383
注射用头孢他啶	293	注射用头孢唑林钠	346	加巴喷丁	383
头孢尼西钠	294	头孢氨苄	347	加巴喷丁片	384
注射用头孢尼西钠	296	头孢氨苄干混悬剂	348	加巴喷丁胶囊	385
头孢地尼	297	头孢氨苄片	348	对乙酰氨基酚	386
头孢地尼胶囊	301	头孢氨苄胶囊	349	对乙酰氨基酚片	387
头孢地嗪钠	302	头孢氨苄颗粒	349	对乙酰氨基酚咀嚼片	387

对乙酰氨基酚泡腾片	388	亚甲蓝	418	吗替麦考酚酯片	452
对乙酰氨基酚注射液	388	亚甲蓝注射液	418	吗替麦考酚酯分散片	452
对乙酰氨基酚栓	389	亚硝酸钠	419	吗替麦考酚酯胶囊	453
对乙酰氨基酚胶囊	389	亚硫酸氢钠甲萘醌	419	吗氯贝胺	454
对乙酰氨基酚颗粒	390	亚硫酸氢钠甲萘醌注射液	420	吗氯贝胺片	455
对乙酰氨基酚滴剂	390	西尼地平	420	吗氯贝胺胶囊	455
对乙酰氨基酚凝胶	391	西尼地平片	421	钆贝葡胺注射液	456
对氨基水杨酸钠	391	西尼地平胶囊	422	钆喷酸葡胺注射液	457
对氨基水杨酸钠肠溶片	392	西地碘含片	423	伏立康唑	458
注射用对氨基水杨酸钠	393	西吡氯铵	423	伏立康唑片	460
矛头蝮蛇血凝酶	394	西吡氯铵含漱液	424	伏立康唑胶囊	460
注射用矛头蝮蛇血凝酶	396	西咪替丁	425	伏格列波糖	461
丝氨酸	396	西咪替丁片	426	伏格列波糖片	462
丝裂霉素	397	西咪替丁注射液	426	伏格列波糖胶囊	463
注射用丝裂霉素	398	西咪替丁胶囊	427	华法林钠	464
		西咪替丁氯化钠注射液	427	华法林钠片	465
		西洛他唑	428	伊曲康唑	466
		西洛他唑片	429	伊曲康唑胶囊	467
		西洛他唑胶囊	430	肌苷	468
		灰黄霉素	431	肌苷口服溶液	469
		灰黄霉素片	432	肌苷片	469
		达那唑	433	肌苷注射液	470
		达那唑胶囊	433	肌苷胶囊	470
		托西酸舒他西林	434	肌苷葡萄糖注射液	470
		托西酸舒他西林片	435	肌苷氯化钠注射液	471
		托西酸舒他西林胶囊	436	注射用肌苷	472
		托西酸舒他西林颗粒	436	多索茶碱	472
		托吡卡胺	437	多索茶碱片	473
		托吡卡胺滴眼液	438	多索茶碱注射液	474
		托拉塞米	438	多索茶碱胶囊	475
		托拉塞米片	439	多烯酸乙酯	476
		托拉塞米胶囊	440	多烯酸乙酯软胶囊	476
		注射用托拉塞米	441	多潘立酮	477
		过氧苯甲酰	441	多潘立酮片	478
		过氧苯甲酰乳膏	442	色甘酸钠	479
		过氧苯甲酰凝胶	442	色甘酸钠滴眼液	479
		曲尼司特	443	色氨酸	479
		曲尼司特片	444	冰醋酸	480
		曲尼司特胶囊	444	齐多夫定	481
		曲安西龙	445	齐多夫定片	483
		曲安西龙片	445	齐多夫定注射液	483
		曲安奈德	446	齐多夫定胶囊	484
		曲安奈德注射液	447	齐多拉米双夫定片	485
		曲安奈德益康唑乳膏	447	交沙霉素	487
		曲克芦丁	448	交沙霉素片	490
		曲克芦丁片	449	米力农	491
		吗替麦考酚酯	450	米力农注射液	492
六 画					
吉地亚西灰达托过曲吗钆伏					
华伊肌多色冰齐交米安那异红					
吉他霉素	399				
吉他霉素片	400				
吉非罗齐	400				
吉非罗齐胶囊	401				
地西洋	402				
地西洋片	402				
地西洋注射液	403				
地红霉素	404				
地红霉素肠溶片	405				
地红霉素肠溶胶囊	406				
地高辛	407				
地高辛口服溶液	407				
地高辛片	408				
地高辛注射液	409				
地奥司明	409				
地奥司明片	410				
地蒽酚	411				
地蒽酚软膏	411				
地塞米松	412				
地塞米松片	412				
地塞米松磷酸钠	413				
地塞米松磷酸钠注射液	414				
地塞米松磷酸钠滴眼液	415				
亚叶酸钙	415				
亚叶酸钙片	416				
亚叶酸钙注射液	417				
亚叶酸钙胶囊	417				

米非司酮	493
米非司酮片	494
米诺地尔	494
米诺地尔片	495
米氮平	496
米氮平片	496
安钠咖注射液	497
那可丁	497
那可丁片	498
那他霉素	498
那他霉素滴眼液	499
那格列奈	500
那格列奈片	501
那格列奈胶囊	502
异戊巴比妥	503
异戊巴比妥片	503
异戊巴比妥钠	504
注射用异戊巴比妥钠	504
异卡波肼	505
异卡波肼片	505
异环磷酰胺	506
注射用异环磷酰胺	507
异氟烷	508
异亮氨酸	509
异烟肼	510
异烟肼片	510
注射用异烟肼	511
异烟胺	512
异烟胺片	512
异维 A 酸	512
异维 A 酸软胶囊	513
异维 A 酸凝胶	513
异福片	514
异福胶囊	515
异福酰胺片	517
异福酰胺胶囊	518
红霉素	520
红霉素肠溶片	522
红霉素肠溶胶囊	523
红霉素软膏	524
红霉素眼膏	524

七 画

麦坎芬苕克苏劳杆更两抑

来呋吡刚别利佐谷妥肝

辛间沙泛尿阿纯

麦白霉素	524
麦白霉素片	525
麦白霉素胶囊	525
坎地沙坦酯	526
坎地沙坦酯片	528
芬布芬	529
芬布芬片	530
芬布芬胶囊	530
苕达赖氨酸	531
苕达赖氨酸滴眼液	532
苕星青霉素	533
注射用苕星青霉素	534
苕氟噻嗪	534
苕氟噻嗪片	535
克拉维酸钾	535
阿莫西林克拉维酸钾干混悬剂	537
阿莫西林克拉维酸钾片	538
阿莫西林克拉维酸钾分散片	539
阿莫西林克拉维酸钾颗粒	541
注射用阿莫西林钠克拉维酸钾	542
克拉霉素	543
克拉霉素片	544
克拉霉素胶囊	544
克拉霉素颗粒	545
克林霉素磷酸酯	545
克林霉素磷酸酯外用溶液	547
克林霉素磷酸酯注射液	548
克林霉素磷酸酯栓	548
克罗米通	549
克罗米通乳膏	550
克霉唑	550
克霉唑口腔药膜	551
克霉唑阴道片	552
克霉唑阴道膨胀栓	553
克霉唑乳膏	553
克霉唑药膜	554
克霉唑栓	555
克霉唑喷雾剂	555
克霉唑溶液	556

克霉唑倍他米松乳膏	556
苏氨酸	557
劳拉西泮	558
劳拉西泮片	559
杆菌肽	560
杆菌肽软膏	560
杆菌肽眼膏	560
更昔洛韦	561
更昔洛韦胶囊	561
更昔洛韦氯化钠注射液	562
注射用更昔洛韦	563
两性霉素 B	563
注射用两性霉素 B	565
抑肽酶	566
注射用抑肽酶	568
来曲唑	568
来曲唑片	569
来氟米特	570
来氟米特片	571
呋喃妥因	572
呋喃妥因肠溶片	573
呋喃唑酮	573
呋喃唑酮片	574
呋塞米	575
呋塞米片	576
呋塞米注射液	576
吡拉西坦	576
吡拉西坦口服溶液	577
吡拉西坦片	577
吡拉西坦注射液	578
吡拉西坦胶囊	578
吡拉西坦氯化钠注射液	578
注射用吡拉西坦	579
吡罗昔康	579
吡罗昔康片	580
吡罗昔康肠溶片	581
吡罗昔康软膏	581
吡罗昔康注射液	582
吡罗昔康胶囊	582
吡罗昔康凝胶	583
吡啶酸	583
吡啶酸片	584
吡啶酸胶囊	584
吡啶酮	585
吡啶酮片	586
吡嗪酰胺	586
吡嗪酰胺片	587

吡嗪酰胺胶囊	587	利福昔明干混悬剂	616	尿素	652
吡达帕胺	588	利福昔明片	616	尿素软膏	652
吡达帕胺片	589	利福昔明胶囊	617	尿素乳膏	653
吡达帕胺胶囊	589	佐匹克隆	618	尿激酶	653
吡咪美辛	590	佐匹克隆片	619	注射用尿激酶	654
吡咪美辛片	591	佐匹克隆胶囊	620	阿片	655
吡咪美辛肠溶片	592	佐米曲普坦	620	阿片粉	655
吡咪美辛乳膏	592	佐米曲普坦片	622	阿片片	656
吡咪美辛贴片	593	佐米曲普坦分散片	623	阿片酊	656
吡咪美辛栓	593	谷丙甘氨酸胶囊	623	阿桔片	657
吡咪美辛胶囊	594	谷氨酰胺	624	阿仑膦酸钠	657
吡咪美辛搽剂	594	谷氨酰胺胶囊	625	阿仑膦酸钠片	658
吡咪美辛缓释片	594	谷氨酰胺颗粒	626	阿仑膦酸钠肠溶片	659
吡咪美辛缓释胶囊	595	谷氨酸	626	阿卡波糖	660
吡咪洛尔	596	谷氨酸片	627	阿卡波糖片	661
吡咪菁绿	596	谷氨酸钠	628	阿卡波糖胶囊	662
注射用吡咪菁绿	597	谷氨酸钠注射液	628	阿立哌唑	662
别嘌醇	598	谷氨酸钾注射液	629	阿立哌唑口崩片	663
别嘌醇片	598	谷胱甘肽片	629	阿立哌唑片	664
利巴韦林	599	妥布霉素	630	阿立哌唑胶囊	665
利巴韦林口服溶液	600	妥布霉素滴眼液	631	阿司匹林	666
利巴韦林片	600	妥布霉素地塞米松滴眼液	632	阿司匹林片	666
利巴韦林分散片	600	妥布霉素地塞米松眼膏	633	阿司匹林肠溶片	667
利巴韦林含片	600	硫酸妥布霉素注射液	634	阿司匹林肠溶胶囊	668
利巴韦林注射液	601	肝素钙	634	阿司匹林泡腾片	669
利巴韦林胶囊	601	肝素钙注射液	636	阿司匹林栓	669
利巴韦林颗粒	601	肝素钠	637	阿托伐他汀钙	670
利巴韦林滴眼液	602	肝素钠乳膏	638	阿米卡星	673
利巴韦林滴鼻液	602	肝素钠注射液	639	阿利沙坦酯	675
利巴韦林葡萄糖注射液	602	辛伐他汀	639	阿利沙坦酯片	677
利巴韦林氯化钠注射液	603	辛伐他汀片	640	阿昔洛韦	678
注射用利巴韦林	603	辛伐他汀胶囊	641	阿昔洛韦片	679
利血平	604	间苯二酚	642	阿昔洛韦咀嚼片	679
利血平片	604	沙丁胺醇	642	阿昔洛韦乳膏	680
利血平注射液	605	沙丁胺醇吸入气雾剂	643	阿昔洛韦胶囊	680
利培酮	606	沙利度胺	644	阿昔洛韦葡萄糖注射液	681
利培酮口服溶液	607	沙利度胺片	645	阿昔洛韦滴眼液	682
利培酮口崩片	607	泛昔洛韦	646	阿昔洛韦颗粒	683
利培酮片	608	泛昔洛韦片	647	注射用阿昔洛韦	683
利培酮胶囊	609	泛昔洛韦胶囊	647	阿昔莫司	684
利鲁唑	609	泛酸钙	648	阿昔莫司胶囊	685
利鲁唑片	610	泛酸钙片	648	阿那曲唑	685
利福平	611	泛影酸	649	阿那曲唑片	686
利福平片	612	泛影葡胺注射液	650	阿苯达唑	687
利福平胶囊	613	泛影酸钠注射液	650	阿苯达唑片	688
注射用利福平	614	尿促性素	651	阿苯达唑胶囊	688
利福昔明	614	注射用尿促性素	652	阿苯达唑颗粒	689

阿奇霉素	689	环磷酰胺片	722	苯唑西林钠胶囊	757
阿奇霉素干混悬剂	692	注射用环磷酰胺	722	注射用苯唑西林钠	758
阿奇霉素片	692	环磷腺苷	723	苯酚	758
阿奇霉素胶囊	693	注射用环磷腺苷	724	苯溴马隆	759
阿奇霉素颗粒	694	青蒿素	724	苯溴马隆片	760
注射用阿奇霉素	694	青蒿素哌喹片	725	苯溴马隆胶囊	761
阿法骨化醇	695	青蒿琥酯	727	苯磺顺阿曲库铵	761
阿法骨化醇片	696	青蒿琥酯片	728	注射用苯磺顺阿曲库铵	763
阿法骨化醇软胶囊	696	注射用青蒿琥酯	729	苯磺酸左氨氯地平	763
阿洛西林钠	697	青霉素 V 钾	730	苯磺酸左氨氯地平片	765
注射用阿洛西林钠	698	青霉素 V 钾片	731	苯磺酸氨氯地平	766
阿莫西林	699	青霉素 V 钾胶囊	731	苯磺酸氨氯地平片	768
阿莫西林干混悬剂	700	青霉素钠	732	苯磺酸氨氯地平胶囊	769
阿莫西林片	701	注射用青霉素钠	735	苯噻啉	769
阿莫西林胶囊	701	青霉素钾	736	苯噻啉片	770
阿莫西林颗粒	702	注射用青霉素钾	737	林旦	770
阿莫西林钠	702	青霉素	738	林旦乳膏	771
注射用阿莫西林钠	704	青霉素片	739	拉西地平	771
阿维 A	704	苯丁酸氮芥	739	拉西地平片	773
阿维 A 胶囊	705	苯丁酸氮芥纸型片	739	拉米夫定	774
阿替洛尔	706	苯扎贝特	740	拉米夫定片	776
阿替洛尔片	706	苯扎贝特片	741	拉氧头孢钠	777
阿普唑仑	707	苯扎贝特胶囊	741	注射用拉氧头孢钠	779
阿普唑仑片	708	苯扎氯铵	742	奈韦拉平	779
阿德福韦酯	708	苯扎氯铵溶液	743	奈韦拉平片	781
阿德福韦酯片	710	苯扎溴铵	743	奋乃静	781
阿德福韦酯胶囊	710	苯扎溴铵溶液	743	奋乃静片	782
阿魏酸哌嗪	711	苯巴比妥	744	奋乃静注射液	783
阿魏酸哌嗪片	712	苯巴比妥片	744	软皂	783
阿魏酸钠	712	苯巴比妥钠	745	非那雄胺	784
阿魏酸钠片	713	注射用苯巴比妥钠	746	非那雄胺片	785
注射用阿魏酸钠	713	苯丙氨酸	746	非那雄胺胶囊	786
纯化水	714	苯丙氨酸诺龙	747	非洛地平	786
		苯丙氨酸诺龙注射液	747	非洛地平片	787
		苯丙醇	748	非诺贝特	788
		苯丙醇软胶囊	748	非诺贝特片	789
		苯甲酸	749	非诺贝特胶囊	790
		苯甲酸利扎曲普坦	749	非诺洛芬钙	791
		苯甲酸雌二醇	750	非诺洛芬钙片	791
		苯甲酸雌二醇注射液	751	帕司烟肼	791
		苯甲醇	752	帕米膦酸二钠	792
		苯佐卡因	752	帕米膦酸二钠注射液	793
		苯妥英钠	753	肾上腺素	793
		苯妥英钠片	754	盐酸肾上腺素注射液	794
		注射用苯妥英钠	754	果糖	795
		苯唑西林钠	755	明胶	796
		苯唑西林钠片	756	吸收性明胶海绵	796

八 画

环青苯林拉奈奋软非帕肾果明咖
罗垂依乳鱼放炔单法注泮泼组细

咖啡因	797	乳果糖口服溶液	829	泮托拉唑钠	859
罗红霉素	797	乳糖生	830	泮托拉唑钠肠溶胶囊	860
罗红霉素干混悬剂	799	乳糖生片	831	注射用泮托拉唑钠	861
罗红霉素片	799	乳酸	831	泼尼松	861
罗红霉素胶囊	800	乳酸依沙吡啶	831	泼尼松龙	862
罗红霉素颗粒	801	乳酸依沙吡啶注射液	832	泼尼松龙片	863
罗库溴铵	802	乳酸依沙吡啶溶液	833	组氨酸	863
罗库溴铵注射液	803	乳酸钙	833	细胞色素 C 溶液	864
罗通定	804	乳酸钙片	834	细胞色素 C 注射液	865
罗通定片	805	乳酸钠溶液	834	注射用细胞色素 C	865
硫酸罗通定注射液	805	乳酸钠注射液	835		
垂体后叶粉	805	乳酸钠林格注射液	835		
垂体后叶注射液	806	乳糖酸红霉素	836		
依巴斯汀	807	注射用乳糖酸红霉素	837		
依巴斯汀片	808	鱼石脂	838		
依他尼酸	809	鱼石脂软膏	838		
依他尼酸片	810	鱼肝油酸钠注射液	839		
依他尼酸钠	810	放线菌素 D	839		
注射用依他尼酸钠	810	注射用放线菌素 D	841		
依地酸钙钠	811	炔孕酮	841		
依地酸钙钠注射液	812	炔孕酮片	842		
依托红霉素	812	炔诺孕酮	842		
依托红霉素片	813	炔诺孕酮炔雌醚片	843		
依托红霉素胶囊	813	炔诺酮	843		
依托红霉素颗粒	814	炔诺酮片	844		
依托泊苷	814	炔诺酮滴丸	844		
依托泊苷软胶囊	815	炔雌醇	845		
依托泊苷注射液	815	炔雌醇片	845		
依托咪酯	816	炔雌醚	846		
依托咪酯注射液	817	单硝酸异山梨酯	846		
依托度酸	818	单硝酸异山梨酯片	847		
依托度酸片	819	单硝酸异山梨酯注射液	848		
依西美坦	820	单硝酸异山梨酯胶囊	848		
依西美坦片	821	单硝酸异山梨酯缓释片	849		
依西美坦胶囊	821	单硝酸异山梨酯葡萄糖注射液	850		
依达拉奉	822	单硝酸异山梨酯氯化钠注射液	850		
依达拉奉注射液	823	法罗培南钠	851		
依诺沙星	823	法莫替丁	853		
依诺沙星片	824	法莫替丁片	854		
依诺沙星乳膏	825	法莫替丁注射液	854		
依诺沙星胶囊	825	法莫替丁胶囊	855		
依诺沙星滴眼液	826	法莫替丁颗粒	856		
依替磷酸二钠	826	注射用法莫替丁	856		
依替磷酸二钠片	827	注射用水	857		
依普黄酮	827	灭菌注射用水	857		
依普黄酮片	828	注射用维库溴铵	857		
乳果糖浓溶液	829	注射用硫喷妥钠	858		
				九 画	
				玻草苜茶茛药枸柳胃哌哈咪	
				氟氢秋重复顺胆胞亮度美	
				前洛浓癸绒	
				玻璃酸酶	865
				注射用玻璃酸酶	866
				草乌甲素	867
				草乌甲素口服溶液	867
				草乌甲素片	868
				草酸艾司西酞普兰	868
				草酸艾司西酞普兰片	870
				茴拉西坦	871
				茴拉西坦胶囊	872
				茶苯海明	872
				茶苯海明片	873
				茶碱	874
				茶碱缓释片	874
				茶碱缓释胶囊	875
				荧光素钠	876
				荧光素钠注射液	877
				药用炭	877
				药用炭片	878
				药用炭胶囊	878
				枸橼酸乙胺嗪	878
				枸橼酸乙胺嗪片	879
				枸橼酸他莫昔芬	879
				枸橼酸他莫昔芬片	880
				枸橼酸托瑞米芬	881
				枸橼酸托瑞米芬片	881
				枸橼酸芬太尼	882
				枸橼酸芬太尼注射液	883
				枸橼酸坦度螺酮	883
				枸橼酸坦度螺酮胶囊	885
				枸橼酸哌嗪	885
				枸橼酸哌嗪片	888

枸橼酸哌嗪糖浆	886	氟马西尼	912	氢溴酸右美沙芬缓释片	943
枸橼酸钠	886	氟马西尼注射液	912	氢溴酸右美沙芬颗粒	944
抗凝血用枸橼酸钠溶液	887	氟比洛芬	913	注射用氢溴酸右美沙芬	944
输血用枸橼酸钠注射液	887	氟他胺	914	氢溴酸东莨菪碱	945
枸橼酸钙	888	氟他胺片	915	氢溴酸东莨菪碱片	946
枸橼酸钙片	888	氟尿苷	915	氢溴酸东莨菪碱注射液	946
枸橼酸钾	889	氟尿嘧啶	916	氢溴酸加兰他敏	947
枸橼酸钾颗粒	889	氟尿嘧啶乳膏	917	氢溴酸加兰他敏片	948
枸橼酸铋钾	890	氟尿嘧啶注射液	917	氢溴酸加兰他敏注射液	948
枸橼酸铋钾片	890	氟罗沙星	918	氢溴酸西酞普兰	949
枸橼酸铋钾胶囊	890	氟罗沙星片	919	氢溴酸西酞普兰片	950
枸橼酸铋钾颗粒	891	氟罗沙星胶囊	919	氢溴酸后马托品	950
枸橼酸铋雷尼替丁	891	氟哌利多	920	氢溴酸烯丙吗啡	951
枸橼酸铋雷尼替丁片	892	氟哌利多注射液	920	氢溴酸烯丙吗啡注射液	951
枸橼酸铋雷尼替丁胶囊	893	氟哌啶醇	921	秋水仙碱	952
枸橼酸喷托维林	893	氟哌啶醇片	922	秋水仙碱片	953
枸橼酸喷托维林片	894	氟哌啶醇注射液	922	重质碳酸镁	953
枸橼酸喷托维林滴丸	895	氟胞嘧啶	923	重酒石酸去甲肾上腺素	954
枸橼酸锌	895	氟胞嘧啶片	923	重酒石酸去甲肾上腺素注射液	955
枸橼酸锌片	895	氟胞嘧啶注射液	924	重酒石酸间羟胺	956
枸橼酸氯米芬	896	氟康唑	925	重酒石酸间羟胺注射液	956
枸橼酸氯米芬片	896	氟康唑片	926	复方十一烯酸锌软膏	957
枸橼酸氯米芬胶囊	897	氟康唑注射液	926	复方己酸羟孕酮注射液	957
枸橼酸舒芬太尼	897	氟康唑胶囊	927	复方门冬维甘滴眼液	958
枸橼酸舒芬太尼注射液	898	氟康唑氯化钠注射液	927	复方甘草口服溶液	959
柳氮磺吡啶	899	氟烷	928	复方甘草片	960
柳氮磺吡啶肠溶片	900	氟氯西林钠	929	复方左炔诺孕酮片	961
柳氮磺吡啶栓	901	氟氯西林钠胶囊	930	复方左炔诺孕酮滴丸	962
胃蛋白酶	901	注射用氟氯西林钠	931	复方卡比多巴片	962
胃蛋白酶片	902	氢化可的松	931	复方卡托普利片	963
胃蛋白酶颗粒	902	氢化可的松片	932	复方甲苯咪唑片	964
含糖胃蛋白酶	902	氢化可的松乳膏	932	复方地芬诺酯片	965
哌库溴铵	902	氢化可的松注射液	933	复方克霉唑乳膏	966
注射用哌库溴铵	903	氢化可的松琥珀酸钠	933	复方呋塞米片	967
哌拉西林	904	注射用氢化可的松琥珀酸钠	934	复方利血平片	968
哌拉西林钠	905	氢氧化铝	935	复方利血平氨苯蝶啶片	969
注射用哌拉西林钠	906	氢氧化铝片	935	复方泛影葡胺注射液	970
注射用哌拉西林钠他唑巴坦钠	907	氢氧化铝凝胶	936	复方乳酸钠葡萄糖注射液	971
巴坦钠	907	氢氯噻嗪	936	复方炔诺孕酮片	972
哈西奈德	908	氢氯噻嗪片	937	复方炔诺孕酮滴丸	972
哈西奈德软膏	909	氢溴酸山莨菪碱	938	复方炔诺酮片	973
哈西奈德乳膏	909	氢溴酸山莨菪碱片	939	复方炔诺酮膜	974
哈西奈德涂膜	909	氢溴酸山莨菪碱注射液	939	复方庚酸炔诺酮注射液	974
哈西奈德溶液	910	氢溴酸右美沙芬	939	复方氢氧化铝片	974
咪达唑仑	910	氢溴酸右美沙芬口服溶液	941	复方盐酸阿米洛利片	975
咪达唑仑注射液	911	氢溴酸右美沙芬片	942	复方莪术油栓	976
咪康唑氯倍他索乳膏	911	氢溴酸右美沙芬胶囊	942	复方氨基酸(15)双肽(2)注射液	977

[illegible]

盐酸左旋咪唑	1078	盐酸托烷司琼胶囊	1112	盐酸多西环素胶囊	1146
盐酸左旋咪唑片	1078	注射用盐酸托烷司琼	1113	盐酸多沙普仑	1147
盐酸左旋咪唑肠溶片	1079	盐酸地匹福林	1114	盐酸多沙普仑注射液	1148
盐酸左旋咪唑颗粒	1079	盐酸地匹福林滴眼液	1115	盐酸多奈哌齐	1148
盐酸左旋咪唑糖浆	1080	盐酸地尔硫草	1115	盐酸多柔比星	1149
盐酸布比卡因	1080	盐酸地尔硫草片	1116	注射用盐酸多柔比星	1150
盐酸布比卡因注射液	1081	盐酸地尔硫草缓释片	1117	盐酸多塞平	1150
盐酸布桂嗪	1081	盐酸地芬尼多	1117	盐酸多塞平片	1151
盐酸布桂嗪片	1082	盐酸地芬尼多片	1118	盐酸齐拉西酮	1152
盐酸布桂嗪注射液	1082	盐酸地芬诺酯	1119	盐酸齐拉西酮片	1152
盐酸布替萘芬	1083	盐酸西替利嗪	1120	盐酸齐拉西酮胶囊	1153
盐酸布替萘芬乳膏	1084	盐酸西替利嗪口服溶液	1120	盐酸米托蒽醌	1154
盐酸布替萘芬喷雾剂	1084	盐酸西替利嗪片	1121	盐酸米托蒽醌氯化钠注射液	1155
盐酸布替萘芬凝胶	1084	盐酸西替利嗪胶囊	1121	注射用盐酸米托蒽醌	1155
盐酸平阳霉素	1085	盐酸西替利嗪滴剂	1122	盐酸米多君	1156
注射用盐酸平阳霉素	1086	盐酸曲马多	1122	盐酸米多君片	1157
盐酸卡替洛尔	1086	盐酸曲马多片	1123	盐酸米诺环素	1158
盐酸卡替洛尔滴眼液	1087	盐酸曲马多分散片	1124	盐酸米诺环素片	1158
盐酸甲氧明	1088	盐酸曲马多注射液	1125	盐酸米诺环素胶囊	1159
盐酸甲氧明注射液	1088	盐酸曲马多栓	1125	盐酸安他唑啉	1160
盐酸甲氯芬酯	1089	盐酸曲马多胶囊	1126	盐酸安他唑啉片	1160
盐酸甲氯芬酯胶囊	1089	盐酸曲马多缓释片	1126	盐酸安非他酮	1161
注射用盐酸甲氯芬酯	1090	盐酸曲马多缓释胶囊	1127	盐酸安非他酮片	1162
盐酸四环素	1090	盐酸曲美他嗪	1128	盐酸安非他酮缓释片	1163
盐酸四环素片	1091	盐酸曲美他嗪片	1129	盐酸异丙肾上腺素	1164
盐酸四环素胶囊	1092	盐酸曲美他嗪胶囊	1130	盐酸异丙肾上腺素注射液	1164
注射用盐酸四环素	1093	盐酸曲普利啶	1130	盐酸异丙嗪	1165
盐酸半胱氨酸	1093	盐酸吗啡	1131	盐酸异丙嗪片	1166
盐酸头孢甲肟	1094	盐酸吗啡片	1132	盐酸异丙嗪注射液	1166
注射用盐酸头孢甲肟	1096	盐酸吗啡注射液	1133	盐酸苄丝肼	1167
盐酸头孢他美酯	1097	盐酸吗啡缓释片	1134	多巴丝肼片	1168
盐酸头孢他美酯干混悬剂	1098	盐酸伐昔洛韦	1134	多巴丝肼胶囊	1168
盐酸头孢他美酯片	1099	盐酸伐昔洛韦片	1135	盐酸克仑特罗	1169
盐酸头孢他美酯胶囊	1100	盐酸伐昔洛韦胶囊	1136	盐酸克仑特罗栓	1169
盐酸头孢吡肟	1101	盐酸伪麻黄碱	1136	盐酸克林霉素	1170
注射用盐酸头孢吡肟	1102	盐酸伊托必利	1137	盐酸克林霉素胶囊	1171
盐酸司来吉兰	1103	盐酸伊托必利片	1138	盐酸克林霉素棕榈酸酯	1171
盐酸司来吉兰片	1105	盐酸伊托必利分散片	1139	盐酸克林霉素棕榈酸酯干混悬剂	1172
盐酸尼卡地平	1105	盐酸伊托必利胶囊	1140	1172
盐酸尼卡地平片	1106	盐酸伊达比星	1140	盐酸克林霉素棕榈酸酯颗粒	1173
盐酸尼卡地平注射液	1107	注射用盐酸伊达比星	1141	盐酸吡硫醇	1173
盐酸尼卡地平葡萄糖注射液	1107	盐酸多巴胺	1142	盐酸吡硫醇片	1174
盐酸吉西他滨	1108	盐酸多巴胺注射液	1143	盐酸吡硫醇胶囊	1174
注射用盐酸吉西他滨	1109	盐酸多巴酚丁胺	1143	盐酸利多卡因	1175
盐酸托烷司琼	1109	盐酸多巴酚丁胺注射液	1144	盐酸利多卡因注射液	1175
盐酸托烷司琼片	1111	盐酸多西环素	1145	盐酸利多卡因注射液(溶剂用)	1176
盐酸托烷司琼注射液	1112	盐酸多西环素片	1146	盐酸利多卡因胶浆(I)	1177

盐酸利多卡因凝胶	1177	盐酸非那吡啶片	1209	盐酸氟桂利嗪	1241
盐酸妥卡尼	1177	盐酸昂丹司琼	1209	盐酸氟桂利嗪片	1242
盐酸妥卡尼片	1178	盐酸昂丹司琼片	1210	盐酸氟桂利嗪分散片	1243
盐酸妥卡尼胶囊	1178	盐酸昂丹司琼注射液	1211	盐酸氟桂利嗪胶囊	1243
盐酸妥拉唑林	1178	盐酸罗哌卡因	1212	盐酸度洛西汀	1244
盐酸妥拉唑林片	1179	盐酸罗哌卡因注射液	1213	盐酸度洛西汀肠溶片	1246
盐酸妥拉唑林注射液	1179	注射用盐酸罗哌卡因	1214	盐酸度洛西汀肠溶胶囊	1247
盐酸阿扑吗啡	1180	盐酸罗通定	1214	盐酸美他环素	1248
盐酸阿扑吗啡注射液	1180	盐酸罗通定片	1215	盐酸美他环素片	1249
盐酸阿米洛利	1181	盐酸帕罗西汀	1216	盐酸美他环素胶囊	1250
盐酸阿米洛利片	1181	盐酸帕罗西汀片	1217	盐酸美西律	1250
盐酸阿米替林	1182	盐酸依米丁	1218	盐酸美西律片	1251
盐酸阿米替林片	1183	盐酸依米丁注射液	1218	盐酸美西律注射液	1251
盐酸阿莫地喹片	1183	盐酸舍曲林	1219	盐酸美西律胶囊	1252
盐酸阿普林定	1184	盐酸舍曲林片	1220	盐酸美克洛嗪	1252
盐酸阿普林定片	1185	盐酸舍曲林胶囊	1221	盐酸美克洛嗪片	1253
盐酸阿糖胞苷	1185	盐酸金刚乙胺	1222	盐酸美沙酮	1253
注射用盐酸阿糖胞苷	1187	盐酸金刚乙胺片	1222	盐酸美沙酮口服溶液	1254
盐酸纳美芬	1187	盐酸金刚乙胺颗粒	1223	盐酸美沙酮片	1254
盐酸纳美芬注射液	1188	盐酸金刚烷胺	1224	盐酸美沙酮注射液	1255
盐酸纳洛酮	1189	盐酸金刚烷胺片	1224	盐酸洛贝林	1255
盐酸纳洛酮注射液	1190	盐酸金刚烷胺胶囊	1225	盐酸洛非西定	1256
注射用盐酸纳洛酮	1191	盐酸金刚烷胺颗粒	1225	盐酸洛非西定片	1256
盐酸表柔比星	1191	盐酸金刚烷胺糖浆	1225	盐酸洛哌丁胺	1257
注射用盐酸表柔比星	1193	盐酸金霉素	1226	盐酸洛哌丁胺胶囊	1258
盐酸环丙沙星	1193	盐酸金霉素软膏	1226	盐酸洛美沙星	1258
盐酸环丙沙星片	1195	盐酸金霉素眼膏	1227	盐酸洛美沙星片	1260
盐酸环丙沙星胶囊	1196	盐酸胍屈嗪	1227	盐酸洛美沙星胶囊	1260
盐酸环丙沙星滴眼液	1197	盐酸胍屈嗪片	1228	盐酸柔红霉素	1261
盐酸苯乙双胍	1198	盐酸法舒地尔	1229	注射用盐酸柔红霉素	1262
盐酸苯乙双胍片	1198	盐酸法舒地尔注射液	1230	盐酸斑布特罗	1263
盐酸苯海拉明	1199	盐酸组氨酸	1230	盐酸斑布特罗片	1263
盐酸苯海拉明片	1199	盐酸哌甲酯	1231	盐酸莫雷西嗪	1264
盐酸苯海拉明注射液	1200	盐酸哌甲酯片	1232	盐酸莫雷西嗪片	1265
盐酸苯海索	1200	盐酸哌唑嗪	1232	盐酸索他洛尔	1265
盐酸苯海索片	1201	盐酸哌唑嗪片	1233	盐酸索他洛尔片	1266
盐酸林可霉素	1202	盐酸哌替啶	1234	盐酸格拉司琼	1267
盐酸林可霉素片	1203	盐酸哌替啶片	1234	盐酸格拉司琼片	1267
盐酸林可霉素注射液	1203	盐酸哌替啶注射液	1235	盐酸格拉司琼注射液	1268
盐酸林可霉素胶囊	1204	盐酸氟西汀	1235	盐酸氨溴索	1268
盐酸林可霉素滴耳液	1204	盐酸氟西汀片	1237	盐酸氨溴索口服溶液	1269
盐酸林可霉素滴眼液	1205	盐酸氟西汀胶囊	1237	盐酸氨溴索片	1270
盐酸奈福泮	1206	盐酸氟西泮	1238	盐酸氨溴索注射液	1270
盐酸奈福泮片	1207	盐酸氟西泮胶囊	1239	盐酸氨溴索胶囊	1271
盐酸奈福泮注射液	1207	盐酸氟奋乃静	1240	盐酸氨溴索缓释胶囊	1271
盐酸奈福泮胶囊	1208	盐酸氟奋乃静片	1240	盐酸氨溴索糖浆	1272
盐酸非那吡啶	1208	盐酸氟奋乃静注射液	1241	盐酸特比萘芬	1272

盐酸特比萘芬片	1273	盐酸氮草斯汀鼻喷雾剂	1303	盐酸噻氯匹定	1332
盐酸特比萘芬乳膏	1274	盐酸氯丙那林	1304	盐酸噻氯匹定片	1333
盐酸特拉唑嗪	1274	盐酸氯丙那林片	1304	盐酸噻氯匹定胶囊	1333
盐酸特拉唑嗪片	1276	盐酸氯丙嗪	1305	桂利嗪	1334
盐酸特拉唑嗪胶囊	1277	盐酸氯丙嗪片	1305	桂利嗪片	1335
盐酸倍他司汀	1278	盐酸氯丙嗪注射液	1306	桂利嗪胶囊	1335
盐酸倍他司汀片	1278	盐酸氯米帕明	1306	格列本脲	1335
盐酸胺碘酮	1279	盐酸氯米帕明片	1307	格列本脲片	1336
盐酸胺碘酮片	1280	盐酸氯米帕明注射液	1308	格列齐特	1337
盐酸胺碘酮注射液	1281	盐酸氯胺酮	1308	格列齐特片(Ⅱ)	1338
盐酸胺碘酮胶囊	1281	盐酸氯胺酮注射液	1309	格列吡嗪	1339
盐酸黄酮哌酯	1282	盐酸奥布卡因	1309	格列吡嗪片	1339
盐酸黄酮哌酯片	1282	盐酸奥布卡因滴眼液	1310	格列吡嗪胶囊	1340
盐酸黄酮哌酯胶囊	1283	盐酸奥昔布宁	1311	格列吡嗪缓释胶囊	1341
盐酸萘甲唑啉	1284	盐酸奥昔布宁片	1312	格列美脲	1342
盐酸萘甲唑啉滴眼液	1284	盐酸普罗帕酮	1312	格列美脲片	1343
盐酸萘甲唑啉滴鼻液	1284	盐酸普罗帕酮片	1313	格列美脲胶囊	1344
盐酸萘替芬	1285	盐酸普罗帕酮注射液	1314	格列喹酮	1345
盐酸萘替芬软膏	1285	盐酸普罗帕酮胶囊	1314	格列喹酮片	1346
盐酸萘替芬溶液	1286	盐酸普萘洛尔	1314	格隆溴铵	1347
盐酸酚苄明	1286	盐酸普萘洛尔片	1315	格隆溴铵片	1347
盐酸酚苄明片	1287	盐酸普萘洛尔注射液	1315	核黄素磷酸钠	1348
盐酸酚苄明注射液	1287	盐酸普鲁卡因	1316	核黄素磷酸钠注射液	1349
盐酸麻黄碱	1288	盐酸普鲁卡因注射液	1316	恩曲他滨	1350
盐酸麻黄碱注射液	1288	注射用盐酸普鲁卡因	1317	恩曲他滨胶囊	1352
盐酸麻黄碱滴鼻液	1289	盐酸普鲁卡因胺	1318	恩氟烷	1352
盐酸羟甲唑啉	1289	盐酸普鲁卡因胺片	1318	氧	1353
盐酸羟甲唑啉喷雾剂	1290	盐酸普鲁卡因胺注射液	1318	氧化亚氮	1354
盐酸羟甲唑啉滴鼻液	1290	盐酸瑞芬太尼	1319	氧化淀粉	1355
盐酸羟考酮	1291	注射用盐酸瑞芬太尼	1320	氧化锌	1356
盐酸羟考酮片	1292	盐酸赖氨酸	1320	氧化锌软膏	1356
盐酸羟苄唑	1292	盐酸雷尼替丁	1321	氧化镁	1356
盐酸羟苄唑滴眼液	1293	盐酸雷尼替丁片	1322	氧氟沙星	1357
盐酸维拉帕米	1293	盐酸雷尼替丁泡腾颗粒	1323	氧氟沙星片	1359
盐酸维拉帕米片	1294	盐酸雷尼替丁注射液	1323	氧氟沙星胶囊	1359
盐酸维拉帕米注射液	1295	盐酸雷尼替丁胶囊	1324	氧氟沙星眼膏	1360
盐酸维拉帕米缓释片	1295	盐酸溴己新	1325	氧氟沙星氯化钠注射液	1360
盐酸替扎尼定	1296	盐酸溴己新片	1325	氧氟沙星滴耳液	1361
盐酸替扎尼定片	1297	盐酸罂粟碱	1326	氧氟沙星滴眼液	1361
盐酸硫必利	1297	盐酸罂粟碱片	1327	氧烯洛尔	1362
盐酸硫必利注射液	1298	盐酸罂粟碱注射液	1327	氧烯洛尔片	1363
盐酸硫利达嗪	1299	盐酸精氨酸	1328	氨力农	1363
盐酸硫利达嗪片	1299	盐酸精氨酸片	1329	注射用氨力农	1363
盐酸唑那普利	1300	盐酸精氨酸注射液	1329	氨甲环酸	1364
盐酸氮芥	1301	盐酸赛庚啶	1329	氨甲环酸片	1365
盐酸氮芥注射液	1301	盐酸赛庚啶片	1330	氨甲环酸注射液	1366
盐酸氮草斯汀	1302	盐酸赛洛唑啉	1331	氨甲环酸胶囊	1366
盐酸氮草斯汀片	1302	盐酸赛洛唑啉滴鼻液	1332	氨曲南	1367

注射用氨曲南	1368
氨苄西林	1369
氨苄西林丙磺舒颗粒	1370
氨苄西林钠	1371
注射用氨苄西林钠	1373
氨苯砒	1373
氨苯砒片	1374
氨苯蝶啶	1374
氨苯蝶啶片	1375
氨茶碱	1375
氨茶碱片	1376
氨茶碱注射液	1377
氨茶碱氯化钠注射液	1377
氨茶碱缓释片	1378
氨基己酸	1378
氨基己酸注射液	1379
氢酚待因片(I)	1380
氢酚待因片(II)	1380
氢鲁米特	1381
氢鲁米特片	1382
氢糖美辛肠溶片	1382
氢糖美辛肠溶胶囊	1383
特非那定	1385
特非那定片	1385
胸腺五肽	1386
胸腺五肽注射液	1387
注射用胸腺五肽	1387
胸腺法新	1387
注射用胸腺法新	1388
倍他米松	1389
倍他米松片	1390
倍他米松乳膏	1390
倍他米松磷酸钠	1390
倍他米松磷酸钠注射液	1391
胰岛素	1392
胰岛素注射液	1393
精蛋白锌胰岛素注射液	1394
精蛋白锌胰岛素注射液(30R)	
.....	1394
胰蛋白酶	1395
注射用胰蛋白酶	1396
胰酶	1397
胰酶肠溶片	1398
胰酶肠溶胶囊	1398
胰激肽原酶	1399
胰激肽原酶肠溶片	1400
胱氨酸	1401
胱氨酸片	1402

脂肪乳注射液(C ₁₄ ~24)	1402
胶体果胶铋	1406
胶体果胶铋胶囊	1406
高三尖杉酯碱	1406
高三尖杉酯碱注射液	1407
高锰酸钾	1407
高锰酸钾外用片	1408
烟酰胺	1408
烟酰胺片	1409
烟酰胺注射液	1409
烟酸	1410
烟酸片	1410
烟酸注射液	1411
烟酸占替诺	1411
烟酸占替诺注射液	1412
烟酸占替诺氯化钠注射液	1413
酒石酸长春瑞滨	1413
酒石酸长春瑞滨注射液	1414
酒石酸双氢可待因	1415
酒石酸双氢可待因片	1415
酒石酸布托啡诺	1416
酒石酸布托啡诺注射液	1417
酒石酸麦角胺	1418
麦角胺咖啡因片	1419
酒石酸美托洛尔	1419
酒石酸美托洛尔片	1420
酒石酸美托洛尔注射液	1421
酒石酸美托洛尔胶囊	1422
酒石酸美托洛尔缓释片	1422
酒石酸唑吡坦	1423
酒石酸唑吡坦片	1424
酒石酸溴莫尼定	1425
酒石酸溴莫尼定滴眼液	1426
消旋山莨菪碱	1426
消旋山莨菪碱片	1427
盐酸消旋山莨菪碱注射液	1428
消旋卡多曲	1428
消旋卡多曲颗粒	1430
诺氟沙星	1431
诺氟沙星片	1432
诺氟沙星软膏	1433
诺氟沙星乳膏	1433
诺氟沙星胶囊	1433
诺氟沙星滴眼液	1434

十 一 画

培黄萘萝酞酚辅铝脯麻羟液维

培哌普利叔丁胺	1435
培哌普利叔丁胺片	1437
黄体酮	1438
黄体酮注射液	1438
萘丁美酮	1439
萘丁美酮片	1440
萘丁美酮胶囊	1441
萘哌地尔	1441
萘哌地尔片	1442
萘敏维滴眼液	1443
萘普生	1444
萘普生片	1445
萘普生栓	1445
萘普生胶囊	1446
萘普生颗粒	1447
萘普生钠	1447
萘普生钠片	1448
萘普待因片	1448
萘磺酸右丙氧芬	1449
萝巴新	1450
酞丁安	1451
酞丁安乳膏	1452
酞丁安搽剂	1452
酞丁安滴眼液	1452
酚咖片	1453
酚酞	1454
酚酞片	1454
酚磺乙胺	1455
注射用酚磺乙胺	1456
辅酶 Q ₁₀	1457
辅酶 Q ₁₀ 片	1458
辅酶 Q ₁₀ 软胶囊	1458
辅酶 Q ₁₀ 注射液	1459
辅酶 Q ₁₀ 胶囊	1459
铝酸铋	1460
铝碳酸镁	1460
铝碳酸镁咀嚼片	1461
铝镁司片	1462
脯氨酸	1463
麻醉乙醚	1464
羟丁酸钠	1464
羟丁酸钠注射液	1465
羟甲香豆素	1465
羟甲香豆素片	1466

羟甲香豆素胶囊	1466
羟苯磺酸钙	1467
羟苯磺酸钙胶囊	1468
羟基脲	1468
羟基脲片	1469
液状石蜡	1469
维 A 酸	1470
维 A 酸片	1471
维 A 酸乳膏	1471
维生素 A	1472
维生素 A 软胶囊	1472
维生素 AD 软胶囊	1472
维生素 AD 滴剂	1473
维生素 B ₁	1473
维生素 B ₁ 片	1474
维生素 B ₁ 注射液	1475
维生素 B ₂	1475
维生素 B ₂ 片	1476
维生素 B ₂ 注射液	1476
维生素 B ₆	1477
维生素 B ₆ 片	1477
维生素 B ₆ 注射液	1478
维生素 B ₁₂	1478
维生素 B ₁₂ 注射液	1479
维生素 B ₁₂ 滴眼液	1479
维生素 C	1480
维生素 C 片	1480
维生素 C 泡腾片	1481
维生素 C 泡腾颗粒	1481
维生素 C 注射液	1482
维生素 C 颗粒	1482
维生素 C 钙	1483
维生素 C 钠	1483
维生素 D ₂	1484
维生素 D ₂ 软胶囊	1484
维生素 D ₂ 注射液	1484
维生素 D ₃	1485
维生素 D ₃ 注射液	1485
维生素 E	1486
维生素 E 片	1487
维生素 E 软胶囊	1487
维生素 E 注射液	1488
维生素 E 粉	1488
维生素 K ₁	1488
维生素 K ₁ 注射液	1489

十二画

琥替联葛葡桔

棕硬硝硫紫氯奥舒普富疏

琥乙红霉素	1490
琥乙红霉素片	1490
琥乙红霉素分散片	1491
琥乙红霉素胶囊	1491
琥乙红霉素颗粒	1492
琥珀氯霉素	1492
注射用琥珀氯霉素	1493
琥珀酸舒马普坦片	1493
替加氟	1494
替加氟片	1495
替加氟注射液	1495
替加氟胶囊	1496
替考拉宁	1496
注射用替考拉宁	1498
替米沙坦	1498
替莫唑胺	1500
替莫唑胺胶囊	1501
替硝唑	1502
替硝唑片	1502
替硝唑阴道片	1503
替硝唑阴道泡腾片	1503
替硝唑含片	1504
替硝唑栓	1504
替硝唑胶囊	1505
替硝唑葡萄糖注射液	1505
替硝唑氯化钠注射液	1506
联苯双酯	1507
联苯双酯滴丸	1507
联苯苄唑	1508
联苯苄唑乳膏	1509
联苯苄唑栓	1509
联苯苄唑溶液	1509
联磺甲氧苄啶片	1510
葛根素	1510
葛根素注射液	1511
注射用葛根素	1512
葡甲胺	1513
葡萄糖	1514
无水葡萄糖	1515
葡萄糖注射液	1516
葡萄糖粉剂	1516
葡萄糖氯化钠注射液	1516
葡萄糖酸亚铁	1517

葡萄糖酸亚铁片	1518
葡萄糖酸亚铁胶囊	1518
葡萄糖酸亚铁糖浆	1518
葡萄糖酸钙	1519
葡萄糖酸钙口服溶液	1520
葡萄糖酸钙片	1520
葡萄糖酸钙含片	1520
葡萄糖酸钙注射液	1520
葡萄糖酸钙氯化钠注射液	1521
葡萄糖酸钙颗粒	1521
葡萄糖酸锌	1522
葡萄糖酸锌口服溶液	1522
葡萄糖酸锌片	1523
葡萄糖酸锌颗粒	1523
葡萄糖酸锑钠	1523
葡萄糖酸锑钠注射液	1524
葡萄糖酸氯己定溶液	1524
稀葡萄糖酸氯己定溶液	1525
葡萄糖酸氯己定含漱液	1525
倍丙酯	1526
注射用倍丙酯	1526
棕榈氯霉素	1527
棕榈氯霉素混悬液	1528
棕榈氯霉素(B型)片	1528
棕榈氯霉素(B型)颗粒	1529
硬脂酸红霉素	1529
硬脂酸红霉素片	1530
硬脂酸红霉素胶囊	1531
硬脂酸红霉素颗粒	1532
硝西泮	1532
硝西泮片	1533
硝苯地平	1533
硝苯地平片	1534
硝苯地平软胶囊	1535
硝苯地平胶囊	1536
硝普钠	1536
注射用硝普钠	1537
硝酸毛果芸香碱	1537
硝酸毛果芸香碱滴眼液	1538
硝酸甘油溶液	1539
硝酸甘油雾剂	1540
硝酸甘油片	1540
硝酸甘油注射液	1541
硝酸异山梨酯	1541
硝酸异山梨酯片	1542
硝酸异山梨酯乳膏	1543
硝酸异山梨酯注射液	1543
硝酸异山梨酯葡萄糖注射液	1544

硝酸异山梨酯喷雾剂	1544	硫酸吗啡注射液	1573	硫酸氢氯吡格雷	1609
硝酸异山梨酯缓释胶囊	1545	硫酸吗啡缓释片	1574	硫酸氢氯吡格雷片	1611
注射用硝酸异山梨酯	1545	硫酸多黏菌素 B	1575	硫酸胍乙啶	1612
硝酸咪康唑	1546	注射用硫酸多黏菌素 B	1576	硫酸胍乙啶片	1612
硝酸咪康唑阴道片	1547	硫酸庆大霉素	1577	硫酸核糖霉素	1612
硝酸咪康唑阴道软胶囊	1547	硫酸庆大霉素片	1579	注射用硫酸核糖霉素	1613
硝酸咪康唑阴道泡腾片	1548	硫酸庆大霉素注射液	1579	硫酸特布他林	1614
硝酸咪康唑乳膏	1549	硫酸庆大霉素缓释片	1580	硫酸特布他林片	1615
硝酸咪康唑栓	1549	硫酸庆大霉素颗粒	1580	硫酸特布他林吸入气雾剂	1615
硝酸咪康唑胶囊	1550	硫酸庆大霉素滴眼液	1580	硫酸链霉素	1616
硝酸咪康唑搽剂	1550	硫酸异帕米星	1581	注射用硫酸链霉素	1617
硝酸益康唑	1551	硫酸异帕米星注射液	1583	硫酸锌	1618
硝酸益康唑阴道膨胀栓	1551	硫酸沙丁胺醇	1583	硫酸锌口服溶液	1618
硝酸益康唑乳膏	1552	硫酸沙丁胺醇片	1584	硫酸锌片	1618
硝酸益康唑栓	1553	硫酸沙丁胺醇吸入气雾剂	1585	硫酸锌颗粒	1619
硝酸益康唑喷雾剂	1553	硫酸沙丁胺醇吸入粉雾剂	1586	硫酸普拉睾酮钠	1619
硝酸益康唑溶液	1554	硫酸沙丁胺醇注射液	1587	注射用硫酸普拉睾酮钠	1620
硝酸硫胺	1554	硫酸沙丁胺醇胶囊	1587	硫酸新霉素	1620
硫代硫酸钠	1555	硫酸沙丁胺醇缓释片	1588	硫酸新霉素片	1621
硫代硫酸钠注射液	1555	硫酸沙丁胺醇缓释胶囊	1588	硫酸新霉素滴眼液	1621
硫鸟嘌呤	1556	硫酸阿托品	1589	硫酸镁	1622
硫鸟嘌呤片	1557	硫酸阿托品片	1590	硫酸镁注射液	1622
硫唑嘌呤	1557	硫酸阿托品注射液	1590	硫酸黏菌素	1623
硫唑嘌呤片	1558	硫酸阿托品眼膏	1591	硫酸黏菌素片	1623
硫酸小诺霉素	1559	硫酸阿米卡星	1591	硫糖铝	1623
硫酸小诺霉素口服溶液	1560	硫酸阿米卡星注射液	1594	硫糖铝口服混悬液	1624
硫酸小诺霉素片	1560	注射用硫酸阿米卡星	1594	硫糖铝分散片	1625
硫酸小诺霉素注射液	1560	硫酸软骨素钠	1595	硫糖铝咀嚼片	1625
硫酸长春地辛	1561	硫酸软骨素钠片	1596	硫糖铝胶囊	1625
注射用硫酸长春地辛	1561	硫酸软骨素钠胶囊	1596	紫杉醇	1625
硫酸长春新碱	1562	硫酸苄地那韦胶囊	1596	紫杉醇注射液	1627
注射用硫酸长春新碱	1563	硫酸奈替米星	1597	氯贝丁酯	1627
硫酸长春碱	1563	硫酸奈替米星注射液	1598	氯贝丁酯胶囊	1628
注射用硫酸长春碱	1564	硫酸依替米星	1598	氯化钙	1629
硫酸巴龙霉素	1564	硫酸依替米星注射液	1601	氯化钙注射液	1629
硫酸巴龙霉素片	1565	注射用硫酸依替米星	1601	氯化钠	1629
硫酸双胍屈嗪	1566	硫酸鱼精蛋白	1602	生理氯化钠溶液	1631
硫酸双胍屈嗪片	1566	硫酸鱼精蛋白注射液	1602	氯化钠注射液	1631
硫酸卡那霉素	1567	硫酸卷曲霉素	1603	浓氯化钠注射液	1631
硫酸卡那霉素注射液	1568	注射用硫酸卷曲霉素	1604	氯化钾	1631
硫酸卡那霉素滴眼液	1568	硫酸奎宁	1605	氯化钾片	1632
注射用硫酸卡那霉素	1568	硫酸奎宁片	1605	氯化钾注射液	1632
硫酸亚铁	1569	硫酸奎尼丁	1606	氯化钾葡萄糖注射液	1633
硫酸亚铁片	1570	硫酸奎尼丁片	1606	氯化钾氯化钠注射液	1633
硫酸亚铁缓释片	1570	硫酸钡(Ⅰ型)	1607	氯化钾缓释片	1634
硫酸西索米星	1571	硫酸钡(Ⅰ型)干混悬剂	1607	氯化铵	1634
硫酸西索米星注射液	1572	硫酸钡(Ⅱ型)	1608	氯化铵片	1635
硫酸吗啡	1573	硫酸钡(Ⅱ型)干混悬剂	1608	氯化琥珀胆碱	1635

氯化琥珀胆碱注射液	1635	氯膦酸二钠胶囊	1667	富马酸亚铁片	1706
氯化筒箭毒碱	1636	奥扎格雷	1667	富马酸亚铁咀嚼片	1706
氯化筒箭毒碱注射液	1637	奥扎格雷钠	1668	富马酸亚铁胶囊	1707
氯芬待因片	1637	奥卡西平	1668	富马酸亚铁颗粒	1707
氯沙坦钾	1638	奥卡西平片	1669	富马酸唑硫平	1708
氯沙坦钾片	1639	奥沙西洋	1670	富马酸唑硫平片	1708
氯沙坦钾胶囊	1640	奥沙西洋片	1671	富马酸氯马斯汀	1709
氯法齐明	1640	奥沙利铂	1671	富马酸氯马斯汀干混悬剂	1710
氯法齐明软胶囊	1641	注射用奥沙利铂	1673	富马酸氯马斯汀片	1711
氯唑西林钠	1642	奥沙普秦	1674	富马酸酮替芬	1711
氯唑西林钠胶囊	1643	奥沙普秦肠溶片	1674	富马酸酮替芬口服溶液	1712
氯唑西林钠颗粒	1643	奥沙普秦肠溶胶囊	1675	富马酸酮替芬片	1713
注射用氯唑西林钠	1644	奥美拉唑	1676	富马酸酮替芬胶囊	1713
氯诺昔康	1644	奥美拉唑肠溶片	1677	富马酸酮替芬滴眼液	1714
氯诺昔康片	1646	奥美拉唑肠溶胶囊	1678	富马酸酮替芬滴鼻液	1714
注射用氯诺昔康	1646	奥美拉唑钠	1679	富马酸福莫特罗	1714
氯烯雌醚	1647	奥美拉唑钠肠溶片	1680	富马酸福莫特罗片	1716
氯烯雌醚滴丸	1648	注射用奥美拉唑钠	1681	硫嘌呤	1716
氯硝西洋	1648	奥美拉唑镁肠溶片	1682	硫嘌呤片	1717
氯硝西洋片	1649	奥硝唑	1683		
氯硝西洋注射液	1649	奥硝唑片	1684		
氯硝柳胺	1650	奥硝唑阴道泡腾片	1685		
氯硝柳胺片	1650	奥硝唑阴道栓	1686		
氯氮平	1651	奥硝唑注射液	1686		
氯氮平片	1651	奥硝唑胶囊	1687		
氯氮草	1652	奥氮平	1687		
氯氮草片	1653	奥氮平片	1689		
氯普噻吨	1654	舒巴坦钠	1689		
氯普噻吨片	1655	注射用舒巴坦钠	1690		
氯普噻吨注射液	1655	注射用头孢哌酮钠舒巴坦钠	1691		
氯碘羟唑	1656	注射用氨苄西林钠舒巴坦钠	1692		
氯碘羟唑乳膏	1657	舒必利	1693		
氯雷他定	1657	舒必利片	1694		
氯雷他定片	1658	舒林酸	1695		
氯雷他定胶囊	1658	舒林酸片	1695		
氯雷他定颗粒	1659	普伐他汀钠	1696		
氯霉素	1660	普伐他汀钠片	1697		
氯霉素片	1661	普伐他汀钠胶囊	1698		
氯霉素胶囊	1661	普罗布考	1699		
氯霉素眼膏	1662	普罗布考片	1699		
氯霉素滴耳液	1662	普罗碘铵	1700		
氯霉素滴眼液	1662	普罗碘铵注射液	1700		
氯磺丙脲	1663	普鲁卡因青霉素	1700		
氯磺丙脲片	1664	注射用普鲁卡因青霉素	1702		
氯噻酮	1664	富马酸比索洛尔	1703		
氯噻酮片	1665	富马酸比索洛尔片	1704		
氯膦酸二钠	1665	富马酸比索洛尔胶囊	1705		
氯膦酸二钠注射液	1666	富马酸亚铁	1705		

十 三 画

瑞蒿蒙赖酮酯碘硼雷腺羧溴
塞福

瑞格列奈	1717
瑞格列奈片	1718
蒿甲醚	1719
蒿甲醚胶囊	1721
蒙脱石	1721
蒙脱石分散片	1722
蒙脱石散	1723
赖氨匹林	1724
注射用赖氨匹林	1725
赖诺普利	1726
赖诺普利片	1727
赖诺普利胶囊	1727
酮咯酸氨丁三醇	1728
酮咯酸氨丁三醇注射液	1729
酮洛芬	1730
酮洛芬肠溶胶囊	1731
酮洛芬搽剂	1731
酮康唑	1732
酮康唑乳膏	1733
酮康唑洗剂	1733
酪氨酸	1733
碘	1734
碘甘油	1735
碘酊	1735

醋酸氢化可的松片	1823
醋酸氢化可的松乳膏	1823
醋酸氢化可的松注射液	1824
醋酸氢化可的松眼膏	1824
醋酸氢化可的松滴眼液	1824
醋酸氯己定	1825
醋酸氯己定软膏	1825
醋酸氯地孕酮	1826
醋酸奥曲肽	1827
醋酸奥曲肽注射液	1828
注射用醋酸奥曲肽	1828
醋酸赖氨酸	1829
醋酸磺胺米隆	1829
缬沙坦	1830
缬沙坦片	1831
缬沙坦胶囊	1832
缬氨酸	1832

十六画 薄荷糖凝糖

薄荷麝香草酚搽剂	1833
磺苄西林钠	1833
注射用磺苄西林钠	1835
磺胺甲噁唑	1835
磺胺甲噁唑片	1836
磺胺多辛	1836
磺胺多辛片	1837
磺胺异噁唑	1837
磺胺异噁唑片	1838
磺胺嘧啶	1838
磺胺嘧啶片	1839
磺胺嘧啶软膏	1839
磺胺嘧啶眼膏	1839
磺胺嘧啶混悬液	1840

磺胺嘧啶钠	1840
磺胺嘧啶钠注射液	1841
注射用磺胺嘧啶钠	1841
磺胺嘧啶银	1841
磺胺嘧啶银软膏	1842
磺胺嘧啶银乳膏	1842
磺胺嘧啶锌	1842
磺胺嘧啶锌软膏	1843
磺胺醋酸钠	1843
磺胺醋酸钠滴眼液	1844
噻苯唑	1844
噻苯唑片	1845
凝血酶冻干粉	1845
糖精钠	1846

十七画 磷螺麻

磷酸二氢钠	1846
磷酸川芎嗪	1847
磷酸川芎嗪片	1848
磷酸川芎嗪胶囊	1848
磷酸可待因	1849
磷酸可待因片	1849
磷酸可待因注射液	1850
磷酸可待因糖浆	1850
磷酸丙吡胺	1851
磷酸丙吡胺片	1851
磷酸丙吡胺注射液	1851
磷酸肌酸钠	1852
磷酸伯氨唑	1853
磷酸伯氨唑片	1854
磷酸苯丙哌林	1855
磷酸苯丙哌林口服溶液	1856
磷酸苯丙哌林片	1856

磷酸苯丙哌林胶囊	1857
磷酸苯丙哌林颗粒	1858
磷酸组胺	1858
磷酸组胺注射液	1859
磷酸哌唑	1859
磷酸哌唑片	1860
磷酸哌嗪	1861
磷酸哌嗪片	1861
磷酸咯萘啶	1862
磷酸咯萘啶肠溶片	1863
磷酸咯萘啶注射液	1863
磷酸氟达拉滨	1864
注射用磷酸氟达拉滨	1865
磷酸氢钙	1866
磷酸氢钙片	1867
磷酸氯喹	1867
磷酸氯喹片	1868
磷酸氯喹注射液	1869
磷酸奥司他韦	1869
磷酸奥司他韦胶囊	1870
磷酸腺嘌呤	1871
磷酸腺嘌呤片	1872
磷霉素钙	1873
磷霉素钙片	1873
磷霉素钙胶囊	1874
磷霉素钙颗粒	1874
磷霉素钠	1875
注射用磷霉素钠	1876
磷霉素氨丁三醇	1876
磷霉素氨丁三醇散	1877
螺内酯	1878
螺内酯片	1879
螺内酯胶囊	1880
糜蛋白酶	1880
注射用糜蛋白酶	1881

品种正文 第二部分

来昔决南钐[¹⁵³ Sm]注射液	1885
氙[¹³³ Xe]注射液	1885
邻碘[¹³¹ I]马尿酸钠注射液	1885
注射用亚锡亚甲基二膦酸盐	1886
注射用亚锡依替非宁	1886
注射用亚锡喷替酸	1887
注射用亚锡植酸钠	1887
注射用亚锡焦磷酸钠	1888
注射用亚锡聚合白蛋白	1889
枸橼酸镓[⁶⁷ Ga]注射液	1889

氟[¹⁸ F]脱氧葡萄糖注射液	1890
胶体磷[³² P]酸铬注射液	1890
高锝[^{99m} Tc]酸钠注射液	1891
铬[⁵¹ Cr]酸钠注射液	1891
氯化亚铊[²⁰¹ Tl]注射液	1892
氯化锶[⁸⁹ Sr]注射液	1893
碘[¹²⁵ I]密封籽源	1893
碘[¹³¹ I]化钠口服溶液	1894
诊断用碘[¹³¹ I]化钠胶囊	1894
锝[^{99m} Tc]双半胱氨酸注射液	1894

锝[^{99m} Tc]双半胱氨酸注射液	1895
锝[^{99m} Tc]甲氧基胍注射液	1895
锝[^{99m} Tc]亚甲基二膦酸盐注射液	1895
锝[^{99m} Tc]依替非宁注射液	1896
锝[^{99m} Tc]植酸盐注射液	1896
锝[^{99m} Tc]喷替酸盐注射液	1897
锝[^{99m} Tc]焦磷酸盐注射液	1897
锝[^{99m} Tc]聚合白蛋白注射液	1897
磷[³² P]酸钠盐口服溶液	1898
磷[³² P]酸钠盐注射液	1898

品种正文

第一部分

乙胺吡嗪利福异烟片(Ⅱ)

Yi'an Biqin Lifu Yiyuan Pian(Ⅱ)

Ethambutol Hydrochloride, Pyrazinamide,
Rifampicin and Isoniazid Tablets(Ⅱ)

本品含利福平($C_{43}H_{58}N_4O_{12}$)、异烟肼($C_6H_7N_3O$)、吡嗪酰胺($C_5H_5N_3O$)和盐酸乙胺丁醇($C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$)均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

	处方 1	处方 2
利福平	150g	75g
异烟肼	75g	37.5g
吡嗪酰胺	400g	200g
盐酸乙胺丁醇	275g	137.5g
辅料	适量	适量
制成	1000 片	1000 片

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显橙红色至暗红色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于利福平 5mg),加 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml,振摇使利福平溶解后,加 0.1mol/L 亚硝酸钠溶液 2 滴,即由橙色变为暗红色。

(2)取本品细粉适量(约相当于异烟肼 0.1g),加水 7ml,振摇,滤过,取滤液,加 0.1mol/L 硝酸银溶液 3ml,振摇,滤过,滤液置试管中,加氨制硝酸银试液 1ml,即发生气泡与黑色浑浊,并在试管壁上生成银镜。

(3)取本品细粉适量(约相当于吡嗪酰胺 0.2g),置试管中,加氢氧化钠试液 5ml,缓缓煮沸,即发生氨臭,能使湿润的红色石蕊试纸变蓝色。

(4)取本品细粉适量(约相当于盐酸乙胺丁醇 20mg),加水 10ml,振摇,滤过,取滤液,加氯化钠 0.2g,用三氯甲烷提取 3 次,每次 20ml,取上层水溶液,加硫酸铜试液 2~3 滴,再加氢氧化钠试液数滴,溶液显深蓝色。

(5)在含量测定利福平项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(6)在含量测定异烟肼、吡嗪酰胺与盐酸乙胺丁醇项下记录的色谱图中,供试品溶液各主峰的保留时间应分别与混合对照品溶液相应各主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂 乙腈-水(1:1)。

供试品溶液 取含量测定利福平项下的细粉适量(约相当于利福平 50mg),精密称定,加溶剂使利福平溶解并定量稀释制成每 1ml 中含利福平 0.5mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取利福平对照品适量,精密称定,加溶剂溶

解并定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

杂质对照品溶液(1) 取酞式利福平对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

杂质对照品溶液(2) 取 N-氧化利福平对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

杂质对照品溶液(3) 取 3-甲酰利福霉素 SV 对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取利福平对照品约 4mg 和异烟肼对照品约 2mg,加 1mol/L 乙酸溶液 25ml 使溶解,放置 4 小时。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-0.075mol/L 磷酸二氢钾溶液-1.0mol/L 枸橼酸溶液(30:30:36:4),并用 10mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0 为流动相;柱温为 35 $^{\circ}$ C;检测波长为 254nm;除系统适用性溶液进样体积 20 μ l 外,其他进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中出峰顺序依次为异烟肼、异烟肼利福霉素胺(最大杂质)与利福平。异烟肼利福霉素胺峰与利福平峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液、对照品溶液和杂质对照品溶液(1)~(3),分别注入液相色谱仪,记录色谱图至利福平峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中,如有与酞式利福平峰、N-氧化利福平峰和 3-甲酰利福霉素 SV 峰保留时间一致的色谱峰,均按外标法以峰面积计算,分别不得过利福平标示量的 2.0%、2.0%和 0.5%;按外标法以对照品溶液中利福平峰面积计算,异烟肼利福霉素胺不得过利福平标示量的 3.0%,其他单个杂质不得过利福平标示量的 1.5%,其他各杂质的和不得过利福平标示量的 3.0%。杂质含量小于 0.1%或相对利福平保留时间小于 0.23 的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(取无水磷酸氢二钠 7g,加水 5000ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 6.8)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含利福平 60 μ g 的溶液。

对照品溶液 取利福平对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成与供试品溶液中利福平浓度大致相同的溶液。

混合对照品溶液 取异烟肼对照品、吡嗪酰胺对照品与盐酸乙胺丁醇对照品各适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成与供试品溶液中各组分浓度大致相同的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。分别计算每片中利福平、异烟肼、吡嗪酰胺与盐酸乙胺丁醇的溶出量。

限度 利福平与吡嗪酰胺限度均为标示量的 75%，异烟肼与盐酸乙胺丁醇限度均为标示量的 80%，均应符合规定。

干燥失重 取本品细粉，在 60℃ 真空干燥 3 小时，减失重量不得过 3.0% (通则 0831)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定 (通则 0101)。

【含量测定】 利福平 照高效液相色谱法 (通则 0512) 测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取细粉适量 (约相当于利福平 60mg)，加乙腈-水 (1:1) 振摇使利福平溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含利福平 60μg 的溶液，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取利福平对照品适量，精密称定，加乙腈-水 (1:1) 振摇使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 60μg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。进样体积 20μl。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

异烟肼、吡嗪酰胺与盐酸乙胺丁醇 照高效液相色谱法 (通则 0512) 测定。临用新制。

供试品溶液 取含量测定利福平项下的细粉适量 (约相当于异烟肼 30mg)，精密称定，加水适量，超声使异烟肼、吡嗪酰胺与盐酸乙胺丁醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含异烟肼 30μg 的溶液，滤过，取续滤液。

混合对照品溶液 取异烟肼对照品、吡嗪酰胺对照品与盐酸乙胺丁醇对照品各适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成与供试品溶液中各组分浓度大致相同的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以醋酸铜-醋酸铵溶液 (取醋酸铵 50g 与醋酸铜 0.2g，加水 1000ml 溶解，用冰醋酸调节 pH 值至 5.0)-甲醇 (94:6) 为流动相；检测波长为 270nm；进样体积 20μl。

系统适用性要求 混合对照品溶液色谱图中出峰顺序依次为异烟肼、吡嗪酰胺与盐酸乙胺丁醇，异烟肼峰与吡嗪酰胺峰之间的分离度应符合要求。

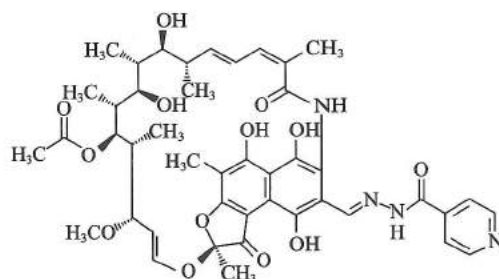
测定法 精密量取供试品溶液与混合对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积分别计算异烟肼 (C₆H₇N₃O)、吡嗪酰胺 (C₅H₅N₃O) 与盐酸乙胺丁醇 (C₁₀H₂₄N₂O₂ · 2HCl) 的含量。

【类别】 抗结核病药。

【贮藏】 遮光，密封，在干燥处保存。

附：

异烟肼利福霉素 (HYD)



C₄₄H₅₂N₄O₁₃ 844.92

乙胺利福异烟片

Yi'an Lifu Yiyan Pian

Ethambutol Hydrochloride,
Rifampicin and Isoniazid Tablets

本品为含利福平、异烟肼和盐酸乙胺丁醇的复方制剂。含利福平 (C₄₃H₅₈N₄O₁₂)、异烟肼 (C₆H₇N₃O) 与盐酸乙胺丁醇 (C₁₀H₂₄N₂O₂ · 2HCl) 均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

利福平	120g
异烟肼	120g
盐酸乙胺丁醇	250g
辅料	适量
制成	1000 片

【性状】 本品为薄膜衣片，除去包衣后显红色。

【鉴别】 (1) 取本品的细粉适量 (约相当于利福平 5mg)，加 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml，振摇后，加 0.1mol/L 亚硝酸钠溶液 2 滴，即由橙色变为暗红色。

(2) 取本品的细粉适量 (约相当于异烟肼 0.1g)，加水 7ml，振摇，滤过，取滤液，加 0.1mol/L 硝酸银溶液 3ml，振摇，滤过，滤液置试管中，加氢制硝酸银试液 1ml，即发生气泡与黑色浑浊，并在试管上生成银镜。

(3) 取本品的细粉适量 (约相当于盐酸乙胺丁醇 20mg)，加水 10ml，振摇，滤过，取滤液，加氯化钠 0.2g，用三氯甲烷提取 3 次，每次 20ml，取上层水溶液，加硫酸铜试液 2~3 滴，再加氢氧化钠试液数滴，溶液显深蓝色。

(4) 在含量测定利福平项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(5) 在含量测定异烟肼与盐酸乙胺丁醇项下记录的色谱图中，供试品溶液两主峰的保留时间应分别与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂 乙腈-水(1:1)。

供试品溶液 取含量测定利福平项下的细粉适量(约相当于利福平 50mg),精密称定,加溶剂使利福平溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含利福平 0.5mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取利福平对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

杂质对照品溶液(1) 取酞式利福平对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

杂质对照品溶液(2) 取 N-氧化利福平对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

杂质对照品溶液(3) 取 3-甲酰利福霉素 SV 对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取利福平对照品约 4mg 和异烟肼对照品约 2mg,加 1mol/L 乙酸溶液 25ml 使溶解,放置 4 小时。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-0.075mol/L 磷酸二氢钾溶液-1.0mol/L 枸橼酸溶液(30:30:36:4),并用 10mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0 为流动相;检测波长为 254nm;除系统适用性溶液进样体积 20 μ l 外,其他进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中出峰顺序依次为异烟肼、异烟肼利福霉素醇(最大杂质)与利福平,异烟肼利福霉素醇峰与利福平峰之间的分离度应大于 4.0,利福平峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照品溶液与杂质对照品溶液(1)~(3),分别注入液相色谱仪,记录色谱图至利福平峰保留时间的 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中,如有与酞式利福平峰、N-氧化利福平峰和 3-甲酰利福霉素 SV 峰保留时间一致的色谱峰,均按外标法以峰面积计算,分别不得过利福平标示量的 2.0%、2.0%和 0.5%;按外标法以对照品溶液中利福平峰面积计算,异烟肼利福霉素醇不得过利福平标示量的 3.0%,其他单个杂质不得过利福平标示量的 1.5%,其他各杂质的和不得过利福平标示量的 3.0%。杂质含量小于 0.1%与相对利福平保留时间小于 0.23 的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.01mol/L 磷酸盐缓冲液(取无水磷酸氢二钠 7g,加水 5000ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 6.8)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含利福平 60 μ g 的溶液。

对照品溶液 取利福平对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成与供试品溶液中利福平浓度大致相同

的溶液。

混合对照品溶液 取异烟肼对照品与盐酸乙胺丁醇对照品各适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成与供试品溶液中各组分浓度大致相同的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。分别计算每片中利福平、异烟肼与盐酸乙胺丁醇的溶出量。

限度 利福平限度为标示量的 75%,异烟肼与盐酸乙胺丁醇限度均为标示量的 80%,均应符合规定。

干燥失重 取本品细粉,在 60℃真空干燥 3 小时,减失重量不得过 3.0%(通则 0831)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 利福平 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于利福平 60mg),加乙腈-水(1:1)振摇使利福平溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含利福平 60 μ g 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取利福平对照品适量,精密称定,加乙腈-水(1:1)振摇使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 60 μ g 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。进样体积 20 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

异烟肼与盐酸乙胺丁醇 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取含量测定利福平项下的细粉适量(约相当于异烟肼 30mg),精密称定,加水适量,超声使异烟肼与盐酸乙胺丁醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含异烟肼 30 μ g 的溶液,滤过,取续滤液。

混合对照品溶液 取异烟肼对照品与盐酸乙胺丁醇对照品各适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成与供试品溶液中各组分浓度大致相同的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铜-醋酸铵溶液(取醋酸铵 50g 与醋酸铜 0.2g,加水 1000ml 溶解,用冰醋酸调节 pH 值至 5.0)-甲醇(94:6)为流动相;检测波长为 270nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 混合对照品溶液色谱图中出峰顺序依次为异烟肼、盐酸乙胺丁醇,异烟肼峰与乙胺丁醇峰之间的分离度应符合要求。

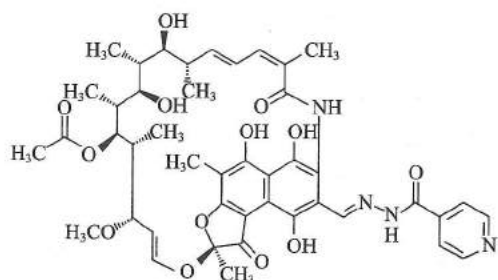
测定法 精密量取供试品溶液与混合对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积分别计算异烟肼(C₈H₇N₃O)与盐酸乙胺丁醇(C₁₀H₂₄N₂O₂·2HCl)的含量。

【类别】 抗结核病药。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

附:

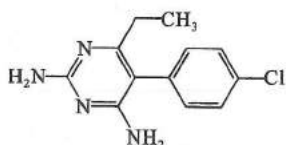
异烟肼利福霉素胺 (HYD)

 $C_{44}H_{52}N_4O_{13}$ 844.92

乙胺嘧啶

Yi'anmiding

Pyrimethamine

 $C_{12}H_{13}ClN_4$ 248.71

本品为 2,4-二氨基-5-(对氯苯基)-6-乙基嘧啶。含 $C_{12}H_{13}ClN_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇或三氯甲烷中微溶,在水中几乎不溶。

吸收系数 取本品,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解,并定量稀释制成每 1ml 中约含 13μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 272nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 309~329。

【鉴别】 (1)取吸收系数项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 的波长处有最大吸收,在 261nm 的波长处有最小吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 3 图)一致。

(3)取本品约 0.1g,加无水碳酸钠 0.5g,混合,炽灼后,放冷,残渣用水浸渍,滤过,滤液中滴加硝酸至遇石蕊试纸显红色后,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸碱度 取本品 0.30g,加水 15ml,煮沸后,放冷,滤过,滤液中加甲基红指示液 2 滴,不得显红色;再加盐酸滴定液(0.05mol/L)0.10ml,应显红色。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

溶剂 三氯甲烷-甲醇(9:1)。

供试品溶液 取本品适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以甲苯-冰醋酸-正丙醇-三氯甲烷(25:10:10:2)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 10μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液的主斑点比较,不得更深(0.25%)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加冰醋酸 20ml,加热溶解后,放冷,加喹啉红指示液 2 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液几乎无色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 24.87mg 的 $C_{12}H_{13}ClN_4$ 。

【类别】 抗疟药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 乙胺嘧啶片

乙胺嘧啶片

Yi'anmiding Pian

Pyrimethamine Tablets

本品含乙胺嘧啶($C_{12}H_{13}ClN_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于乙胺嘧啶 5mg),加稀硫酸 2ml,加热使乙胺嘧啶溶解,放冷,滤过,滤液加碘化汞钾试液 2 滴,即生成乳白色沉淀。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 的波长处有最大吸收,在 261nm 的波长处有最小吸收。

(3)取本品的细粉适量(约相当于乙胺嘧啶 0.1g),照乙胺嘧啶项下的鉴别(3)项试验,显相同的反应。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,超声使乙胺嘧啶溶解,放冷,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

测定法 取溶出液适量,滤过。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 272nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{12}H_{13}ClN_4$

的吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 319 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于乙胺嘧啶 25mg)，置 100ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液 70ml，微温并时时振摇使乙胺嘧啶溶解，放冷，用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置另一 100ml 量瓶中，用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。

测定法 取供试品溶液，在 272nm 的波长处测定吸光度，按 $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{ClN}_4$ 的吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 319 计算。

【类别】 同乙胺嘧啶。

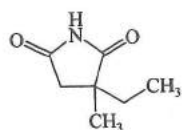
【规格】 6.25mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

乙琥胺

Yihu'an

Ethosuximide



$\text{C}_7\text{H}_{11}\text{NO}_2$ 141.17

本品为 3-甲基-3-乙基-2,5-吡咯烷二酮。按无水物计算，含 $\text{C}_7\text{H}_{11}\text{NO}_2$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色蜡状固体，几乎无臭，有引湿性。

本品在乙醇或三氯甲烷中极易溶解，在水中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第三法)为 43~47℃(以液状石蜡为传温液)。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg，加氢氧化钠试液 2ml，微微煮沸，其蒸气能使湿润的红色石蕊试纸变为蓝色。

(2)取本品约 0.1g，加间苯二酚约 0.2g 与硫酸 2 滴，在约 140℃加热 5 分钟，加水 5ml，滴加 20% 氢氧化钠溶液使成碱性，取此液数滴，滴入 5ml 水中，即显黄绿色荧光。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 4 图)一致(如不一致时，可用无水乙醇处理后测定)。

【检查】 酸度 取本品 0.10g，加水 10ml 使溶解，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 3.0~4.5。

氯化物 取本品 0.50g，依法检查(通则 0806 第一法)，应符合规定。

水分 取本品，照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定，含水分不得过 1.0%。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.2g，精密称定，加二甲基甲酰胺

30ml 使溶解，加偶氮紫指示液 2 滴，在氮气流中，用甲醇钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 甲醇钠滴定液(0.1mol/L)相当于 14.12mg 的 $\text{C}_7\text{H}_{11}\text{NO}_2$ 。

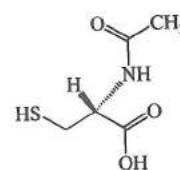
【类别】 抗癫痫药。

【贮藏】 密封保存。

乙酰半胱氨酸

Yixian Banguang'ansuan

Acetylcysteine



$\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_3\text{S}$ 163.20

本品为 N-乙酰基-L-半胱氨酸。按干燥品计算，含 $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_3\text{S}$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末，有类似蒜的臭气，有引湿性。

本品在水或乙醇中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 104~110℃。

比旋度 取本品约 2.5g，精密称定，加乙二胺四醋酸二钠溶液(1→100)2ml 与氢氧化钠试液(4→100)15ml 使溶解，用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液，依法测定(通则 0621)，比旋度为 +21.0°至 +27.0°。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g，加 10% 氢氧化钠溶液 2ml 溶解后，加醋酸铅试液 1ml，加热煮沸，溶液渐显黄褐色，继而产生黑色沉淀。

(2)取本品约 10mg，加氢氧化钠试液 1ml 溶解后，加亚硝基铁氰化钠试液数滴，摇匀，即显深红色；放置后渐显黄色，上层留有红色环，振摇后又变成红色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 7 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g，加水 20ml 溶解后，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 1.5~2.5。

溶液的澄清度 取本品 1.0g，加水 10ml 溶解后，依法检查(通则 0902 第一法)，溶液应澄清。

干燥失重 取本品，以五氧化二磷为干燥剂，在 70℃减压干燥 3 小时，减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(通则 0841)，遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(通则 0821 第二法)，含重金属不得过百万分之十。

热原 取本品，加氯化钠注射液适量溶解后，用 1mol/L

氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0,用氯化钠注射液稀释制成每 1ml 中含乙酰半胱氨酸 20mg 的溶液,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 注射 10ml,应符合规定。(供注射用)

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,加水 30ml 溶解后,在 20~25℃用碘滴定液(0.05mol/L)迅速滴定至溶液显微黄色,并在 30 秒钟内不退。每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 16.32mg 的 $C_3H_7NO_3S$ 。

【类别】 祛痰药。

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

【制剂】 (1)乙酰半胱氨酸颗粒 (2)喷雾用乙酰半胱氨酸

乙酰半胱氨酸颗粒

Yixian Banguang'ansuan Keli

Acetylcysteine Granules

本品含乙酰半胱氨酸($C_3H_7NO_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为可溶性细颗粒;气芳香。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量(约相当于乙酰半胱氨酸 0.2g),加水 20ml 溶解,用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.5,并用水稀释至 40ml。

对照品溶液 取乙酰半胱氨酸对照品 0.2g,加水 20ml 溶解,用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.5,并用水稀释至 40ml。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)混合并平衡 10 分钟的上层液为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,在热气流下吹干,再于碘蒸气中显色。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 酸度 取本品,加水溶解并稀释制成 10%的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~3.0。

干燥失重 取本品,在 70℃干燥 4 小时,减失重量不得过 2.0%(通则 0831)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于乙酰半胱氨酸 25mg),精密称定,置 25ml 量瓶中,加流动相使溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以硫酸

铵缓冲液(取硫酸铵 2.25g,庚烷磺酸钠 1.82g,用水稀释至 450ml,用 7mol/L 的盐酸溶液调节 pH 值至 1.4)-甲醇(90:10)为流动相;检测波长为 205nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按乙酰半胱氨酸峰计算不低于 1000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质的峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%),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%)。

其他 除粒度外,应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 焦亚硫酸钠溶液(1→2000)。

供试品溶液 取本品 10 袋,将内容物全量转移至 500ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 25ml,置 100ml(0.1g 规格)或 200ml(0.2g 规格)量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取乙酰半胱氨酸对照品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸氢二钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按乙酰半胱氨酸峰计算不低于 1000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同乙酰半胱氨酸。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

喷雾用乙酰半胱氨酸

Penwuyong Yixian Banguang'ansuan

Acetylcysteine for Spray

本品按平均装量计算,含乙酰半胱氨酸($C_3H_7NO_3S$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

【鉴别】 (1)取本品照乙酰半胱氨酸项下的鉴别(2)项试验,显相同的反应。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于乙酰半胱氨酸 0.2g),加水 20ml 溶解,用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.5,并用水稀释至 40ml,摇匀。

对照品溶液 取乙酰半胱氨酸对照品 0.2g,加水 20ml 溶解,

用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.5,并用水稀释至 40ml。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)混合并平衡 10 分钟的上层液为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,在热气流下吹干,再于碘蒸气中显色。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

【检查】 酸度、溶液的澄清度与干燥失重 照乙酰半胱氨酸项下的方法检查,均应符合规定。

装量差异 照注射用无菌粉末项下的方法(通则 0102)检查,应符合规定。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,照乙酰半胱氨酸项下的方法测定,即得。

【类别】 同乙酰半胱氨酸。

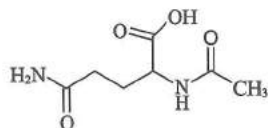
【规格】 (1)0.5g (2)1g

【贮藏】 严封,在凉暗处保存。

乙酰谷酰胺

Yixianguxian'an

Acetylglutamide



$C_7H_{12}N_2O_4$ 188.18

本品为 N^2 -乙酰-L-谷氨酰胺。按干燥品计算,含 $C_7H_{12}N_2O_4$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末,无臭。

本品在水中溶解,在乙醇中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 194~198℃。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -11.5°至 -13.5°。

【鉴别】 (1)取本品 0.1g,加稀盐酸 5ml,加热煮沸 30 分钟,并不断补充水分,放冷,用氢氧化钠试液调节 pH 值约为 6,取 2ml,加茚三酮约 2mg,加热,应显蓝紫色。另取本品 50mg,加水 2ml 及茚三酮约 2mg,加热,不显蓝紫色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 539 图)一致。

【检查】 溶液的透光率 取本品 0.50g,加水 20ml 溶解后,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 95.0%。

氯化物 取本品 0.40g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 8.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫化物 取本品 1.25g,依法检查(通则 0803),应符合规

定(0.0004%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取乙酰谷酰胺对照品与谷氨酰胺对照品各适量,置同一量瓶中,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 的溶液,混匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 的磷酸二氢钾溶液(用 10%磷酸溶液调节 pH 值至 3.0)-甲醇(95:5)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,乙酰谷酰胺峰与谷氨酰胺峰之间的分离度应大于 7.0,理论板数按乙酰谷酰胺峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得超过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,加水 23ml,必要时加热使溶解,放冷,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取乙酰谷酰胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 精神振奋药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 乙酰谷酰胺注射液

乙酰谷酰胺注射液

Yixianguxian'an Zhusheye

Acetylglutamide Injection

本品为乙酰谷酰胺的无菌水溶液。含乙酰谷酰胺

($C_7H_{12}N_2O_4$) 应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1) 取本品适量(约相当于乙酰谷酰胺 0.25g), 加盐酸溶液(1→2)2ml, 加热煮沸约 30 分钟, 并不断补充水分, 放冷, 用氢氧化钠试液调节 pH 值约为 6, 取 2ml, 加茚三酮约 2mg, 加热, 溶液显蓝紫色。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.5~7.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰谷酰胺 1mg 的溶液。

对照溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见乙酰谷酰胺有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%)。

细菌内毒素 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1mg 乙酰谷酰胺中含内毒素的量应小于 0.25EU。

无菌 取本品, 经薄膜过滤法处理, 用 0.1% 无菌蛋白胨水溶液冲洗(每膜不少于 100ml), 以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌, 依法检查(通则 1101), 应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰谷酰胺 0.1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见乙酰谷酰胺含量测定项下。

【类别】 同乙酰谷酰胺。

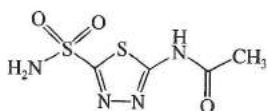
【规格】 (1)2ml : 0.1g (2)5ml : 0.25g (3)5ml : 0.3g (4)5ml : 0.6g (5)10ml : 0.5g (6)20ml : 0.6g

【贮藏】 遮光, 密封保存。

乙酰唑胺

Yixian Zuo'an

Acetazolamide



$C_4H_6N_4O_3S_2$ 222.25

本品为 N-(5-氨基磺酰基-1,3,4-噻二唑-2-基)乙酰胺。按干燥品计算, 含 $C_4H_6N_4O_3S_2$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色针状结晶或结晶性粉末, 无臭。

本品在沸水中略溶, 在水或乙醇中极微溶解, 在三氯甲烷

或乙醚中几乎不溶; 在氨溶液中易溶。

【鉴别】 (1) 取本品约 0.1g, 滴加氢氧化钠试液溶解后, 加水 10ml 与酚酞指示液 1 滴, 滴加稀盐酸至粉红色消失, 加硝酸汞试液数滴, 即生成白色沉淀。

(2) 取本品约 0.2g, 置试管中, 加乙醇与硫酸各 1ml, 加热即产生乙酸乙酯的香气。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 9 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g, 加热水 50ml, 振摇, 放冷, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 4.0~6.0。

碱性溶液的澄清度 取本品 1.0g, 加 10% 氢氧化钠溶液 5ml 溶解后, 溶液应澄清。

氯化物 取本品 2.0g, 加水 100ml, 加热溶解后, 迅速放冷, 滤过, 取滤液 25ml, 依法检查(通则 0801), 与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓(0.014%)。

硫酸盐 取上述氯化物项下剩余的滤液 25ml, 依法检查(通则 0802), 与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓(0.04%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 50mg, 置 100ml 量瓶中, 加水 80ml, 置 80℃ 水浴中加热 5 分钟, 振摇使溶解, 放冷, 用水稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以 0.43% 无水醋酸钠溶液-甲醇-乙腈(95 : 2 : 3, 用冰醋酸调节 pH 值至 4.0±0.05) 为流动相; 检测波长为 265nm; 进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按乙酰唑胺峰计算不低于 5000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如显杂质峰, 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的主峰面积(1.0%)。

银还原物 取本品 5.0g, 用无水乙醇 5ml 湿润后, 加水 125ml 与硝酸 10ml, 精密加硝酸银滴定液(0.1mol/L) 5ml, 摇匀, 避光放置 30 分钟, 经垂熔玻璃漏斗滤过, 用水 10ml 洗涤容器及漏斗, 合并滤液与洗液, 加硫酸铁铵指示液 5ml, 用硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L) 滴定至终点, 消耗硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L) 不得少于 4.8ml。

干燥失重 取本品, 在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 0.50g, 依法检查(通则 0821 第三法), 含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,加沸水 400ml 搅拌使溶解,放冷,定量转移至 1000ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,加 1mol/L 盐酸溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 265nm 的波长处测定吸光度,按 $C_4H_6N_4O_3S_2$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 474 计算,即得。

【类别】 碳酸酐酶抑制药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 乙酰唑胺片

乙酰唑胺片

Yixianzuo'an Pian

Acetazolamide Tablets

本品含乙酰唑胺($C_4H_6N_4O_3S_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于乙酰唑胺 0.2g),加水 3ml 与氢氧化钠试液 1ml,搅拌,滤过;取滤液 2ml,加水 8ml 摇匀后,照乙酰唑胺项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量(约相当于乙酰唑胺 50mg),照乙酰唑胺项下的鉴别(2)项试验,显相同的反应。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于乙酰唑胺 50mg),置 100ml 量瓶中,加水 80ml,置 80℃ 水浴中加热 5 分钟,振摇使乙酰唑胺溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见乙酰唑胺有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如显杂质峰,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的主峰面积(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 4.5)150ml 加水至 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

测定法 取溶出液 5ml,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,照紫

外-可见分光光度法(通则 0401),在 265nm 的波长处分别测定吸光度,按 $C_4H_6N_4O_3S_2$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 474 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于乙酰唑胺 0.2g),加沸水约 400ml,搅拌 15 分钟使乙酰唑胺溶解,放冷,定量转移至 1000ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,加 1mol/L 盐酸溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 265nm 的波长处测定吸光度,按 $C_4H_6N_4O_3S_2$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 474 计算。

【类别】 同乙酰唑胺。

【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封保存。

乙酰胺注射液

Yixian'an Zhushuye

Acetamide Injection

本品为乙酰胺的灭菌水溶液。含乙酰胺(C_2H_5NO)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加氢氧化钠试液 5ml,煮沸,即发生氨臭,能使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

(2)本品显醋酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 5.0~6.5(通则 0631)。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液制成每 1ml 中含乙酰胺 50mg 的溶液,依法检查(通则 1141),按静脉注射法给药,应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 乙酰胺中含内毒素的量应小于 0.030EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 精密量取本品适量(约相当于乙酰胺 0.5g),置 50ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置凯氏烧瓶中,加水与 10% 氢氧化钠溶液各 50ml,照氮测定法(通则 0704 第一法),自“注意使沿瓶壁”起,依法测定,即得。每 1ml 硫酸滴定液(0.05mol/L)相当于 5.907mg 的 C_2H_5NO 。

【类别】 解药。

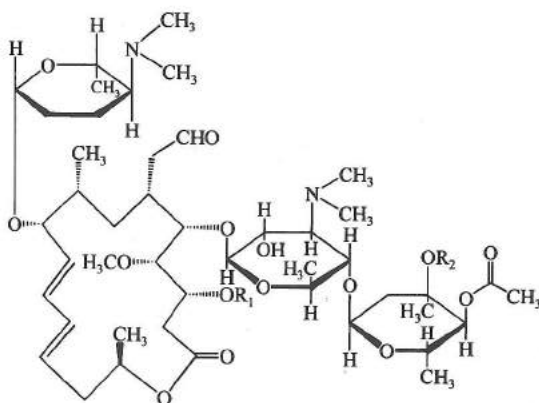
【规格】 (1)2ml: 1g (2)5ml: 2.5g (3)10ml: 5g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

乙酞螺旋霉素

Yixian Luoxuanmeisu

Acetylspiramycin

单乙酞螺旋霉素Ⅱ: $R_1 = \text{COCH}_3$ $R_2 = \text{H}$ 单乙酞螺旋霉素Ⅲ: $R_1 = \text{COCH}_2\text{CH}_3$ $R_2 = \text{H}$ 双乙酞螺旋霉素Ⅱ: $R_1 = \text{COCH}_3$ $R_2 = \text{COCH}_3$ 双乙酞螺旋霉素Ⅲ: $R_1 = \text{COCH}_2\text{CH}_3$ $R_2 = \text{COCH}_3$

本品为单乙酞螺旋霉素Ⅱ、单乙酞螺旋霉素Ⅲ、双乙酞螺旋霉素Ⅱ和双乙酞螺旋霉素Ⅲ四个组分为主的混合物。按干燥品计算,每1mg的效价不得少于1200个乙酞螺旋霉素单位。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末。

本品在甲醇、乙醇、丙酮或乙醚中溶解,在水中几乎不溶,在石油醚中不溶。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇制成每1ml中约含5mg的溶液。

标准品溶液 取乙酞螺旋霉素标准品,加甲醇制成每1ml中约含5mg的溶液。

色谱条件 采用薄层板(取硅胶G 0.6g,加0.1mol/L氢氧化钠溶液2.5ml,研磨成糊状,搅匀后,涂布在20cm×5cm玻璃板上,晾干后,置105℃活化30分钟),以甲苯-甲醇(9:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与标准品溶液各10μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置碘蒸气中显色。

结果判定 供试品溶液所显四个主斑点的位置和颜色应与标准品溶液四个主斑点的位置和颜色相同。

(2)在乙酞螺旋霉素组分测定项下记录的色谱图中,供试品溶液四个主组分峰的保留时间应与乙酞螺旋霉素标准品溶液四个主组分峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过3.0%(通则 0831)。

乙酞螺旋霉素组分测定 照高效液相色谱法(通则 0512)

测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含1mg的溶液。

标准品溶液 取乙酞螺旋霉素标准品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含1mg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1mol/L醋酸铵溶液(60:40)(用醋酸调节pH值至7.2±0.1)为流动相;检测波长为232nm;进样体积10μl。

系统适用性要求 标准品溶液色谱图应与标准图谱一致。

测定法 精密量取供试品溶液与标准品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,供试品溶液色谱图中乙酞螺旋霉素各组分的出峰顺序依次为:单乙酞螺旋霉素Ⅱ、单乙酞螺旋霉素Ⅲ、双乙酞螺旋霉素Ⅱ和双乙酞螺旋霉素Ⅲ。单、双乙酞螺旋霉素(Ⅱ+Ⅲ)的含量以供试品溶液色谱图中相应的峰面积按下式计算。

单乙酞螺旋霉素(Ⅱ+Ⅲ)含量% =

$$\frac{A_{\text{单Ⅱ}} + A_{\text{单Ⅲ}}}{A_{\text{单Ⅱ}} + A_{\text{单Ⅲ}} + A_{\text{双Ⅱ}} + A_{\text{双Ⅲ}}} \times 100\%$$

双乙酞螺旋霉素(Ⅱ+Ⅲ)含量% =

$$\frac{A_{\text{双Ⅱ}} + A_{\text{双Ⅲ}}}{A_{\text{单Ⅱ}} + A_{\text{单Ⅲ}} + A_{\text{双Ⅱ}} + A_{\text{双Ⅲ}}} \times 100\%$$

式中 $A_{\text{单Ⅱ}}$ 为单乙酞螺旋霉素Ⅱ的峰面积;

$A_{\text{单Ⅲ}}$ 为单乙酞螺旋霉素Ⅲ的峰面积;

$A_{\text{双Ⅱ}}$ 为双乙酞螺旋霉素Ⅱ的峰面积;

$A_{\text{双Ⅲ}}$ 为双乙酞螺旋霉素Ⅲ的峰面积。

乙酞螺旋霉素四个组分的总含量按外标法以峰面积按下式计算。

$$\text{乙酞螺旋霉素四个组分总含量}\% = \frac{A_T W_S P}{A_S W_T} \times 100\%$$

式中 A_T 为供试品溶液色谱图中乙酞螺旋霉素四个组分峰的总面积;

A_S 为标准品溶液色谱图中乙酞螺旋霉素四个组分峰的总面积;

W_T 为供试品的重量;

W_S 为标准品的重量;

P 为标准品四个组分的百分含量总和。

限度 含单、双乙酞螺旋霉素(Ⅱ+Ⅲ)均应不得少于35%;乙酞螺旋霉素四个组分的总含量应不得少于75%。

【含量测定】 精密称取本品适量,加乙醇使溶解(每5mg加乙醇2ml),用灭菌水定量稀释制成每1ml中约含1000单位的溶液,照抗生素微生物检定法(通则 1201)测定。

【类别】 大环内酯类抗生素。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 (1)乙酞螺旋霉素片 (2)乙酞螺旋霉素胶囊

乙酰螺旋霉素片

Yixian Luoxuanmeisu Pian

Acetylspiramycin Tablets

本品含乙酰螺旋霉素应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后，显类白色或微黄色。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 5mg 的溶液，滤过，取续滤液。

标准品溶液 取乙酰螺旋霉素标准品，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

系统适用性溶液 取等体积的供试品溶液和标准品溶液，混合。

色谱条件 见乙酰螺旋霉素鉴别(1)项下。

系统适用性要求 系统适用性溶液应显四个主斑点。

测定法 吸取上述三种溶液各 10 μ l，分别点于同一薄层板上，展开，晾干，置碘蒸气中显色。

结果判定 供试品溶液所显四个主斑点的位置和颜色应与标准品溶液或系统适用性溶液所显四个主斑点的位置和颜色相同。

(2)在乙酰螺旋霉素组分测定项下记录的色谱图中，供试品溶液四个主组分峰的保留时间应与标准品溶液的四个主组分峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量(约相当于乙酰螺旋霉素 0.1g)，加甲醇 10ml，振摇，使乙酰螺旋霉素溶解，滤过，量取续滤液 1ml，再用甲醇溶液(1 \rightarrow 5)稀释制成每 1ml 中含乙酰螺旋霉素 20 μ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 232nm 波长处有最大吸收。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 乙酰螺旋霉素组分测定 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于乙酰螺旋霉素 0.1g)，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 1mg 的溶液，摇匀，滤过，取续滤液。

标准品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见乙酰螺旋霉素乙酰螺旋霉素组分测定项下。

测定法 见乙酰螺旋霉素乙酰螺旋霉素组分测定项下。乙酰螺旋霉素四个组分的总含量按外标法以峰面积按下式计算。

乙酰螺旋霉素四个组分总含量% =

$$\frac{A_T W_S \times \text{平均片重} \times P \times \text{标准品效价}}{A_S W_T \times \text{标示量}} \times 100\%$$

式中 A_T 为供试品色谱图中乙酰螺旋霉素四个组分峰的总面积；

A_S 为标准品色谱图中乙酰螺旋霉素四个组分峰的总面积；

W_T 为供试品的重量；

W_S 为标准品的重量；

P 为标准品四个组分的百分含量总和。

限度 含单、双乙酰螺旋霉素(Ⅱ+Ⅲ)均应不得少于 35%；乙酰螺旋霉素四个组分的总含量应不得少于标示量的 70%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(稀盐酸 24ml \rightarrow 1000ml)900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作，经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 20 μ g 的溶液。

对照溶液 取本品 10 片，精密称定，研细，精密称取适量(相当于平均片重)，加乙醇适量(每 5mg 加乙醇 2ml)使溶解，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 100 μ g 的溶液，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 232nm 的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。

限度 75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 10 片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于乙酰螺旋霉素 0.2g)，加乙醇(每 5mg 加乙醇 2ml)使乙酰螺旋霉素溶解，如为糖衣片，取本品 5 片，研细，加乙醇(每 5mg 加乙醇 2ml)使溶解，用灭菌水定量稀释制成每 1ml 中约含 1000 单位的溶液，摇匀，静置，精密量取上清液适量，照乙酰螺旋霉素项下的方法测定。

【类别】 同乙酰螺旋霉素。

【规格】 (1)0.1g(10 万单位) (2)0.2g(20 万单位)

【贮藏】 密封，在凉暗干燥处保存。

乙酰螺旋霉素胶囊

Yixian Luoxuanmeisu Jiaonang

Acetylspiramycin Capsules

本品含乙酰螺旋霉素应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为类白色至微黄色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品内容物适量，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 5mg 的溶液，滤过，取续滤液。

标准品溶液 取乙酰螺旋霉素标准品，加甲醇溶解并稀

释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

系统适用性溶液 取等体积的供试品溶液和标准品溶液,混合。

色谱条件 见乙酰螺旋霉素鉴别(1)项下。

系统适用性要求 系统适用性溶液应显四个主斑点。

测定法 吸取上述三种溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置碘蒸气中显色。

结果判定 供试品溶液所显四个主斑点的位置和颜色应与标准品溶液或系统适用性溶液所显四个主斑点的位置和颜色相同。

(2)在乙酰螺旋霉素组分测定项下记录的色谱图中,供试品溶液四个主组分峰的保留时间应与标准品溶液的四个主组分峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物适量(约相当于乙酰螺旋霉素 0.1g),加甲醇 10ml,振摇,使乙酰螺旋霉素溶解,滤过,量取续滤液 1ml,再用甲醇溶液(1 \rightarrow 5)稀释制成每 1ml 中含乙酰螺旋霉素 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 232nm 的波长处有最大吸收。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】干燥失重 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重,减失重量不得过 4.0%(通则 0831)。

乙酰螺旋霉素组分测定 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于乙酰螺旋霉素 0.1g),精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 1mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

标准品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见乙酰螺旋霉素乙酰螺旋霉素组分测定项下。

测定法 见乙酰螺旋霉素乙酰螺旋霉素组分测定项下。乙酰螺旋霉素四个组分的总含量按外标法以峰面积按下式计算。

乙酰螺旋霉素四个组分总含量% =

$$\frac{A_T W_S \times \text{平均片重} \times P \times \text{标准品效价}}{A_S W_T \times \text{标示量}} \times 100\%$$

式中 A_T 为供试品色谱图中乙酰螺旋霉素四个组分峰的总面积;

A_S 为标准品色谱图中乙酰螺旋霉素四个组分峰的总面积;

W_T 为供试品的重量;

W_S 为标准品的重量;

P 为标准品四个组分的百分含量总和。

限度 含单、双乙酰螺旋霉素(Ⅱ+Ⅲ)均应不得少于 35%;乙酰螺旋霉素四个组分的总含量应不得少于标示量的 70%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(稀盐酸 24ml \rightarrow 1000ml)900ml

为溶出介质(如因囊壳溶胀不崩而导致不符合规定,应以含 0.32%胃蛋白酶的 0.1mol/L 盐酸溶液作为溶出介质,重新试验),转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 20 μ g 的溶液。

对照溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(相当于 1 粒的平均装量),加乙醇适量(每 5mg 加乙醇 2ml)使溶解,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 100 μ g 的溶液,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含乙酰螺旋霉素 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 232nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于乙酰螺旋霉素 0.2g),加乙醇(每 5mg 加乙醇 2ml)使乙酰螺旋霉素溶解,用灭菌水定量稀释制成每 1ml 中约含 1000 单位的溶液,摇匀,静置,精密量取上清液适量,照乙酰螺旋霉素项下的方法测定。

【类别】 同乙酰螺旋霉素。

【规格】 (1)0.1g(10 万单位) (2)0.2g(20 万单位)

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

乙醇

Yichun

Ethanol

C_2H_6O 46.07

【性状】 本品为无色澄清液体;微有特臭;易挥发,易燃,燃烧时显淡蓝色火焰;加热至约 78 $^{\circ}$ C 即沸腾。

本品与水、甘油、三氯甲烷或乙醚能任意混溶。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)不大于 0.8129,相当于含 C_2H_6O 不少于 95.0%(ml/ml)。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加水 5ml 与氢氧化钠试液 1ml 后,缓缓滴加碘试液 2ml,即发生碘仿的臭气,并生成黄色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1290 图)一致。

【检查】酸碱性 取本品 20ml,加水 20ml,摇匀,滴加酚酞指示液 2 滴,溶液应无色;再加 0.01mol/L 氢氧化钠溶液 1.0ml,溶液应显粉红色。

溶液的澄清度与颜色 本品应澄清无色。取本品适量,

与同体积的水混合后,溶液应澄清;在 10℃ 放置 30 分钟,溶液仍应澄清。

吸光度 取本品,以水为空白,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定吸光度,在 240nm 的波长处不得过 0.08;250~260nm 的波长范围内不得过 0.06;270~340nm 的波长范围内不得过 0.02。

挥发性杂质 照气相色谱法测定法(通则 0521)测定。

供试品溶液(1) 取本品,即得。

供试品溶液(2) 精密量取 4-甲基-2-戊醇 150 μ l,置 20ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 25ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀。

对照溶液(1) 精密量取无水甲醇 100 μ l,置 50ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀。

对照溶液(2) 精密量取无水甲醇 1ml,乙醛 1ml,置 10ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀,精密量取 100 μ l,置 10ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀,再精密量取 100 μ l,置 10ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀。

对照溶液(3) 精密量取乙缩醛 150 μ l,置 50ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀,精密量取 100 μ l,置 10ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀。

对照溶液(4) 精密量取苯 50 μ l,置 50ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀,精密量取 50 μ l,置 25ml 量瓶中,用本品稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液(或极性相近);起始温度 40℃,维持 12 分钟,以每分钟 10℃ 的速率升温至 240℃,维持 10 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 280℃;载气为氦气或氮气。进样体积 1 μ l。

系统适用性要求 对照溶液(2)色谱图中,乙醛峰与甲醇峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取供试品溶液(1)、(2)与对照溶液(1)、(2)、(3)、(4),分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液(1)如出现杂质峰,甲醇峰面积不得大于对照溶液(1)中甲醇峰面积的 0.5 倍(0.02%);含乙醛和乙缩醛的总量按公式(1)计算,总量不得过 0.001%(以乙醛计);含苯按公式(2)计算,不得过 0.0002%;供试品溶液(2)中其他杂质峰面积的和不得大于 4-甲基-2-戊醇的峰面积(0.03%,以 4-甲基-2-戊醇计)。

乙醛和乙缩醛的总含量% =

$$\left[\frac{(0.001\% \times A_E)}{(A_T - A_E)} \right] + \left\{ \left[\frac{(0.003\% \times C_E)}{(C_T - C_E)} \right] \times (M_{r1}/M_{r2}) \right\} \quad (1)$$

式中 A_E 为供试品溶液(1)中乙醛的峰面积;

A_T 为对照溶液(2)中乙醛的峰面积;

C_E 为供试品溶液(1)中乙缩醛的峰面积;

C_T 为对照溶液(3)中乙缩醛的峰面积;

M_{r1} 为乙醛的分子量,44.05;

M_{r2} 为乙缩醛的分子量,118.2。

$$\text{苯含量}\% = (0.0002\% \times B_E) / (B_T - B_E) \quad (2)$$

式中 B_E 为供试品溶液(1)中苯的峰面积;

B_T 为对照溶液(4)中苯的峰面积。

不挥发物 取本品 40ml,置 105℃ 恒重的蒸发皿中,于水浴上蒸干后,在 105℃ 干燥 2 小时,遗留残渣不得过 1mg。

【类别】 消毒防腐药、溶剂。

【贮藏】 遮光,密封保存。

二甲双胍格列本脲片(I)

Erjiashuanggua Geliebenniao Pian(I)

Metformin Hydrochloride and Glibenclamide Tablets(I)

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%~105.0%;含格列本脲($C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

	处方 1	处方 2
盐酸二甲双胍	250g	500g
格列本脲	1.25g	2.5g
辅料	适量	适量
制成	1000 片	1000 片

【性状】 本品为白色至类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml,振摇使盐酸二甲双胍溶解,滤过,取续滤液 2ml,加 10%亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10%氢氧化钠溶液(等体积混合,放置 20 分钟使用)10ml,3 分钟内溶液呈红色。

(2)取含量测定盐酸二甲双胍项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 233nm 的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定格列本脲项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取鉴别(1)项下的滤液,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 30 片,包衣片除去包衣,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

双胍对照品溶液 取双胍对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

三聚氰胺对照品溶液 取三聚氰胺对照品适量,加流动

相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 分别精密量取上述三种溶液各 1ml, 置同一 200ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用磺基阳离子交换键合硅胶为填充剂; 以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 17g, 加水 1000ml 溶解, 用磷酸调节 pH 值至 3.0) 为流动相; 检测波长为 218nm; 进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中, 理论板数按双胍胺峰计算不低于 5000, 二甲双胍峰与三聚氰胺峰之间的分离度应不小于 10.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至二甲双胍色谱峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与双胍胺保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 不得过盐酸二甲双胍标示量的 0.04%, 如有其他杂质峰, 单个杂质峰(保留时间在双胍胺峰之后) 的峰面积不得大于对照溶液中二甲双胍峰面积的 0.4 倍(0.2%), 其他各杂质峰(保留时间在双胍胺峰之后) 峰面积的和不得大于对照溶液中二甲双胍峰面积的 2 倍(1.0%)。

杂质 I 与杂质 II 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取有关物质项下的细粉适量(约相当于格列本脲 12.5mg), 精密称定, 置 25ml 量瓶中, 加甲醇 16ml, 超声约 20 分钟并振摇使格列本脲溶解, 放冷, 用磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g, 加水 300ml 溶解, 用磷酸调节 pH 值至 3.5 \pm 0.05) 稀释至刻度, 摇匀, 离心, 取上清液滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺(杂质 I) 对照品与 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰氨基-甲酸乙酯(杂质 II) 对照品各适量, 精密称定, 加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含杂质 I 与杂质 II 各 0.3mg 的溶液, 精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g, 加水 300ml 溶解, 用磷酸调节 pH 值至 3.5 \pm 0.05)-甲醇(30:50) 为流动相; 检测波长为 300nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中, 杂质 I 峰与杂质 II 峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取对照品溶液与供试品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至格列本脲峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰和杂质 II 峰保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 均不得过 0.6%。

含量均匀度 格列本脲 取本品 1 片, 置 25ml 量瓶(格列本脲 1.25mg 规格) 或置 50ml 量瓶(格列本脲 2.5mg 规格) 中, 加甲醇适量, 超声约 20 分钟使格列本脲溶解, 放冷, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。照含量测定格列本脲项下的方法测定格列本脲的含量, 应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法) 测定。

溶出条件 以 0.02% 三羟甲基氨基甲烷溶液 250ml 为溶出介质, 转速为每分钟 75 转, 依法操作, 经 45 分钟时, 取溶出液, 滤过, 续滤液备用。

盐酸二甲双胍 供试品溶液 精密量取上述续滤液适量, 用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 μ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸二甲双胍对照品适量, 精密称定, 加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 233nm 的波长处分别测定吸光度, 计算出每片中盐酸二甲双胍的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

格列本脲 供试品溶液 取上述续滤液。

对照品溶液 取格列本脲对照品约 12.5mg, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声约 20 分钟使格列本脲溶解, 放冷, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1ml, 置 50ml 量瓶(格列本脲 1.25mg 规格) 或置 25ml 量瓶(格列本脲 2.5mg 规格) 中, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 见含量测定格列本脲项下。检测波长为 225nm。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定格列本脲项下。

测定法 见含量测定格列本脲项下。计算出每片中格列本脲的溶出量。

限度 标示量的 75%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 盐酸二甲双胍 照紫外-可见分光光度法(通则 0401) 测定。

供试品溶液 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg), 置 100ml 量瓶中, 加水适量, 超声约 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解, 放冷, 用水稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取盐酸二甲双胍对照品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 在 233nm 的波长处分别测定吸光度, 计算。

格列本脲 照高效液相色谱法(通则 0512) 测定。

供试品溶液 取含量测定盐酸二甲双胍项下的细粉适量(约相当于格列本脲 5mg), 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声约 20 分钟使格列本脲溶解, 放冷, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取格列本脲对照品适量, 精密称定, 加甲醇适量使溶解, 并用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 见杂质Ⅰ与杂质Ⅱ项下的对照品溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见杂质Ⅰ与杂质Ⅱ项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 密封保存。

二甲双胍格列本脲片(Ⅱ)

Erjiashuanggua Geliebenniao Pian(Ⅱ)

Metformin Hydrochloride and Glibenclamide Tablets(Ⅱ)

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%~105.0%;含格列本脲($C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

	处方 1	处方 2
盐酸二甲双胍	500g	250g
格列本脲	5g	2.5g
辅料	适量	适量
制成	1000 片	1000 片

【性状】 本品为白色至类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml,振摇使盐酸二甲双胍溶解,滤过,取续滤液 2ml,加 10%亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10%氢氧化钠溶液(等体积混合,放置 20 分钟使用)10ml,3 分钟内溶液呈红色。

(2)取含量测定盐酸二甲双胍项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 233nm 的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定格列本脲项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取鉴别(1)项下的滤液,应显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 30 片,包衣片除去包衣,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

双胍对照品溶液 取双胍对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

三聚氰胺对照品溶液 取三聚氰胺对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 分别精密量取上述三种溶液各 1ml,置同一

200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用磺酸基阳离子交换键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 17g,加水 1000ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相;检测波长为 218nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中,理论板数按双胍峰计算不低于 5000,二甲双胍峰与三聚氰胺峰之间的分离度应不小于 10.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至二甲双胍色谱峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与双胍峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸二甲双胍标示量的 0.04%,如有其他杂质峰,单个杂质峰(保留时间在双胍峰之后)的峰面积不得大于对照溶液中二甲双胍峰面积的 0.4 倍(0.2%),其他各杂质峰(保留时间在双胍峰之后)峰面积的和不得大于对照溶液中二甲双胍峰面积的 2 倍(1.0%)。

杂质Ⅰ与杂质Ⅱ 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取有关物质项下的细粉适量(约相当于格列本脲 12.5mg),精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲醇 16ml,超声约 20 分钟并振摇使格列本脲溶解,放冷,用磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5 \pm 0.05)稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液滤过,取续滤液。

对照品溶液 取 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺(杂质Ⅰ)对照品与 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰氨基-甲酸乙酯(杂质Ⅱ)对照品各适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含杂质Ⅰ与杂质Ⅱ各 0.3mg 的溶液,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5 \pm 0.05)-甲醇(30:50)为流动相;检测波长为 300nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,杂质Ⅰ峰与杂质Ⅱ峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取对照品溶液与供试品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至格列本脲峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质Ⅰ峰和杂质Ⅱ峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过 0.6%。

含量均匀度 格列本脲 取本品 1 片,置 50ml 量瓶(格列本脲 2.5mg 规格)或置 100ml 量瓶(格列本脲 5mg 规格)中,加流动相适量,超声约 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定格列本脲项下的方法测定格列本脲的含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)

测定。

溶出条件 以 0.02% 三羟甲基氨基甲烷溶液 250ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时,取溶出液,滤过,续滤液备用。

盐酸二甲双胍 供试品溶液 精密量取上述续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 μ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸二甲双胍对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 233nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每片中盐酸二甲双胍的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

格列本脲 供试品溶液 取上述续滤液。

对照品溶液 取格列本脲对照品约 12.5mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲醇适量,超声约 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 50ml 量瓶(格列本脲 2.5mg 规格)或置 25ml 量瓶(格列本脲 5mg 规格)中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见含量测定格列本脲项下。检测波长为 225nm。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定格列本脲项下。

测定法 见含量测定格列本脲项下。计算出每片中格列本脲的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 盐酸二甲双胍 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,超声约 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸二甲双胍对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 233nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

格列本脲 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定盐酸二甲双胍项下的细粉适量(约相当于格列本脲 5mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取格列本脲对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 见杂质 I 与杂质 II 项下的对照品溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见杂质 I 与杂质 II 项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 密封保存。

二甲双胍格列本脲胶囊(I)

Erjianshuanggua Geliebenniao Jiaonang(I)

Metformin Hydrochloride and Glibenclamide Capsules(I)

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%~105.0%;含格列本脲($C_{23}H_{28}ClN_5O_5S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

盐酸二甲双胍	250g
格列本脲	1.25g
辅料	适量
制成	1000 粒

【性状】 本品的内容物为白色至类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml,振摇使盐酸二甲双胍溶解,滤过,取续滤液 2ml,加 10%亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10%氢氧化钠溶液(等体积混合,放置 20 分钟使用)10ml,3 分钟内溶液呈红色。

(2)取含量测定盐酸二甲双胍项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 233nm 的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定格列本脲项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取鉴别(1)项下的滤液,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 30 粒的内容物,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

双胍胺对照品溶液 取双胍胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

三聚氰胺对照品溶液 取三聚氰胺对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 分别精密量取上述三种溶液各 1ml,置同一 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用磺酸基阳离子交换键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 17g,加水 1000ml 溶解,用磷

酸调节 pH 值至 3.0) 为流动相;检测波长为 218nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中,理论板数按双胍胺峰计算不低于 5000,二甲双胍峰与三聚氰胺峰之间的分离度应不小于 10.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至二甲双胍色谱峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与双胍胺保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸二甲双胍标示量的 0.04%,如有其他杂质峰,单个杂质峰(保留时间在双胍胺峰之后)的峰面积不得大于对照溶液中二甲双胍峰面积的 0.4 倍(0.2%),其他各杂质峰(保留时间在双胍胺峰之后)峰面积的和不得大于对照溶液中二甲双胍峰面积的 2 倍(1.0%)。

杂质 I 与杂质 II 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取有关物质项下的细粉适量(约相当于格列本脲 12.5mg),精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲醇 16ml,超声约 20 分钟并振摇使格列本脲溶解,放冷,用磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5 \pm 0.05)稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液滤过,取续滤液。

对照品溶液 取 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺(杂质 I)对照品与 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺-甲酯(杂质 II)对照品各适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含杂质 I 与杂质 II 各 0.3mg 的溶液,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5 \pm 0.05)-甲醇(30:50)为流动相;检测波长为 300nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,杂质 I 峰与杂质 II 峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取对照品溶液与供试品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至格列本脲峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰和杂质 II 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过 0.6%。

含量均匀度 格列本脲 取本品 1 粒,置 25ml 量瓶中,加甲醇适量,超声约 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定格列本脲项下的方法测定格列本脲的含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以 0.02% 三羟甲基氨基甲烷溶液 250ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时,取溶出液,滤过,续滤液备用。

盐酸二甲双胍 供试品溶液 精密量取上述续滤液适

量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 μ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸二甲双胍对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 233nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每片中盐酸二甲双胍的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

格列本脲 供试品溶液 取上述续滤液。

对照品溶液 取格列本脲对照品约 12.5mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,超声约 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见含量测定格列本脲项下。检测波长为 225nm。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定格列本脲项下。

测定法 见含量测定格列本脲项下。计算出每片中格列本脲的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 盐酸二甲双胍 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒的内容物,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,超声约 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸二甲双胍对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 233nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

格列本脲 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定盐酸二甲双胍项下的细粉适量(约相当于格列本脲 5mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声约 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取格列本脲对照品适量,精密称定,加甲醇适量使溶解,并用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 50 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 见杂质 I 与杂质 II 项下的对照品溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见杂质 I 与杂质 II 项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 密封保存。

二甲双胍格列本脲胶囊(Ⅱ)

Erjiashuanggua Geliebenniao Jiaonang(Ⅱ)

Metformin Hydrochloride and
Glibenclamide Capsules(Ⅱ)

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%~105.0%;含格列本脲($C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

盐酸二甲双胍	250g
格列本脲	2.5g
辅料	适量
制成	1000 粒

【性状】 本品的内容物为白色至类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml,振摇使盐酸二甲双胍溶解,滤过,取续滤液 2ml,加 10%亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10%氢氧化钠溶液(等体积混合,放置 20 分钟使用)10ml,3 分钟内溶液呈红色。

(2)取含量测定盐酸二甲双胍项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 233nm 的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定格列本脲项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取鉴别(1)项下的滤液,应显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 30 粒的内容物,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

双胍胺对照品溶液 取双胍胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

三聚氰胺对照品溶液 取三聚氰胺对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 分别精密量取上述三种溶液各 1ml,置同一 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用磺酸基阳离子交换键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 17g,加水 1000ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相;检测波长为 218nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中,理论板数按双胍胺峰计算不低于 5000,二甲双胍峰与三聚氰胺峰之间的分离度应不小于 10.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液

相色谱仪,记录色谱图至二甲双胍色谱峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与双胍胺保留时间一致的峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸二甲双胍标示量的 0.04%,如有其他杂质峰,单个杂质峰(保留时间在双胍胺峰之后)的峰面积不得大于对照溶液中二甲双胍峰面积的 0.4 倍(0.2%),其他各杂质峰(保留时间在双胍胺峰之后)峰面积的和不得大于对照溶液中二甲双胍峰面积的 2 倍(1.0%)。

杂质 I 与杂质 II 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取有关物质项下的细粉适量(约相当于格列本脲 12.5mg),精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲醇 16ml,超声约 20 分钟并振摇使格列本脲溶解,放冷,用磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5 \pm 0.05)稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液滤过,取续滤液。

对照品溶液 取 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺(杂质 I)对照品与 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺基-甲酸乙酯(杂质 II)对照品各适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含杂质 I 与杂质 II 各 0.3mg 的溶液,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5 \pm 0.05)-甲醇(30:50)为流动相;检测波长为 300nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,杂质 I 峰与杂质 II 峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至格列本脲峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 和杂质 II 保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过 0.6%。

含量均匀度 格列本脲 取本品 1 粒,置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,超声约 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定格列本脲项下的方法测定格列本脲的含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以 0.02%三羟甲基氨基甲烷溶液 250ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时,取溶出液,滤过,续滤液备用。

盐酸二甲双胍 供试品溶液 精密量取上述续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 μ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸二甲双胍对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 233nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每片中盐酸二甲双胍的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

格列本脲 供试品溶液 取上述续滤液。

对照品溶液 取格列本脲对照品约 12.5mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加甲醇适量，超声约 20 分钟使格列本脲溶解，放冷，用甲醇稀释至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 25ml 量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 见含量测定格列本脲项下。检测波长为 225nm。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定格列本脲项下。

测定法 见含量测定格列本脲项下。计算出每片中格列本脲的溶出量。

限度 标示量的 75%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 盐酸二甲双胍 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒的内容物，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg)，置 100ml 量瓶中，加水适量，超声约 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 1ml，置 100ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取盐酸二甲双胍对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，在 233nm 的波长处分别测定吸光度，计算。

格列本脲 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定盐酸二甲双胍项下的细粉适量(约相当于格列本脲 5mg)，精密称定，置 100ml 量瓶中，加甲醇适量，超声约 20 分钟使格列本脲溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取格列本脲对照品适量，精密称定，加甲醇适量使溶解，并用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 50μg 的溶液。

系统适用性溶液 见杂质 I 与杂质 II 项下的对照品溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见杂质 I 与杂质 II 项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 密封保存。

本品为二甲基硅氧烷聚合物。

【性状】 本品为无色澄清的油状液体；无臭或几乎无臭。

本品在三氯甲烷、乙醚、甲苯或二甲苯中能任意混合，在水或乙醇中不溶。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)为 0.970～0.980。

折光率 本品的折光率(通则 0622)为 1.400～1.410。

黏度 本品的运动黏度(通则 0633 第一法，毛细管内径 2mm)在 25℃时为 500～1000mm²/s。

【鉴别】 (1)取本品 0.5g，置坩埚中，加硫酸 0.5ml 与硝酸 0.5ml，缓缓炽灼，即形成白色纤维状物，最后遗留白色残渣。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 10 图)一致。

【检查】 酸碱度 取乙醇与三氯甲烷各 5ml，摇匀，加酚酞指示液 1 滴，滴加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)至微显粉红色，加本品 1.0g，摇匀；如无色，加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.15ml，应显粉红色；如显粉红色，加硫酸滴定液(0.01mol/L)0.15ml，粉红色应消失。

苯化物 取本品 5g，加环己烷 10ml 振摇使溶解，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 250～270nm 的波长范围内测定吸光度，不得过 0.2。

干燥失重 取本品，在 150℃干燥 3 小时，减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

重金属 取本品 1.0g，加三氯甲烷 5ml 溶解，并用三氯甲烷稀释至 20ml，加新配制的 0.002%双硫脲三氯甲烷溶液 1.0ml，加水和氨试液-0.2%盐酸羟胺溶液(1:9)各 0.5ml，立即剧烈振摇 1 分钟，如显色，与取标准铅溶液 0.5ml，加三氯甲烷 20ml，自“加新配制的 0.002%双硫脲三氯甲烷溶液 1.0ml”起，同法操作所得的对照液比较，不得更深(0.0005%)。

【类别】 消泡沫药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)二甲硅油气雾剂 (2)二甲硅油片

二甲硅油气雾剂

Erjiaguīyóu Qīwùjī

Dimethicone Aerosol

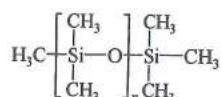
本品为二甲硅油和二氧化硅的溶液型非定量气雾剂。含二甲硅油应为标示量的 80.0%～120.0%，二甲硅油在药液中的浓度应为 0.65%～1.00%(g/g)。

【性状】 本品在耐压容器中的药液为无色至微黄色澄明液体。

二甲硅油

Erjiaguīyóu

Dimethicone



【鉴别】 取含量测定项下所得油状液体,照二甲硅油项下的鉴别(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 泄漏率 取本品 12 瓶,去除外包装,用乙醇将表面清洗干净,室温垂直(直立)放置 24 小时,分别精密称定重量(W_1),再在室温放置 72 小时(精确至 30 分钟),再分别精密称定重量(W_2),置 2~8℃ 冷却后,迅速在阀上面钻一小孔,放置至室温,待抛射剂完全气化挥尽后,将瓶与阀分离,用乙醇洗净,在室温下干燥,分别精密称定重量(W_3),按下式计算每瓶年泄漏率。平均年泄漏率应小于 3.5%,并不得有 1 瓶大于 5%。

年泄漏率 = $365 \times 24 \times (W_1 - W_2) / [72 \times (W_1 - W_3)] \times 100\%$

其他 除微细粒子剂量与喷射速率外,应符合气雾剂项下有关的规定(通则 0113)。

【含量测定】 取本品 3 瓶,精密称定,在铝盖上钻一小孔,插入连有橡皮管的注射针头(勿与药液面接触),橡皮管的另一端放入水中,待抛射剂缓缓排除后,除去铝盖,用三氯甲烷少许分别将内容物移入 3 个在 110℃ 干燥至恒重的蒸发皿中,用三氯甲烷 20ml 分次洗涤容器,洗液并入蒸发皿中,置水浴上蒸干,并在 110℃ 干燥至恒重,精密称定,即得每瓶中含有二甲硅油的重量;另将本品空瓶连同阀门与铝盖洗净烘干,精密称定,求出每瓶药液的重量,并分别计算二甲硅油在药液中的浓度(g/g),均应符合规定。

【类别】 同二甲硅油。

【规格】 每瓶总量 18g,内含二甲硅油 0.15g

【贮藏】 密闭,在凉暗处保存。

二甲硅油片

Erjiaguiyou Pian

Dimethicone Tablets

本品含二甲硅油应为标示量的 90.0%~110.0%;含氢氧化铝按氧化铝(Al_2O_3)计算,不得少于标示量的 45.0%。

【处方】

二甲硅油	50g
氢氧化铝	80g
葡萄糖	600g
制成	1000 片(50mg) 或 2000 片(25mg)

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取含量测定项下所得的油状液体,照二甲硅油项下的鉴别试验,显相同的结果。

(2)取本品细粉适量(约相当于氢氧化铝 0.5g),加稀盐酸 10ml,加热使溶解,滤过,滤液显铝盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 除崩解时限外,应符合片剂项下有关的规定(通则 0101)。

【含量测定】 二甲硅油 取本品 20 片(50mg 规格)或 40 片(25mg 规格),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于二甲硅油 0.2g),用三氯甲烷提取 8 次,每次 15ml,合并三氯甲烷液,用 G4 垂熔漏斗滤过,滤渣与滤器用三氯甲烷洗涤,合并三氯甲烷液,滤液置 110℃ 干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴上蒸干,并在 110℃ 干燥至恒重,精密称定,即得供试品中含二甲硅油的重量。

氧化铝 精密称取上述细粉适量(约相当于氢氧化铝 0.4g),加盐酸与水各 10ml,置水浴上加热 5 分钟使氢氧化铝溶解,放冷,滤过,滤液置 100ml 量瓶中,残渣用水洗涤,洗液并入量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 20ml,照氢氧化铝含量测定项下的方法,自“加氨试液中中和至恰析出沉淀”起,依法测定。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 2.549mg 的 Al_2O_3 。

【类别】 同二甲硅油。

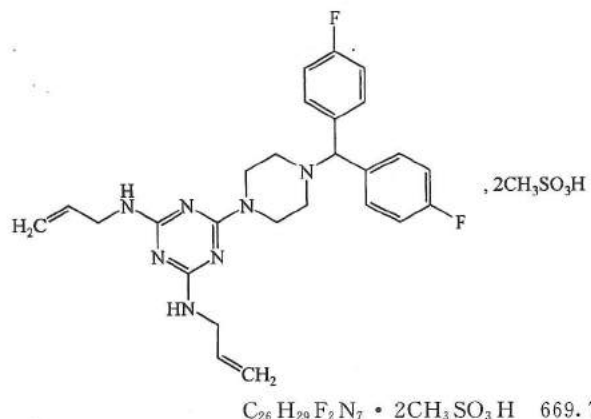
【规格】 (1)25mg (2)50mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

二甲磺酸阿米三嗪

Erjiahuangsuān Amisanqín

Almitrine Mesylate



本品为 2,4-双(烯丙氨基)-6-[4-双-(对氟苯基)甲基]-1-哌嗪基-S-三嗪二甲磺酸盐。按干燥品计算,含 $C_{26}H_{29}F_2N_7 \cdot 2CH_3SO_3H$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇或三氯甲烷中易溶,在乙醇中溶解,在丙酮中微溶,在水中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 0.2g,置试管中,小火加热使熔融,产生的气体应使湿润的醋酸铅试纸显黑色。

(2)取本品,加乙醇制成每 1ml 中含 8μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 223nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 900 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.50g,加水 50ml,振摇 10 分钟,滤过,取续滤液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~3.5。

含氟量 取本品约 35mg,精密称定,照氟检查法(通则 0805)测定,含氟量应为 5.1%~6.3%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 30mg,置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(85:15)(每 1000ml 中加二乙胺 5μl)为流动相;检测波长为 222nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按阿米三嗪峰计算不低于 900。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加二甲基亚砩使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

限度 甲苯的残留量应符合规定。

氯化物 取本品 0.50g,加乙醇 25ml 使溶解,除用乙醇稀释外,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

硫酸盐 取本品 0.50g,加水 50ml,缓缓煮沸 2 分钟,放冷,补加水至原体积,摇匀,滤过,取续滤液 40ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.05%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.15%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.12mg 的溶液。

对照品溶液 取二甲磺酸阿米三嗪对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.12mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

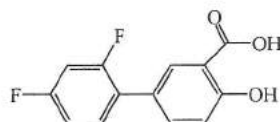
【类别】 中枢兴奋药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

二 氟 尼 柳

Erfuniliu

Diflunisal



$C_{13}H_8F_2O_3$ 250.20

本品为 2',4'-二氟-4-羟基-3-联苯羧酸,按干燥品计算,含 $C_{13}H_8F_2O_3$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇中易溶,在乙醇中溶解;在三氯甲烷中微溶;在水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 2mg,加乙醇 10ml 溶解后,加三氯化铁试液 1 滴,即显深紫色。

(2)取本品,加 0.1mol/L 的盐酸乙醇溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 251nm 与 315nm 的波长处有最大吸收,吸光度比值应为 4.2~4.6。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 901 图)一致。

【检查】 有关物质 I 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以正己烷-二氧六环-冰醋酸(85:10:5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 5μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液的主斑点比较,不得更深。

有关物质 II 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液与对照溶液 见有关物质 I 项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-甲醇-乙腈-冰醋酸(55:23:30:2)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 5μl。

系统适用性要求 理论板数按二氟尼柳峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积

的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.3%(通则 0831)。

含氟量 取本品约 13mg,精密称定,照氟检查法(通则 0805)测定,按干燥品计算,含氟量应为 14.5%~15.5%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.45g,精密称定,加甲醇 80ml 溶解后,加水 10ml 与酚红指示液(取酚红 0.1g,加 0.2mol/L 氢氧化钠溶液 1.4ml,90%乙醇 5ml,微温使溶解,用 20%乙醇稀释至 250ml,即得)8~10 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 25.02mg 的 $C_{13}H_8F_2O_3$ 。

【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)二氟尼柳片 (2)二氟尼柳胶囊

二氟尼柳片

Erfuniliu Pian

Diflunisal Tablets

本品含二氟尼柳($C_{13}H_8F_2O_3$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于二氟尼柳 2mg),加乙醇 10ml,振摇使二氟尼柳溶解,加三氯化铁试液 1 滴,即显深紫色。

(2)取有关物质项下的供试品溶液 2ml,用乙腈-水(4:1)稀释至 50ml,作为供试品溶液;另取二氟尼柳对照品适量,加乙腈-水(4:1)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液,作为对照品溶液。照有关物质项下的色谱条件试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取含量测定项下的供试品溶液,用 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液稀释制成每 1ml 中约含二氟尼柳 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 251nm 与 315nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量,加乙腈-水(4:1)溶解并稀释制成每 1ml 中约含二氟尼柳 1.0mg 溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用乙腈-水(4:1)稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-甲醇-乙腈-冰醋酸(55:25:70:2)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按二氟尼柳峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 三羟甲基氨基甲烷缓冲液(取三羟甲基氨基甲烷 121g,加水溶解并稀释至 9000ml,用 25%枸橼酸溶液调节 pH 值至 7.2,并用水稀释至 10 000ml)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 30μg 的溶液。

对照品溶液 取二氟尼柳对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 306nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于二氟尼柳 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液适量,超声使二氟尼柳溶解,放冷,用 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取二氟尼柳对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 315nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同二氟尼柳。

【规格】 0.25g

【贮藏】 密封保存。

二氟尼柳胶囊

Erfuniliu Jiaonang

Diflunisal Capsules

本品含二氟尼柳($C_{13}H_8F_2O_3$)应为标示量的 90.0%~

110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色细小颗粒。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于二氟尼柳 2mg),加乙醇 10ml 振摇,加三氯化铁试液 1 滴,即显深紫色。

(2)取含量测定项下的供试品溶液,用 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液稀释制成每 1ml 中约含二氟尼柳 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 251nm 与 315nm 的波长处有最大吸收。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的内容物适量(约相当于二氟尼柳 50mg),加甲醇 5ml,振摇使二氟尼柳溶解,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取二氟尼柳对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以正己烷-二氧六环-冰醋酸(85:10:5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

限度 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 三羟甲基氨基甲烷缓冲液(取三羟甲基氨基甲烷 121g,加水溶解并稀释至 9000ml,用 25%枸橼酸溶液调节 pH 值至 7.2,并用水稀释至 10 000ml)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含二氟尼柳 30 μ g 的溶液。

对照品溶液 取二氟尼柳对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 306nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,研细,精密称取适量(约相当于二氟尼柳 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液适量,超声使二氟尼柳溶解,放冷,用 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取二氟尼柳对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸乙醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 315nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同二氟尼柳。

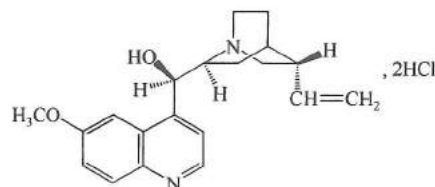
【规格】 0.25g

【贮藏】 密封保存。

二盐酸奎宁

Eryansuan Kuining

Quinine Dihydrochloride



$C_{20}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$ 397.34

本品为 6'-甲氧基-(8 α ,9R)-辛可宁-9-醇的二盐酸盐。按干燥品计算,含 $C_{20}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色粉末;无臭;遇光渐变色;水溶液显酸性反应。

本品在水中极易溶解,在乙醇中溶解,在三氯甲烷中微溶,在乙醚中极微溶解。

比旋度 取本品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -223° 至 -229° 。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水 20ml 溶解后,分取溶液 10ml,滴加稀硫酸,即显蓝色荧光。

(2)取上述溶液 5ml,加溴试液 3 滴与氨试液 1ml,即显翠绿色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 11 图)一致。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品 0.30g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~3.0。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.05%)。

其他金鸡纳碱 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

对照品溶液 取辛可尼丁对照品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以甲苯-乙醚-二乙胺(20:12:5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,重复展开二次,晾干,在 105 $^{\circ}$ C 干燥 30 分钟,放冷,喷以碘铂酸钾试液使显色。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照品溶液的主斑点比较,不得更深(2.5%)。

干燥失重 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重,减失重量不得

过 3.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.15%(通则 0841)。

钡盐 取本品 0.20g,加水 10ml 溶解后,加稀硫酸 1ml,15 分钟内不得发生浑浊。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加醋酐 5ml 与醋酸汞试液 3ml 溶解后,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 19.87mg 的 $C_{20}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$ 。

【类别】 抗疟药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 二盐酸奎宁注射液

二盐酸奎宁注射液

Eryansuan Kuining Zhusheye

Quinine Dihydrochloride Injection

本品为二盐酸奎宁的灭菌水溶液。含二盐酸奎宁($C_{20}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 取本品,照二盐酸奎宁项下的鉴别(1)、(2)、(4)项试验,显相同的结果。

【检查】 pH 值 应不低于 2.5(通则 0631)。

颜色 取本品,与同体积的对照液(取比色用重铬酸钾液 10ml,加水使成 20ml)比较,不得更深。

其他金鸡纳碱 取本品,用甲醇稀释制成每 1ml 中含二盐酸奎宁 10mg 的溶液,作为供试品溶液。照二盐酸奎宁其他金鸡纳碱项下同法测定,应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 二盐酸奎宁中含内毒素的量应小于 1.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 15mg 的溶液,精密量取 10ml,置分液漏斗中,加水使成 20ml,加氨试液使成碱性,用三氯甲烷分次振摇提取,第一次 25ml,以后每次各 10ml,至奎宁提尽为止,每次得到的三氯甲烷液均用同一份水洗涤 2 次,每次 5ml,洗液用三氯甲烷 10ml 振摇提取,合并三氯甲烷液,置水浴上蒸去三氯甲烷,加无水乙醇 2ml,再蒸干,在 105℃ 干燥 1 小时,放冷,加醋酐 5ml 与冰醋酸 10ml 使溶解,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 19.87mg 的 $C_{20}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$ 。

【类别】 同二盐酸奎宁。

【规格】 (1)1ml : 0.25g (2)1ml : 0.5g (3)2ml : 0.25g (4)2ml : 0.5g (5)10ml : 0.25g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

二氧化碳

Eryanguatan

Carbon Dioxide

CO₂ 44.01

本品含 CO₂ 不得少于 99.5%(ml/ml)。

【性状】 本品为无色气体;无臭;水溶液显弱酸性反应。

本品 1 容在常压 20℃ 时,能溶于水约 1 容中。

【鉴别】 (1)取本品,通入氢氧化钡试液中,即生成白色沉淀;沉淀能在醋酸中溶解并发生泡沸。

(2)本品能使火焰熄灭。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(图 1)一致(通则 0402)。

【检查】 酸度 取水 100ml,加甲基橙指示液 0.2ml,混匀,分取各 50ml,置甲、乙两支比色管中,于乙管中,加盐酸滴定液(0.01mol/L)1.0ml,摇匀;于甲管中,通入本品 1000ml(速度为每小时 4000ml)后,显出的红色不得较乙管更深。

水分 取本品,通入露点分析仪测定,含水分不得过百万分之六十七。

一氧化碳 取本品,用一氧化碳检测管测定,含一氧化碳不得过百万分之五。

二氧化硫 取本品,用二氧化硫检测管测定,含二氧化硫不得过百万分之二。

磷化氢 取本品,用磷化氢检测管测定,含磷化氢不得过千万分之三。

硫化氢 取本品,用硫化氢检测管测定,含硫化氢不得过百万分之一。

氨 取本品,用氨检测管测定,含氨不得过百万分之二十五。

碳氢化合物 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品气体 取本品,即得。

对照品气体 取甲烷含量为 0.0020% 的气体(以氮气为稀释剂)。

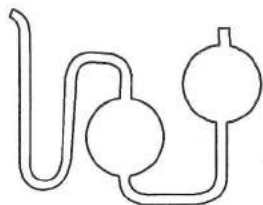
色谱条件 用玻璃球为填料的色谱柱(4mm×0.8m,80 目);柱温为 110℃;进样口温度为 110℃;检测器为火焰离子化检测器,温度为 120℃。

测定法 精密量取供试品气体与对照品气体,分别注入气相色谱仪,在净化温度为 360℃ 时测得的峰面积为相应空白值;精密量取供试品气体与对照品气体,分别注入气相色谱仪,测定峰面积,减去相应空白值后的峰面积为校正峰面积。

限度 按外标法以校正峰面积计算,含碳氢化合物(以甲烷计)不得过 0.0020%。

【含量测定】 照氧项下的方法,除改用附图所示的吸收器,

并以氢氧化钾溶液(1→2)125ml 代替铜丝与氨-氯化铵溶液作为吸收液,并以酸化水(对甲基橙指示液显酸性)取代饱和氯化钠溶液注入平衡瓶 J 中外,依法操作,至剩余的气体体积恒定为止。读取量气管内的液面刻度,算出供试品的含量,即得。



检查与测定前,应先将供试品钢瓶在试验室温度下放置 6 小时以上。

【类别】 呼吸兴奋药。

【贮藏】 置耐压钢瓶内保存。

附:

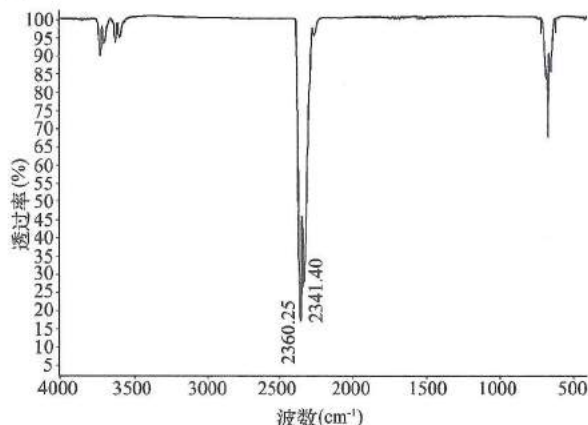


图 1 二氧化碳红外对照图谱(气体池法)

1. 气体检测管说明

气体检测管系一种两端密封的圆柱形透明管,内含涂有化学试剂的惰性载体,必要时还含有用于消除干扰物质的预处理层或过滤器。使用时将管两端割断,让规定体积的气体在一定时间内通过检测管,被测气体立即与化学试剂反应,利用化学试剂变色的长度或者颜色变化的强度,测定气体种类或浓度。

一氧化碳检测管:最小量程不大于 5ppm, RSD 不得过 $\pm 15\%$ 。

二氧化硫检测管:最小量程不大于 0.5ppm, RSD 不得过 $\pm 15\%$ 。

磷化氢检测管:最小量程不大于 0.05ppm, RSD 不得过 $\pm 10\%$ 。

硫化氢检测管:最小量程不大于 0.2ppm, RSD 不得过 $\pm 10\%$ 。

氨检测管:最小量程不大于 2ppm, RSD 不得过 $\pm 10\%$ 。

2. 水分测定法——露点测定法

本法主要参考 GB/T 5832.2—2008 气体中微量水分的测定第 2 部分:露点法。根据一定的气体水分含量对应一个露点温度,同时一个露点温度对应一定的气体水分含量的原理

通过测定待测气体的露点值计算气体的相对水分含量。本法不适用于检测在水分冷凝前就冷凝的气体以及能与水分发生反应的气体。

对仪器的一般要求 露点测定仪至少应符合下列条件。

(1)能够把流经测定室的气体以及镜面冷却到所需温度,降温速率和供试品流速可以控制。

(2)能确定露(霜或冰)的形成并能测定镜面温度。

(3)测定室内的气压不超过仪器允许的最大压力。

(4)仪器的准确性可以溯源,仪器需经计量检定合格。

测定法 取供试品按仪器说明书操作,记录测定的露点值。瓶装气体的采样用耐压针形阀,至少采用三次升、降压法吹洗采样阀及其他气路系统;管道气体的采样应使用管道上的根部采样阀,并用尽可能短的连接管将供试品直接通入露点仪。取两次平行测定结果的算术平均值作为露点值。两次平行测定的结果之差应小于对重复性的规定(根据试验确定了水分含量在 260ppm 以下时,方法的重复性 $r = 0.069 + 0.012m$,其中 m 为测定结果的平均值)。

结果处理 两次露点测定结果的算术平均值为露点值。露点-体积分数换算表参见 GB/T 5832.2—2008 附录 A。

注意事项

(1)干扰物质:当固体颗粒或灰尘等进入仪器并附着在镜面上时,用光电法测得的露点值将偏离,另除水蒸气外的其他蒸气也可能在镜面上冷凝,使得所观察到的露点不同于相应的水蒸气含量的露点。

固体杂质及油污:如果固体杂质绝对不溶于水,它们就不会改变露点,但是会妨碍出露的观察。在自动装置中,对固体杂质如果没有采用补偿装置,在低露点测量时,有时会因镜面上附着固体杂质使测得的露点值偏高,这时应该用脱脂棉蘸上无水乙醇等溶剂清洗镜面。为了防止固体杂质的干扰,仪器入口要设置过滤器,而过滤器对气体中水分应无吸附。如果被测气体中有油污,在气体进入测定室前应该除去。

以蒸气形式存在的杂质:烃能在镜面上冷凝,如果烃类露点低于水蒸气露点,不会影响测定。在相反的情况下,会先于水蒸气而结露,因此水蒸气冷凝前必须分离出烃的冷凝物。如果被测气体中含有甲醇,它将与水一起在镜面上凝结,这时得到的是甲醇和水的共同露点。

(2)冷壁效应:除镜子外,仪器其余部分和管道的温度应高于气体中水分露点至少 2°C ,否则,水蒸气将在最冷点凝结,改变了气体样品中水分含量。

(3)降温速度:如果气体样品中水分含量较低,冷却镜子时应尽可能缓慢,以减少过冷现象的影响。因为这时冰的结晶过程比较缓慢,若以不适当的速度降温,在冰层生长和达到稳定之前,还没有观察到出露,温度已大大超过了露点,这就是过冷现象。

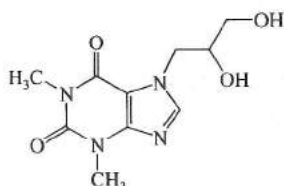
(4)供试品流速:气体微量水分的测定通常在室温下进行,当气流通过测定室时会影响体系的传热和传质过程。因此当其他条件固定时,加大流速将有利于气流和镜面之间

的传质,但流速过大会造成过热问题而影响体系的热平衡。为了减少传热影响,样气流速应当控制在一定范围内。

二羟丙茶碱

Erqiangbingchajian

Diprophylline



$C_{10}H_{14}N_4O_4$ 254.25

本品为 1,3-二甲基-7-(2,3-二羟丙基)-3,7-二氢-1*H*-嘌呤-2,6-二酮。按干燥品计算,含 $C_{10}H_{14}N_4O_4$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色粉末或颗粒,无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在三氯甲烷或乙醚中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 160~164℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 273nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 354~376。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加盐酸 1ml 与氯酸钾 0.1g,置水浴上蒸干,残渣遇氨气即显紫色,再加氢氧化钠试液数滴,紫色即消失。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 12 图)一致。

【检查】 酸碱度 取本品 0.50g,加水 10ml 使溶解,加溴麝香草酚蓝指示液 5 滴,应显黄色或绿色;再加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.20ml,应显蓝色。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加水 10ml,振摇使溶解,溶液应澄清无色;如显色,与黄色或黄绿色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 0.25g,加水 5ml 与氢氧化钠试液 1.0ml,煮沸 30 秒钟,放冷,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更浓(0.028%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 1.0mg 的溶液。

对照溶液 取茶碱对照品 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml 与供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢钾溶液(取磷酸二氢钾 1.0g,加水溶解并稀释至 1000ml)-甲醇(72:28)为流动相;检测波长为 254nm;进样体

积 10 μ l。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中,理论板数按二羟丙茶碱峰计算不低于 2000,二羟丙茶碱峰与茶碱峰之间的分离度应大于 3.5。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与茶碱保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%;其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中二羟丙茶碱峰面积(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.15%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使溶解成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加无水甲酸 2ml 使溶解,缓缓加醋酐 50ml,振摇 3 分钟,加苏丹 IV 指示液 4~5 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显紫色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 25.42mg 的 $C_{10}H_{14}N_4O_4$ 。

【类别】 平滑肌松弛药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)二羟丙茶碱片 (2)二羟丙茶碱注射液

二羟丙茶碱片

Erqiangbingchajian Pian

Diprophylline Tablets

本品含二羟丙茶碱($C_{10}H_{14}N_4O_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于二羟丙茶碱 0.5g),加水 5ml,振摇,使二羟丙茶碱溶解,滤过;取滤液 1ml,置水浴上蒸干,照二羟丙茶碱项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 273nm 的波长处有最大吸收,在 246nm 的波长处有最小吸收。

(3)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含二羟丙茶碱 0.2mg 的溶液,作为供试品溶液;另取二羟丙茶碱对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液,作为对照品溶液。照有关物质项下的方法试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)

测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于二羟丙茶碱 50mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加水适量,超声使二羟丙茶碱溶解,放冷,并用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 取茶碱对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml 与供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见二羟丙茶碱有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与茶碱保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.5%;其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中二羟丙茶碱峰面积(0.5%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 3ml,置 25ml 量瓶(0.1g 规格)或 50ml 量瓶(0.2g 规格)中,用水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 273nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{14}N_4O_4$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 365 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于二羟丙茶碱 0.15g),置 500ml 量瓶中,加水适量,充分振摇使二羟丙茶碱溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取续滤液 10ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 273nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{14}N_4O_4$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 365 计算。

【类别】 同二羟丙茶碱。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

二羟丙茶碱注射液

Erqiangbingchajian Zhushuye

Diprophylline Injection

本品为二羟丙茶碱的灭菌水溶液。含二羟丙茶碱($C_{10}H_{14}N_4O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加水 2ml,摇匀,加鞣酸试液数滴即生成白色沉淀。

(2)取本品 1ml,置水浴上蒸干,加盐酸 1ml 与氯酸钾

0.1g,继续蒸干,残渣遇氨气即显紫色,再加氢氧化钠试液数滴,紫色即消失。

(3)取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中含二羟丙茶碱 0.2mg 的溶液,作为供试品溶液;另取二羟丙茶碱对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液,作为对照品溶液。照有关物质项下的方法试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.0~7.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含二羟丙茶碱 1mg 的溶液。

对照溶液 取茶碱对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml 与供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见二羟丙茶碱有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与茶碱保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.5%;其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中二羟丙茶碱峰面积(0.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 二羟丙茶碱中含内毒素的量应小于 0.30EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于二羟丙茶碱 0.25g),置 500ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 273nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{14}N_4O_4$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 365 计算,即得。

【类别】 同二羟丙茶碱。

【规格】 2ml : 0.25g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

二硫化硒

Erliuhuaxi

Selenium Sulfide

SeS₂ 143.09

本品含硒(Se)应为 52.0%~55.5%。

【性状】 本品为橙黄色至橙红色粉末;略有硫化氢特臭。本品在水或有机溶剂中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的硝化溶液 10ml,加水 5ml 与脲 5g,加热至沸,放冷,加碘化钾试液 2ml,即显淡黄色至橙色,放置后迅速变深。

(2)取鉴别(1)项下的显色溶液,静置 10 分钟后,滤过,滤

液加氯化钡试液 10ml,即生成沉淀。

【检查】 可溶性硒化物 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 5g,精密称定,置 150ml 烧瓶中,精密加水 50ml,放置 1 小时,并时时振摇,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取亚硒酸钠对照品,精密称定,加硝酸溶液(1→30)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含硒 1mg 的溶液,精密量取适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含硒 0.5μg 的溶液。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 10ml,分别加 2.5mol/L 甲酸溶液 2ml,用水稀释至 50ml,摇匀,必要时用上述甲酸溶液调节 pH 值至 2.0~3.0,各加临用新制的 0.5% 盐酸二氨基联苯胺溶液 2ml,摇匀,放置 45 分钟,用氨试液调节 pH 值至 6.0~7.0,将溶液分别移入分液漏斗中,各精密加甲苯 10ml,强烈振摇 1 分钟,静置使分层,弃去水层,分取甲苯液,在 420nm 的波长处分别测定吸光度。

限度 供试品溶液的吸光度不得大于对照品溶液的吸光度(0.0005%)。

炽灼残渣 不得过 0.2%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,加发烟硝酸 25ml,置水浴中加热约 1 小时,使硝化完全,放冷,移置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 20ml,加脲 10g 与水 25ml,加热至沸,放冷,加碘化钾试液 10ml 与淀粉指示液 3ml,立即用硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液由红褐色转变为橙红色。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)相当于 0.987mg 的 Se。

【类别】 抗皮脂溢药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 二硫化硒洗剂

二硫化硒洗剂

Erliuhuaxi Xiji

Selenium Sulfide Lotion

本品为二硫化硒的混悬液。含二硫化硒(SeS_2)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为橙黄色黏稠状混悬液;具有芳香气味。

【鉴别】 取含量测定项下的滤液 10ml,照二硫化硒项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 pH 值 取本品 25g,加水 50ml,混匀,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~5.0。

其他 应符合洗剂项下有关的各项规定(通则 0127)。

【含量测定】 取本品,摇匀,精密称取适量(约相当于二硫化硒 0.1g),加发烟硝酸 25ml,置水浴上加热 2 小时,放冷,移置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 20ml,照二硫化硒项下的方法,自“加脲 10g”起,依法测

定。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)相当于 1.789mg 的 SeS_2 。

【类别】 同二硫化硒。

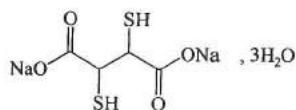
【规格】 (1)50g : 1.25g (2)100g : 2.5g

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

二巯丁二钠

Erqiuding'erna

Sodium Dimercaptosuccinate



$\text{C}_4\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_4\text{S}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 280.23

本品为 2,3-二巯基丁二酸二钠盐三水合物。按干燥品计算,含 $\text{C}_4\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_4\text{S}_2$ 不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末;有类似蒜的特臭。

本品在水中易溶,在乙醇、三氯甲烷或乙醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 0.2g,加水 2ml 溶解后,加氢氧化钠试液使成碱性,再滴加亚硝基铁氰化钠试液,即显紫红色。

(2)取本品约 0.2g,加水 2ml 溶解后,加醋酸铅试液 1ml,即生成淡黄色沉淀。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1281 图)一致。

(4)本品显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸碱度 取本品 1.0g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.0~7.5。

溶液的颜色 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解后,溶液应无色;如显色,与棕红色 4 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥至恒重,减失重量应为 18.0%~24.0%(通则 0831)。

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 取干燥至恒重的本品约 0.1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水 30ml 溶解后,加稀醋酸 2ml,精密加硝酸银滴定液(0.1mol/L)50ml,强力振摇,置水浴中加热 2~3 分钟,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 50ml,置具塞锥形瓶中,加硝酸 2ml 与硫酸铁铵指示液 2ml,用硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 5.656mg 的 $\text{C}_4\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_4\text{S}_2$ 。

【类别】 解毒药。

【贮藏】 严封,在凉暗处保存。

【制剂】 注射用二巯丁二钠

注射用二巯丁二钠

Zhusheyong Erqiuding'erna

Sodium Dimercaptosuccinate for Injection

本品为二巯丁二钠的无菌粉末。按平均装量计算,含二巯丁二钠($C_4H_4Na_2O_4S_2 \cdot 3H_2O$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色的粉末;有类似蒜的特臭。

【鉴别】 取本品,照二巯丁二钠项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 溶液的颜色 取本品 1 瓶,加水 5ml(0.5g 规格)或 10ml(1g 规格)溶解后,溶液应无色;如显色,与棕红色 4 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

酸碱度与干燥失重 照二巯丁二钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物约 0.1g,精密称定,照二巯丁二钠项下的方法测定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 7.006mg 的 $C_4H_4Na_2O_4S_2 \cdot 3H_2O$ 。

【类别】 同二巯丁二钠。

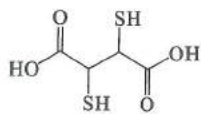
【规格】 (1)0.5g (2)1g

【贮藏】 密闭,在凉暗处保存。

二巯丁二酸

Erqiuding'ersuan

Dimercaptosuccinic Acid


 $C_4H_6O_4S_2$ 182.22

本品为 2,3-二巯基丁二酸。按干燥品计算,含 $C_4H_6O_4S_2$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末;有类似蒜的特臭。

本品在甲醇或乙醇中微溶,在水或三氯甲烷中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 190~194℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品约 0.2g,加水 2ml 与碳酸氢钠试液适量使溶解并呈中性,加醋酸铅试液 1ml,即生成淡黄色沉淀。

(2)取本品约 0.2g,加水 2ml 与氢氧化钠试液适量使溶解并呈碱性,再滴加亚硝基铁氰化钠试液,即显紫

红色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 14 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 20ml 制成混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.5~3.0。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.05g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加无水乙醇 30ml 使溶解,加稀硝酸 2ml,精密加硝酸银滴定液(0.1mol/L)25ml,强力振摇,置水浴中加热 2~3 分钟,放冷,滤过,用水洗涤锥形瓶与沉淀至洗液无银离子反应,合并滤液与洗液,加硝酸 2ml 与硫酸铁铵指示液 2ml,用硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 4.556mg 的 $C_4H_6O_4S_2$ 。

【类别】 解毒药。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 二巯丁二酸胶囊

二巯丁二酸胶囊

Erqiuding'ersuan Jiaonang

Dimercaptosuccinic Acid Capsules

本品含二巯丁二酸($C_4H_6O_4S_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 取本品的内容物适量(约相当于二巯丁二酸 200mg),照二巯丁二酸项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

【检查】 干燥失重 取本品的内容物适量,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于二巯丁二酸 50mg),照二巯丁二酸项下的方法测定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 4.556mg 的 $C_4H_6O_4S_2$ 。

【类别】 同二巯丁二酸。

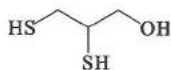
【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

二 巯 丙 醇

Erqiu Bingchun

Dimercaprol

 $C_3H_8OS_2$ 124.23

本品为 2, 3-二巯基-1-丙醇。含 $C_3H_8OS_2$ 不得少于 98.5%(g/g)。

【性状】 本品为无色或几乎无色、易流动的澄清液体；有类似蒜的特臭。

本品在甲醇、乙醇或苯甲酸苄酯中极易溶解，在水中溶解；在脂肪油中不溶，但在苯甲酸苄酯中溶解后，可加脂肪油稀释、混合。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)在 25℃ 时为 1.235~1.255。

【鉴别】 (1)取本品 1 滴，加水 2ml 使溶解，加醋酸铅试液数滴，即生成黄色沉淀。

(2)取本品少许，加碳酸钠共热，即发生丙烯醛的特臭。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 15 图)一致。

【检查】 稳定度 取本品，经 140℃ 加热 2 小时后，照含量测定项下的方法测定，减失含量不得过 4.0%。

酸度 取本品 1.0g，加水 10ml，振摇使饱和，滤过，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 5.0~7.0。

溴 取本品 40mg，照氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏，以 2.0% 氢氧化钠溶液 15ml 与浓过氧化氢溶液 15 滴为吸收液，俟生成的烟雾完全吸入吸收液后，用水 20ml 淋洗瓶塞与铂丝，洗液与吸收液合并，加热煮沸 2 分钟后，放冷，移入 50ml 纳氏比色管中，加硝酸溶液(1→2)中和后，再多加 2ml，并加入硝酸银试液 1.0ml 与水适量使成 50ml，摇匀，在暗处放置 10 分钟，如发生浑浊，与对照液[与供试品同法操作，但燃烧时不含供试品，并加标准溴化钠溶液(精密称取溴化钠 12.88mg，加水 1000ml 制成，每 1ml 相当于 10μg 的 Br) 4.0ml] 比较，不得更浓(0.10%)。

【含量测定】 取本品约 0.1g，精密称定，加乙醇 10ml，摇匀，用碘滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显持续的微黄色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 6.211mg 的 $C_3H_8OS_2$ 。

【类别】 解毒药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 二巯丙醇注射液

二巯丙醇注射液

Erqiu Bingchun Zhushuye

Dimercaprol Injection

本品为二巯丙醇的灭菌油溶液。含二巯丙醇($C_3H_8OS_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

本品加有适量的苯甲酸苄酯为助溶剂。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄明油状液体。

【鉴别】 取本品 0.3ml，加水 10ml，振摇，加醋酸铅试液数滴，即生成黄色沉淀。

【检查】 酸度 取本品 10ml，加水 10ml，振摇 2 分钟，静置分层，取水层用中性滤纸滤过，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 4.5~6.5。

细菌内毒素 取本品，依法检查(通则 1143)，每 1mg 二巯丙醇中含内毒素的量应小于 1.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 用内容量移液管精密量取本品 1ml，置锥形瓶中，用无水乙醇-三氯甲烷(3:1)10ml 分数次洗涤移液管内壁，洗液并入锥形瓶中，加无水乙醇-三氯甲烷(3:1)40ml，摇匀，用碘滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显持续的微黄色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 6.211mg 的 $C_3H_8OS_2$ 。

【类别】 同二巯丙醇。

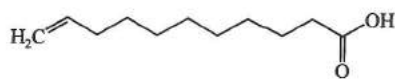
【规格】 (1)1ml: 0.1g (2)2ml: 0.2g

【贮藏】 遮光，密闭保存。

十 一 烯 酸

Shiyixisuan

Undecylenic Acid

 $C_{11}H_{20}O_2$ 184.28

本品为 10-十一烯酸。含 $C_{11}H_{20}O_2$ 不得少于 96.0%(g/g)。

【性状】 本品为淡黄色至黄色的液体，遇冷则成乳白色的结晶性团块；有特臭。

本品能与乙醇、三氯甲烷、乙醚、脂肪油或挥发油任意混溶，在水中几乎不溶。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)在 25℃ 时为 0.910~0.913。

凝点 本品的凝点(通则 0613)不低于 21℃。

折光率 本品的折光率(通则 0622)在 25℃ 时为 1.448~1.450。

碘值 本品的碘值(通则 0713)为 131~140。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,滴加高锰酸钾试液 1ml,振摇,高锰酸钾的颜色即消失。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 17 图)一致。

【检查】 水溶性酸 取本品 5ml,加水 5ml,振摇,用湿润的滤纸滤过,滤液中加入甲基橙指示液 1 滴,如显红色,加氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)0.10ml,应变为黄色。

中性脂肪 取本品 1.0ml,加碳酸钠试液 5ml 与水 25ml,煮沸,热时溶液应澄清或显极微的浑浊。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.4g,精密称定,加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)10ml 与酚酞指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 18.43mg 的 $C_{11}H_{20}O_2$ 。

【类别】 消毒防腐药。

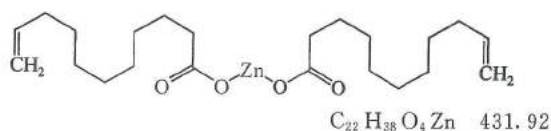
【贮藏】 密封保存。

【制剂】 复方十一烯酸锌软膏

十一烯酸锌

Shiyixisuanxin

Zinc Undecylenate



本品为 10-十一烯酸锌盐。含 $C_{22}H_{38}O_4Zn$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色无定形粉末。

本品在水或乙醇中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 116~121℃。

【鉴别】 (1)取本品约 3g,加水 20ml 与稀硫酸 25ml,用乙醚振摇提取 2 次,每次 25ml,合并乙醚提取液,置水浴上蒸去乙醚后,取残留液 1ml,照十一烯酸项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品约 0.1g,加水 10ml 与浓氨试液 1ml 溶解后,加硫化钠试液数滴,即生成白色沉淀。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 18 图)一致。

【检查】 干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

碱金属与碱土金属盐 取本品 1.5g,加水 50ml 与盐酸 10ml,煮沸,趁热用湿润的滤纸滤过,并用热水洗涤至洗液不显酸性反应;合并滤液与洗液,置 200ml 量瓶中,加氨试液使成碱性,再加硫化铵试液适量使锌完全沉淀,用水稀释至刻

度,摇匀,滤过;分取滤液 100ml,加硫酸 0.5ml,蒸干,并炽灼至恒重,遗留残渣不得过 7.5mg。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,加 1mol/L 盐酸溶液 10ml 与水 10ml,煮沸 10 分钟后,趁热滤过,滤渣用热水洗涤,合并滤液与洗液,放冷,加 0.025% 甲基红的乙醇溶液 1 滴,加氨试液适量至溶液显微黄色,加水使全量约为 35ml,再加氨-氯化铵缓冲液(pH 10.0)10ml 与铬黑 T 指示剂少许,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液自紫红色变为纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 21.60mg 的 $C_{22}H_{38}O_4Zn$ 。

【类别】 消毒防腐药。

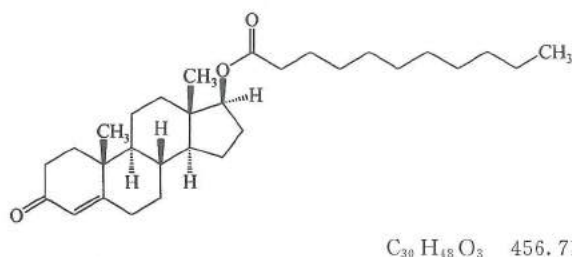
【贮藏】 密封保存。

【制剂】 复方十一烯酸锌软膏

十一酸睾酮

Shiyisuangaotong

Testosterone Undecanoate



本品为 17β-羟基雄甾-4-烯-3-酮十一烷酸酯。按干燥品计算,含 $C_{30}H_{48}O_3$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中极易溶解,在乙醇中溶解,在甲醇、植物油中略溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 60~63℃。

比旋度 取本品,精密称定,加二氧六环溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 14mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +68°至 +72°。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加硫酸-乙醇(2:1)1ml 使溶解,即显黄色并带有黄绿色荧光。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 584 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,用流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取十一酸睾酮适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含约 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以乙腈-异丙醇-水(40:40:20)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按十一酸睾酮峰计算不低于 4000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.25 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含约 0.5mg 的溶液。

对照品溶液 取十一酸睾酮对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含约 0.5mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。流动相为乙腈-异丙醇-水(43:43:14);进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,理论板数按十一酸睾酮峰计算不低于 4000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 雄激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)十一酸睾酮软胶囊 (2)十一酸睾酮注射液

十一酸睾酮软胶囊

Shiyisuangaotong Ruanjiaonang

Testosterone Undecanoate Soft Capsules

本品含十一酸睾酮($C_{30}H_{48}O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为淡黄色至淡棕黄色油状液体。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的内容物适量(约相当于十一酸睾酮 0.1g),加正己烷 10ml 使十一酸睾酮溶解。

对照品溶液 取十一酸睾酮对照品适量,加正己烷溶解并稀释制成每 1ml 中含约 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正己烷-丙酮(6:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于

同一薄层板上,展开,晾干,喷以 2,4-二硝基苯肼试液使显色。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的内容物适量(约相当于十一酸睾酮 20mg),加甲醇使十一酸睾酮溶解并稀释制成每 1ml 中含约 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 240nm 的波长处有最大吸收。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于十一酸睾酮 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇使十一酸睾酮溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见十一酸睾酮含量测定项下。

【类别】 同十一酸睾酮。

【规格】 40mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

十一酸睾酮注射液

Shiyisuangaotong Zhushuye

Testosterone Undecanoate Injection

本品为十一酸睾酮的灭菌油溶液。含十一酸睾酮($C_{30}H_{48}O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为几乎无色至微黄色的澄明油状液体。

【鉴别】 (1)取本品 1 滴,加硫酸-乙醇(2:1)溶液 1ml,摇匀后,即显黄色并带有黄绿色荧光。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量(约相当于十一酸睾酮 0.1g),加正己烷 10ml,摇匀。

对照品溶液 取十一酸睾酮对照品适量,加正己烷溶解并稀释制成每 1ml 中含约 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正己烷-丙酮(6:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以 2,4-二硝基苯肼试液使显色。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)

测定。

供试品溶液 用内容量移液管精密量取本品适量(约相当于十一酸睾酮 0.25g),置 25ml 量瓶中,用乙醚分数次洗涤移液管内壁,洗液并入量瓶中,用乙醚稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 10ml 具塞离心管中,在温水浴中使乙醚挥发;用甲醇振摇提取 4 次(5ml、5ml、5ml、3ml),每次振摇 10 分钟后离心 15 分钟,合并甲醇提取液,置 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见十一酸睾酮有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中,除相对主峰保留时间 0.3 之前的辅料峰外,如有杂质峰,单个杂质峰面积不得过对照溶液主峰面积的 0.25 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的峰忽略不计。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 用内容量移液管精密量取本品适量(约相当于十一酸睾酮 0.125g),置 50ml 量瓶中,用乙醚分数次洗涤移液管内壁,洗液并入量瓶中,用乙醚稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 10ml 具塞离心管中,在温水浴中使乙醚挥发;用甲醇振摇提取 4 次(5ml、5ml、5ml、3ml),每次振摇 10 分钟后离心 15 分钟,合并甲醇提取液,置 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见十一酸睾酮含量测定项下。

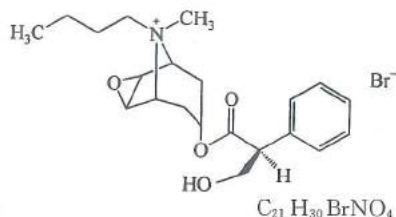
【类别】 同十一酸睾酮。

【规格】 2ml : 0.25g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

丁溴东莨菪碱

Dingxiu Donglangdangjian
Scopolamine Butylbromide



本品为溴化 6 β ,7 β -环氧-3 α -羟基-8-丁基-1 α H,5 α H-托烷(一)-托品酸酯。按干燥品计算,含 $C_{21}H_{30}BrNO_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭或几乎

无臭。

本品在水或三氯甲烷中易溶,在乙醇中略溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -18° 至 -20° 。

【鉴别】 (1)取本品,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm、257nm 与 264nm 的波长处有最大吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 21 图)一致。

(3)本品显托烷生物碱类的鉴别反应(通则 0301)。

(4)本品的水溶液显溴化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.10g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~6.5。

溶液的澄清度 取本品 0.50g,加水 15ml 溶解后,溶液应澄清。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 2.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取氢溴酸东莨菪碱对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用对照品溶液稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.004% 磷酸溶液-乙腈(50 : 50)配制的 0.008mol/L 十二烷基硫酸钠溶液为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按丁溴东莨菪碱峰计算不低于 3000,丁溴东莨菪碱峰与氢溴酸东莨菪碱峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与氢溴酸东莨菪碱峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.4%,各杂质峰(除去溶剂峰附近的溴离子峰)面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.8%)。

干燥失重 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重,减失重量不得过 2.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.25g,精密称定,加水 50ml 使溶解,照电位滴定法(通则 0701),采用银电极,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 44.04mg 的 $C_{21}H_{30}BrNO_4$ 。

【类别】 抗胆碱药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)丁溴东莨菪碱注射液 (2)丁溴东莨菪碱胶囊

丁溴东莨菪碱注射液

Dingxiu Donglangdangjian Zhushuye

Scopolamine Butylbromide Injection

本品为丁溴东莨菪碱的灭菌水溶液。含丁溴东莨菪碱($C_{21}H_{30}BrNO_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量,照丁溴东莨菪碱项下的鉴别(1)、(4)项试验,显相同的结果。

(2)取本品 0.5ml,置水浴上蒸干,残渣显托烷生物碱类的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 3.7~5.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含丁溴东莨菪碱 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

对照品溶液 取氢溴酸东莨菪碱对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取丁溴东莨菪碱与氢溴酸东莨菪碱对照品各适量,加流动相溶解并制成每 1ml 中分别含 0.4mg 与 20 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丁溴东莨菪碱有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与氢溴酸东莨菪碱峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过丁溴东莨菪碱标示量的 1.0%,各杂质峰(除去溶剂峰附近的溴离子峰)面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(4.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 丁溴东莨菪碱中含内毒素的量应小于 7.5EU。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理,用 0.1% 无菌蛋白胨水分次冲洗(每膜不少于 100ml),以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

对照品溶液 取丁溴东莨菪碱对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。进样体积 20 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同丁溴东莨菪碱。

【规格】 1ml:20mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

丁溴东莨菪碱胶囊

Dingxiu Donglangdangjian Jiaonang

Scopolamine Butylbromide Capsules

本品含丁溴东莨菪碱($C_{21}H_{30}BrNO_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于丁溴东莨菪碱 50mg),加三氯甲烷 20ml,振摇使溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,加 0.01mol/L 盐酸溶液 50ml 使溶解,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm、257nm 与 264nm 的波长处有最大吸收。

(2)取本品的内容物适量(约相当于丁溴东莨菪碱 10mg),加三氯甲烷 5ml,振摇使溶解,迅速滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣显托烷生物碱类的鉴别反应(通则 0301)。

(3)本品的水溶液显溴化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于丁溴东莨菪碱 20mg),置 10ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取氢溴酸东莨菪碱对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取丁溴东莨菪碱与氢溴酸东莨菪碱对照品各适量,加流动相溶解并制成每 1ml 中分别含 0.4mg 与 20 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丁溴东莨菪碱有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与氢溴酸东莨菪碱峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过丁溴东莨菪碱标示量的 1.0%,各杂质峰(除去溶剂峰附近的溴离子峰)面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(4.0%)。

含量均匀度 取本品 1 粒,将内容物倾入 25ml 量瓶中,囊壳用水分次洗净,洗液并入量瓶中,加水约 15ml,充分振摇,使丁溴东莨菪碱溶解,用水稀释至刻度,摇匀,静置,精密量取上清液作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒内容物,精密称定,研细,混匀,精密称取适量(约相当于丁溴东莨菪碱 20mg),加流动相使丁溴东莨菪碱溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取丁溴东莨菪碱对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。进样体积 20 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同丁溴东莨菪碱。

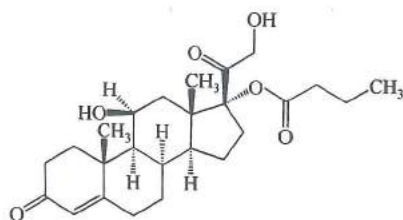
【规格】 10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

丁酸氢化可的松

Dingsuan Qinghua Kedisong

Hydrocortisone Butyrate



$C_{25}H_{36}O_6$ 432.56

本品为(11 β)-11,17,21-三羟基孕甾-4-烯-3,20-二酮-17 α -丁酸酯。按干燥品计算,含 $C_{25}H_{36}O_6$ 应为 97.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在甲醇中溶解,在无水乙醇中微溶,在乙醚中极微溶解,在水中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为+47°至+54°。

【鉴别】 (1)取本品约 4mg,加硫酸 2ml 使溶解,即显黄色至棕黄色,并带绿色荧光。

(2)取本品约 10mg,加甲醇 1ml 溶解后,加碱性酒石酸铜试液 1ml,加热,即产生氧化亚铜的红色沉淀。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 585 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 15mg,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,

用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甲睾酮和丁酸氢化可的松各适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含甲睾酮 18 μ g 和丁酸氢化可的松 26 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-乙腈-冰醋酸(55:45:0.5)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按丁酸氢化可的松峰计算不低于 1500,丁酸氢化可的松峰与甲睾酮峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 75℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

内标溶液 取甲睾酮,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.18mg 的溶液。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.26mg 的溶液,精密量取该溶液与内标溶液各 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取丁酸氢化可的松对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.26mg 的溶液,精密量取该溶液与内标溶液各 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

【类别】 肾上腺皮质激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 丁酸氢化可的松乳膏

丁酸氢化可的松乳膏

Dingsuan Qinghua Kedisong Rugao

Hydrocortisone Butyrate Cream

本品含丁酸氢化可的松($C_{25}H_{36}O_6$)应为标示量的

90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色乳膏。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于丁酸氢化可的松 1.3mg),精密称定,加甲醇 15ml,置 50℃ 水浴中加热,搅拌使丁酸氢化可的松溶解,放冷,精密加内标溶液 5ml,用甲醇定量稀释至 50ml,摇匀,置冰浴中冷却 2 小时以上,取出,迅速滤过,续滤液放置至室温。

内标溶液、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丁酸氢化可的松含量测定项下。

【类别】 同丁酸氢化可的松。

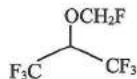
【规格】 10g:10mg

【贮藏】 避光,密闭,在阴凉处保存。

七 氟 烷

Qifuwan

Sevoflurane



$C_4H_3F_7O$ 200.05

本品为 1,1,1,3,3,3-六氟-2-(氟甲氧基)-丙烷。含 $C_4H_3F_7O$ 应为 99.9%~100.0%。

【性状】 本品为无色澄清液体;易挥发,不易燃。

本品与乙醇、乙酸乙酯或三氯甲烷均能任意混合,在水中几乎不溶。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601 韦氏比重秤法)为 1.521~1.527。

【鉴别】 (1)取本品与七氟烷对照品,分别用二氯乙烷制成每 1ml 中含约 1.5mg 的溶液作为供试品溶液与对照品溶液,照有关物质项下的方法试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品,用气体法测定,其红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1108 图)一致。

【检查】 酸碱度 取本品 20ml,加水 20ml,振摇 3 分钟后,静置使分层,分取水层,加溴甲酚紫指示液 2 滴,滴加氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)至溶液呈中性,消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)的体积不得过 0.10ml;或滴加盐酸滴定液(0.01mol/L)至溶液呈中性,消耗盐酸滴定液(0.01mol/L)的体积不得过 0.30ml。

卤化物与游离卤素 取本品 15ml,加水 30ml,振摇 3 分钟后,分取水层 5ml,加水 5ml,加硝酸 1 滴与硝酸银试液

0.2ml,如发生浑浊,与取水 10ml 同法制成的对照液比较,不得更浓;另分取水层 10ml,加碘化镉试液 1ml 与淀粉指示液 2 滴,不得产生蓝色。

有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品溶液 取 25ml 量瓶,加本品至刻度后,再精密称取并加内标物异丙醇 12mg(约相当于 15 μ l),摇匀。

对照品溶液 取七氟烷对照品、六氟异丙醇对照品与异丙醇各适量,分别精密称定,用二氯乙烷定量稀释制成每 1ml 中含七氟烷 1.5mg、六氟异丙醇 1.5mg、异丙醇 0.6mg 的混合溶液。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱(膜厚 3.0 μ m);起始温度为 50℃,维持 10 分钟,以每分钟 10℃ 的速率升温至 140℃,维持 5 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 220℃;进样体积 1 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,出峰顺序依次为七氟烷、异丙醇、二氯乙烷与六氟异丙醇,理论板数按七氟烷峰计算不低于 5000,各相邻峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与六氟异丙醇峰保留时间一致的色谱峰,按内标法以六氟异丙醇校正因子计算不得过 0.03%(W/W);其他单个杂质峰按内标法以七氟烷校正因子计算不得过 0.05%(W/W);杂质总量不得过 0.1%(W/W)。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 0.1%。

不挥发物 取本品 50ml,置水浴上缓缓蒸干,在 105℃ 干燥 2 小时,遗留残渣不得过 1mg。

【含量测定】 取本品,照有关物质项下测定杂质总量,并以 100.0% 减去杂质总量,即得。

【类别】 吸入麻醉药。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 吸入用七氟烷

吸入用七氟烷

Xiruyong Qifuwan

Sevoflurane for Inhalation

本品为七氟烷制成的吸入剂。含七氟烷($C_4H_3F_7O$)应为 99.9%~100.0%。

【性状】 本品为无色澄清液体;易挥发,不易燃。

【鉴别】 照七氟烷项下的鉴别项试验,显相同的结果。

【检查】 酸碱度、卤化物与游离卤素、有关物质 照七氟

烷项下的方法检查,均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 0.3%。

装量 照最低装量检查法(通则 0942)检查,应符合规定。

【含量测定】 取本品,照七氟烷项下的方法测定,即得。

【类别】 吸入麻醉药。

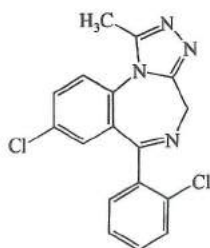
【规格】 120ml

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

三 唑 仑

Sanzuolun

Triazolam



$C_{17}H_{12}Cl_2N_4$ 343.21

本品为 1-甲基-8-氯-6-(2-氯苯基)-4H-[1,2,4]三氮唑[4,3-a][1,4]苯并二氮杂草。按干燥品计算,含 $C_{17}H_{12}Cl_2N_4$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在冰醋酸或三氯甲烷中易溶,在甲醇中略溶,在乙醇或丙酮中微溶,在水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 $5\mu g$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 221nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 586 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 $5\mu g$ 的溶液。

系统适用性溶液 取三唑仑与氯硝西洋对照品各适量,加甲醇溶解并制成每 1ml 中各约含 0.2mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(55:45)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 $10\mu l$ 。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,三唑仑峰与氯硝西洋峰之间的分离度应大于 9.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 60℃ 减压干燥 16 小时,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 12mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取三唑仑对照品约 12mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗焦虑药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 三唑仑片

三 唑 仑 片

Sanzuolun Pian

Triazolam Tablets

本品含三唑仑($C_{17}H_{12}Cl_2N_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为浅蓝色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于三唑仑 2mg),加三氯甲烷 10ml,振摇使溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,加稀盐酸 1ml,使残渣溶解,滴加碘化铋钾试液即生成橙色沉淀,放置后,色渐变深。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 10ml 量瓶(0.125mg 规格)或 20ml 量瓶(0.25mg 规格)中,加 50% 甲醇溶液适量,微温,振摇使三唑仑溶解,放冷,用 50% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取三唑仑对照品适量,精密称定,加 50% 甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 $12.5\mu g$ 的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以水 200ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取三唑仑对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 50% 甲醇溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 0.625 μ g (0.125mg 规格)或 1.25 μ g (0.25mg 规格)的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 50 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于三唑仑 3mg),置 25ml 量瓶中,加 50% 甲醇溶液 15ml,微温,振摇使三唑仑溶解,放冷,用 50% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取三唑仑对照品适量,精密称定,加 50% 甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.12mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见三唑仑含量测定项下。

【类别】 同三唑仑。

【规格】 (1)0.125mg (2)0.25mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

三 硅 酸 镁

Sanguisuanmei

Magnesium Trisilicate

本品为组成不定的硅酸镁水合物($Mg_2Si_3O_8 \cdot nH_2O$)。含 MgO 不得少于 20.0%,含 SiO_2 不得少于 45.0%; SiO_2 与 MgO 含量的比值应为 2.1~2.3。

【性状】 本品为无砂性感觉的白色细粉;无臭;微有引湿性。

本品在水或乙醇中不溶。

【鉴别】 (1)用铂丝环蘸取磷酸铵钠的结晶数粒,在无色火焰上熔成透明的小球后,趁热蘸取本品,熔融如前,二氧化硅即浮于小球的表面,放冷,即成网状结构的不透明小球。

(2)取本品约 0.5g,加稀盐酸 10ml,混合,滤过,滤液用氨试液中和后,显镁盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 制酸力 取本品约 0.30g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加盐酸滴定液(0.1mol/L)与水各 50ml,置 37℃ 水浴中,保温 2 小时(应时时振摇,但最后 15 分钟应静置),放冷;精密量取上清液 50ml,加甲基橙指示液 1 滴,用氢氧化钠

滴定液(0.1mol/L)滴定剩余的盐酸液。按炽灼品计算,每 1g 消耗盐酸滴定液(0.1mol/L)应为 140~170ml。

游离碱 取本品 4.0g,加水 60ml,煮沸 15 分钟,用 2~3 层滤纸滤过,滤渣用水分次洗涤,合并洗液与滤液,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;取 25ml,加酚酞指示液 2 滴,如显淡红色,加盐酸滴定液(0.1mol/L)1.0ml,淡红色应消失。

氯化物 取本品 1.0g,加硝酸 4ml 与水 4ml,加热煮沸,时时振摇,加水 20ml,摇匀,放冷,滤过,滤渣用少量水分次洗涤,合并洗液与滤液,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。精密量取 5ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.05%)。

硫酸盐 精密量取氯化物项下的供试品溶液 5ml,加水 30ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.5%)。

可溶性盐类 取上述游离碱项下剩余的滤液 25ml,蒸干,炽灼至恒重,遗留残渣不得过 15mg。

炽灼失重 取本品约 0.5g,精密称定,在 700~800℃ 炽灼至恒重,减失重量不得过 30.0%。

重金属 取本品 3.0g,加盐酸 5ml 与水 40ml,煮沸 20 分钟,放冷,加酚酞指示液 2 滴,加浓氨试液至溶液显粉红色,再加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml 使成微酸性,滤过,滤渣分次用水少量洗净,洗液与滤液合并,滴加氨试液至溶液显粉红色。加 0.1mol/L 盐酸溶液 8ml 与水适量使成 75ml,摇匀,分取 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二十。

汞盐 取本品 1.0g 两份,分别置 25ml 量瓶中,一份中加盐酸 6ml,振摇使氧化镁溶解,再缓慢加水稀释至刻度,摇匀,滤过,滤渣用少量盐酸溶液(6→25)分次洗涤,合并滤液与洗液,置 50ml 量瓶中,加入 5% 高锰酸钾溶液 0.5ml,摇匀,滴加 5% 盐酸羟胺溶液至紫色恰消失,用盐酸溶液(6→25)稀释至刻度,作为供试品溶液;另一份中精密加入标准汞溶液(精密量取汞元素标准溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含汞 0.1 μ g 的溶液)5ml,同法操作,作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法(通则 0406 第二法),在 253.6nm 的波长处分别测定,应符合规定(0.000 05%)。

钾盐 精密量取氯化物项下的供试品溶液 20ml,加盐酸 5ml,加水 3ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0005%)。

【含量测定】 氧化镁 取本品 1.5g,精密称定,精密加硫酸滴定液(0.5mol/L)50ml,置水浴上加热 15 分钟,放冷,加甲基橙指示液 1 滴,用氢氧化钠滴定液(1mol/L)滴定。每 1ml 硫酸滴定液(0.5mol/L)相当于 20.15mg 的 MgO。

二氧化硅 取本品约 0.4g,精密称定,置瓷皿中,加硫酸 3ml 与硝酸 5ml 的混合液,待作用完全,置砂浴上蒸干,放冷,加稀硫酸 10ml 与水 100ml,煮沸使镁盐溶解,上层液用倾泻法经无灰滤纸滤过,残渣用倾泻法以热水洗涤 3 次,洗液一并滤过,最后将残渣移置滤纸上,用热水洗涤,将残渣连同滤纸置铂坩埚中,干燥,炽灼灰化后,再炽灼 30 分钟,放冷,精密称定。再将残

渣用水湿润,加氢氟酸 3ml 与硫酸 3 滴,蒸干,炽灼 5 分钟,放冷,精密称定,减失的重量,即为供试品中含有 SiO_2 的重量。

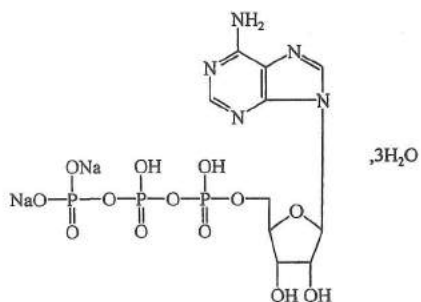
【类别】 抗酸药。

【贮藏】 密封保存。

三磷酸腺苷二钠

Sanlinsuanxian'gan'erna

Adenosine Disodium Triphosphate



$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_5\text{Na}_2\text{O}_{13}\text{P}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 605.19

本品为腺嘌呤核苷-5'-三磷酸酯二钠盐三水合物。按无水物计算,含 $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_5\text{Na}_2\text{O}_{13}\text{P}_3$ 不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶状物;无臭;有引湿性。

本品在水中易溶,在乙醇或乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加稀硝酸 2ml 溶解后,加钼酸铵试液 1ml,水浴加热,放冷,即析出黄色沉淀。

(2)取本品水溶液(3→10 000)3ml,加 3,5-二羟基甲苯乙醇溶液(1→10)0.2ml,加硫酸亚铁铵盐酸溶液(1→1000)3ml,置水浴中加热 10 分钟,即显绿色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 903 图)一致。

(4)本品的水溶液显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品 0.50g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.5~3.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.15g,加水 10ml 溶解后,依法检查(通则 0901 第一法和通则 0902 第一法),溶液应澄清无色;如显色,与黄色 1 号标准比色液比较不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液 2ml,水浴中加热 1 小时。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.2mol/L 磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二钠 35.8g、磷酸二氢钾 13.6g,加水 900ml 溶解,用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0,加入四丁基溴化铵 1.61g,加水至 1000ml,摇匀)-甲醇(95:5)为流动相;柱温为 35℃;检测波长为 259nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 与供试品溶液色谱图相比,系统适用

性溶液色谱图中峰面积明显增加的两个峰出峰次序依次为一磷酸腺苷与二磷酸腺苷。理论板数按供试品溶液色谱图中三磷酸腺苷峰计算不低于 1500,各色谱峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按下式(1)计算,除一磷酸腺苷和二磷酸腺苷外的其他杂质不得过 1.0%;按下式(2)计算,杂质总量不得过 5.0%。

其他杂质(%):

$$\frac{T_x}{0.671T_1 + 0.855T_2 + T_{\text{ATP}} + T_x} \times 100\% \quad (1)$$

杂质总量(%):

$$\frac{0.671T_1 + 0.855T_2 + T_x}{0.671T_1 + 0.855T_2 + T_{\text{ATP}} + T_x} \times 100\% \quad (2)$$

式中 T_1 为一磷酸腺苷的峰面积;

T_2 为二磷酸腺苷的峰面积;

T_{ATP} 为三磷酸腺苷的峰面积;

T_x 为其他杂质的峰面积;

0.671 为一磷酸腺苷钠与三磷酸腺苷二钠分子量的比值;

0.855 为二磷酸腺苷二钠与三磷酸腺苷二钠分子量的比值。

水分 取本品适量,精密称定,以乙二醇-无水甲醇(60:40)为溶剂,使供试品溶解完全,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分应为 6.0%~12.0%。

氯化物 取本品 0.10g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.05%)。

铁盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.001%)。

重金属 取本品 1.0g,加水 23ml 溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 三磷酸腺苷二钠中含内毒素的量应小于 2.0EU。

【含量测定】 总核苷酸 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二钠 35.8g,加水至 1000ml,无水磷酸二氢钾 13.6g,加水至 1000ml,两液互调 pH 值至 7.0)使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 259nm 的波长处测定吸光度,按 $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_5\text{Na}_2\text{O}_{13}\text{P}_3$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)为 279 计算。

三磷酸腺苷二钠的重量比 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色

谱图。按下式计算三磷酸腺苷二钠(T_{ATP})在总核苷酸中的重量比。

$$\text{三磷酸腺苷二钠重量比} = \frac{T_{ATP}}{0.671T_1 + 0.855T_2 + T_{ATP} + T_X}$$

三磷酸腺苷二钠含量 按下式计算

三磷酸腺苷二钠含量(%) =

总核苷酸 × 三磷酸腺苷二钠的重量比 × 100%

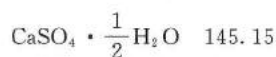
【类别】 细胞代谢改善药。

【贮藏】 密封,凉暗干燥处保存。

干燥硫酸钙

Ganzao Liusuangai

Dried Calcium Sulfate



本品含 $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ 应不少于 95.0%。

【性状】 本品为白色细粉;无臭;能缓缓吸收水分成细小的颗粒,并失去固结性。

本品在水中微溶,在乙醇中不溶;在稀盐酸中溶解。

【鉴别】 取本品,加稀盐酸使溶解,溶液显钙盐与硫酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 细度 取本品 20g,应全部通过五号筛,其中通过六号筛的不应少于供试量的 80%。

碱度 取本品 3.0g,加水 10ml,振摇,上清液加酚酞指示液 1 滴,不得显淡红色。

固结度 取本品 10g,加水 10ml,搅匀,5 分钟内应固结成白色致密的硬块,3 小时后,用手指压边缘,不得有脱片。

炽灼失重 取本品,炽灼至恒重,减失重量应为 4.5%~8.0%。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,置锥形瓶中,加水 15ml 与稀盐酸 5ml,微热使溶解,放冷,加水 75ml、氢氧化钠试液 20ml 与钙紫红素指示剂 0.1g,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液由紫红色转变为纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 7.258mg 的 $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ 。

【类别】 骨科用固定剂。

【贮藏】 密封保存。

大豆油(供注射用)

Dadouyou(Gongzhushheyong)

Soybean Oil(For Injection)

本品系由豆科植物大豆(*Glycine soya* Benth)的种子提炼制成的脂肪油。

【性状】 本品为淡黄色的澄明液体;无臭或几乎无臭。

本品可与三氯甲烷或乙醚混溶,在乙醇中极微溶,在水中几乎不溶。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)为 0.916~0.922。

折光率 本品的折光率(通则 0622)为 1.472~1.476。

酸值 应不大于 0.1(通则 0713)。

皂化值 应为 188~195(通则 0713)。

碘值 应为 126~140(通则 0713)。

【检查】 吸光度 取本品,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,以水为空白,在 450nm 波长处的吸光度不得过 0.045。

过氧化物 取本品 10.0g,置 250ml 碘瓶中,立即加冰醋酸-三氯甲烷(60:40)混合液 30ml,振摇使溶解,精密加饱和碘化钾溶液 0.5ml,密塞,振摇 1 分钟,加水 30ml,用硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液 0.5ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。消耗硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)不得过 3.0ml。

不皂化物 取本品 5.0g,精密称定,置 250ml 锥形瓶中,加氢氧化钾乙醇溶液(取氢氧化钾 12g,加水 10ml 溶解后,用乙醇稀释至 100ml,摇匀,即得)50ml,加热回流 1 小时,放冷至 25℃ 以下,移至分液漏斗中,用水洗涤锥形瓶 2 次,每次 50ml,洗液并入分液漏斗中。用乙醚提取 3 次,每次 100ml;合并乙醚提取液,用水洗涤乙醚提取液 3 次,每次 40ml,静置分层,弃去水层;依次用 3% 氢氧化钾溶液与水洗涤乙醚层各 3 次,每次 40ml。再用水 40ml 反复洗涤乙醚层直至最后洗液加酚酞指示液 2 滴不显红色。将乙醚提取物移至已恒重的蒸发皿中,用乙醚 10ml 洗涤分液漏斗,洗液并入蒸发皿中,置 50℃ 水浴上蒸去乙醚,用丙酮 6ml 溶解残渣,置气流中挥去丙酮。在 105℃ 干燥至连续两次称重之差不超过 1mg,不皂化物不得过 1.0%。

用中性乙醇 20ml 溶解残渣,加酚酞指示液数滴,用乙醇制氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)①滴定至粉红色持续 30 秒不褪色,如果消耗乙醇制氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)超过 0.2ml,残渣总量不能当作不皂化物重量,试验必须重做。

① 乙醇制氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)的制备:取 50% 氢氧化钠溶液 2ml,加乙醇 250ml(如溶液浑浊,配制后放置过夜,取上清液再标定)。取苯甲酸约 0.2g,精密称定,加乙醇 10ml 和水 2ml 溶解,加酚酞指示液 2 滴,用上述滴定液滴定至溶液显持续浅粉红色。每 1ml 乙醇制氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.21mg 的苯甲酸。根据本液的消耗量与苯甲酸的取用量,计算出本液的浓度。

棉子油 取本品 5ml, 置试管中, 加 1% 硫黄的二硫化碳溶液与戊醇的等容混合液 5ml, 置饱和氯化钠水浴中, 注意缓缓加热至泡沫停止(除去二硫化碳), 继续加热 15 分钟, 不得显红色。

碱性杂质 取新蒸馏的丙酮 10ml 置试管中, 加水 0.3ml, 再加 0.04% 溴酚蓝乙醇溶液 0.05ml, 滴加盐酸滴定液(0.01mol/L)或氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)使该溶液恰成黄色, 精密加本品 10ml, 振摇, 静置, 用盐酸滴定液(0.01mol/L)滴定至清液至黄色, 消耗盐酸滴定液(0.01mol/L)不得过 0.1ml。

水分 取本品, 以无水甲醇-癸醇(1:1)为溶剂, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 含水分不得过 0.1%。

重金属 取本品 5.0g, 置 50ml 瓷蒸发皿中, 加硫酸 4ml, 混匀, 用低温缓缓加热至硫酸除尽后, 加硝酸 2ml 与硫酸 5 滴, 小火加热至氧化氮气体除尽后, 在 500~600℃ 灼灼使完全灰化, 放冷, 依法检查(通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之二。

钾盐 取本品 5.0g, 置石英或铂坩埚中, 加硝酸镁乙醇溶液(1→50)10ml, 点火燃烧后缓缓加热至灰化。如果含有炭化物, 加少量硝酸湿润后, 再强热至灰化, 放冷, 加盐酸 5ml, 置水浴上加热使溶解, 加水 23ml, 依法检查(通则 0822 第一法), 应符合规定(0.000 04%)。

脂肪酸组成 照气相色谱法测定法(通则 0521)测定。

供试品溶液 取本品 0.1g, 置 50ml 锥形瓶中, 加 0.5mol/L 氢氧化钾甲醇溶液 2ml, 在 65℃ 水浴中加热回流 30 分钟, 放冷, 加 15% 三氯化硼甲醇溶液 2ml, 再在 65℃ 水浴中加热回流 30 分钟, 放冷, 加庚烷 4ml, 继续在 65℃ 水浴中加热回流 5 分钟后, 放冷, 加饱和氯化钠溶液 10ml 洗涤, 摇匀, 静置使分层, 取上层液, 用水洗涤 3 次, 每次 2ml, 上层液经无水硫酸钠干燥。

系统适用性溶液 取十四烷酸甲酯、棕榈酸甲酯、棕榈油酸甲酯、硬脂酸甲酯、油酸甲酯、亚油酸甲酯、亚麻酸甲酯、花生酸甲酯、二十碳烯酸甲酯与山嵛酸甲酯对照品, 加正己烷溶解并稀释制成每 1ml 中含上述对照品各 0.1mg 的溶液。

色谱条件 以键合聚乙二醇为固定液, 起始温度为 230℃, 维持 11 分钟, 以每分钟 5℃ 的速度升温至 250℃, 维持 10 分钟, 进样口温度为 260℃, 检测器温度为 270℃; 进样体积 1μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 理论板数按亚油酸甲酯峰计算不低于 5000, 各色谱峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取供试品溶液, 注入气相色谱仪, 记录色谱图。

限度 按面积归一化法以各脂肪酸甲酯峰面积计算, 供试品中含小于十四碳的饱和脂肪酸不大于 0.1%、十四烷酸不大于 0.2%、棕榈酸应为 9.0%~13.0%、棕榈油酸不大于 0.3%、硬脂酸应为 3.0%~5.0%、油酸应为 17.0%~30.0%、亚油酸应为 48.0%~58.0%、亚麻酸应为 5.0%~11.0%、花生酸不大于 1.0%、二十碳烯酸不大于 1.0%、山嵛

酸不大于 1.0%。

微生物限度 照非无菌产品微生物限度检查: 微生物计数法(通则 1105)和控制菌检查法(通则 1106)及非无菌药品微生物限度标准(通则 1107)检查, 应符合规定。

无菌 取本品, 依法检查(通则 1101), 应符合规定。(供无除菌工艺的无菌制剂用)

【类别】 营养药。

【贮藏】 遮光, 密闭, 在凉暗处保存。

口服补液盐散(I)

Koufu Buyeyan San(I)

Oral Rehydration Salts Powder(I)

本品每包含氯化钠(NaCl)应为 1.575~1.925g, 含氯化钾(KCl)应为 0.675~0.825g, 含碳酸氢钠(NaHCO₃)应为 1.125~1.375g, 含葡萄糖(C₆H₁₂O₆·H₂O)应为 9.90~12.10g。

【性状】 本品为白色结晶性粉末。

【鉴别】 大袋 (1)取本品, 照葡萄糖项下的鉴别(1)项试验, 显相同反应。

(2)本品显钠盐(1)与氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

小袋 本品显钾盐、氯化物与钠盐的鉴别反应, 本品的水溶液显碳酸氢盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 除干燥失重外, 应符合散剂项下有关的各项规定(通则 0115), 装量差异项下每袋装量应与平均装量相比较。

【含量测定】 氯化钠 取本品(大袋)约 0.7g, 精密称定, 加水 50ml 溶解后, 加 2% 糊精溶液 5ml、碳酸钙约 0.1g 与荧光黄指示液 5 滴, 用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 5.844mg 的 NaCl。

氯化钾 取本品(小袋)约 0.4g, 精密称定, 加水 50ml 溶解后, 加酚酞指示液 1 滴, 滴加稀硫酸适量使红色消失, 加 2% 糊精溶液 5ml、碳酸钙约 0.1g 与荧光黄指示液 5 滴, 用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 7.455mg 的 KCl。

碳酸氢钠 取本品(小袋)约 0.24g, 精密称定, 加水 50ml 溶解后, 加甲基橙指示液 1 滴, 用硫酸滴定液(0.05mol/L)滴定。每 1ml 硫酸滴定液(0.05mol/L)相当于 8.401mg 的 NaHCO₃。

葡萄糖 取本品(大袋)约 12g, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加水 80ml 溶解后, 加氨试液 0.2ml, 用水稀释至刻度, 摇匀, 静置 30 分钟, 在 25℃ 时, 依法测定旋光度(通则 0621), 与 2.0852 相乘, 即得供试品中含有 C₆H₁₂O₆·H₂O 的重量(g)。

【类别】 电解质补充药。

【规格】 每包重 14.75g(大袋葡萄糖 11g, 氯化钠 1.75g; 小袋氯化钾 0.75g, 碳酸氢钠 1.25g)

【贮藏】 密封, 在干燥处保存。

口服补液盐散(Ⅱ)

Koufu Buyeyan San(Ⅱ)

Oral Rehydration Salts Powder(Ⅱ)

本品每包(包重 5.58g)含总钠(Na)应为 0.370~0.452g,含钾(K)应为 0.142~0.173g,含总氯(Cl)应为 0.510~0.624g;含枸橼酸钠($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$)应为 0.522~0.638g,含无水葡萄糖($C_6H_{12}O_6$)应为 3.60~4.40g。

本品每包(包重 13.95g)含总钠(Na)应为 0.926~1.131g,含钾(K)应为 0.354~0.433g,含总氯(Cl)应为 1.276~1.560g;含枸橼酸钠($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$)应为 1.305~1.595g,含无水葡萄糖($C_6H_{12}O_6$)应为 9.00~11.00g。

本品每包(包重 27.9g)含总钠(Na)应为 1.852~2.262g,含钾(K)应为 0.708~0.866g,含总氯(Cl)应为 2.552~3.120g;含枸橼酸钠($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$)应为 2.610~3.190g,含无水葡萄糖($C_6H_{12}O_6$)应为 18.00~22.00g。

【性状】 本品为白色结晶性粉末。

【鉴别】 (1)取本品,照葡萄糖项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品 1g,加水 1ml 溶解后,加稀醋酸 1ml,摇匀,加亚硝酸钴钠试液 0.5ml,即生成黄色沉淀。

(3)本品显钠盐(1)、氯化物与枸橼酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 碱度 取本品 1.4g,加水 50ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.0~8.8。

干燥失重 取本品,在 60℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 2.0%(通则 0831)。

装量差异 取本品 10 包,分别精密称定内容物重量,每包内容物重量与标示量相比较,包重 5.58g 者不得过±5%,其余两种规格不得超过±3%。超过装量差异限度的应不多于 2 包,并不得有 1 包超过装量差异限度的 1 倍。

其他 应符合散剂项下有关的各项规定(通则 0115)。

【含量测定】 总钠 供试品溶液 取本品约 3.7g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得溶液(1);精密量取溶液(1)2ml,置 250ml 量瓶中,加 2%氯化锶溶液 12.5ml,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取经 105℃ 干燥至恒重的氯化钠对照品约 0.1g,精密称定,置 200ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 3ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(每 1ml 相当于 5.9μg 的 Na)。

测定法 精密量取对照品溶液 6ml、7ml、8ml、9ml、10ml,分别置 100ml 量瓶中,各加 2%氯化锶溶液 5.0ml,用水稀释至刻度,摇匀。取上述各溶液与供试品溶液,照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法),在 589.0nm 的波长处测定,计算。

钾 供试品溶液 精密量取总钠项下溶液(1)5ml,置 100ml 量瓶中,加 2%氯化锶溶液 3.0ml,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取经 105℃ 干燥至恒重的氯化钾对照品约 0.1g,精密称定,置 200ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(每 1ml 相当于 13μg 的 K)。

测定法 精密量取对照品溶液 6ml、7ml、8ml、9ml、10ml,分别置 100ml 量瓶中,各加 2%氯化锶溶液 3.0ml,用水稀释至刻度,摇匀。取上述各溶液与供试品溶液,照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法),在 766.5nm 的波长处测定,计算。

总氯 取本品约 2.8g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,加铬酸钾指示液 3~5 滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)缓缓滴定至终点。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 3.545mg 的 Cl。

枸橼酸钠 取本品约 2.8g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加冰醋酸 80ml,振摇,加热至 50℃,放冷,加冰醋酸稀释至刻度,摇匀,静置,精密量取上清液 20ml,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 9.803mg 的 $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ 。

无水葡萄糖 取本品约 13g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水 80ml 溶解后,加氨试液 0.2ml,用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 分钟,在 25℃ 时,依法测定旋光度(通则 0621),与 1.8954 相乘,计算供试品中含有的 $C_6H_{12}O_6$ 的重量(g)。

【类别】 电解质补充药。

【规格】 (1)每包 5.58g(氯化钠 0.7g,氯化钾 0.3g,枸橼酸钠 0.58g,无水葡萄糖 4g) (2)每包 13.95g(氯化钠 1.75g,氯化钾 0.75g,枸橼酸钠 1.45g,无水葡萄糖 10g) (3)每包 27.9g(氯化钠 3.5g,氯化钾 1.5g,枸橼酸钠 2.9g,无水葡萄糖 20g)

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

口服补液盐散(Ⅲ)

Koufu Buyeyan San(Ⅲ)

Oral Rehydration Salts Powder(Ⅲ)

本品每包含总钠(Na)应为 0.383~0.468g,含钾(K)应为 0.177~0.216g,含总氯(Cl)应为 0.515~0.630g,含枸橼酸钠($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$)应为 0.653~0.798g,含无水葡萄糖($C_6H_{12}O_6$)应为 3.038~3.713g。

【性状】 本品为白色结晶性粉末。

【鉴别】 (1)取本品约 1g,加水 30ml 溶解后,取 10ml,缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中,即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(2)取本品 1g,加水 1ml 溶解后,加稀醋酸 1ml,摇匀,加

亚硝酸钴钠试液 0.5ml,即生成黄色沉淀。

(3)本品显钠盐(1)、氯化物与枸橼酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 碱度 取本品 1.4g,加水 50ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.0~8.8。

干燥失重 取本品,置 60℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%(通则 0831)。

装量差异 取本品 10 包,分别精密称定内容物重量,每包内容物重量与标示量相比较,限度不得过±5%。超过装量差异限度的应不多于 2 包,并不得有 1 包超过装量差异限度的 1 倍。

其他 应符合散剂项下有关的各项规定(通则 0115)。

【含量测定】 总钠 供试品溶液 取本品约 2.7g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,即得溶液(1);精密量取溶液(1)2ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得溶液(2);精密量取溶液(2)2ml,置 200ml 量瓶中,加 2% 氯化锶溶液 10.0ml,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取经 105℃ 干燥至恒重的氯化钠对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含氯化钠 15μg 的溶液,摇匀(每 1ml 相当于 5.9μg 的 Na)。

测定法 精密量取对照品溶液 6ml、7ml、8ml、9ml、10ml,分别置 100ml 量瓶中,各加 2% 氯化锶溶液 5.0ml,用水稀释至刻度,摇匀。取上述各溶液与供试品溶液,照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法),在 589nm 的波长处测定,计算。

钾 供试品溶液 精密量取总钠项下溶液(2)5ml,置 100ml 量瓶中,加 2% 氯化锶溶液 3.0ml,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取经 105℃ 干燥至恒重的氯化钾对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含氯化钾 25μg 的溶液,摇匀(每 1ml 相当于 13μg 的 K)。

测定法 精密量取对照品溶液 6ml、7ml、8ml、9ml、10ml,分别置 100ml 量瓶中,各加 2% 氯化锶溶液 3.0ml,用水稀释至刻度,摇匀。取上述各溶液与供试品溶液,照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法),在 767nm 的波长处测定,计算。

总氯 精密量取总钠项下溶液(1)10ml,加铬酸钾指示液 3~5 滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)缓缓滴定至终点。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 3.545mg 的 Cl。

枸橼酸钠 取本品约 2.1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加冰醋酸 80ml,振摇,加热至 50℃,放冷,用冰醋酸稀释至刻度,摇匀,静置,精密量取上清液 20ml,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 9.803mg 的 $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ 。

无水葡萄糖 取本品约 14g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水 80ml 溶解后,加氨试液 0.2ml,用水稀释至刻度,摇

匀,静置 30 分钟,在 25℃ 时,依法测定旋光度(通则 0621),与 1.8954 相乘,计算供试品中含有的 $C_6H_{12}O_6$ 的重量(g)。

【类别】 电解质补充药。

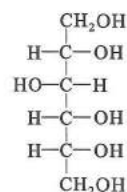
【规格】 每包 5.125g(氯化钠 0.65g,氯化钾 0.375g,枸橼酸钠 0.725g,无水葡萄糖 3.375g)

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

山梨醇

Shanlichun

Sorbitol



$C_6H_{14}O_6$ 182.17

本品为 D-山梨糖醇。按干燥品计算,含 $C_6H_{14}O_6$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭,味甜;有引湿性。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在三氯甲烷或乙醚中不溶。

比旋度 取本品约 5g,精密称定,置 50ml 量瓶中,加硼砂 6.4g 与水适量,振摇使完全溶解,并稀释至刻度(如溶液不澄清,应滤过),摇匀,依法测定(通则 0621),比旋度为 +4.0° 至 +7.0°。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加水 3ml 溶解后,加新制的 10% 儿茶酚溶液 3ml,摇匀,加硫酸 6ml,摇匀,即显粉红色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1278 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 5.0g,加新沸放冷的水 50ml 溶解后,加酚酞指示液 3 滴与氢氧化钠滴定液(0.02mol/L) 0.30ml,应显淡红色。

溶液的澄清度与颜色 取本品 3.0g,加水 20ml 溶解后,溶液应澄清无色。

氯化物 取本品 1.4g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.005%)。

硫酸盐 取本品 2.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

还原糖 取本品 10.0g,置 400ml 烧杯中,加水 35ml 使溶解,加碱性酒石酸铜试液 50ml,加盖玻璃皿,加热使在 4~6 分钟内沸腾,继续煮沸 2 分钟,立即加新沸放冷的水 100ml,用 105℃ 恒重的垂熔玻璃坩埚滤过,用热水 30ml 分次洗涤容器与沉淀,再依次用乙醇与乙醚各 10ml 洗涤沉淀,于 105℃ 干燥至恒重,所得氧化亚铜重量不得过 67mg。

总糖 取本品 2.1g,置 250ml 磨口烧瓶中,加盐酸溶液

(9→1000)约40ml,加热回流4小时,放冷,将盐酸溶液移入400ml烧杯中,用水10ml洗涤容器并入烧杯中,用24%氢氧化钠溶液中和,照还原糖项下自“加碱性酒石酸铜试液50ml”起依法操作,所得氧化亚铜重量不得过50mg。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品约0.5g,置10ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液2ml,置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甘露醇对照品与山梨醇对照品各约0.5g,置10ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用磺化交联的苯乙烯二乙烯基苯共聚物为填充剂的强阳离子钙型交换柱(或分离效能相当的色谱柱);以水为流动相;流速为每分钟0.5ml,柱温72~85℃,示差折光检测器;进样体积20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,甘露醇峰与山梨醇峰之间的分离度应大于2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍(3.0%)。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中,在60℃减压干燥至恒重,减失重量不得过1.0%(通则0831)。

炽灼残渣 不得过0.1%(通则0841)。

重金属 取本品2.0g,加醋酸缓冲液(pH3.5)2ml与水适量,使溶解成25ml,依法检查(通则0821第一法),含重金属不得过百万分之十。

钾盐 取本品1.0g,加水10ml溶解后,加稀硫酸5ml与溴化钾溴试液0.5ml,置水浴上加热20分钟,使保持稍过量的溴存在(必要时,可滴加溴化钾溴试液),并随时补充蒸发水分,放冷,加盐酸5ml与水适量使成28ml,依法检查(通则0822第一法),应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】 取本品约0.2g,精密称定,置250ml量瓶中,加水使溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取10ml,置碘瓶中,精密加高碘酸钠(钾)溶液[取硫酸溶液(1→20)90ml与高碘酸钠(钾)溶液(2.3→1000)110ml,混合制成]50ml,置水浴上加热15分钟,放冷,加碘化钾试液10ml,密塞,放置5分钟,用硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液1ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)相当于0.9109mg的C₆H₁₄O₆。

【类别】 脱水药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 山梨醇注射液

山梨醇注射液

Shanlichun Zhushenye

Sorbitol Injection

本品为山梨醇的灭菌水溶液。含山梨醇(C₆H₁₄O₆)应为标示量的95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品0.2ml,用水稀释成3ml,照山梨醇项下的鉴别(1)项试验,应显相同的反应。

(2)取本品与山梨醇对照品各适量,分别加水溶解并制成每1ml中含5mg的溶液,照有关物质项下的方法试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH值 应为4.5~6.5(通则0631)。

热原 取本品,依法检查(通则1142),剂量按家兔体重每1kg注射10ml,应符合规定。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品2ml,置10ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液2ml,置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见山梨醇有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍(3.0%)。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关各项规定(通则0102)。

【含量测定】 精密量取本品10ml(约相当于山梨醇2.5g),置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取10ml,置250ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,照山梨醇含量测定项下的方法,自“精密量取10ml,置碘瓶中”起,依法测定。每1ml硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)相当于0.9109mg的C₆H₁₄O₆。

【类别】 同山梨醇。

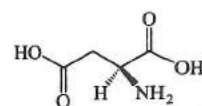
【规格】 (1)100ml:25g (2)250ml:62.5g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

门冬氨酸

Mendong'ansuan

Aspartic Acid



C₄H₇NO₄ 133.10

本品为 L-2-氨基丁二酸。按干燥品计算,含 $C_4H_7NO_4$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末,无臭。

本品在水中微溶,在乙醇中不溶,在稀盐酸或氢氧化钠溶液中溶解。

【比旋度】 取本品,精密称定,加 6mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 80mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 $+24.0^{\circ}$ 至 $+26.0^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品与门冬氨酸对照品各 10mg,分别置 25ml 量瓶中,加氨试液 2ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液与对照品溶液。照其他氨基酸项下的方法试验,供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 913 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.10g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~4.0。

溶液的透光率 取本品 1.0g,加 1mol/L 盐酸溶液 10ml 溶解后,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 98.0%。

氯化物 取本品 0.30g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

铵盐 取本品 0.10g,依法检查(通则 0808),与标准氯化铵溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

其他氨基酸 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 0.10g,置 10ml 量瓶中,加浓氨溶液 2ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取门冬氨酸对照品 10mg 与谷氨酸对照品 10mg,置同一 25ml 量瓶中,加氨试液 2ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以冰醋酸-水-正丁醇(1:1:3)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开至少 15cm,晾干,喷以 0.2% 茚三酮的正丁醇-2mol/L 醋酸溶液(95:5)混合溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热约 15 分钟至斑点出现,立即检视。

系统适用性要求 对照溶液应显一个清晰的斑点,系统适用性溶液应显两个清晰分离的斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,其颜色与对照溶液的主斑点比较,不得更深(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 干燥 3 小时,减失重量不得过 0.2%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

铁盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.001%)。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

热原 取本品,加氯化钠注射液溶解并稀释制成每 1ml 中含门冬氨酸 10mg 的溶液,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 注射 10ml,应符合规定。(供注射用)

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,加无水甲酸 5ml 使溶解,加冰醋酸 30ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 13.31mg 的 $C_4H_7NO_4$ 。

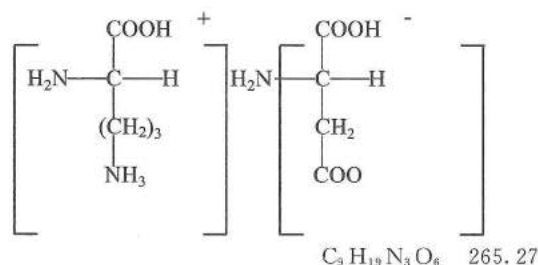
【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 密封保存。

门冬氨酸鸟氨酸

Mendong⁺ansuan Niao⁺ansuan

Ornithine Aspartate



本品为(S)-2,5-二氨基戊酸-(S)-2-氨基丁二酸盐。按干燥品计算,含 $C_8H_{19}N_3O_6 \cdot C_4H_7NO_4$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶或粉末;无臭,有引湿性。

本品在水或醋酸中极易溶解,在甲醇或乙醇中极微溶解,在三氯甲烷或丙酮中几乎不溶。

【比旋度】 取本品,精密称定,加盐酸溶液(6→10)溶解并稀释制成每 1ml 中含 80mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 $+27.0^{\circ}$ 至 $+29.0^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 2ml 使溶解,加茚三酮约 2mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 酸度 取本品 0.50g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.0~7.0。

溶液的透光率 取本品 0.5g,加水 20ml 溶解后,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 98.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 0.4g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.02mol/L 磷酸二氢钾缓冲液 40ml 使溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含门冬氨酸鸟氨酸 4μg 的溶液。

各杂质对照品溶液 取马来酸、富马酸、精氨酸、杂质 I 与杂质 II 各对照品适量,精密称定,分别加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 4μg 的溶液。

系统适用性溶液 取门冬氨酸鸟氨酸、马来酸、富马酸、精氨酸、杂质 I 与杂质 II 各对照品适量,置同一量瓶中,加流动相适量使溶解并稀释制成每 1ml 中约含门冬氨酸鸟氨酸 4mg,马来酸、富马酸、精氨酸、杂质 I 与杂质 II 各 4μg 的溶液。

色谱条件 用氨基键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 磷酸二氢钾缓冲液(取磷酸二氢钾 2.72g,加水 500ml 溶解后,加入浓氨溶液 5ml,用水稀释至 1000ml,混匀后用磷酸调节 pH 值至 5.60±0.05)-乙腈(40:60)为流动相;检测波长为 205nm;流速为每分钟 1.3ml;柱温为 30℃;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,门冬氨酸、鸟氨酸、马来酸、富马酸、精氨酸、杂质 I 与杂质 II 峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与各杂质对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至门冬氨酸峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与各杂质对照品溶液主峰保留时间相同的色谱峰,按外标法以峰面积分别计算各已知杂质的含量,含马来酸、富马酸与精氨酸均不得过 0.1%,含杂质 I 不得过 0.1%(供注射用)或 0.3%(供口服制剂用),含杂质 II 不得过 0.15%;其他单个未知杂质的峰面积均不得大于对照溶液两主峰面积之和(0.1%);杂质总量不得过 0.5%(供注射用)或 1.0%(供口服制剂用)。

氨基酸峰面积比 照有关物质检查项下的色谱条件,取有关物质项下的供试品溶液连续进样 5 次,记录色谱图,门冬氨酸与鸟氨酸峰面积的相对标准偏差均不得大于 2.0%。门冬氨酸与鸟氨酸峰面积之比的平均值应为 2.61~3.01。

蛋白质 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液,加等体积的 30% 碘基水杨酸溶液,不得产生浑浊。

氯化物 取本品 0.10g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 3.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.03%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

铵盐 取本品 0.10g,依法检查(通则 0808),与标准氯化

铵溶液 4.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.04%)。

钡盐 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,滤过,滤液分成两份,一份加临用新制的硫酸钙试液 1ml,另一份加水 1ml,静置 15 分钟,两种溶液均应澄清。

干燥失重 取本品,在 120℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 7.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

铁盐 取本品 0.50g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.5ml 制成的对照液比较,不得更深(0.003%)。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 1.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】 取本品约 70mg,精密称定,加无水甲酸 5ml 与冰醋酸 50ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 8.84mg 的 $C_5H_{12}N_2O_2 \cdot C_4H_7NO_4$ 。

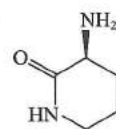
【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 严封,在干燥处保存。

【制剂】 注射用门冬氨酸鸟氨酸

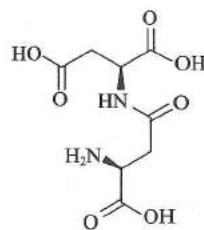
附:

杂质 I (3-氨基-2-哌啶酮)



$C_5H_{10}N_2O$ 114.14

杂质 II (门冬氨酸缩合物)



$C_8H_{12}N_2O_7$ 248.18

注射用门冬氨酸鸟氨酸

Zhusheyong Mendong'ansuan Niao'ansuan

Ornithine Aspartate for Injection

本品为门冬氨酸鸟氨酸的无菌冻干品。按平均装量计算,含门冬氨酸鸟氨酸($C_5H_{12}N_2O_2 \cdot C_4H_7NO_4$)应为标示量

的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末或疏松块状物。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 2ml 使溶解,加茚三酮约 2mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在有关物质项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应分别与系统适用性溶液中门冬氨酸峰与鸟氨酸峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品 0.5g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.0~7.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,分别加水适量使溶解并稀释制成每 1ml 中含门冬氨酸鸟氨酸 25mg 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于门冬氨酸鸟氨酸 0.4g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.02mol/L 磷酸二氢钾缓冲液 40ml 使溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含门冬氨酸鸟氨酸 8μg 的溶液。

各杂质对照品溶液 取马来酸、富马酸、精氨酸、杂质 I 与杂质 II 各对照品适量,精密称定,分别加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 4μg 的溶液。

系统适用性溶液 取门冬氨酸鸟氨酸、马来酸、富马酸、精氨酸、杂质 I 与杂质 II 各对照品适量,置同一量瓶中,加流动相适量使溶解并稀释制成每 1ml 中约含门冬氨酸鸟氨酸 4mg,马来酸、富马酸、精氨酸、杂质 I 与杂质 II 各 4μg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见门冬氨酸鸟氨酸有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与各杂质对照品溶液主峰保留时间相同的色谱峰,按外标法以峰面积分别计算各已知杂质的含量,含马来酸、富马酸和精氨酸均不得过标示量的 0.1%,含杂质 I 不得过标示量的 0.4%,含杂质 II 不得过标示量的 0.15%;其他单个杂质峰面积均不得大于对照溶液两主峰面积之和(0.2%);杂质总量不得过标示量的 1.0%。

干燥失重 取本品,在 120℃干燥至恒重,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 门冬氨酸鸟氨酸中含内毒素的量应小于 0.03EU。

无菌 取本品,用灭菌注射用水溶解,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于门冬氨酸鸟氨酸 70mg),加无水甲酸 5ml 与冰醋酸 50ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用高

氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 8.84mg 的 $C_5H_{12}N_2O_3 \cdot C_4H_7NO_4$ 。

【类别】 同门冬氨酸鸟氨酸。

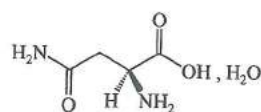
【规格】 (1)0.5g (2)2.5g

【贮藏】 遮光,密闭,在干燥处保存。

门冬酰胺

Mendongxian'an

Asparagine



$C_4H_8N_2O_3 \cdot H_2O$ 150.13

本品为门冬酰胺一水合物。按干燥品计算,含 $C_4H_8N_2O_3$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在热水中易溶,在甲醇、乙醇或乙醚中几乎不溶;在稀盐酸或氢氧化钠试液中易溶。

比旋度 取本品,精密称定,加 3mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为+31°至+35°。

【鉴别】 (1)取本品约 1g,加 10%氢氧化钠溶液 5ml,微热至沸,产生的蒸气有氨臭并能使湿润的红色石蕊试纸变蓝色。

(2)取本品约 1mg,加水 5ml 溶解后,加茚三酮约 5mg,加热,溶液显紫色。

(3)取本品与门冬酰胺对照品各 0.1g,分别加水 10ml,微温使溶解(不超过 40℃),放冷,作为供试品溶液与对照品溶液。照其他氨基酸项下的方法试验,供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

【检查】 溶液的透光率 取本品 0.4g,加水 20ml 溶解后,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 98.0%。

氯化物 取本品 1.0g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.005%)。

硫酸盐 取本品 2.0g,加水 25ml,加热溶解后,放冷,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.005%)。

其他氨基酸 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 0.25g,置 10ml 量瓶中,加水适量,微温使溶解(不超过 40℃),放冷,用水稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取谷氨酸对照品 25mg，置 10ml 量瓶中，加水适量加热使溶解，再加供试品溶液 1ml，用水稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板，以冰醋酸-水-正丁醇（1：1：2）为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 5μl，分别点于同一薄层板上，展开至少 10cm，晾干，110℃加热 15 分钟，喷以 0.2%茚三酮的正丁醇-2mol/L 醋酸溶液（95：5）混合溶液，在 110℃加热约 10 分钟至斑点出现，立即检视。

系统适用性要求 对照溶液应显一个清晰的斑点，系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点，其颜色与对照溶液的主斑点比较，不得更深（0.5%）。

干燥失重 取本品，在 105℃干燥 3 小时，减失重量为 11.5%~12.5%（通则 0831）。

炽灼残渣 不得过 0.1%（通则 0841）。

铁盐 取本品 1.0g，加水 25ml 溶解后，依法检查（通则 0807），与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较，不得更深（0.001%）。

铵盐 取本品 10mg，置直径约 4cm 的称量瓶中，加水 1ml 使溶解；另取标准氯化铵溶液 1.0ml，置另一同样的称量瓶中。两个称量瓶瓶盖下方均粘贴一张用 1 滴水润湿的边长约 5mm 的银锰试纸（将滤纸条浸入 0.85%硫酸锰-0.85%硝酸银溶液中 3~5 分钟，取出，晾干）。分别向两个称量瓶中加重质氧化镁各 0.30g，立即加盖密塞，旋转混匀，40℃放置 30 分钟。供试品使试纸产生的灰色与标准氯化铵溶液 1.0ml 制成的对照试纸比较，不得更深（0.1%）。

重金属 取本品 1.0g，加水 23ml 加热溶解后，加醋酸盐缓冲液（pH 3.5）2ml，依法检查（通则 0821 第一法），含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 2.0g，加水 23ml 和盐酸 5ml 溶解后，依法检查（通则 0822 第一法），应符合规定（0.0001%）。

【含量测定】 取本品约 0.15g，精密称定，照氮测定法（通则 0704 第一法）测定。每 1ml 硫酸滴定液（0.05mol/L）相当于 6.606mg 的 $C_4H_8N_2O_3$ 。

【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 遮光，密封，阴凉处保存。

【制剂】 门冬酰胺片

门冬酰胺片

Mendongxian'an Pian

Asparagine Tablets

本品含门冬酰胺（ $C_4H_8N_2O_3$ ）应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取本品的细粉适量，照门冬酰胺项下的鉴别试验，显相同的反应。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定（通则 0101）。

【含量测定】 取本品 10 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于门冬酰胺，按 $C_4H_8N_2O_3$ 计 0.15g），照门冬酰胺项下的方法测定。

【类别】 同门冬酰胺。

【规格】 0.25g（按 $C_4H_8N_2O_3$ 计）

【贮藏】 遮光，密封，阴凉处保存。

门冬酰胺酶(埃希)

Mendongxian'anmei (Aixi)

Asparaginase (Escherichia)

本品系自大肠埃希菌（*E.coli* AS 1.357）中提取制备的具有酰胺基水解作用的酶。每 1mg 蛋白含门冬酰胺酶的活力不得低于 250 单位。

【制法要求】 本品所用的生产菌种来源途径应经国家有关部门批准并应符合国家有关的管理规范，生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》的要求。

【性状】 本品为白色结晶性粉末；无臭。

本品在水中易溶，在乙醇和乙醚中不溶。

【鉴别】 （1）取本品 5mg，加水 1ml 使溶解，加 20%氢氧化钠溶液 5ml，摇匀，再加 1%硫酸铜溶液 1 滴，摇匀，溶液应显蓝紫色。

（2）照高效液相色谱法（通则 0512）试验。

供试品溶液 取本品适量，加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照品溶液 取门冬酰胺酶（埃希）对照品，加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂（4.6mm×250mm）；以 0.05%三氟醋酸溶液为流动相 A，以三氟醋酸-40%乙腈溶液（0.5：1000）为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；柱温为 40℃；流速为每分钟 1ml；检测波长为 220nm；进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	25	75
60	0	100
70	0	100
72	25	75
82	25	75

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

结果判定 供试品溶液色谱图中主峰的保留时间应与对

照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸碱度 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.5~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液,依法测定(通则 0901 第一法和通则 0902 第一法),溶液应澄清无色。

纯度 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

色谱条件 用适合分离分子量为 10 000~500 000 球状蛋白的色谱用亲水改性硅胶为填充剂;以 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 6.7)(取磷酸二氢钠 6.0g、磷酸氢二钠 20.2g,加水 900ml,用磷酸或氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.7,加水至 1000ml)为流动相;流速为每分钟 0.6ml;检测波长为 280nm;进样体积 20 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按峰面积归一化法计算主峰相对百分含量,应不得低于 97.0%。

干燥失重 取本品 0.1g,置 105℃干燥 3 小时,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

重金属 取本品 0.5g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

异常毒性 取本品,照注射用门冬酰胺酶(埃希)项下的方法检查,应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1 单位门冬酰胺酶(埃希)中含内毒素的量应小于 0.015EU。

降压物质 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射 1 万单位,应符合规定。

【效价测定】 酶活力 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

磷酸盐缓冲液 取 0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液适量,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液调节 pH 值至 8.0。

供试品溶液 取本品约 0.1g,精密称定,加磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 单位的溶液。

对照品溶液 取经 105℃干燥至恒重的硫酸铵适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成约 0.0015mol/L 的溶液。

测定法 取试管 3 支(14cm \times 1.2cm),各加入用磷酸盐缓冲液配制的 0.33% 门冬酰胺酶溶液 1.9ml,于 37℃水浴中预热 3 分钟,分别于第 1 管(t_0)中加入 25% 三氯醋酸溶液 0.5ml,第 2、3 管(t)中各精密加入供试品溶液 0.1ml,置 37℃水浴中,准确反应 15 分钟,立即于第 1 管(t_0)中精密加入供试品溶液 0.1ml,第 2、3 管(t)中各加入 25% 三氯醋酸溶液 0.5ml,摇匀,分别作为空白反应液(t_0)和反应液(t)。精密量取 t_0 、 t 和对照品溶液各 0.5ml,置试管中,各加水 7.0ml 与碘化汞钾溶液(取碘化汞 23g、碘化钾 16g,加水至 100ml,临

用前与 20% 氢氧化钠溶液等体积混合)1.0ml,混匀,另取试管 1 支,加水 7.5ml 与碘化汞钾溶液 1.0ml 作为空白对照管,室温放置 15 分钟,在 450nm 的波长处分别测定 t_0 吸光度 A_0 、 t 吸光度 A_t 和对照品溶液吸光度 A_s ,以 A_t 的平均值,按下式计算:

$$\text{效价(单位/mg)} = \frac{(A_t - A_0) \times 5 \times \text{稀释倍数} \times F}{A_s \times \text{称样量(mg)}}$$

式中 5 为反应常数;

F 为对照品溶液浓度的校正值。

效价单位定义:在上述条件下,一个门冬酰胺酶单位相当于每分钟分解门冬酰胺产生 1 μ mol 氨所需的酶量。

蛋白质含量 取本品约 20mg,精密称定,照蛋白质含量测定法(通则 0731 第一法)测定,即得。

比活 由测得的效价和蛋白质含量计算每 1mg 蛋白中含门冬酰胺酶活力的单位数。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光,密封,冷处保存。

【制剂】 注射用门冬酰胺酶(埃希)

注射用门冬酰胺酶(埃希)

Zhusheyong Mendongxian'anmei (Aixi)

Asparaginase (Escherichia) for Injection

本品为门冬酰胺酶(埃希)加适量稳定剂和赋形剂的无菌冻干品。含门冬酰胺酶(埃希)的效价应为标示量的 85.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色冻干块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 1000 单位的溶液,照门冬酰胺酶(埃希)项下的鉴别(1)项试验,应显相同的反应。

(2)取本品,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 100 单位的溶液,作为供试品溶液,照门冬酰胺酶(埃希)项下的鉴别(2)项试验,应显相同结果。

【检查】 酸碱度 取本品 1 支,加水 10ml 溶解后,摇匀,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.5~7.5。

纯度 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 200 单位的溶液,作为供试品溶液。照门冬酰胺酶(埃希)项下的方法检查,纯度应不低于 95.0%。

干燥失重 取本品 0.1g,置 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 000 单位的溶液,依法检查(通则 1141),应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1 单位门冬酰胺酶(埃希)中含内毒素的量应小于 0.015EU。

其他 除可见异物允许有少量纤维状不溶物和略带乳光

外,其他应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【效价测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 5 支,分别加适量磷酸盐缓冲液(取 0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液适量,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液调节 pH 值至 8.0)溶解,并全量转移至同一量瓶中,用上述磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀。精密量取适量,用上述磷酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含 5 单位的溶液。

对照品溶液与测定法 见门冬酰胺酶(埃希)效价测定酶活力项下。

【类别】 同门冬酰胺酶(埃希)。

【规格】 (1)5000 单位 (2)1 万单位

【贮藏】 遮光,密闭,冷处保存。

门冬酰胺酶(欧文)

Mendongxian'anmei (Ouwen)

Asparaginase (Erwinia)

本品系自欧文菌(*Erwinia carotovora*)中提取制备的具有酰胺基水解作用的酶。每 1mg 蛋白含门冬酰胺酶活力不得低于 250 单位。

【制法要求】 本品所用的生产菌种来源途径应经国家有关部门批准并应符合国家有关的管理规范,生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》的要求。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇和乙醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品 5mg,加水 1ml 使溶解,加 20%氢氧化钠溶液 5ml,摇匀,再加 1%硫酸铜溶液 1 滴,摇匀,溶液应显蓝紫色。

(2)照高效液相色谱法(通则 0512)试验。

供试品溶液 取本品适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照品溶液 取门冬酰胺酶(欧文)对照品,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm×250mm);以 0.05%三氟醋酸溶液为流动相 A,以三氟醋酸-40%乙腈溶液(0.5:1000)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;柱温为 40℃;流速为每分钟 1ml;检测波长为 220nm;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	25	75
60	0	100
70	0	100
72	25	75
82	25	75

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

结果判定 供试品溶液色谱图中主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸碱度 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.5~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液,依法测定(通则 0901 第一法和通则 0902 第一法),溶液应澄清无色。

纯度 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

色谱条件 用适合分离分子量为 10 000~500 000 球状蛋白的色谱用亲水改性硅胶为填充剂;以 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 6.7)(取磷酸二氢钠 6.0g、磷酸氢二钠 20.2g,加水 900ml,用磷酸或氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.7,加水至 1000ml)为流动相;流速为每分钟 0.6ml;检测波长为 280nm;进样体积 20μl。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按峰面积归一化法计算主峰相对百分含量,应不得低于 97.0%。

干燥失重 取本品 0.1g,置 105℃干燥 3 小时,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

重金属 取本品 0.5g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

异常毒性 取本品,照注射用门冬酰胺酶(欧文)项下的方法检查,应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1 单位门冬酰胺酶(欧文)中含内毒素的量应小于 0.015EU。

降压物质 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射 1 万单位,应符合规定。

【效价测定】 酶活力 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

磷酸盐缓冲液 取 0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液适量,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液调节 pH 值至 8.0。

供试品溶液 取本品约 0.1g,精密称定,加磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 单位的溶液。

对照品溶液 取经 105℃干燥至恒重的硫酸铵适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成约 0.0015mol/L 的溶液。

测定法 取试管 3 支(14cm×1.2cm),各加入用磷酸盐缓冲液配制的 0.33%门冬酰胺酶溶液 1.9ml,于 37℃水浴中预热 3 分钟,分别于第 1 管(t_0)中加入 25%三氯醋酸溶液 0.5ml,第 2、3 管(t)中各精密加入供试品溶液 0.1ml,置 37℃水浴中,准确反应 15 分钟,立即于第 1 管(t_0)中精密加入供试品溶液 0.1ml,第 2、3 管(t)中各加入 25%三氯醋酸溶液

0.5ml, 摇匀, 分别作为空白反应液(t_0)和反应液(t)。精密量取 t_0 、 t 和对照品溶液各 0.5ml, 置试管中, 各加水 7.0ml 与碘化汞钾溶液(取碘化汞 23g, 碘化钾 16g, 加水至 100ml, 临用前与 20% 氢氧化钠溶液等体积混合) 1.0ml, 混匀, 另取试管 1 支, 加水 7.5ml 与碘化汞钾溶液 1.0ml 作为空白对照管, 室温放置 15 分钟, 在 450nm 的波长处分别测定 t_0 吸光度 A_0 、 t 吸光度 A_t 和对照品溶液吸光度 A_s , 以 A_t 的平均值, 按下式计算:

$$\text{效价(单位/mg)} = \frac{(A_t - A_0) \times 5 \times \text{稀释倍数} \times F}{A_s \times \text{称样量(mg)}}$$

式中 5 为反应常数;

F 为对照品溶液浓度的校正值。

效价单位定义: 在上述条件下, 一个门冬酰胺酶单位相当于每分钟分解门冬酰胺产生 $1\mu\text{mol}$ 氨所需的酶量。

蛋白质含量 取本品约 20mg, 精密称定, 照蛋白质含量测定法(通则 0731 第一法)测定, 即得。

比活 由测得的效价和蛋白质含量计算每 1mg 蛋白中含门冬酰胺酶活力的单位数。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光, 密封, 冷处保存。

【制剂】 注射用门冬酰胺酶(欧文)

注射用门冬酰胺酶(欧文)

Zhusheyong Mendongxian' anmei (Ouwen)

Asparaginase (Erwinia) for Injection

本品为门冬酰胺酶(欧文)加适量稳定剂和赋形剂的无菌冻干品。含门冬酰胺酶(欧文)的效价应为标示量的 85.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色冻干块状物或粉末。

【鉴别】 (1) 取本品, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 1000 单位的溶液, 照门冬酰胺酶(欧文)项下的鉴别(1)项试验, 应显相同的反应。

(2) 取本品, 加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 100 单位的溶液, 作为供试品溶液, 照门冬酰胺酶(欧文)项下的鉴别(2)项试验, 应显相同结果。

【检查】 **酸碱度** 取本品 1 支, 加水 10ml 溶解后, 摇匀, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 6.5~7.5。

纯度 取本品, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 200 单位的溶液, 作为供试品溶液。照门冬酰胺酶(欧文)项下的方法检查, 纯度应不低于 95.0%。

干燥失重 取本品 0.1g, 置 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

异常毒性 取本品, 加氯化钠注射液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 000 单位的溶液, 依法检查(通则 1141), 应符合规定。

细菌内毒素 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1 单位门冬酰胺酶(欧文)中含内毒素的量应小于 0.015EU。

其他 除可见异物允许有少量纤维状不溶物和略带乳光外, 其他应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【效价测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 5 支, 分别加适量磷酸盐缓冲液(取 0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液适量, 用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液调节 pH 值至 8.0)溶解, 并全量转移至同一量瓶中, 用上述磷酸盐缓冲液稀释至刻度, 摇匀。精密量取适量, 用上述磷酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含 5 单位的溶液。

对照品溶液与测定法 见门冬酰胺酶(欧文)效价测定酶活力项下。

【类别】 同门冬酰胺酶(欧文)。

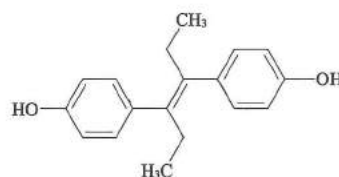
【规格】 1 万单位

【贮藏】 遮光, 密闭, 冷处保存。

己烯雌酚

Jixicifen

Diethylstilbestrol



$\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{O}_2$ 268.36

本品为(E)-4,4'-(1,2-二乙基-1,2-亚乙烯基)双苯酚。按干燥品计算, 含 $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{O}_2$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为无色结晶或白色结晶性粉末; 几乎无臭。

本品在甲醇中易溶, 在乙醇、乙醚或脂肪油中溶解, 在三氯甲烷中微溶, 在水中几乎不溶; 在稀氢氧化钠溶液中溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 169~172℃。

【鉴别】 (1) 取本品约 10mg, 加硫酸 1ml 溶解后, 溶液显橙黄色(己烷雌酚为淡黄色); 加水 10ml 稀释后, 橙黄色即消失。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 28 图)一致。

【检查】 **酸碱度** 取本品 0.10g, 加 70% 乙醇 5.0ml 溶解后, 溶液遇石蕊试纸应显中性反应。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量, 加乙醇-水(1:1)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用乙醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取己烯雌酚对照品约 10mg,加三氯甲烷 50ml 使溶解,在暗处放置不少于 5 小时,量取 5.0ml,挥干三氯甲烷,残渣(己烯雌酚的顺式体和反式体)加乙醇-水(1:1)25ml 使溶解。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;甲醇-水(80:20)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为己烯雌酚反式体峰与己烯雌酚顺式体峰,理论板数按己烯雌酚反式体峰计算应不低于 1000,己烯雌酚反式体峰与顺式体峰之间的分离度应大于 5.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至己烯雌酚顺式体峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,不得多于 4 个,单个杂质峰面积不得大于对照溶液中己烯雌酚顺式体峰面积的 1.26 倍与己烯雌酚反式体峰面积之和的 0.5 倍(1.0%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液中己烯雌酚顺式体峰面积的 1.26 倍与己烯雌酚反式体峰面积之和的 0.75 倍(1.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加乙醇-水(1:1)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取己烯雌酚对照品适量,精密称定,加乙醇-水(1:1)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以己烯雌酚顺式体峰面积的 1.26 倍与己烯雌酚反式体峰面积之和计算。

【类别】 雌激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)己烯雌酚片 (2)己烯雌酚注射液

30ml 振摇提取,分取乙醚液,蒸干,残渣照己烯雌酚项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置乳钵中研细,加乙醇-水(1:1)适量,研磨,并用上述溶剂分次定量转移至 25ml 量瓶中,超声使己烯雌酚溶解,放冷,用上述溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取己烯雌酚对照品,精密称定,加上述溶剂溶解并定量稀释制成与供试品溶液浓度相同的溶液,作为对照品溶液。取供试品溶液与对照品溶液,照含量测定项下的方法测定,计算含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以 0.1%十二烷基硫酸钠溶液 250ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取己烯雌酚对照品约 10mg,精密称定,置 250ml 量瓶中,加乙醇-水(1:1)溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g(0.5mg 规格)、4 μ g(1mg 规格)、8 μ g(2mg 规格)、12 μ g(3mg 规格)的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算出每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量,加乙醇-水(1:1)适量,超声使己烯雌酚溶解,放冷,用乙醇-水(1:1)定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见己烯雌酚含量测定项下。

【类别】 同己烯雌酚。

【规格】 (1)0.5mg (2)1mg (3)2mg (4)3mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

己烯雌酚片

Jixicifen Pian

Diethylstilbestrol Tablets

本品含己烯雌酚($C_{18}H_{20}O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于己烯雌酚 20mg),置分液漏斗中,加含有盐酸 2 滴的水 15ml 后,用乙醚

己烯雌酚注射液

Jixicifen Zhushuye

Diethylstilbestrol Injection

本品为己烯雌酚的灭菌油溶液。含己烯雌酚($C_{18}H_{20}O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为微黄色至淡黄色的澄明油状液体。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两

主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 用内容量移液管精密量取本品适量,加乙醚溶解并稀释制成每 1ml 中约含己烯雌酚 0.5mg 的溶液,摇匀,精密量取 5ml,置具塞离心管中,置温水浴上使乙醚挥发(规格为 1ml:0.5mg 的样品直接取本品 5ml,置具塞离心管中,用乙醚分数次洗涤移液管内壁,洗液并入离心管中,置温水浴上使乙醚挥发),用甲醇振摇提取 5 次(第 1~4 次各 5ml,第 5 次 3ml),每次振摇 10 分钟后离心 15 分钟,合并甲醇提取液,置 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见己烯雌酚有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液中己烯雌酚顺式体峰面积的 1.26 倍与己烯雌酚反式体峰面积之和的 0.5 倍(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中己烯雌酚顺式体峰面积的 1.26 倍与己烯雌酚反式体峰面积之和(2.0%)。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 用内容量移液管精密量取本品适量,加乙醚溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含己烯雌酚 0.2mg 的溶液,摇匀,精密量取 5ml 置具塞离心管中,置温水浴上使乙醚挥发,用甲醇振摇提取 5 次(第 1~4 次各 5ml,第 5 次 3ml),每次振摇 10 分钟后离心 15 分钟,合并甲醇提取液,置 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取己烯雌酚对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见己烯雌酚含量测定项下。

【类别】 同己烯雌酚。

【规格】 (1)1ml:0.5mg (2)1ml:1mg (3)1ml:2mg (4)1ml:3mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

本品为 3,7-二氢-3,7-二甲基-1-(5-氧代己基)-1H-嘌呤-2,6-二酮。按干燥品计算,含 $C_{13}H_{18}N_4O_3$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色粉末或颗粒;有微臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在水或乙醇中溶解,在乙醚中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 103~107℃。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加盐酸 1ml 与氯酸钾 0.1g,置水浴上蒸干,残渣遇氨气即显紫色,再加氢氧化钠试液数滴,紫色即消失。

(2)取本品约 10mg,加水 5ml 溶解后,加稀硫酸 1ml,滴加碘试液数滴,即生成棕色沉淀。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 29 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 50ml 使溶解,立即加溴麝香草酚蓝指示液 1 滴,溶液应显绿色或黄色,用氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)滴定至微蓝色,消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)不得过 0.2ml。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加水 50ml 使溶解,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓;如显色,与黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

溴化物 取本品 0.50g,加水 10ml 溶解,加稀硝酸 0.5ml 与硝酸银试液 1ml,加热至沸,放冷,加水稀释成 25ml,摇匀,与标准溴化钾溶液 11.0ml[每 1ml 标准溴化钾溶液相当于 0.01mg 的溴(Br)],用同一方法制成的对照液比较,不得更浓。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 甲醇-0.544%磷酸二氢钾溶液(1:1)。

供试品溶液 取本品,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 1μg 的溶液。

对照品溶液 取可可碱对照品、茶碱对照品、咖啡因对照品与己酮可可碱对照品,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 1μg 的混合溶液。

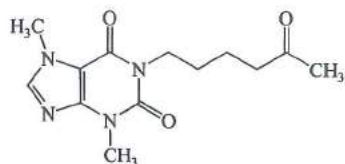
色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为甲醇-0.544%磷酸二氢钾溶液(3:7),流动相 B 为甲醇-0.544%磷酸二氢钾溶液(7:3),按下表进行梯度洗脱;检测波长为 272nm;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	86	14
6	86	14
13	10	90
30	10	90
38	86	14
43	86	14

己酮可可碱

Jitongkekejian

Pentoxifylline



$C_{13}H_{18}N_4O_3$ 278.31

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,出峰顺序为可可碱峰、茶碱峰、咖啡因峰与己酮可可碱峰。己酮可可碱峰的保留时间约为 12 分钟,茶碱峰与咖啡因峰的分度应大于 4.0,咖啡因峰与己酮可可碱峰的分度应大于 10.0。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液的色谱图中如有与可可碱峰、茶碱峰或咖啡因峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过 0.1%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.1%);杂质总量不得过 0.5%。

干燥失重 取本品,在 60℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,加稀醋酸 2ml 与适量水溶解成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 8ml 使溶解,加醋酐 32ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 27.83mg 的 $C_{13}H_{18}N_4O_3$ 。

【类别】 血管扩张药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)己酮可可碱肠溶片 (2)己酮可可碱注射液
(3)己酮可可碱葡萄糖注射液 (4)己酮可可碱氯化钠注射液
(5)己酮可可碱缓释片

己酮可可碱肠溶片

Jitongkekejian Changrongpian

Pentoxifylline Enteric-coated Tablets

本品含己酮可可碱($C_{13}H_{18}N_4O_3$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为肠溶包衣片,除去包衣后,显白色。

【鉴别】 取本品研细,称取适量(约相当于己酮可可碱 50mg),加三氯甲烷 10ml,振摇,滤过,滤液置水浴上蒸干,取残渣照己酮可可碱项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于己酮可可碱 0.1g),置 100ml 量瓶中,加水 70ml,置温水浴中保温,振摇,使己酮可可碱溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含己酮可可碱 10μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 274nm 的波长处测定吸光

度,按 $C_{13}H_{18}N_4O_3$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 365 计算。

【类别】 【贮藏】 同己酮可可碱。

【规格】 0.1g

己酮可可碱注射液

Jitongkekejian Zhushuye

Pentoxifylline Injection

本品为己酮可可碱的灭菌水溶液。含己酮可可碱($C_{13}H_{18}N_4O_3$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于己酮可可碱 10mg),加盐酸 1ml 与氯酸钾 0.1g,置水浴上蒸干,残渣遇氨气即显紫色,再加氢氧化钠试液数滴,紫色即消失。

(2)取本品适量(约相当于己酮可可碱 10mg),加水 5ml 稀释,加稀硫酸 1ml,滴加碘试液数滴,即生成棕色沉淀。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.0~6.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含己酮可可碱 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含己酮可可碱 2μg 的溶液。

对照品溶液 取可可碱对照品、茶碱对照品、咖啡因对照品与己酮可可碱对照品,精密称定,用溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 2μg 的混合溶液。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见己酮可可碱有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有与可可碱峰、茶碱峰或咖啡因峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过己酮可可碱标示量的 0.2%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%);杂质总量不得过 1.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 己酮可可碱中含内毒素的量应小于 3.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含己酮可可碱 50μg 的溶液。

对照品溶液 取己酮可可碱对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含己酮可可碱 50μg 的溶液。

系统适用性溶液 取咖啡因对照品与己酮可可碱对照品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 50μg 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.544%磷酸二氢钾溶液(48:52)为流动相;检测波长为

272nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,咖啡因峰与己酮可可碱峰的分离度应大于 5.0,理论板数按己酮可可碱峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同己酮可可碱。

【规格】 (1)2ml:0.1g (2)5ml:0.1g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

己酮可可碱葡萄糖注射液

Jitongkekejian Putaotang Zhusheyue

Pentoxifylline and Glucose Injection

本品为己酮可可碱与葡萄糖的灭菌水溶液。含己酮可可碱($C_{13}H_{18}N_4O_3$)和葡萄糖($C_6H_{12}O_5 \cdot H_2O$)均应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于己酮可可碱 50mg),加三氯甲烷 20ml,充分振摇,分取三氯甲烷层,置水浴上蒸干,取残渣照己酮可可碱项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同反应。

(2)取本品 5ml,缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中,即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.0~6.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含己酮可可碱 0.4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含己酮可可碱 0.8 μ g 的溶液。

对照品溶液 取可可碱对照品、茶碱对照品、咖啡因对照品与己酮可可碱对照品,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.8 μ g 的混合溶液。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 除进样体积 50 μ l 外,见己酮可可碱有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有与可可碱峰、茶碱峰或咖啡因峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过己酮可可碱标示量的 0.2%;其他单个杂质峰(除 5-羟甲基糠醛峰外)面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%);杂质总量不得过 1.0%。

5-羟甲基糠醛 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照品溶液 取 5-羟甲基糠醛对照品与可可碱对照品适

量,精密称定,加有关物质项下的溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 10 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为甲醇-0.544%磷酸二氢钾溶液(3:7),流动相 B 为甲醇-0.544%磷酸二氢钾溶液(7:3),按下表进行梯度洗脱;检测波长为 284nm;柱温为 30℃;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	86	14
6	86	14
7	10	90
24	10	90
25	86	14
30	86	14

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,5-羟甲基糠醛峰与可可碱峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,不得过葡萄糖标示量的 0.02%。

重金属 取本品适量(约相当于葡萄糖 3g),置水浴上蒸发至约 20ml,放冷,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过葡萄糖标示量的百万分之五。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法测定(通则 0632),渗透压摩尔浓度应为 260~320mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1ml 中含内毒素的量应小于 0.50EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 己酮可可碱 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含己酮可可碱 50 μ g 的溶液。

对照品溶液 取己酮可可碱对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取咖啡因对照品与己酮可可碱对照品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.544%磷酸二氢钾溶液(48:52)为流动相;检测波长为 272nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,咖啡因峰与己酮可可碱峰的分离度应大于 5.0,理论板数按己酮可可碱峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

葡萄糖 取本品,在 25℃时,依法测定旋光度(通则 0621),

与 2.0852 相乘,即得供试品 100ml 中含有 $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ 的重量(g)。

【类别】 同己酮可可碱。

【规格】 (1)100ml: 己酮可可碱 0.1g 与葡萄糖 5.0g
(2)250ml: 己酮可可碱 0.1g 与葡萄糖 12.5g (3)250ml:
己酮可可碱 0.2g 与葡萄糖 13.75g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

己酮可可碱氯化钠注射液

Jitongkekejian Lühuan Zhushuye

Pentoxifylline and Sodium Chloride Injection

本品为己酮可可碱与氯化钠的灭菌水溶液。含己酮可可碱($C_{13}H_{18}N_4O_3$)和氯化钠(NaCl)均应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于己酮可可碱 10mg),置水浴上蒸干,残渣加盐酸 1ml 与氯酸钾 0.1g,置水浴上蒸干,残渣遇氨气即显紫色,再加氢氧化钠试液数滴,紫色即消失。

(2)取本品适量(约相当于己酮可可碱 10mg),加稀硫酸 1ml,滴加碘试液数滴,即生成棕色沉淀。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应和氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 4.5~6.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含己酮可可碱 0.4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含己酮可可碱 0.8 μ g 的溶液。

对照品溶液 取可可碱对照品、茶碱对照品、咖啡因对照品与己酮可可碱对照品,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.8 μ g 的混合溶液。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 除进样体积 50 μ l 外,见己酮可可碱有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有与可可碱峰、茶碱峰或咖啡因峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过己酮可可碱标示量的 0.2%;其他单个未知杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%);杂质总量不得过 1.0%。

重金属 取本品 20ml,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过千万分之五。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法测定(通则 0632),渗透压

摩尔浓度应为 260~320mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1ml 中含内毒素的量应小于 0.50EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 己酮可可碱 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含己酮可可碱 50 μ g 的溶液。

对照品溶液 取己酮可可碱对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含己酮可可碱 50 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取咖啡因对照品与己酮可可碱对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.544%磷酸二氢钾溶液(48:52)为流动相;检测波长为 272nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,咖啡因峰与己酮可可碱峰的分离度应大于 5.0,理论板数按己酮可可碱峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

氯化钠 精密量取本品 10ml,加水 40ml,再加 2%糊精溶液 5ml、2.5%硼砂溶液 2ml 与荧光黄指示液 5~8 滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 5.844mg 的 NaCl。

【类别】 同己酮可可碱。

【规格】 (1)100ml: 己酮可可碱 0.1g 与氯化钠 0.9g
(2)250ml: 己酮可可碱 0.1g 与氯化钠 2.25g (3)250ml:
己酮可可碱 0.2g 与氯化钠 2.25g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

己酮可可碱缓释片

Jitongkekejian Huanshipian

Pentoxifylline Sustained-release Tablets

本品含己酮可可碱($C_{13}H_{18}N_4O_3$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后,显白色或类白色。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于己酮可可碱 50mg),加三氯甲烷 10ml,振摇,离心,取三氯甲烷液置水浴上蒸干,残渣照己酮可可碱项下鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作。经2小时、6小时、12小时和16小时时分别取溶出液10ml,并即时补充相同温度、相同体积的溶出介质。

测定法 分别取2小时、6小时、12小时和16小时时的溶出液,滤过,分别精密量取续滤液3.0ml、1.0ml、1.0ml、1.0ml,置25ml量瓶中,加溶出介质稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在274nm的波长处测定吸光度,按 $C_{13}H_{18}N_4O_3$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为351分别计算每片在不同时间的溶出量。

限度 每片在2小时、6小时、12小时和16小时时的溶出量应分别为标示量的10%~30%、30%~55%、50%~85%和75%以上,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定。

供试品溶液 取本品10片,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于己酮可可碱0.4g),置200ml量瓶中,加水100ml,置温水浴中保温,振摇,使己酮可可碱溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每1ml中约含己酮可可碱10 μ g的溶液。

测定法 取供试品溶液,在274nm的波长处测定吸光度,按 $C_{13}H_{18}N_4O_3$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为365计算。

【类别】 同己酮可可碱。

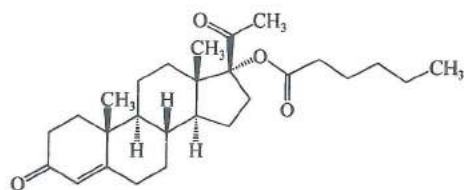
【规格】 0.4g

【贮藏】 遮光,密封保存。

己酸羟孕酮

Jisuan Qiangyuntong

Hydroxyprogesterone Caproate



$C_{27}H_{40}O_4$ 428.62

本品为(17 α)-17-羟基孕甾-4-烯-3,20-二酮己酸酯。按干燥品计算,含 $C_{27}H_{40}O_4$ 应为97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇、丙酮或乙醚中易溶,在茶油或蓖麻油中略溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则0612)为120~124℃。

比旋度 取本品,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度为+58°至+64°。

【鉴别】 (1)取本品约1mg,加硫酸1ml,放置2分钟,渐

显微黄色;加水0.5ml,溶液由绿色经红色至带蓝色荧光的红紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集28图)一致。

【检查】 酸度 取本品0.20g,加中性无水乙醇(对溴麝香草酚蓝指示液显中性)25ml溶解后,立即加溴麝香草酚蓝指示液数滴并用氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)滴定至显微蓝色,消耗氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)不得过0.50ml。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含1mg的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每1ml中约含10 μ g的溶液。

系统适用性溶液 取己酸羟孕酮和炔诺酮适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml约含己酸羟孕酮和炔诺酮各0.2mg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(85:15)为流动相;检测波长为254nm;进样体积5 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按己酸羟孕酮峰计算不低于2000,己酸羟孕酮峰与炔诺酮峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,不得多于4个,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.8倍(0.8%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1.2倍(1.2%)。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(通则0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

内标溶液 取炔诺酮适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含1mg的溶液。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含1mg的溶液;精密量取该溶液与内标溶液各2ml,置10ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取己酸羟孕酮对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含1mg的溶液;精密量取该溶液与内标溶液各2ml,置10ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

【类别】 孕激素类药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)己酸羟孕酮注射液 (2)复方己酸羟孕酮注射液

己酸羟孕酮注射液

Jisuan Qiangyuntong Zhushuye

Hydroxyprogesterone Caproate Injection

本品为己酸羟孕酮的灭菌油溶液。含己酸羟孕酮($C_{27}H_{46}O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色至黄色的澄明油状液体。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,用三氯甲烷稀释制成每 1ml 中约含己酸羟孕酮 1.0mg 的溶液。

对照品溶液 取己酸羟孕酮对照品适量,加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.0mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 HF_{254} 薄层板,以环己烷-乙酸乙酯(1:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 用内容量移液管精密量取本品适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取己酸羟孕酮对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取己酸羟孕酮对照品与戊酸雌二醇对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 20 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(85:15)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,己酸羟孕酮峰与戊酸雌二醇峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同己酸羟孕酮。

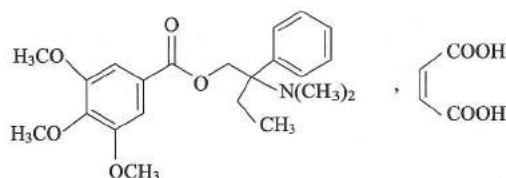
【规格】 (1) 1ml: 0.125g (2) 2ml: 0.25g
(3) 1ml: 0.25g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

马来酸曲美布汀

Malaisuan Qumeibuting

Trimebutine Maleate



$C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$ 503.54

本品为(±)-3,4,5-三甲氧基苯甲酸(2-二甲氨基-2-苯基)丁酯马来酸盐。按干燥品计算,含 $C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇或乙腈中溶解,在水或无水乙醇中微溶,在乙醚中几乎不溶;在冰醋酸中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 130~134℃。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加水 5ml,微热使溶解后,滴加硫氰酸铬铵试液 5 滴,即生成淡红色沉淀。

(2)取本品约 10mg,加稀盐酸 1ml 和水 4ml 使溶解后,滴加高锰酸钾试液 1 滴,紫色即消失。

(3)取本品适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 的波长处有最大吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 725 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.50g,加水 50ml,微热使溶解,放冷,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~5.0。

溶液澄清度与颜色 取本品 0.50g,加水 50ml,微热使溶解,溶液应澄清无色。

氯化物 取本品 0.50g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

氟化物 取本品 2.0g,依法检查(通则 0806 第一法),应符合规定。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 0.1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使马来酸曲美布汀溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取 3,4,5-三甲氧基苯甲酸对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.0mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,置同一 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以缓冲

液(取高氯酸 0.43ml,加水 950ml,混匀,用醋酸铵试液调节 pH 值至 3.75 ± 0.05 ,用水稀释至 1000ml,加戊烷磺酸钠 1.54g 振摇使溶解)-乙腈(65 : 35)为流动相;检测波长为 268nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按曲美布汀峰计算不低于 3000,曲美布汀峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中 3,4,5-三甲氧基苯甲酸保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%,其他单个杂质(马来酸峰除外)峰面积不得大于对照溶液中曲美布汀峰面积的 0.4 倍(0.2%),其他各杂质(马来酸峰除外)峰面积的和不得大于对照溶液中曲美布汀峰面积的 1.5 倍(0.75%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中含马来酸曲美布汀 0.1g 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 取乙醇、异丙醇、正己烷、四氢呋喃、苯与甲苯各适量,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含乙醇 0.5mg、异丙醇 0.5mg、正己烷 29 μ g、四氢呋喃 72 μ g、苯 0.2 μ g 与甲苯 89 μ g 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 5 分钟,以每分钟 10℃的速率升温至 180℃,维持 5 分钟;进样口温度为 200℃,检测器温度为 250℃,分流比为 5 : 1;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,乙醇、异丙醇、正己烷、四氢呋喃、苯与甲苯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取无水碳酸钠约 2g,铺于铂坩埚底部与四周,另取本品 2.0g,置无水碳酸钠上,加少量水湿润,干燥后,先用小火灼烧使炭化,再在 500~600℃炽灼使灰化,自“加少量水湿润”起,重复操作数次,至完全灰化,放冷,加水适量,加盐酸使残渣溶解并使溶液显中性,再加盐酸 5ml,加水使成 28ml,依

法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

【含量测定】 取本品约 0.4g,精密称定,加冰醋酸 40ml 溶解后,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 50.35mg 的 $C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$ 。

【类别】 解痉药。

【贮藏】 密封,干燥处保存。

【制剂】 (1)马来酸曲美布汀片 (2)马来酸曲美布汀胶囊

马来酸曲美布汀片

Malaisuan Qumeibuting Pian

Trimebutine Maleate Tablets

本品含马来酸曲美布汀($C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色、类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于马来酸曲美布汀 50mg),加水 5ml,充分振摇使马来酸曲美布汀溶解,滤过,取滤液加硫氰酸铬铵试液 5 滴,即生成淡红色沉淀。

(2)取本品细粉适量(约相当于马来酸曲美布汀 100mg),加水 10ml,充分振摇使马来酸曲美布汀溶解,滤过,取滤液 5ml,加高锰酸钾试液 1 滴,紫色即消失。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取本品细粉适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中约含马来酸曲美布汀 20 μ g 的溶液,滤过,取续滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于马来酸曲美布汀 100mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使马来酸曲美布汀溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液及对照品溶液各 1ml,置同一 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见马来酸曲美布汀有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中 3,4,5-三甲氧基苯甲酸保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过马来酸曲美布汀标示量的 0.5%,其他单个杂质(马

来酸峰除外)峰面积不得大于对照溶液中曲美布汀峰面积(0.5%),其他各杂质(马来酸峰除外)峰面积的和不得大于对照溶液中曲美布汀峰面积的1.5倍(0.75%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)。

溶出条件 以盐酸溶液(0.09→1000ml)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取马来酸曲美布汀对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 267nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 85%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于马来酸曲美布汀 100mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使马来酸曲美布汀溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取马来酸曲美布汀对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同马来酸曲美布汀。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 密封,干燥处保存。

马来酸曲美布汀胶囊

Malaisuan Qumeibuting Jiaonang

Trimebutine Maleate Capsules

本品含马来酸曲美布汀($C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于马来酸曲美布汀 50mg),加水 5ml,充分振摇使马来酸曲美布汀溶解,滤过,取滤液加硫氰酸铬铵试液 5 滴,即生成淡红色沉淀。

(2)取本品内容物适量(约相当于马来酸曲美布汀 100mg),加水 10ml,充分振摇使马来酸曲美布汀溶解,滤过,取滤液 5ml,加高锰酸钾试液 1 滴,紫色即消失。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取本品内容物适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中约含马来酸曲美布汀 20 μ g 的溶液,滤过,取续滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于马来酸曲美布汀 100mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使马来酸曲美布汀溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液及对照品溶液各 1ml,置同一 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见马来酸曲美布汀有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中 3,4,5-三甲氧基苯甲酸保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过马来酸曲美布汀标示量的 0.5%;其他单个杂质(马来酸峰除外)峰面积不得大于对照溶液中曲美布汀峰面积(0.5%),其他各杂质(马来酸峰除外)峰面积的和不得大于对照溶液中曲美布汀峰面积的 1.5 倍(0.75%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)。

溶出条件 以盐酸溶液(0.09→1000ml)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取马来酸曲美布汀对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 267nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 85%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下内容物,研细,精密称取适量(约相当于马来酸曲美布汀 100mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使马来酸曲美布汀溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取马来酸曲美布汀对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同马来酸曲美布汀。

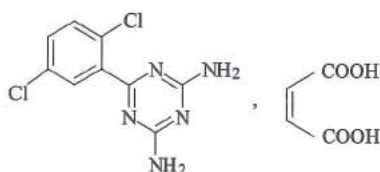
【规格】 0.1g

【贮藏】 密封,干燥处保存。

马来酸伊索拉定

Malaisuan Yisuolading

Irsogladine Maleate



$C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ 372.17

本品为 2,4-二氨基-6-(2,5-二氯苯基)-1,3,5-三嗪马来酸盐。按干燥品计算,含 $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末。

本品在乙二醇中略溶,在甲醇或无水乙醇中微溶,在水中几乎不溶;在冰醋酸中略溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 181~186℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 4ml 和稀盐酸 1ml 使溶解,加高锰酸钾试液 3 滴,紫红色即消失。

(2)取本品约 10mg,加水 4ml 和稀盐酸 1ml 使溶解,加硫氰酸铬铵试液 2ml,即产生淡红色沉淀。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 905 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 20mg,加水 100ml,加热至 80℃,放冷,滤过,取滤液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~3.5。

氯化物 取本品 0.50g,加水 35ml 和稀硝酸 15ml,加热使溶解,放冷至沉淀完全析出,滤过,取续滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 10.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.04%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加乙二醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用乙二醇定量稀

释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液。

系统适用性溶液 取马来酸伊索拉定 50mg 与对羟基苯甲酸甲酯 10mg,置同一 20ml 量瓶中,加乙二醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用乙二醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.1% 甲磺酸溶液-甲醇(80:20)为流动相;检测波长为 250nm;柱温为 40℃;进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,伊索拉定峰与对羟基苯甲酸甲酯峰之间的分离度应大于 8。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(0.3%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥 4 小时,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,加冰醋酸和醋酐各 25ml,振摇使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 37.22mg 的 $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ 。

【类别】 胃黏膜保护药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 马来酸伊索拉定片

马来酸伊索拉定片

Malaisuan Yisuolading Pian

Irsogladine Maleate Tablets

本品含马来酸伊索拉定($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于马来酸伊索拉定 2mg),加甲醇 2ml,加 2-甲氧基乙醇 3ml,振摇 10 分钟使马来酸伊索拉定溶解,离心,取上清液。

对照品溶液 取马来酸伊索拉定对照品 2mg,加甲醇 2ml,加 2-甲氧基乙醇 3ml 振摇使溶解。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以石油醚-丙酮-冰醋酸(12:4:1)为展开剂。

测定法 吸取上述两种溶液各 10 μ l, 分别点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3) 取本品细粉适量(约相当于马来酸伊索拉定 10mg), 置 100ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液适量, 振摇使马来酸伊索拉定溶解, 用上述溶剂稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含马来酸伊索拉定 4 μ g 的溶液, 作为供试品溶液; 另取马来酸伊索拉定对照品适量, 加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 4 μ g 的溶液, 作为对照品溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 供试品溶液的最大吸收波长应与对照品溶液的最大吸收波长一致。

(1)、(2)两项选做一项。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片, 置 20ml 量瓶(2mg 规格)或 50ml 量瓶(4mg 规格)中, 加水-冰醋酸(400:3)8ml, 超声使完全分散, 加甲醇适量, 超声使马来酸伊索拉定溶解, 放冷, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 照含量测定项下的方法测定含量, 应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 50 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取马来酸伊索拉定对照品 10mg, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇 30ml 超声使溶解, 放冷, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取适量, 用水稀释并定量制成每 1ml 中约含 2 μ g(2mg 规格)或 4 μ g(4mg 规格)的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。检测波长为 230nm; 进样体积 50 μ l。

系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于马来酸伊索拉定 10mg), 置 100ml 量瓶中, 加流动相适量, 超声使马来酸伊索拉定溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取马来酸伊索拉定对照品, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-水-冰醋酸(600:400:3)为流动相; 检测波长为 265nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按伊索拉定峰计算不低于

2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同马来酸伊索拉定。

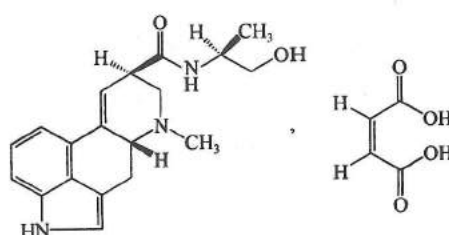
【规格】 (1)2mg (2)4mg

【贮藏】 密封, 在干燥处保存。

马来酸麦角新碱

Malaisuan Maijiao Xinjian

Ergometrine Maleate



$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ 441.48

本品为 9,10-二脱氢-N-[(S)-2-羟基-1-甲基乙基]-6-甲基麦角灵-8 β -甲酰胺马来酸盐。按干燥品计算, 含 $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末; 无臭; 微有引湿性; 遇光易变质。

本品在水中略溶, 在乙醇中微溶, 在三氯甲烷或乙醚中不溶。

比旋度 取本品, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液, 依法测定(通则 0621), 比旋度为 +53°至 +56°。

【鉴别】 (1) 本品的水溶液显蓝色荧光。

(2) 取本品约 1mg, 加水 1ml 溶解后, 加对二甲氨基苯甲醛试液 2ml, 5 分钟后, 显深蓝色。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 32 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.10g, 加水 10ml 溶解后, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 3.6~4.4。

溶液的澄清度 取本品 0.10g, 加水 10ml 溶解后, 溶液应澄清。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

溶剂 乙醇-浓氨溶液(9:1)。

供试品溶液(1) 取本品, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液。

供试品溶液(2) 取本品, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取马来酸麦角新碱对照品, 精密称定, 用溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-水(25:8:1)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。

限度 供试品溶液(1)主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同,如显杂质斑点,其颜色与对照品溶液对应的杂质斑点比较,不得更深,并不得显对照品溶液以外的杂质斑点;供试品溶液(2)除主斑点外,不得显任何杂质斑点。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%(通则 0831)。

【含量测定】 取本品约 60mg,精密称定,加冰醋酸 20ml 溶解后,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显蓝绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.05mol/L)相当于 22.07mg 的 $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ 。

【类别】 子宫收缩药。

【贮藏】 遮光,密封,在冷处保存。

【制剂】 马来酸麦角新碱注射液

马来酸麦角新碱注射液

Malaisuan Maijiao Xinjian Zhushuye

Ergometrine Maleate Injection

本品为马来酸麦角新碱的灭菌水溶液。含马来酸麦角新碱($C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体,微显蓝色荧光。

【鉴别】 取本品适量(约相当于马来酸麦角新碱 0.5mg),加对二甲氨基苯甲醛试液 2ml,5 分钟后,显深蓝色。

【检查】 pH 值 应为 3.0~5.0(通则 0631)。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于马来酸麦角新碱 1.5mg),置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取马来酸麦角新碱对照品约 15mg,精密称定,置 250ml 量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,分别置具塞刻度试管中,分别精密加 1%酒石酸溶液 1ml 与对二甲氨基苯甲醛试液 4ml,摇匀,静置 5 分钟,在 550nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同马来酸麦角新碱。

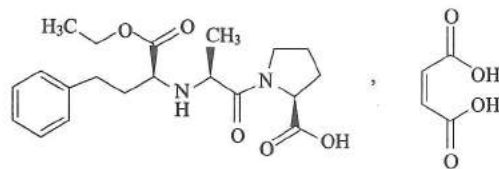
【规格】 (1)1ml:0.2mg (2)1ml:0.5mg

【贮藏】 遮光,密闭,在冷处保存。

马来酸依那普利

Malaisuan Yinapuli

Enalapril Maleate



$C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ 492.52

本品为 N-[(S)-1-乙氧羰基-3-苯丙基]-L-丙氨酸-L-脯氨酸顺丁烯二酸盐。按干燥品计算,含 $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭,微有引湿性。

本品在甲醇中易溶,在水中略溶,在乙醇或丙酮中微溶,在三氯甲烷中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -41.0° 至 -43.5° 。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加稀硫酸 1ml,滴加高锰酸钾试液,红色即消失。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 587 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.1g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~2.8。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 分别取杂质 I 对照品、马来酸依那普利对照品和杂质 II 对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含杂质 I、马来酸依那普利和杂质 II 各 20 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂,以磷酸盐缓冲溶液(0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液,用磷酸调节 pH 值为 2.2)-乙腈(75:25)为流动相;检测波长为 215nm;柱温为 50 $^{\circ}$ C;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序为:马来酸峰、杂质 I 峰、依那普利峰和杂质 II 峰,依那普利峰拖尾因子应小于 2.0,马来酸峰与杂质 I 峰之间的分离度应符合要求,杂质 I 峰、依那普利峰与杂质 II 峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至杂质 II 出峰完毕。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积

不得大于对照溶液中依那普利峰面积的 0.3 倍(0.3%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中依那普利峰面积(1.0%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

内标溶液 取正丙醇适量,加 *N,N*-二甲基甲酰胺制成每 1ml 中约含 100 μ g 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.3g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入内标溶液 3ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取乙醇、乙腈和二氯甲烷各适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含乙醇 500 μ g、乙腈 41 μ g、二氯甲烷 60 μ g 的混合溶液,精密量取 3ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 35 $^{\circ}$ C,维持 7 分钟,以每分钟 20 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟;进样口温度为 220 $^{\circ}$ C,检测器温度为 220 $^{\circ}$ C;顶空瓶平衡温度为 80 $^{\circ}$ C,平衡时间为 20 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积计算,乙醇、乙腈与二氯甲烷的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 60 $^{\circ}$ C 减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.4g,精密称定,加冰醋酸 15ml 与无水二氧六环(取二氧六环 500ml,加入经干燥的 4A 分子筛 10g,放置过夜,即得)5ml,微温使溶解,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显纯蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 49.25mg 的 $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ 。

【类别】 血管紧张素转移酶抑制药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

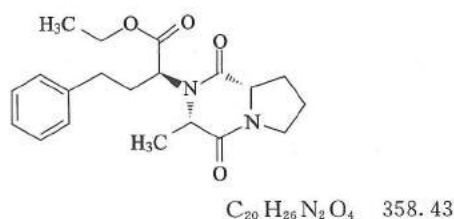
【制剂】 (1)马来酸依那普利片 (2)马来酸依那普利胶囊

附:

杂质 I (依那普利拉)



杂质 II (依那普利双酮)



(2*S*)-2-[(3*S*,8*aS*)-3-甲基-1,4-二氧代-6,7,8,8*a*-四氢-3*H*-吡咯[1,2-*a*]吡嗪-2-基]-4-苯基丁酸乙酯

马来酸依那普利片

Malaisuan Yinapuli Pian

Enalapril Maleate Tablets

本品含马来酸依那普利($C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于马来酸依那普利 20mg),加稀硫酸 2ml,搅拌,滤过,滤液滴加高锰酸钾试液,红色即消失。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量,加流动相使马来酸依那普利溶解并稀释制成每 1ml 中约含马来酸依那普利 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见马来酸依那普利有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 峰面积不得大于对照溶液中依那普利峰面积的 1.5 倍(1.5%),杂质 II 峰面积不得大于对照溶液中依那普利峰面积(1.0%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中依那普利峰面积的 0.5 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中依那普利峰面积的 3 倍(3.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 10ml(2.5mg 规格)、25ml(5mg 规格)或 50ml(10mg 规格)量瓶中,加水适量,振摇使马来酸依那普利溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取马来酸依那普利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g(2.5mg 规格)、10 μ g(5mg 规格)或 20 μ g(10mg 规格)的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于马来酸依那普利 20mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,振摇,使马来酸依那普利溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取马来酸依那普利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以依那普利峰面积计算。

【类别】 同马来酸依那普利。

【规格】 (1)2.5mg (2)5mg (3)10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

马来酸依那普利胶囊

Malaisuan Yinapuli Jiaonang

Enalapril Maleate Capsules

本品含马来酸依那普利($C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于马来酸依那普利 20mg),加稀硫酸 2ml,搅拌,滤过,滤液滴加高锰酸钾试液,红色即消失。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量,加流动相使马来酸依那普利溶解并稀释制成每 1ml 中约含马来酸依那普利 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀

释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见马来酸依那普利有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 峰面积不得大于对照溶液中依那普利峰面积的 1.5 倍(1.5%),杂质 II 峰面积不得大于对照溶液中依那普利峰面积(1.0%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中依那普利峰面积的 0.5 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中依那普利峰面积的 3 倍(3.0%)。

含量均匀度 取本品 1 粒,将内容物倾入 25ml(5mg 规格)或 50ml(10mg 规格)量瓶中,囊壳用水分次洗涤,洗液并入量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取马来酸依那普利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g(5mg 规格)或 20 μ g(10mg 规格)的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒,精密称定,计算平均装量。取内容物,混匀,研细,精密称取适量(约相当于马来酸依那普利 20mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,振摇,使马来酸依那普利溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取马来酸依那普利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以依那普利峰面积计算。

【类别】 同马来酸依那普利。

【规格】 (1)5mg (2)10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

马来酸咪达唑仑片

Malaisuan Midazuolun Pian

Midazolam Maleate Tablets

本品含马来酸咪达唑仑按咪达唑仑($C_{18}H_{13}ClFN_3$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后,显白色或类白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并制成每 1ml 中含咪达唑仑 15 μ g 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 258nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量,加流动相超声处理使马来酸咪达唑仑溶解并制成每 1ml 中含咪达唑仑 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取马来酸咪达唑仑对照品与咪达唑仑杂质 I 对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含咪达唑仑与杂质 I 各 10 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取同体积的 0.1mol/L 磷酸溶液与 0.03mol/L 三乙胺溶液混合,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节混合液的 pH 值至 3.5)-甲醇(35:65)为流动相;检测波长为 220nm;柱温为 40℃;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,咪达唑仑峰与杂质 I 峰的分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除马来酸峰外,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

含量均匀度 取本品 1 片,置乳钵中,研细,用流动相转移至 100ml 量瓶中,超声使马来酸咪达唑仑溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含咪达唑仑 7.5 μ g 的溶液,作为供试品溶液;另取马来酸咪达唑仑对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 9 μ g 的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,将结果乘以 0.7373,

即为 $C_{18}H_{13}ClFN_3$ 的含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 20 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液(规格 7.5mg)或精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含咪达唑仑 15 μ g 的溶液(规格 15mg)。

对照品溶液 取马来酸咪达唑仑对照品,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 18 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 258nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量,将结果乘以 0.7373,即为 $C_{18}H_{13}ClFN_3$ 的溶出量。

限度 标示量的 85%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于咪达唑仑 10mg),置 100ml 量瓶中,加流动相超声使马来酸咪达唑仑溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取马来酸咪达唑仑对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.12mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以咪达唑仑峰面积计算,将结果乘以 0.7373,即为 $C_{18}H_{13}ClFN_3$ 的含量。

【类别】 同咪达唑仑。

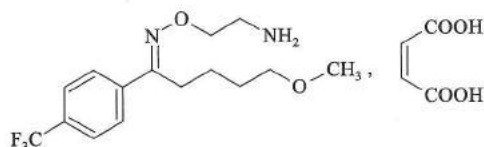
【规格】 按 $C_{18}H_{13}ClFN_3$ 计 (1)7.5mg (2)15mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

马来酸氟伏沙明

Malaisuan Fufushaming

Fluvoxamine Maleate



$C_{15}H_{21}F_3N_2O_2 \cdot C_4H_4O_4$ 434.41

本品为 2-[[[(1E)-5-甲氧基-1-[4-(三氟甲基)苯基]亚烷基]氨基]氧基]乙胺马来酸盐(1:1)。按干燥品计算,含 $C_{15}H_{21}F_3N_2O_2 \cdot C_4H_4O_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇或乙醇中易溶,在水中略溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 119~123℃。

【鉴别】 (1)分别取本品与马来酸氟伏沙明对照品适量,加流动相使溶解并制成每 1ml 中约含 0.15mg 的溶液,作为供试品溶液和对照品溶液。照有关物质项下色谱条件进行试验,记录色谱图。供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,用水制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 245nm 波长处有最大吸收,在 232nm 波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 907 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.10g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~5.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。避光操作。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1.5 μ g 的溶液,摇匀。

系统适用性溶液 取马来酸氟伏沙明对照品约 15mg,置顶空瓶中,加马来酸约 10mg,加甲醇-水(55:45)混合溶液 2ml 使溶解,再加入 0.2mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,密封,水浴加热 1.5 小时,取出,放冷,加入 1mol/L 盐酸溶液 1ml,水浴加热 2 分钟,放冷,转移至 10ml 量瓶中,用甲醇-水(55:45)混合溶液稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.75 μ g 的溶液,摇匀。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm \times 250mm,5 μ m 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(含 1.25%磷酸氢二铵与 0.275%庚烷磺酸钠的水溶液,用磷酸调节 pH 值至 3.0)-甲醇(45:55)为流动相;检测波长为 234nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,主成分峰的保留时间约为 30 分钟,出峰顺序依次为杂质 II 峰、杂质 I 峰、氟伏沙明峰与杂质 III 峰(相对保留时间分别约为 0.5、0.8、1.0 与 1.2),主峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 4.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I、杂质 II 和杂质 III 峰保留时间一致的色谱峰,杂质 I 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(0.5%),杂质 II 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(0.3%),杂质 III 按校正后的峰面积计算(乘以校正因子 0.36)不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(0.15%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),按校正后的峰面积计算,各杂质峰面积的和不得大

于对照溶液主峰面积的 10 倍(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 乙醇、乙腈、二氯甲烷、正己烷与甲苯 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入二甲基亚砜 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取乙醇、乙腈、二氯甲烷、正己烷与甲苯各适量,精密称定,用二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中约含乙醇 500 μ g、乙腈 10 μ g、二氯甲烷 60 μ g、正己烷 29 μ g 与甲苯 87 μ g 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 用 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 50℃,维持 10 分钟,以每分钟 15℃的速率升至 200℃,维持 5 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 220℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,乙腈残留量不得过 0.01%,甲苯残留量不得过 0.087%,乙醇、二氯甲烷与正己烷的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 80℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.35g,精密称定,加冰醋酸 30ml 使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 43.44mg 的 C₁₅H₂₁F₃N₂O₂·C₄H₄O₄。

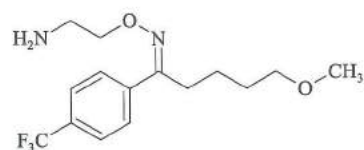
【类别】 抗抑郁药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 马来酸氟伏沙明片

附:

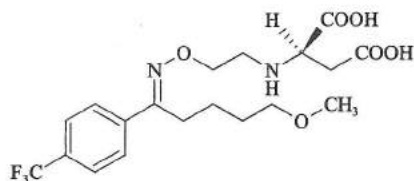
杂质 I



C₁₅H₂₁F₃N₂O₂ 318.33

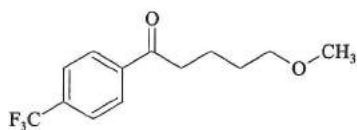
2-[[[(1Z)-5-甲氧基-1-[4-(三氟甲基)苯基]亚戊基]氨基]氧代]乙胺

杂质Ⅱ


 $C_{19}H_{25}F_3N_2O_6$ 434.41

(2RS)-2-[[2-[[[(1E)-5-甲氧基-1-[4-(三氟甲基)苯基]亚戊基]氨基]氧代]乙氨基]丁二酸

杂质Ⅲ


 $C_{13}H_{15}F_3O_2$ 260.25

5-甲氧基-1-[4-(三氟甲基)苯基]-1-戊酮

马来酸氟伏沙明片

Malaisuan Fufushaming Pian

Fluvoxamine Maleate Tablets

本品含马来酸氟伏沙明($C_{15}H_{21}F_3N_2O_2 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 92.5%~105.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。避光操作。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于马来酸氟伏沙明 0.15g)，精密称定，置 100ml 量瓶中，加流动相适量，振摇使马来酸氟伏沙明溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含马来酸氟伏沙明 7.5 μ g 的溶液，摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含马来酸氟伏沙明 0.75 μ g 的溶液，摇匀。

色谱条件 见马来酸氟伏沙明有关物质项下。检测波长为 254nm。

系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法 见马来酸氟伏沙明有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质Ⅰ、杂质Ⅱ和杂质Ⅲ峰保留时间一致的色谱峰，杂质Ⅰ按校正后的峰面积计算(乘以校正因子 2.0)不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，杂质Ⅱ峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2.4 倍(1.2%)，

杂质Ⅲ按校正后的峰面积计算(乘以校正因子 2.9)不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，其他单个杂质不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，按校正后的峰面积计算，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(2.0%)，小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 20 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 10ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取马来酸氟伏沙明对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 245nm 的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于马来酸氟伏沙明 0.1g)，置 100ml 量瓶中，加流动相约 50ml，振摇 10 分钟使马来酸氟伏沙明溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取马来酸氟伏沙明对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同马来酸氟伏沙明。

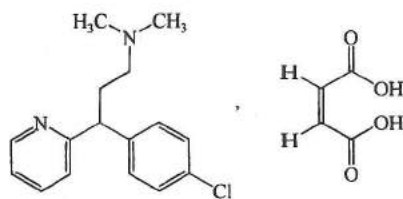
【规格】 50mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

马来酸氯苯那敏

Malaisuan Lübenamin

Chlorphenamine Maleate


 $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ 390.87

本品为 2-[对-氯- α -[2-(二甲氨基)乙基]苯基]吡啶马来

酸盐。按干燥品计算,含 $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水或乙醇或三氯甲烷中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 131.5~135℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加盐酸溶液(稀盐酸 1ml 加水至 100ml)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 264nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 212~222。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加枸橼酸醋酐试液 1ml,置水浴上加热,即显红紫色。

(2)取本品约 20mg,加稀硫酸 1ml,滴加高锰酸钾试液,红色即消失。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 61 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.1g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 流动相 A-乙腈(80:20)。

供试品溶液 取本品,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含 3 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢铵 11.5g,加水适量使溶解,加磷酸 1ml,用水稀释至 1000ml),流动相 B 为乙腈,按下表进行梯度洗脱;流速为每分钟 1.2ml;检测波长为 225nm;进样体积 10 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	90	10
25	75	25
40	60	40
45	90	10
50	90	10

系统适用性要求 氯苯那敏峰保留时间约为 23 分钟,氯苯那敏峰与相邻峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中除马来酸峰外,如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液中氯苯那敏峰面积(0.3%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中氯苯那敏峰面积的 3 倍(0.9%),小于对照溶液氯苯那敏峰面积 0.17 倍的色谱峰忽略不计(0.05%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加 N,N-二甲基甲酰胺溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2g 的溶液,精密量取 1ml,

置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 取四氢呋喃、1,4-二氧六环、吡啶和甲苯,精密称定,用 N,N-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中含四氢呋喃 144 μ g、1,4-二氧六环 76 μ g、吡啶 40 μ g、甲苯 178 μ g 的溶液,精密量取 1ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 用 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液;柱温在 50℃ 维持 15 分钟,再以每分钟 8℃ 的速率升温至 120℃,维持 10 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 90℃,平衡时间为 30 分钟;进样体积 1.0ml。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,理论板数按四氢呋喃峰计算不低于 5000,各成分峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,四氢呋喃、二氧六环、吡啶与甲苯的残留量均应符合规定。

易炭化物 取本品 25mg,依法检查(通则 0842),与黄色 1 号标准比色液比较,不得更深。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加冰醋酸 10ml 溶解后,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 19.54mg 的 $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ 。

【类别】 抗组胺药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)马来酸氯苯那敏片 (2)马来酸氯苯那敏注射液 (3)马来酸氯苯那敏滴丸

马来酸氯苯那敏片

Malaisuan Lübenamin Pian

Chlorphenamine Maleate Tablets

本品含马来酸氯苯那敏($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于马来酸氯苯那敏 8mg),加水 4ml,搅拌,滤过,滤液蒸干,照马来酸氯苯那敏项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品的细粉适量(约相当于马来酸氯苯那敏 20mg),加稀硫酸 2ml,搅拌,滤过,滤液滴加高锰酸钾试液,红色即消失。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰

的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 25ml(1mg 规格)或 50ml(4mg 规格)量瓶中,加流动相约 20ml,振摇崩散并使马来酸氯苯那敏溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,进样体积 20 μ l(1mg 规格)或 10 μ l(4mg 规格),照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)。

溶出条件 以稀盐酸 2.5ml 加水至 250ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 264nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 217 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于马来酸氯苯那敏 4mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使马来酸氯苯那敏溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取马来酸氯苯那敏对照品 16mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢铵 11.5g,加水适量使溶解,加磷酸 1ml,用水稀释至 1000ml)-乙腈(80:20)为流动相;柱温为 30℃;检测波长为 262nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 主峰出峰顺序依次为马来酸峰与氯苯那敏峰,理论板数按氯苯那敏峰计算不低于 4000,氯苯那敏峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以氯苯那敏峰面积计算。

【类别】 同马来酸氯苯那敏。

【规格】 (1)1mg (2)4mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

马来酸氯苯那敏注射液

Malaisuan Lübenamin Zhushuye

Chlorphenamine Maleate Injection

本品为马来酸氯苯那敏的灭菌水溶液。含马来酸氯苯那敏($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于马来酸氯苯那敏 30mg),置水浴上蒸干后,照马来酸氯苯那敏项下的鉴别(1)、

(2)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.0~5.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 2ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-含 5%磷酸和 5%三乙胺的水溶液(20:80)为流动相;检测波长为 262nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 主峰出峰顺序依次为马来酸峰与氯苯那敏峰,理论板数按氯苯那敏峰计算不低于 4000,氯苯那敏峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液和对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至氯苯那敏峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中除马来酸峰外如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中氯苯那敏峰面积(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 马来酸氯苯那敏中含内毒素的量应小于 5.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取马来酸氯苯那敏对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.8mg 的溶液。

供试品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以氯苯那敏峰面积计算。

【类别】 同马来酸氯苯那敏。

【规格】 (1)1ml:10mg (2)2ml:20mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

马来酸氯苯那敏滴丸

Malaisuan Lübenamin Diwan

Chlorphenamine Maleate Pills

本品含马来酸氯苯那敏($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【处方】

马来酸氯苯那敏	4g
聚乙二醇(分子量 6000)	15.5g
制成	1000 丸或 2000 丸

【性状】 本品为白色或类白色的丸。

【鉴别】 (1)取本品(约相当于马来酸氯苯那敏 8mg),加枸橼酸醋酐试液 1ml,置水浴上加热,即显红紫色。

(2)取本品(约相当于马来酸氯苯那敏 20mg),加稀硫酸 2ml 使马来酸氯苯那敏溶解,滴加高锰酸钾试液,红色即消失。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中含马来酸氯苯那敏 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含马来酸氯苯那敏 5 μ g 的溶液。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见马来酸氯苯那敏有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中除马来酸峰与辅料(聚乙二醇 6000)峰外如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液中氯苯那敏峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中氯苯那敏峰面积的 2 倍(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 丸,置 25ml(2mg 规格)或 50ml(4mg 规格)量瓶中,加流动相约 20ml,振摇崩散,超声使马来酸氯苯那敏溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合丸剂项下有关的各项规定(通则 0108)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 丸,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于马来酸氯苯那敏 4mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声使马来酸氯苯那敏溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取马来酸氯苯那敏对照品 16mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢铵 11.5g,加水适量使溶解,加磷酸 1ml,用水稀释至 1000ml)-乙腈(80:20)为流动相;柱温为 30℃;检测波长为 262nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 主峰出峰顺序依次为马来酸峰与氯苯那敏峰,理论板数按氯苯那敏峰计算不低于 4000,氯苯那敏峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以氯苯那敏峰面积计算。

【类别】 同马来酸氯苯那敏。

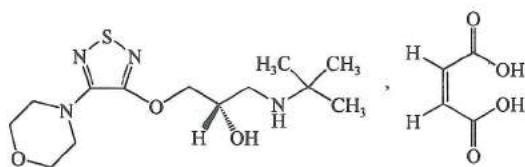
【规格】 (1)2mg (2)4mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

马来酸噻吗洛尔

Malaisuan Saimaluo'er

Timolol Maleate



$C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$ 432.49

本品为(-)-1-(叔丁氨基)-3-[(4-噻吗基-1,2,5-噻二唑-3-基)氧]-2-丙醇马来酸盐。按干燥品计算,含 $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水或甲醇中溶解,在乙醇中略溶,在三氯甲烷中微溶,在环己烷或乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 199~203℃,熔融时同时分解。

比旋度 取本品,精密称定,加 1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为-5.7°至-6.2°。

吸收系数 取本品,精密称定,加盐酸溶液(9→1000)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 295nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 199~211。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加水 1ml 使溶解,加高锰酸钾试液 3 滴,紫色立即消失,加热,即生成红棕色沉淀。

(2)取本品约 10mg,加水 1ml 溶解,加硫酸铜试液 1 滴、氨试液 1ml 与二硫化碳-苯(1:3)2 滴,振摇,苯层显棕黄色至棕色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 33 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.50g,加水 25ml 使溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.8~4.3。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇制成每 1ml 中含 25mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以二氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(80:14:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液 5 μ l,点于薄层板上,展开,晾干,置饱和的碘蒸气中显色。

限度 除主斑点外,不得显其他斑点。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则

0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品 0.3g,精密称定,加冰醋酸 10ml 溶解后,加醋酐 10ml 与结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 43.25mg 的 $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$ 。

【类别】 β 肾上腺素受体阻滞药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)马来酸噻吗洛尔片 (2)马来酸噻吗洛尔滴眼液

马来酸噻吗洛尔片

Malaisuan Saimaluo'er Pian

Timolol Maleate Tablets

本品含马来酸噻吗洛尔($C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于马来酸噻吗洛尔 5mg),加水 1ml 振摇,离心,取上清液加高锰酸钾试液 3 滴,紫色立即消失,加热,即生成红棕色沉淀。

(2)取本品的细粉适量(约相当于马来酸噻吗洛尔 10mg),加水 1ml 振摇,离心,取上清液加硫酸铜试液 1 滴,加氨试液 1ml 与二硫化碳-苯(1:3)2 滴,振摇,苯层显棕黄色至棕色。

(3)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 295nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,充分振摇使马来酸噻吗洛尔溶解,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 150ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液适量,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 295nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 205 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于马来酸噻吗洛尔 5mg),置 50ml 量瓶中,加

0.1mol/L 盐酸溶液适量,振摇使马来酸噻吗洛尔溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 295nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 205 计算。

【类别】 同马来酸噻吗洛尔。

【规格】 (1)2.5mg (2)5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

马来酸噻吗洛尔滴眼液

Malaisuan Saimaluo'er Diyanye

Timolol Maleate Eye Drops

本品含马来酸噻吗洛尔按噻吗洛尔($C_{13}H_{24}N_4O_3S$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

本品可加适量的抑菌剂。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品,照马来酸噻吗洛尔项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 295nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 pH 值 应为 6.5~7.5(通则 0631)。

渗透压摩尔浓度 取本品,照渗透压摩尔浓度测定法(通则 0632)测定,渗透压摩尔浓度比应为 0.9~1.3。

其他 应符合眼用制剂项下有关的各项规定(通则 0105)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用盐酸溶液(9→1000)定量稀释成每 1ml 中含噻吗洛尔 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 295nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 205 计算,并将结果与 0.7316 相乘,即为 $C_{13}H_{24}N_4O_3S$ 的含量。

【类别】 同马来酸噻吗洛尔。

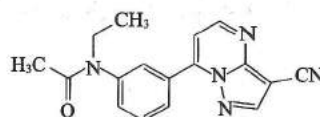
【规格】 按噻吗洛尔计 (1)5ml:12.5mg (2)5ml:25mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

扎来普隆

Zhalaiapulong

Zaleplon



$C_{17}H_{15}N_5O$ 305.33

本品为 *N*-[3-(3-氰基吡唑并[1,5-*a*]嘧啶-7-基)苯基]-*N*-乙基乙酰胺。按干燥品计算,含 $C_{17}H_{15}N_5O$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在二氯甲烷中易溶,在甲醇、乙醇或丙酮中略溶,在水中几乎不溶;在 0.1mol/L 盐酸溶液或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 185~188℃。

【鉴别】 (1)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,置紫外光灯(365nm)下,应显黄绿色荧光。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g,加甲醇 10ml,振摇使溶解,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902)比较,不得更浓;如显色,与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

卤化物 取本品 2.5g,加水 30ml,加热煮沸,放冷,滤过,滤液置 50ml 量瓶中,用水洗涤沉淀,洗液并入量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,取 10ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 乙腈-水(50:50)。

供试品溶液 取本品适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 1.5 μ g 的溶液。

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 中约含 0.15 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(35:65)为流动相;检测波长为 231nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按扎来普隆峰计算不低于 3000,扎来普隆峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.3 倍(0.15%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入二甲基亚砜 5ml,振摇使溶解,密封。

对照品溶液 分别取甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、甲苯与 *N,N*-二甲基甲酰胺各适量,精密称定,加二甲基亚砜溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含甲醇 300 μ g、乙醇 500 μ g、丙酮 500 μ g、二氯甲烷 60 μ g、正己烷 29 μ g、

乙酸乙酯 500 μ g、甲苯 89 μ g 与 *N,N*-二甲基甲酰胺 88 μ g 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 8 分钟,以每分钟 8℃ 的速率升温至 120℃,维持 5 分钟,再以每分钟 30℃ 的速率升温至 210℃,维持 2 分钟;进样口温度为 200℃;采用氢火焰离子化检测器,温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 95℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、甲苯与 *N,N*-二甲基甲酰胺的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得超过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含扎来普隆 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取扎来普隆对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

溶剂、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 镇静催眠药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)扎来普隆片 (2)扎来普隆胶囊

扎来普隆片

Zhalaipulong Pian

Zaleplon Tablets

本品含扎来普隆($C_{17}H_{15}N_5O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于扎来普隆 5mg),加乙醇 5ml,振摇使扎来普隆溶解,滤过,滤液置紫外光灯(365nm)下检视,显黄绿色荧光。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的

保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】(3)取本品细粉适量(约相当于扎来普隆 5mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,振摇使扎来普隆溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液适量,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含扎来普隆 5 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 232nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于扎来普隆 5mg),置 25ml 量瓶中,加乙腈 10ml,超声使扎来普隆溶解,并用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 除灵敏度要求外,见扎来普隆有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,加水 2ml,使片剂崩解后,加乙腈 10ml,超声使扎来普隆溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中(5mg 规格),或置 50ml 量瓶中(10mg 规格),用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)。

溶出条件 以水 500ml(5mg 规格)或 1000ml(10mg 规格)为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取扎来普隆对照品适量,精密称定,加乙腈 10ml 使溶解,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 20 μ l。

系统适用性要求与测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于扎来普隆 5mg),置 50ml 量瓶中,加乙腈 10ml,超声使扎来普隆溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取扎来普隆对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同扎来普隆。

【规格】 (1)5mg (2)10mg

【贮藏】 避光,密封保存。

扎来普隆胶囊

Zhalaipulong Jiaonang

Zaleplon Capsules

本品含扎来普隆($C_{17}H_{15}N_5O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物,研细,称取细粉适量(约相当于扎来普隆 5mg),加乙醇 5ml,振摇使扎来普隆溶解,滤过,滤液置紫外光灯(365nm)下检视,显黄绿色荧光。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物,研细,称取细粉适量(约相当于扎来普隆 5mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,振摇使扎来普隆溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液适量,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含扎来普隆 5 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 232nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于扎来普隆 5mg),置 25ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使扎来普隆溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 除灵敏度要求外,见扎来普隆有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 粒,将内容物倾入 50ml 量瓶中,囊壳用乙腈 5ml 分次洗净,洗液并入量瓶中,充分振摇使扎来普隆溶解,用乙腈-水(50:50)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中(5mg 规格),或置 50ml 量瓶中(10mg 规格),用乙腈-水(50:50)稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)。

溶出条件 以水 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液(5mg 规

格);或取续滤液 5ml,置 10ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀(10mg 规格)。

对照品溶液 取扎来普隆对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 20 μ l。

溶剂、系统适用性要求与测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒,精密称定,计算平均装量,取内容物,研细,混匀,精密称取适量(约相当于扎来普隆 5mg),置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使扎来普隆溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取扎来普隆对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

溶剂、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同扎来普隆。

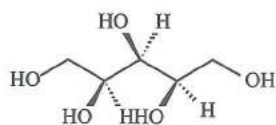
【规格】 (1)5mg (2)10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

木糖醇

Mutangchun

Xylitol



$C_5H_{12}O_5$ 152.15

本品为 1,2,3,4,5-戊五醇,按干燥品计算,含 $C_5H_{12}O_5$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末,无臭;有引湿性。

本品在水中极易溶解,在乙醇中略溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 91.0~94.5 $^{\circ}$ C。

【鉴别】 (1)取本品 0.5g,加盐酸 0.5ml 与二氧化铅 0.1g,置水浴上加热,溶液即显黄绿色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1088 图)一致。

【检查】 **溶液的澄清度** 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解,溶液应澄清无色。

酸度 取本品 5.0g,加水 50ml 使溶解,加酚酞指示液 3 滴与 0.01mol/L 氢氧化钠溶液 0.6ml,摇匀,溶液应显淡红色。

氯化物 取本品 0.50g 或 1.0g(供注射用),依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)或(0.005%)。

硫酸盐 取本品 2.0g 或 5.0g(供注射用),依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.015%)或(0.006%)。

重金属 取本品 2.0g 或 4.0g(供注射用),加水 23ml 溶解后,加稀醋酸 2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十或百万分之五。

镍盐 取本品 0.50g,加水 5ml 溶解后,加溴试液 1 滴,振摇 1 分钟,加氨试液 1 滴,加 1%丁二酮肟的乙醇溶液 0.5ml,摇匀,放置 5 分钟,如显色,与镍对照溶液 1.0ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.0002%)。

砷盐(供注射用) 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

干燥失重 取本品 1.0g,以五氧化二磷为干燥剂,减压干燥 24 小时,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.2%或 0.1%(供注射用)(通则 0841)。

还原糖 取本品 0.50g,置具塞比色管中,加水 2.0ml 使溶解,加入碱性酒石酸铜试液 1.0ml,塞紧,水浴加热 5 分钟,放冷,溶液的浊度与用每 1ml 含 0.5mg 葡萄糖溶液 2.0ml 同法制得的对照溶液比较,不得更浓(含还原糖以葡萄糖计,不得过 0.2%)。

总糖 取本品 1.0g,加水 15ml 溶解后,加稀盐酸 4ml,置水浴上加热回流 3 小时,放冷,滴加氢氧化钠试液,调节 pH 值约为 5,用水适量转移至 100ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀,精密量取 4ml,加水 1.0ml,摇匀,作为供试品溶液;另精密称取在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的葡萄糖适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液;精密量取 0.2ml,加水至 5.0ml,摇匀,作为对照品溶液;取上述两种溶液,分别加铜试液 2.5ml,摇匀,置水浴中煮沸 5 分钟,放冷,分别加磷钼酸试液 2.5ml 立即摇匀;供试品溶液如显色,与对照品溶液比较,不得更深(含总糖以葡萄糖计算,不得过 0.5%)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 5ml,置碘瓶中,精密加高碘酸钾溶液(称取高碘酸钾 2.3g,加 1mol/L 硫酸溶液 16.3ml 与水适量使溶解,再用水稀释至 500ml)15ml 与 0.5mol/L 硫酸溶液 10ml,置水浴上加热 30 分钟,放冷。加碘化钾 1.5g,密塞,轻轻振摇使溶解,在暗处放置 5 分钟,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液 2ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 1.902mg 的 $C_5H_{12}O_5$ 。

【类别】 营养药。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 木糖醇颗粒

注:(1)镍对照溶液的制备 精密称取硫酸镍铵 0.673g,置 1000ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为镍贮备液(每 1ml 相当于 0.1mg 的 Ni)。精密量取镍贮备液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得(每 1ml 相当于 1μg 的 Ni)。

(2)铜溶液 取无水碳酸钠 4g,溶于 40ml 水中,加酒石酸 0.75g,振摇使溶解,另取硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)0.45g 溶于 10ml 水中,与上述溶液混合,加水至 100ml,摇匀。

(3)磷钼酸溶液 取钼酸 3.5g,钨酸钠 0.5g,溶于 5% 氢氧化钠溶液 40ml 中,煮沸 20 分钟,放冷,加磷酸 12.5ml,加水稀释至 50ml,摇匀。

木糖醇颗粒

Mutangchun Keli

Xylitol Granules

本品含木糖醇($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}_5$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的颗粒。

【鉴别】 (1)取本品 0.5g,加盐酸 0.5ml 和二氧化铅 0.1g,置水浴上加热,溶液即显黄绿色。

(2)取本品 5g,加盐酸-甲醛(1:1)5ml,置 50℃ 水浴中 2 小时,加乙醇 25ml,俟析出白色结晶,滤过,取结晶,加水约 4ml,加温溶解,再加乙醇约 40ml,析出白色结晶,取结晶于 105℃ 下干燥 2 小时,依法测定(通则 0612)。熔点为 195.0~201.0℃。

【检查】 干燥失重 取本品 1.0g,以五氧化二磷为干燥剂,减压干燥 24 小时,减失重量不得过 2.0%(通则 0831)。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 取本品约 10g,置研钵中研细,精密称取约 0.2g,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀;照木糖醇项下的方法,自“精密量取 5ml,置碘瓶中”起,依法测定,即得。

【类别】 同木糖醇。

【规格】 10g:9.85g

【贮藏】 避光,密封,在干燥处保存。

五肽胃泌素

Wutaiweimisu

Pentagastrin

$\text{Boc-}\beta\text{-Ala-Trp-Met-Asp-Phe}$

$\text{Boc}=\text{tert-butylloxycarbonyl}$

$\text{C}_{37}\text{H}_{49}\text{N}_7\text{O}_9\text{S}$ 767.9

本品由五个氨基酸组成的合成多肽,为 $N\text{-}[(1,1\text{-二甲乙氧基})\text{-}\beta\text{-丙氨酰-L-色氨酰-L-甲硫氨酰-L-门冬氨酰-L-苯丙氨酰}]$ 。按干燥品计算,含 $\text{C}_{37}\text{H}_{49}\text{N}_7\text{O}_9\text{S}$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末,无臭。

本品在 N,N -二甲基甲酰胺中溶解,在乙醇中微溶,在水中不溶,在稀氨溶液中溶解。

比旋度 取本品,精密称定,加 N,N -二甲基甲酰胺溶解并定量稀释成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -25.0° 至 -29.0° 。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 230~350nm 的波长范围内测定吸光度,在 280nm 与 288nm 的波长处有最大吸收,在 275nm 的波长处有转折点。

(2)在氨基酸比值项下记录的色谱图中,供试品溶液中各氨基酸峰的保留时间应分别与甲硫氨酸、色氨酸、苯丙氨酸、门冬氨酸及 β -丙氨酸对照品峰的保留时间一致。

【检查】 氨基酸比值 取本品,加盐酸溶液(1→2),于 110℃ 水解 24 小时后,照适宜的氨基酸分析法测定,含 β -丙氨酸应为 11.0%~12.2%,门冬氨酸为 16.4%~18.2%,甲硫氨酸为 18.4%~20.4%,苯丙氨酸为 20.4%~22.6%。

吸光度比值 取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 280nm 与 288nm 的波长处吸光度的比值应为 1.12~1.22。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中,室温减压干燥 24 小时,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

溶剂 甲醇-浓氨溶液(24:1)。

供试品溶液 取本品,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以乙醚-冰醋酸-水(10:2:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 10μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,在 100℃ 干燥 2 分钟,喷以对二甲氨基苯甲醛溶液[取对二甲氨基苯甲醛 1g,加甲醇-盐酸(3:1)混合溶液使溶解],在 100℃ 加热至显色。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液的主斑点比较,不得更深(2.0%)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加 0.01mol/L 氨溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 280nm 的波长处测定吸光度,按 $\text{C}_{37}\text{H}_{49}\text{N}_7\text{O}_9\text{S}$ 的吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 70 计算。

【类别】 诊断用药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 五肽胃泌素注射液

五肽胃泌素注射液

Wutaiweimisu Zhushuye

Pentagastrin Injection

本品为五肽胃泌素的灭菌水溶液。含五肽胃泌素($C_{37}H_{49}N_7O_9S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色澄明液体。

【鉴别】 取本品,照五肽胃泌素项下的鉴别(1)试验,显相同的结果。

【检查】 pH 值 应为 7.0~8.0(通则 0631)。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,即得。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以乙醚-冰醋酸-水(10:2:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液 20 μ l(分四次点样)和对照溶液 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,在 100℃干燥 2 分钟,喷以二甲氨基苯甲醛溶液[取对二甲氨基苯甲醛 1g,加甲醇-盐酸(3:1)混合溶液使溶解],在 100℃加热至显色。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液的主斑点比较,不得更深(5.0%)。

热原 取本品,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 注射 2ml,应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于五肽胃泌素 0.75mg),用 0.01mol/L 氨溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

测定法 见五肽胃泌素含量测定项下。

【类别】 同五肽胃泌素。

【规格】 2ml:400 μ g

【贮藏】 遮光,密闭,在冷处保存。

本品为 1-[4,4-双(4-氟苯基)丁基]-4-[4-氯-3-(三氟甲基)苯基]-4-哌啶醇。按干燥品计算,含 $C_{28}H_{27}ClF_5NO$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭。

本品在甲醇、乙醇、丙酮或三氯甲烷中易溶;在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 105~108℃。

【鉴别】 (1)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 与 273nm 的波长处有最大吸收,在 240nm 与 270nm 的波长处有最小吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 41 图)一致。

【检查】 氟化物 取本品 0.40g,加水 50ml,振摇 5 分钟,滤过,取滤液 25ml 移入 50ml 纳氏比色管中,冷至 15℃以下,加酸性茜素锆试液 2.0ml,用水稀释至刻度,摇匀,在 15℃以下避光放置 1 小时,与对照液(取 0.0022% 氟化钠溶液 4.0ml,加水至 25ml,同法操作)比较,颜色不得更浅(0.02%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.2% 三乙胺溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.5)-甲醇(30:70)为流动相;检测波长为 219nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按五氟利多峰计算不低于 2000,五氟利多峰与相邻杂质峰的分度度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 80℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,加乙醇 30ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用盐酸滴定液(0.025mol/L)滴定至 pH 值为 5.1,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 盐酸滴定液(0.025mol/L)相当于 13.10mg 的 $C_{28}H_{27}ClF_5NO$ 。

【类别】 抗精神病药。

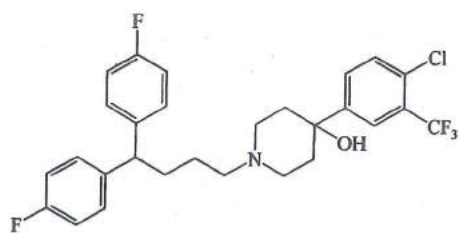
【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 五氟利多片

五 氟 利 多

Wufuliduo

Penfluridol

 $C_{28}H_{27}ClF_5NO$ 523.97

五氟利多片

Wufuliduo Pian

Penfluridol Tablets

本品含五氟利多($C_{28}H_{27}ClF_5NO$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉,加乙醇制成每 1ml 中含五氟利多 0.10mg 的溶液,滤过,滤液照五氟利多项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于五氟利多 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使五氟利多溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见五氟利多有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间小于 0.3 的色谱峰外,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%)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每片含量计算,应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,分别置乳钵中,加甲醇适量,研磨使五氟利多溶解,转移至 100ml 量瓶中,用甲醇分次洗涤乳钵,洗液并入量瓶中,充分振摇,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

对照品溶液 取五氟利多对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的含量,并求得 10 片的平均含量。

【类别】 同五氟利多。

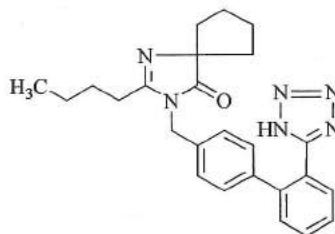
【规格】 (1)10mg (2)20mg

【贮藏】 密封保存。

厄贝沙坦

Ebeishatan

Irbesartan


 $C_{25}H_{28}N_6O$ 428.54

本品为 2-丁基-3-[4-[2-(1H-四氮唑-5-基)苯基]苯基]苯甲基]-1,3-二氮杂螺[4,4]壬-1-烯-4-酮。按干燥品计算,含 $C_{25}H_{28}N_6O$ 不得少于 99.0%。

【生产要求】 应对生产工艺等进行评估以确定形成遗传毒性杂质 *N,N*-二甲基亚硝胺和 *N,N*-二乙基亚硝胺等的可能性。必要时,应采用适宜的分析方法对产品进行分析,以确认 *N,N*-二甲基亚硝胺和 *N,N*-二乙基亚硝胺等的含量符合我国药品监管部门相关指导原则或 ICH M7 指导原则的要求。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶性粉末。

本品在甲醇或乙醇中微溶,在水中不溶。

【鉴别】 (1)取本品与厄贝沙坦对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 50 μ g 的溶液。照有关物质项下的方法试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 912 图)一致。

【检查】 氯化物 取本品 1.25g,加水 100ml,超声,滤过,取续滤液 40ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 3.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.006%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,加水 50ml,超声,滤过,取续滤液 25ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.020%)。

氟化物 取本品 1.0g,依法检查(通则 0806 第一法),应符合规定。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取厄贝沙坦对照品与杂质 I 对照品各适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以磷酸溶液(取 85%磷酸 5.5ml,加水至 950ml,用三乙胺调节 pH 值至 3.2)-乙腈(62:38)为流动相,检测波长为 220nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为杂质 I 峰、厄贝沙坦峰,杂质 I 峰与厄贝沙坦峰的分度应大于 2.0,理论板数按厄贝沙坦峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液的色谱图中,如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.15%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),杂质总量不得过 0.2%。

叠氮化物 照离子色谱法(通则 0513)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加 90%甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含约 20mg 的溶液。

对照品溶液 取叠氮化钠对照品,精密称定,加 90%甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含叠氮化钠 0.312 μ g [相当于每 1ml 中含叠氮根(N_3^-)0.2 μ g]的溶液。

系统适用性溶液 取溴化钾、叠氮化钠和硝酸钾各适量,加 90%甲醇溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.2 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用阴离子交换色谱柱(IonPac AS18 柱,或效能相当的色谱柱);检测器为电导检测器;检测方式为抑制电导检测;柱温 30 $^{\circ}$ C;以氢氧化钾溶液为淋洗液,按下表程序进行分析柱浓度梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;用阀切换在线基体消除法(见附 2)对供试品溶液进样后在线处理;进样体积 200 μ l。

时间(分钟)	淋洗液浓度(mol/L)
0~15	9×10^{-3}
15~22	40×10^{-3}
22~30	9×10^{-3}

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,叠氮根与溴离子及硝酸根的分度应大于 1.5。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入离子色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如显叠氮化物峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.001%。

干燥失重 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查,遗留残渣不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品 0.3g,精密称定,加冰醋酸 20ml 溶解后,加结晶紫指示剂 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 42.85mg 的 $C_{25}H_{30}N_6O_2$ 。

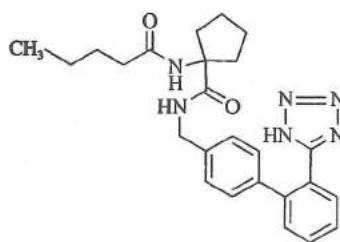
【类别】 抗高血压药。

【制剂】 (1)厄贝沙坦片 (2)厄贝沙坦分散片 (3)厄贝沙坦胶囊

【贮藏】 密封保存。

附 1:

杂质 I



$C_{25}H_{30}N_6O_2$ 446.54

1-(戊酰氨基)-N-[[2'-(1H-四氮唑-5-基)联苯-4-基]甲基]环戊烷甲酰胺

附 2:

阀切换在线基体消除法

阀切换系统的工作流程(见图 1~图 3),连接时尽量缩短仪器单元与单元之间的连接线,以减少死体积。典型图谱见图 4。

进样 供试品溶液装载到定量环(六通阀 1 为进样阀处于 Load 状态,六通阀 2 为切换阀处于 Inject 状态),定量环也可与自动进样器相连,预处理柱(NG1 柱,35mm \times 4mm)通过外接的梯度泵用去离子水进行平衡;富集柱(TAC-ULP1, 23mm \times 5mm)与分析柱相连。

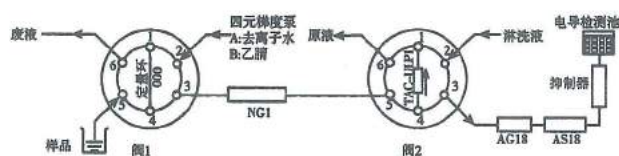


图 1 进样过程

样品预处理过程 进样后(六通阀 1 处于 Inject 状态,六通阀 2 处于 Load 状态),梯度泵用去离子水冲洗 NG1 柱和 TAC-ULP1 柱,供试品溶液随去离子水进入 NG1 柱和 TAC-ULP1 柱中,由于疏水性厄贝沙坦被吸附在 NG1 柱中,待测物叠氮化物在 NG1 柱中不保留,叠氮化物经 NG1 柱洗脱后被富集在 TAC-ULP1 柱中(该分析过程约 4 分钟)。

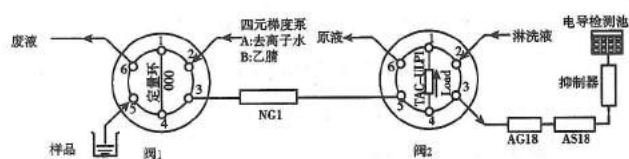


图2 样品预处理过程

待测物分离测定过程 约4分钟后(切换时间经方法摸索后确定,可以避免厄贝沙坦及溶剂甲醇的干扰,并保证 N_3^- 没有损失),六通阀切换至图3状态(六通阀1处于Load状态,六通阀2处于Inject状态),TAC-ULP1柱与分离柱连接,被富集的 N_3^- 经淋洗液梯度洗脱后,进行离子色谱分析;同时梯度泵流动相切换为乙腈,用乙腈洗脱NG1柱中截留的厄贝沙坦。

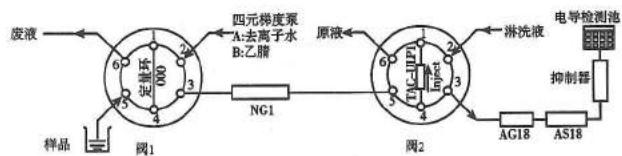


图3 待测物分离测定过程

典型图谱

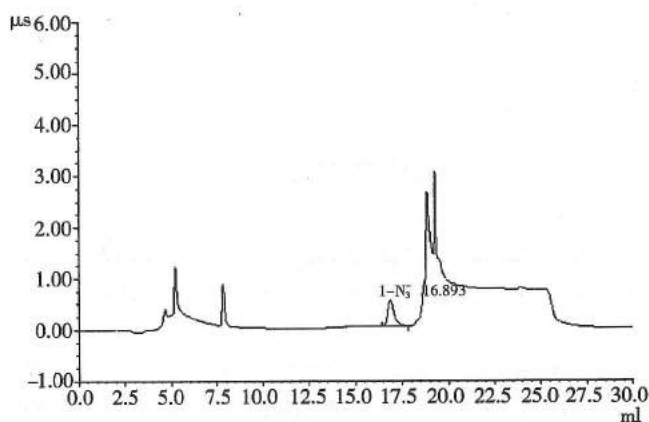


图4 对照品溶液典型色谱图

厄贝沙坦片

Ebeishatan Pian

Irbesartan Tablets

本品含厄贝沙坦($C_{25}H_{28}N_6O$)应为标示量的95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)

测定。

供试品溶液 取本品细粉,精密称定,加甲醇使厄贝沙坦溶解并定量稀释制成每1ml中约含厄贝沙坦1mg的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液1ml,置200ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取杂质I对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含2μg的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见厄贝沙坦有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中,除对主峰相对保留时间小于0.3的辅料峰外,如有与杂质I峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过厄贝沙坦标示量的0.2%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.4倍(0.2%),杂质总量不得过0.5%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则0931第二法)测定。

溶出条件 以0.1mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经30分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含厄贝沙坦10μg的溶液。

对照品溶液 取厄贝沙坦对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在245nm的波长处分别测定吸光度,计算出每片的溶出量。

限度 标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于厄贝沙坦10mg),置50ml量瓶中,加甲醇适量,振摇使厄贝沙坦溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取厄贝沙坦对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中含0.2mg的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 除检测波长为245nm外,见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同厄贝沙坦。

【规格】 (1)0.075g (2)0.15g (3)0.3g

【贮藏】 密封保存。

厄贝沙坦分散片

Ebeishatan Fensanpian

Irbesartan Dispersible Tablets

本品含厄贝沙坦($C_{25}H_{28}N_6O$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉,精密称定,加甲醇使厄贝沙坦溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含厄贝沙坦 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见厄贝沙坦有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中,除对主峰相对保留时间小于 0.3 的辅料峰外,如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过厄贝沙坦标示量的 0.2%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.4 倍(0.2%),杂质总量不得过 0.5%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 20 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含厄贝沙坦 10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取厄贝沙坦对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 245nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于厄贝沙坦 10mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使厄贝沙坦溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取厄贝沙坦对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 除检测波长为 245nm 外,见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同厄贝沙坦。

【规格】 (1)0.075g (2)0.15g

【贮藏】 密封保存。

厄贝沙坦胶囊

Ebeishatan Jiaonang

Irbesartan Capsules

本品含厄贝沙坦($C_{25}H_{28}N_6O$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末或颗粒。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下细粉,精密称定,加甲醇使厄贝沙坦溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含厄贝沙坦 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见厄贝沙坦有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中,除对主峰相对保留时间小于 0.3 的辅料峰外,如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过厄贝沙坦标示量的 0.2%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.4 倍(0.2%),杂质总量不得过 0.5%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含厄贝沙坦 10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取厄贝沙坦对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 245nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,研细,精密称取适量(约相当于厄贝沙坦 10mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使厄贝沙坦溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取厄贝沙坦对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 除检测波长为 245nm 外,见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同厄贝沙坦。

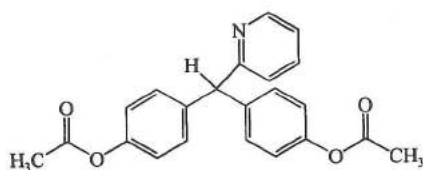
【规格】 (1)0.075g (2)0.15g

【贮藏】 密封保存。

比沙可啶

Bishakeding

Bisacodyl



$C_{22}H_{19}NO_4$ 361.40

本品为 4,4'-(2-吡啶亚甲基)二苯酚双醋酸酯。按干燥品计算,含 $C_{22}H_{19}NO_4$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在丙酮中溶解,在乙醇或乙醚中微溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 132~136℃。

【鉴别】 (1)取本品,加 0.1mol/L 甲醇制氢氧化钾溶液制成每 1ml 中含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 248nm 的波长处有最大吸收,其吸光度为 0.62~0.68。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 35 图)一致。

【检查】 酸碱度 取本品 1.0g,加水 20ml,加热至沸,冷却,滤过,滤液依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.5。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加丙酮制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用丙酮定量稀释制成每 1ml 中约含 0.20mg 的溶液。

系统适用性溶液 取本品约 40mg,加丙酮 1ml,振摇使溶解,加 30%过氧化氢溶液 0.5ml,摇匀,放置 1 小时,用丙酮稀释至 2ml,摇匀。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以二甲苯-丁酮(1:1)为展开剂。

测定法 吸取系统适用性溶液、供试品溶液与对照溶液各 10μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

系统适用性要求 系统适用性溶液中杂质斑点与比沙可啶的斑点应清晰分离,比沙可啶 R_f 值应约为 0.7。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液的主斑点比较,不得更深(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,加冰醋酸 25ml 溶解后,加苯酚苯甲醇指示液 2 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显黄绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 36.14mg 的 $C_{22}H_{19}NO_4$ 。

【类别】 泻药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)比沙可啶肠溶片 (2)比沙可啶栓

比沙可啶肠溶片

Bishakeding Changrongpian

Bisacodyl Enteric-coated Tablets

本品含比沙可啶($C_{22}H_{19}NO_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为肠溶衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于比沙可啶 50mg),加三氯甲烷 30ml,振摇使比沙可啶溶解,滤过,滤液蒸干,残渣加 1%硫酸溶液 10ml 使溶解,照下述方法试验。

取溶液 2ml,加碘化汞钾试液 1 滴,即生成白色沉淀。

取溶液 2ml,滴加硫酸,即显紫红色。

取溶液 2ml,加硝酸 1~2 滴,加热,显黄色,冷却,滴加氢氧化钠试液,显黄棕色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于比沙可啶 20mg),加丙酮 2ml,振摇 10 分钟,离心,取上清液。

对照品溶液 取比沙可啶对照品,加丙酮溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以二甲苯-丁酮(1:1)为展开剂。

测定法 吸取上述两种溶液各 2 μ l, 分别点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显示主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

【检查】 有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于比沙可啶 20mg), 加丙酮 2ml, 振摇 10 分钟, 离心, 取上清液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 0.3ml, 用丙酮稀释至 10ml。

系统适用性溶液、色谱条件、测定法与系统适用性要求见比沙可啶有关物质项下。

限度 供试品溶液如显杂质斑点, 与对照溶液的主斑点比较, 不得更深(3.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片, 除去包衣后, 置乳钵中, 研细, 加三氯甲烷适量, 研磨, 并用三氯甲烷定量转移至 25ml 量瓶中, 振摇使比沙可啶溶解, 用三氯甲烷稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置另一 25ml 量瓶中, 用三氯甲烷稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量, 应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片, 除去包衣后, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于比沙可啶 20mg), 置 50ml 量瓶中, 加三氯甲烷适量, 振摇使比沙可啶溶解, 用三氯甲烷稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置另一 50ml 量瓶中, 用三氯甲烷稀释至刻度, 摇匀。

测定法 取供试品溶液, 在 264nm 的波长处测定吸光度, 按 $C_{22}H_{19}NO_4$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 148 计算。

【类别】 同比沙可啶。

【规格】 5mg

【贮藏】 避光, 密封保存。

比沙可啶栓

Bishakeding Shuan

Bisacodyl Suppositories

本品含比沙可啶($C_{22}H_{19}NO_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为水溶性或脂肪性基质制成的白色栓剂。

【鉴别】 (1)取本品 1 粒, 加 1% 硫酸溶液 3ml, 加热使熔化, 滴加硝酸 4~5 滴, 加热显黄色, 加 20% 氢氧化钠溶液 10 滴, 即显棕红色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 1 粒, 加乙腈 10ml, 微温使熔化, 放冷, 置冰浴中至基质析出, 迅速滤过, 取滤液。

对照品溶液 取比沙可啶对照品, 加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板, 以二甲苯-丁酮(1:1)为展开剂。

测定法 吸取上述两种溶液各 20 μ l, 分别点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点一致。

(3)取含量测定项下的供试品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 264nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 粒, 置 100ml 量瓶中, 加 1mol/L 盐酸溶液适量, 置水浴中, 振摇使比沙可啶溶解, 冷却, 用 1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀(如为脂肪性基质制成的栓剂, 滤过); 精密量取 10ml, 置 50ml 量瓶中, 用 1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定, 应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合栓剂项下有关的各项规定(通则 0107)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 粒, 置蒸发皿中, 置水浴上加热至熔化, 冷却并不断搅拌, 使混合均匀。精密称取适量(约相当于比沙可啶 20mg), 置 100ml 量瓶中, 加 1mol/L 盐酸溶液适量, 置水浴中, 振摇使比沙可啶溶解, 冷却, 用 1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀(如为脂肪性基质制成的栓剂, 滤过), 精密量取 10ml, 置 100ml 量瓶中, 用 1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取比沙可啶对照品适量, 加 1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 在 264nm 的波长处分别测定吸光度, 计算。

【类别】 同比沙可啶。

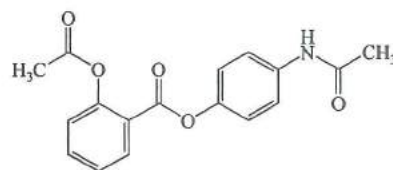
【规格】 10mg

【贮藏】 密封, 在 30℃ 以下保存。

贝诺酯

Beinuozhi

Benorilate



$C_{17}H_{15}NO_5$ 313.31

本品为 4-乙酰氨基苯基乙酰水杨酸酯。按干燥品计算, 含 $C_{17}H_{15}NO_5$ 应为 99.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末; 无臭。

本品在沸乙醇中易溶,在沸甲醇中溶解,在甲醇或乙醇中微溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 177~181℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 7.5μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 240nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 730~760。

【鉴别】 (1)取本品约 0.2g,加氢氧化钠试液 5ml,煮沸,放冷,滤过,滤液加盐酸适量至显微酸性,加三氯化铁试液 2 滴,即显紫堇色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 42 图)一致。

(3)取本品约 0.1g,加稀盐酸 5ml,煮沸,放冷,滤过,滤液显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 氯化物 取本品 2.0g,加水 100ml,加热煮沸后,放冷,加水至 100ml,摇匀,滤过,取滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

硫酸盐 取氯化物项下剩余的滤液 25ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

对氨基酚 取本品 1.0g,加甲醇溶液(1→2)20ml,搅匀,加碱性亚硝基铁氰化钠试液 1ml,摇匀,放置 30 分钟,不得显蓝绿色。

游离水杨酸 取本品 0.10g,加乙醇 5ml,加热溶解后,加水适量,摇匀,滤入 50ml 比色管中,加水使成 50ml,立即加新制的稀硫酸铁铵溶液(取 1mol/L 盐酸溶液 1ml,加硫酸铁铵指示液 2ml,再加水适量使成 100ml)1ml,摇匀,30 秒钟内如显色,与对照液(精密称取水杨酸 0.1g,置 1000ml 量瓶中,加水溶解后,加冰醋酸 1ml,摇匀,再加水适量至刻度,摇匀,精密量取 1ml,加乙醇 5ml 与水 44ml,再加上上述新制的稀硫酸铁铵溶液 1ml,摇匀)比较,不得更深(0.1%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取对乙酰氨基酚对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水(用磷酸调节 pH 值至 3.5)-甲醇(44:56)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按贝诺酯峰计算不低于 3000,贝诺酯峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的

2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液主成分峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.1 倍(0.1%),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(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液,摇匀。

对照品溶液 取贝诺酯对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液,摇匀。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 贝诺酯片

贝诺酯片

Beinuozhi Pian

Benorilate Tablets

本品含贝诺酯($\text{C}_{17}\text{H}_{15}\text{NO}_5$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量,照贝诺酯项下的鉴别(1)、(3)项试验,应显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并制成每 1ml 中约含贝诺酯 0.4mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见贝诺酯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液主成分峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面

积的 0.2 倍(0.2%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),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%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 1%十二烷基硫酸钠溶液 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 1ml (0.4g 和 0.5g 规格)或 2ml(0.2mg 规格),置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取贝诺酯对照品约 20mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.02%十二烷基硫酸钠溶液(0.2g 规格用 0.04%十二烷基硫酸钠溶液)稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 240nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于贝诺酯 20mg),加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含贝诺酯 0.4mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见贝诺酯含量测定项下。

【类别】 同贝诺酯。

【规格】 (1)0.2g (2)0.4g (3)0.5g

【贮藏】 遮光,密封保存。

贝敏伪麻片

Beimin Weima Pian

Benorilate, Pseudoephedrine Hydrochloride and Chlorphenamine Maleate Tablets

本品每片中含贝诺酯($C_{17}H_{15}NO_5$)、盐酸伪麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)与马来酸氯苯那敏($C_{16}H_{15}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

贝诺酯	300g
盐酸伪麻黄碱	30g
马来酸氯苯那敏	2g
辅料	适量
制成	1000 片

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)在盐酸伪麻黄碱和马来酸氯苯那敏含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液两主峰的保留时间一致。

(2)在贝诺酯含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 含量均匀度 马来酸氯苯那敏 取本品 1 片,研细,用 50%乙醇溶液 80ml,定量转移至 100ml 量瓶中,超声使马来酸氯苯那敏溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液。照马来酸氯苯那敏含量测定项下的方法测定,限度为±20%,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 贝诺酯 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 1%十二烷基硫酸钠溶液 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取贝诺酯对照品约 15mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,加 1%十二烷基硫酸钠溶液 2.5ml,并用无水乙醇稀释至刻度。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 280nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 贝诺酯 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于贝诺酯 50mg),置 100ml 量瓶中,加 1%十二烷基硫酸钠溶液 1ml 与甲醇 50ml,超声使贝诺酯溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取贝诺酯对照品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 1%十二烷基硫酸钠溶液 1ml 与甲醇 50ml,超声使贝诺酯溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用苯基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(70:30)为流动相;检测波长为 245nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按贝诺酯峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

盐酸伪麻黄碱与马来酸氯苯那敏 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于盐酸伪麻黄碱 24mg、马来酸氯苯那敏 1.6mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加 50%乙醇溶液 80ml,超声使盐酸伪麻黄碱与马来酸氯苯那

敏溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过。

对照品溶液 取盐酸伪麻黄碱对照品与马来酸氯苯那敏对照品各适量,精密称定,加 50%乙醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸伪麻黄碱 0.24mg 与马来酸氯苯那敏 16μg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-甲醇-水-冰醋酸(37:36:27:0.3)(含十二烷基硫酸钠 0.35%)为流动相;柱温 30℃;检测波长为 260nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按氯苯那敏峰计算不低于 2000,伪麻黄碱峰与氯苯那敏峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

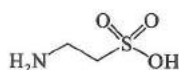
【类别】解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】遮光,密封保存。

牛磺酸

Niuhuangsuan

Taurine



$C_2H_7NO_3S$ 125.15

本品为 2-氨基乙磺酸。按干燥品计算,含牛磺酸($C_2H_7NO_3S$)不得少于 98.5%。

【性状】本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中溶解,在乙醇、乙醚或丙酮中不溶。

【鉴别】(1)取本品与牛磺酸对照品各适量,分别加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液,作为供试品溶液与对照品溶液。照有关物质项下的方法试验,供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 44 图)一致。

【检查】溶液的透光率 取本品 0.50g,加水 20ml 溶解后,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 95.0%。

氯化物 取本品 1.0g,加水溶解使成 50ml,取 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.01%)。

硫酸盐 取本品 2.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.01%)。

铵盐 取本品 0.10g,依法检查(通则 0808),与标准氯化铵溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml

中约含 20mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 500ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取牛磺酸对照品与丙氨酸对照品各适量,分别加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液,各取适量,等体积混合,摇匀。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以水-无水乙醇-正丁醇-冰醋酸(150:150:100:1)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 5μl,分别以条带状点样方式点于同一薄层板上,条带宽度 5mm,展开,晾干,喷以茚三酮的丙酮溶液(1→50),在 105℃加热约 5 分钟至斑点出现,立即检视。

系统适用性要求 对照溶液应显一个清晰的斑点,系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,不得超过 1 个。其颜色与对照溶液的主斑点比较,不得更深(0.2%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥 4 小时,减失重量不得超过 0.4%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

铁盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.001%)。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 1.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】取本品约 0.2g,精密称定,加水 50ml 溶解,精密加入中性甲醛溶液(取甲醛溶液,滴加酚酞指示剂 5 滴,用 0.1mol/L 的氢氧化钠溶液调节至溶液显微粉红色)5ml,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.52mg 的 $C_2H_7NO_3S$ 。

【类别】解热镇痛药。

【贮藏】遮光,密封保存。

【制剂】(1)牛磺酸片 (2)牛磺酸胶囊 (3)牛磺酸散 (4)牛磺酸颗粒 (5)牛磺酸滴眼液

牛磺酸片

Niuhuangsuan Pian

Taurine Tablets

本品含牛磺酸($C_2H_7NO_3S$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】本品为白色或类白色片。

【鉴别】取本品的细粉适量(约相当于牛磺酸 0.5g),加

水 10ml, 振摇使溶解, 滤过。取滤液 2ml, 调节 pH 值至中性, 加茚三酮试液 1ml, 在水浴中加热, 溶液显蓝紫色。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于牛磺酸 0.2g), 加水 25ml, 振摇使主成分溶解, 用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)调节 pH 值至 7.0, 加入预先调节 pH 值至 9.0 的甲醛溶液 15ml, 摇匀, 再用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至 pH 值至 9.0, 并持续 30 秒钟, 以加入甲醛溶液后消耗的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)的量(ml)计算。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.52mg 的 $C_2H_7NO_3S$ 。

【类别】 同牛磺酸。

【规格】 0.4g

【贮藏】 遮光, 密封, 在干燥处保存。

牛磺酸胶囊

Niuhuanguan Jiaonang

Taurine Capsules

本品含牛磺酸($C_2H_7NO_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色结晶性粉末。

【鉴别】 取本品内容物适量(约相当于牛磺酸 0.5g), 加水 10ml 使溶解, 滤过, 取滤液 2ml, 调节 pH 值至中性, 加茚三酮试液 1ml, 在水浴中加热, 溶液显蓝紫色。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物, 混合均匀, 精密称取适量(约相当于牛磺酸 0.2g), 加水 25ml, 振摇使溶解, 用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)调节 pH 值至 7.0, 加入预先调节 pH 值至 9.0 的甲醛溶液 15ml, 摇匀, 再用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至 pH 值至 9.0, 并持续 30 秒钟, 以加入甲醛溶液后消耗的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)的量(ml)计算。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.52mg 的 $C_2H_7NO_3S$ 。

【类别】 同牛磺酸。

【规格】 (1)0.4g (2)0.5g

【贮藏】 遮光, 密封, 在干燥处保存。

牛磺酸散

Niuhuanguan San

Taurine Powder

本品含牛磺酸($C_2H_7NO_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于牛磺酸 0.5g), 加水 10ml, 振摇使溶解, 滤过, 取滤液 2ml, 调节 pH 值至中性, 加茚三酮试液 1ml, 在水浴中加热, 溶液显蓝紫色。

【检查】 应符合散剂项下有关的各项规定(通则 0115)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物, 混合均匀, 精密称取适量(约相当于牛磺酸 0.2g), 加水 25ml, 振摇使主成分溶解, 用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)调节 pH 值至 7.0, 加入预先调节 pH 值至 9.0 的甲醛溶液 15ml, 摇匀, 再用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至 pH 值至 9.0, 并持续 30 秒钟, 以加入甲醛溶液后消耗的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)的量(ml)计算。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.52mg 的 $C_2H_7NO_3S$ 。

【类别】 同牛磺酸。

【规格】 0.4g

【贮藏】 遮光, 密闭, 在干燥处保存。

牛磺酸颗粒

Niuhuanguan Keli

Taurine Granules

本品含牛磺酸($C_2H_7NO_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为可溶颗粒。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于牛磺酸 0.5g), 加水 10ml 溶解, 滤过, 取滤液 2ml, 调节 pH 值至中性, 加茚三酮试液 1ml, 在水浴中加热, 溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与牛磺酸对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 采用适宜的氨基酸分析法或照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 混合均匀, 精密称取适量(约相当于牛磺酸 0.15g), 置 50ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取牛磺酸对照品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-乙腈-水(70:15:15)为流动相; 柱温为 60℃; 检测波长为 338nm; 采用柱后衍生法, 衍生化试剂为邻苯二甲醛溶液[取氢氧化钠 24g、硼酸 43.2g 溶于约 2700ml 水中, 用硫酸调节 pH 值至 4.0, 加入 2-巯基乙醇 2ml 与 8% 的邻苯二甲醛乙醇溶液 10ml, 加水至 3000ml(临用新制)]; 反应管(内径 1mm, 长度约 40cm)为聚四氟乙烯管; 衍生温度为 60℃; 衍生化试剂流速为每分钟 0.5ml; 进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按牛磺酸衍生物峰计算不低于

于 1000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同牛磺酸。

【规格】 (1)0.4g (2)0.8g (3)1.2g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

牛磺酸滴眼液

Niuhuangsuān Diyǎnyè

Taurine Eye Drops

本品含牛磺酸($C_2H_7NO_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

本品中可加入适量的抑菌剂。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1 滴置滤纸上,加茚三酮试液 1 滴,在 105℃ 放置数分钟,即显蓝紫色斑点。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与牛磺酸对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 6.5~7.5(通则 0631)。

渗透压摩尔浓度 应为 350~450mOsmol/kg(通则 0632)。

其他 应符合眼用制剂项下有关的各项规定(通则 0105)。

【含量测定】 采用适宜的氨基酸分析法或照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 3ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取牛磺酸对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-乙腈-水(70:15:15)为流动相;柱温为 60℃;检测波长为 338nm;采用柱后衍生法,衍生化试剂为邻苯二甲醛溶液[取氢氧化钠 24g、硼酸 43.2g 溶于约 2700ml 水中,用硫酸调节 pH 值至 4.0,加入 2-巯基乙醇 2ml 与 8%的邻苯二甲醛乙醇溶液 10ml,加水至 3000ml(临用新制)];反应管(内径 1mm,长度约 40cm)为聚四氟乙烯管;衍生温度为 60℃;衍生化试剂流速为每分钟 0.5ml;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按牛磺酸衍生物峰计算不低于 1000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同牛磺酸。

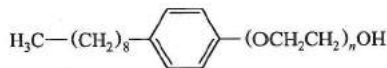
【规格】 (1)8ml:0.4g (2)10ml:0.5g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

壬苯醇醚

Renbenchunmí

Nonoxinol



本品为壬基苯酚和环氧乙烷缩聚而成的无水混合物。含 $C_9H_{19}C_6H_4(OCH_2CH_2)_nOH$ (式中 n 的平均值为 9)应为 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色黏稠液体;无臭;10℃ 以下易凝结。

本品在乙醇中极易溶解,在水中易溶。

熔点 取本品 1.0g,置 250ml 烧杯中,加水 100ml,将温度计浸入溶液中央,在不断搅拌下,置水浴中加热至溶液浑浊后,继续升温 10℃,移去水浴,不断搅拌,至溶液澄清(温度计水银球完全清晰可见)时,记录该点温度,应为 52~56℃。

酸值 本品的酸值(通则 0713)不大于 0.2。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 43 图)一致。

检查 聚乙二醇 取本品 10g,精密称定,置 250ml 烧杯中,加乙酸乙酯 100ml 溶解后,转移至 500ml 分液漏斗中,加 30%氯化钠溶液 100ml,振摇 1 分钟,插入温度计,再将分液漏斗部分浸入 50℃ 水浴中,缓缓转动使分层,当温度达到 40~50℃ 时,将分液漏斗取出,分取氯化钠液层,置另一 500ml 分液漏斗中;乙酸乙酯液层再用 30%氯化钠溶液 100ml 按上述方法提取 1 次,合并氯化钠液,用乙酸乙酯按上述方法洗涤 1 次后,氯化钠液层用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 100ml,合并三氯甲烷液,滤过,滤液置 250ml 烧杯中,置水浴上蒸干,放冷,加丙酮 200ml 使溶解,滤过,并用丙酮洗涤 2 次,每次 25ml,合并滤液与洗液,置一预经恒重并称重量的 250ml 烧杯中,置水浴中蒸干,在 60℃ 减压干燥 1 小时,放冷,精密称定,含聚乙二醇不得过 1.6%。

残留溶剂 二氧六环 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品溶液 精密称取本品 5.0g,置 20ml 顶空瓶中,密封。

对照品溶液 精密称取二氧六环适量,加入经 160℃ 挥发 5 小时的壬苯醇醚中,充分振摇使混合均匀,定量稀释制成每 1g 中含二氧六环 5μg 的溶液,精密称取 5.0g,置 20ml 顶空瓶中,密封。

色谱条件 以乙基乙烯-二乙烯苯共聚物为填充剂,柱温为 160℃,进样口温度为 200℃,检测器温度为 200℃,顶空瓶平衡温度为 130℃,平衡时间为 30 分钟。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,含二氧六环不得过 0.0005%。

游离环氧乙烷 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品溶液 精密称取本品 5.0g,置 20ml 顶空瓶中,密封。

对照品溶液 精密量取经标定的环氧乙烷贮备液适量,加入于 150℃挥发 3 小时的壬苯醇醚(按以下气相色谱法测定,不得检出环氧乙烷)中,置冰浴中充分振摇使混合均匀,定量稀释制成每 1g 中含环氧乙烷 1μg 的溶液,精密称取 5.0g,置 20ml 顶空瓶中,密封。

系统适用性溶液 取乙醛与环氧乙烷贮备液各适量,加入经 150℃挥发 3 小时的壬苯醇醚中,稀释制成每 1ml 中含乙醛与环氧乙烷各约为 10μg 的溶液,称取 5.0g,置 20ml 顶空瓶中,密封。

色谱条件 用 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱,起始温度为 50℃,维持 7 分钟,再以每分钟 80℃的速率升温至 200℃,维持 8 分钟,进样口温度为 200℃,检测器温度为 250℃,顶空瓶平衡温度为 100℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,乙醛峰与环氧乙烷峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,含游离环氧乙烷不得过 0.0001%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 0.5%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 0.1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取壬苯醇醚对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(88:12)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按壬苯醇醚峰计算不低于 1000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 表面活性剂,杀精子药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)壬苯醇醚阴道片 (2)壬苯醇醚栓 (3)壬苯醇醚膜

附:

环氧乙烷贮备液

配制 取环氧乙烷 25ml,置盛有异丙醇约 100ml 的 500ml 量瓶中,摇匀,用异丙醇稀释至刻度,摇匀,即得。每 1ml 中约含环氧乙烷 44mg。置冰箱中保存使用,临用当日标定。

标定 精密量取 0.5mol/L 盐酸乙醇溶液 25ml,置含有氯化镁 40g 的磨口锥形瓶中,摇匀,使充分饱和,再精密加环氧乙烷贮备液 10ml,滴加溴甲酚绿指示液 1ml,如溶液不显黄色,继续精密加上述 0.5mol/L 盐酸乙醇溶液 10ml,密塞,放置 30 分钟。用乙醇制氢氧化钾滴定液(0.5mol/L)滴定,并将滴定的结果用异丙醇 10ml 作空白试验校正。每 1ml 乙醇制氢氧化钾滴定液(0.5mol/L)相当于 22.02mg 的环氧乙烷。

注意 配制与标定的用具和试液,使用前需置冰浴冷却;配制和标定的过程需注意冷却。

壬苯醇醚阴道片

Renbenchunmi Yindaopian

Nonoxinol Vaginal Tablets

本品含壬苯醇醚($C_{33}H_{60}O_{10}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品 2 片,加水 10ml 使壬苯醇醚溶解,滤过,取滤液 2ml,加盐酸 3 滴与氯化钠约 0.1g,溶解后,加亚铁氰化钾试液 3 滴,即生成白色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量,加水适量,振摇使壬苯醇醚溶解,用水稀释制成每 1ml 中含壬苯醇醚 0.2mg 的溶液,滤过,取续滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 275nm 的波长处有最大吸收。

【检查】酸碱度 取本品 3 片,加水 30ml,振摇使壬苯醇醚溶解后,滤过,取滤液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.0~8.0。

崩解时限与泡沫量 取 25ml 量筒 6 只,分别加水 3ml,置 37℃恒温水浴中,待恒温后,分别投入本品 1 片(药片用长 16cm 的 22 号铅丝绕成网状,以防崩解时药片随泡沫浮起),开始记录时间,药片均应在 5 分钟内崩解完全,且泡沫的上升量均应不低于 15ml。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于壬苯醇醚 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇 15 分钟使壬苯醇醚溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见壬苯醇醚含量测定项下。

【类别】 同壬苯醇醚。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。

壬苯醇醚栓

Renbenchunmi Shuan

Nonoxinol Suppositories

本品含壬苯醇醚($C_{33}H_{60}O_{10}$)应为标示量的90.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色或乳白色栓。

【鉴别】 (1)取本品1粒,加水10ml使壬苯醇醚溶解,滤过,取滤液2ml,加盐酸3滴与氯化钠0.1g,溶解后加入亚铁氰化钾试液3滴,即生成白色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品3粒,加水30ml,于40℃水浴加热使溶解,依法测定(通则0631),pH值应为3.5~7.0。

融变时限 时限为25分钟,应符合规定(通则0922)。

其他 应符合栓剂项下有关的各项规定(通则0107)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品10粒,精密称定,剪碎,精密称取适量(约相当于壬苯醇醚50mg),置小烧杯中,加甲醇20ml,置40~50℃水浴中使壬苯醇醚溶解,转移至50ml量瓶中,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,放置,取上清液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见壬苯醇醚含量测定项下。

【类别】 同壬苯醇醚。

【规格】 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

壬苯醇醚膜

Renbenchunmi Mo

Nonoxinol Pellicles

本品含壬苯醇醚($C_{33}H_{60}O_{10}$)应为标示量的90.0%~115.0%。

【性状】 本品为类白色至微黄色半透明药膜,遇水易溶。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于壬苯醇醚50mg),加水5ml,盐酸5滴与氯化钠0.1g,振摇使溶解,加亚铁氰化钾试液2ml,即发生白色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品适量(约相当于壬苯醇醚50mg),加水10ml使溶解,依法测定(通则0631),pH值应为5.0~7.0。

溶化时限 任取药膜10张,每次取一张对折三次(即叠成原面积的1/8),用一夹口宽约为3.5cm的夹子,夹住药膜

的散开处,连夹子一起浸入37℃的水浴中,用秒表计时,药膜从浸入水中到溶解而脱离夹子的时间,应不超过3分钟。

其他 应符合膜剂项下有关的各项规定(通则0125)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品20张,精密称定,剪碎,精密称取适量(约相当于壬苯醇醚0.1g),置100ml量瓶中,加水适量使壬苯醇醚溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见壬苯醇醚含量测定项下。

【类别】 同壬苯醇醚。

【规格】 每张膜含壬苯醇醚50mg(5cm×5cm,7cm×5cm,10cm×5cm)

【贮藏】 密闭,在阴凉干燥处保存。

升华硫

Shenghualiu

Sublimed Sulfur

S 32.06

本品含硫(S)不得少于98.0%。

【性状】 本品为黄色结晶性粉末;有微臭。

本品在水或乙醇中几乎不溶。

【鉴别】 (1)本品燃烧时火焰为蓝色,并有二氧化硫的刺激性臭气。

(2)取本品约10mg,加氢氧化钠试液5ml,加热使溶解,放冷,加1滴亚硝基铁氰化钠试液(1→100),显蓝紫色。

【检查】 酸度 取本品1.0g,加水25ml,强力振摇后,加酚酞指示液数滴与氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)0.10ml,应显淡红色。

细度 取本品10.0g,用八号筛过筛,如有结块,可将团块轻轻拍碎后过筛。通过八号筛的粉末不得少于85.0%。

炽灼残渣 不得过0.2%(通则0841)。

砷盐 取本品0.50g,加氨试液15ml,浸渍3小时,滤过;分取滤液5ml,置水浴上蒸干后,加硝酸1ml,再蒸干,加盐酸5ml与水23ml,依法检查(通则0822 第一法),应符合规定(0.0012%)。

【含量测定】 取本品,置五氧化二磷干燥器中干燥4小时后,取约35mg,精密称定,照氧瓶燃烧法(通则0703)进行有机破坏,以过氧化氢试液5ml与水10ml为吸收液,俟燃烧完毕后,将燃烧瓶置冰浴中冷却并时时振摇约20分钟,使生成的烟雾完全吸收后,煮沸2分钟,放冷,加入酚酞指示液2滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于1.603mg的S。

【类别】 杀虫药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 硫软膏

硫 软 膏

Liu Ruangao

Sulfur Ointment

本品含硫(S)应为 9.0%~11.0%。

【性状】 本品为黄色软膏,有硫的特臭。

【鉴别】 (1)取本品约 0.5g,加氢氧化钠试液 5ml,加热使溶解,滤过,放冷,加 1 滴亚硝基铁氰化钠试液(1→100),显蓝紫色。

(2)取本品约 1g,置试管中,加热熔融,产生刺激性臭气,并能使润湿的醋酸铅试纸变黑。

【检查】 应符合软膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,加 5%亚硫酸钠溶液 40ml,加热回流约 1.5 小时,使硫溶解,放冷,使基质凝固,取溶液滤过,遗留基质用热水 30ml 洗涤,放冷,滤过,同法洗涤数次,合并滤液及洗液,加甲醛试液 10ml 与醋酸 6ml,用水稀释至 150ml,加淀粉指示液,用碘滴定液(0.05mol/L)滴定。每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 3.206mg 的硫(S)。

【类别】 同升华硫。

【规格】 10%

【贮藏】 密闭,在 30℃以下保存。

乌 司 他 丁

Wusitading

Ulinastatin

本品系从新鲜人尿中提取的一种能抑制多种蛋白水解酶活力的糖蛋白。每 1mg 蛋白中含乌司他丁的活力不得少于 3500 单位。

【制法要求】 本品应从健康人群的尿中提取,生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》要求。本品在生产过程中应有病毒安全性控制的措施,工艺中需经 60℃加热 10 小时,以使病毒灭活。

【性状】 本品为类白色至微褐色粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醚中不溶。

【鉴别】 照乌司他丁溶液项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 干燥失重 取本品 0.1g,在 60℃减压干燥 3 小时,减失重量不得过 6.0%(通则 0831)。

激肽原酶物质 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品,加水稀释制成每 1ml 中约含 50 000 单位的溶液。

底物溶液、测定法与限度 见乌司他丁溶液激肽原酶物

质项下。

有关物质 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相稀释制成每 1ml 中约含 10 000 单位的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取供试品溶液适量,于 105℃加热 3 小时,放冷,加入等体积的供试品溶液,混匀。

灵敏度溶液 取对照溶液 10ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见乌司他丁溶液有关物质项下。

酸碱度、溶液的澄清度与颜色、分子量、乙肝表面抗原、异常毒性、细菌内毒素与凝血基质活性物质 照乌司他丁溶液项下的方法检查,均应符合规定。

【效价测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加 0.2mol/L 三乙醇胺缓冲液(pH 7.8)使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 单位的溶液。

胰蛋白酶溶液、底物溶液、标准品溶液与测定法 见乌司他丁溶液效价测定中效价项下。

【类别】 蛋白酶抑制药。

【贮藏】 密封,在-20℃以下保存。

【制剂】 注射用乌司他丁

乌司他丁溶液

Wusitading Rongye

Ulinastatin Solution

本品系从新鲜人尿中提取的一种能抑制多种蛋白水解酶活力的糖蛋白溶液。每 1ml 中含乌司他丁的活力不得少于 10 万单位,每 1mg 蛋白中含乌司他丁的活力不得少于 3500 单位。

【制法要求】 本品应从健康人群的尿中提取,生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》要求。本品在生产过程中应有病毒安全性控制的措施,工艺中需经 60℃加热 10 小时,以使病毒灭活。

【性状】 本品为无色至黄色的澄清液体;无臭。

【鉴别】 (1)取本品,用水稀释制成每 1ml 中含 1000 单位的溶液,取 0.5ml,加 5%苯酚溶液 0.5ml,摇匀,加硫酸 2.5ml,摇匀,溶液显橙黄色。

(2)取本品,用效价测定项下的 0.2mol/L 三乙醇胺缓冲液(pH 7.8)稀释制成每 1ml 中含 200 单位的溶液,作为供试品溶液。取试管 1 支,加上述缓冲液 1.6ml、供试品溶液 0.2ml 与效价测定项下的胰蛋白酶溶液 0.2ml,摇匀,置 25℃水浴保温 5

分钟,加效价测定项下的底物溶液 1.0ml,摇匀,置 25℃ 水浴继续保温 5 分钟,溶液应无色。另取试管 1 支,以上述缓冲液 0.2ml 代替供试品溶液,同法操作,溶液应显黄色。

(3)取本品,用水稀释制成每 1ml 中含 2000 单位的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 277nm 的波长处有最大吸收。

(4)取本品,用 0.9% 氯化钠溶液稀释制成每 1ml 中含 500 单位的溶液。用硼酸-氢氧化钠缓冲液(pH 8.4)(取硼酸 24.736g,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液溶解并稀释至 1000ml)制备 1.2% 琼脂糖凝胶板,照免疫双扩散法(通则 3403)检查,应与兔抗乌司他丁血清形成明显的沉淀线。

【检查】 酸碱度 取本品,用水稀释制成每 1ml 中含 10 000 单位的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.0~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品,用 0.9% 氯化钠溶液稀释制成每 1ml 中含 20 000 单位的溶液,依法检查(通则 0901 第一法和通则 0902 第一法),溶液应澄清无色;如显色,与黄色 1 号标准比色液比较,不得更深。

激肽原酶物质 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

底物溶液 取 S-2266(相当于 H-D-Val-Leu-Arg-PNA·2HCl)25mg,加水溶解并稀释制成 0.0015mol/L 的溶液,置-18℃ 保存。

供试品溶液 取本品,用水稀释制成每 1ml 中约含 50 000 单位的溶液。

测定法 取试管 2 支,各精密加入供试品溶液 0.4ml,再分别加入 0.2mol/L 三羟甲基氨基甲烷-盐酸缓冲液(取三羟甲基氨基甲烷 24.228g,加水 800ml 溶解,用 6mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 8.0,加水至 1000ml)0.5ml,混匀,置 37℃ ± 0.5℃ 水浴中保温 5 分钟,再于第 1 管中加冰醋酸溶液(1→2)0.1ml,第 2 管中加底物溶液 0.1ml,立即摇匀,并计时,置 37℃ ± 0.5℃ 水浴中准确反应 30 分钟,第 1 管加底物溶液 0.1ml,第 2 管加冰醋酸溶液(1→2)0.1ml,以第 1 管为空白,在 405nm 的波长处测定第 2 管的吸光度。

限度 吸光度不得过 0.03。

分子量 取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中含 2mg 蛋白的溶液,加入等体积的供试品缓冲液,混匀,置水浴中 5 分钟,放冷,作为供试品溶液;另取分子量标准品(分子量为 10 000~100 000 标准蛋白质)适量,加供试品缓冲液制成每 1μl 中含 1μg 的溶液,置水浴中 5 分钟,放冷,作为分子量标准品溶液。照电泳法(通则 0541 第五法还原型 SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法),考马斯亮蓝染色测定,分离胶浓度为 12.5%。加样量不低于 10μg。分子量应为 37 000~43 000。

有关物质 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品,用流动相稀释制成每 1ml 中约含 10 000 单位的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取供试品溶液适量,于 105℃ 加热 3 小时,放冷,加入等体积的供试品溶液,混匀。

灵敏度溶液 取对照溶液 10ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以亲水改性硅胶为填充剂(TSKgel G3000 SWXL,7.8mm×300mm,5μm 或其他适宜色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠 6.90g、磷酸氢二钠 17.91g 及氯化钠 8.77g,加水 800ml 溶解,调节 pH 值至 6.8,加水至 1000ml)为流动相;流速为每分钟 0.7ml;检测波长为 280nm;进样体积 50μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,乌司他丁峰与相邻杂质峰间的分离度应符合要求,理论板数按乌司他丁峰计算不低于 800。灵敏度溶液色谱图中,乌司他丁峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(2.0%)。

重金属 取本品适量(约相当于乌司他丁 50 万单位),用水稀释制成每 1ml 中约含乌司他丁 5 万单位的溶液,取 10ml 依法检查(通则 0821 第二法),每 1ml 中含重金属不得过 10μg。

乙肝表面抗原 取本品,用 0.9% 氯化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 10 万单位的溶液,按试剂盒说明书测定,应为阴性。

异常毒性 取本品,用氯化钠注射液定量稀释制成每 1ml 中约含乌司他丁 45 000 单位的溶液,依法检查(通则 1141),应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 10 000 单位乌司他丁中含内毒素的量应小于 0.625EU。

凝血质样活性物质 血浆的制备 取新鲜兔血,置预先放有 3.8% 枸橼酸钠溶液的容器(枸橼酸钠溶液与血液容积之比为 1:9)中,混匀,在 2~8℃ 条件下,以每分钟 3500 转离心 20 分钟。取上清液在-20℃ 保存备用,用前在 25℃ 水浴融化。

测定法 取本品,用巴比妥缓冲液(pH 7.4)稀释制成每 1ml 中含 5000 单位的供试品溶液。取试管[(10~12)mm×75mm]2 支,第 1 管加巴比妥缓冲液(pH 7.4)0.1ml 作空白对照,第 2 管加供试品溶液 0.1ml,分别加兔血浆 0.1ml,置 25℃ ± 0.5℃ 水浴中保温 5 分钟,迅速加入 0.37% 氯化钙溶液 0.1ml,混匀,计时。观察并记录试管出现混浊(初凝)的时间。供试品管的初凝时间应不小于空白对照管的初凝时间。

【效价测定】 效价 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

胰蛋白酶溶液 临用新制,并置冰浴保存。精密称取结晶胰蛋白酶(每 1mg 含 7500~10 000 BAEE 单位)适量,用冷的氯化钙盐酸溶液(取氯化钙 2.94g,加 0.001mol/L 盐酸溶液 1000ml 溶解)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

底物溶液 临用新制,并置暗处保存。取苯甲酰-L-精氨酸-p-对硝基苯胺盐酸盐适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中

含 1mg 的溶液。

0.2mol/L 三乙醇胺缓冲液 (pH 7.8) 取三乙醇胺 29.8g,加水 900ml 溶解,用 4mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 7.8,加水至 1000ml。

供试品溶液 精密量取本品适量,用 0.2mol/L 三乙醇胺缓冲液 (pH 7.8) 定量稀释制成每 1ml 中约含 50 单位的溶液。

标准品溶液 取乌司他丁标准品,加 0.2mol/L 三乙醇胺缓冲液 (pH 7.8) 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 单位的溶液。

测定法 取 0.2mol/L 三乙醇胺缓冲液 (pH 7.8) (预热至 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$) 1.6ml,置比色池中,加标准品溶液与胰蛋白酶溶液各 0.2ml,混匀,准确保温 5 分钟,使比色池内温度保持在 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$,加底物溶液 (预热至 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$) 1.0ml,立即摇匀并计时,以水为空白,在 405nm 的波长处,每隔 1 分钟测定吸光度,共 5 分钟,吸光度的变化率应恒定。以反应时间为横坐标,吸光度为纵坐标作图,求出每 1 分钟的吸光度变化率 (ΔA_s)。

分别取 0.2mol/L 三乙醇胺缓冲液 (pH 7.8) 与供试品溶液各 0.2ml,代替标准品溶液同法操作,求出吸光度变化率 ΔA_0 和 ΔA_t ,按下式计算:

$$\text{每 1ml 乌司他丁的效价(单位)} = \frac{\Delta A_0 - \Delta A_t}{\Delta A_0 - \Delta A_s} \times U \times \frac{n}{V}$$

式中 ΔA_0 为三乙醇胺缓冲液吸光度的变化率;

ΔA_t 为供试品溶液吸光度的变化率;

ΔA_s 为标准品溶液吸光度的变化率;

U 为每 1ml 标准品溶液中含乌司他丁单位数;

V 为供试品取样量,ml;

n 为供试品的稀释倍数。

测得的效价应为估计效价的 90%~110%,否则应调整供试品溶液的浓度重新测定。

蛋白质含量 精密量取本品适量,照蛋白质含量测定法 (通则 0731 第一法) 测定每 1ml 中蛋白质含量,即得。

比活 由测得的效价和蛋白质含量计算每 1mg 蛋白中含乌司他丁活力的单位数。

【类别】 蛋白酶抑制剂。

【贮藏】 密封,在 -20°C 以下保存。

【制剂】 注射用乌司他丁

注射用乌司他丁

Zhusheyong Wusitading

Ulinastatin for Injection

本品为乌司他丁溶液加适量稳定剂和赋形剂的无菌冻干品。含乌司他丁的效价应为标示量的 85.0%~120.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色冻干块状物或粉末。复溶后应为无色至黄色的澄清液体,可带轻微乳光。

【鉴别】 取本品,照乌司他丁溶液项下的鉴别 (1)、(2) 项试验,显相同的结果。

【检查】 酸碱度 取本品,每支加水 2ml 溶解后,混匀,依法测定 (通则 0631),pH 值应为 6.0~7.5。

有关物质 照分子排阻色谱法 (通则 0514) 测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 000 单位的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取供试品溶液适量,于 105°C 加热 3 小时,放冷,加入等体积的供试品溶液,混匀。

灵敏度溶液 取对照溶液 10ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见乌司他丁溶液有关物质项下。

干燥失重 取本品 0.1g,以五氧化二磷为干燥剂,在 60°C 减压干燥 3 小时,减失重量不得过 6.0% (通则 0831)。

过敏反应 取本品,加氯化钠注射液溶解并稀释制成每 1ml 中含 3000 单位的溶液,依法检查 (通则 1147),应符合规定。

溶液的澄清度与颜色、异常毒性与细菌内毒素 照乌司他丁溶液项下方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定 (通则 0102)。

【效价测定】 照紫外-可见分光光度法 (通则 0401) 测定。

供试品溶液 取本品 5 支,分别加适量 0.2mol/L 三乙醇胺缓冲液 (pH 7.8) 溶解,并定量转移至同一 100ml 量瓶中,用上述缓冲液稀释至刻度,摇匀。精密量取适量,用上述缓冲液定量稀释制成每 1ml 中含 50 单位的溶液。

胰蛋白酶溶液、底物溶液、0.2mol/L 三乙醇胺缓冲液 (pH 7.8)、标准品溶液与测定法 见乌司他丁溶液效价测定中效价项下。

【类别】 同乌司他丁溶液。

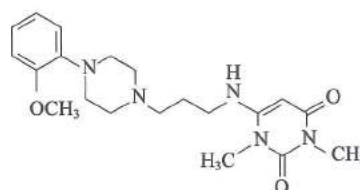
【规格】 (1)2.5 万单位 (2)5 万单位 (3)10 万单位

【贮藏】 密闭,阴凉干燥处保存。

乌拉地尔

Wuladi'er

Urapidil



$\text{C}_{20}\text{H}_{29}\text{N}_5\text{O}_3$ 387.48

本品为 6-[[3-[4-(2-甲氧基苯基)-1-哌嗪基]丙基]氨基]-1,3-二甲基尿嘧啶。按干燥品计算,含 $C_{20}H_{29}N_5O_3$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在甲醇或乙醇中溶解,在丙酮中略溶,在石油醚或水中不溶;在 0.1mol/L 盐酸溶液中略溶。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加丙二酸约 30mg 与醋酐 0.5ml,在 80~90℃ 水浴中加热 10 分钟,应显红棕色。

(2)取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 8 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 268nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 910 图)一致。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 0.5g,加 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml,溶液应澄清无色。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取乌拉地尔和杂质 I 对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含乌拉地尔 0.1mg 与杂质 I 0.01mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸钠溶液(取无水醋酸钠 8.2g 和冰醋酸 40ml,加水溶解并稀释至 600ml)-甲醇(70:30)为流动相;检测波长为 268nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,乌拉地尔峰与杂质 I 峰的分度度应符合要求,理论板数按乌拉地尔计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

供试品溶液 取本品约 1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入稀硫酸 10ml,密封。

对照品溶液 精密称取 1,2-二氯乙烷、乙醇、丙酮与苯各适量,加稀硫酸定量稀释制成每 1ml 中含 1,2-二氯乙烷 0.5 μ g、乙醇 0.5mg、丙酮 0.5mg 和苯 0.2 μ g 的溶液,精密量取 10ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以聚乙二醇为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 80℃;检测器温度为 200℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 85℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分色谱峰

间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,1,2-二氯乙烷、乙醇、丙酮与苯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 25mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取乌拉地尔对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

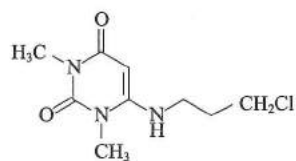
【类别】 抗高血压药。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 乌拉地尔注射液

附:

杂质 I



$C_9H_{14}ClN_3O_2$ 231.68

1,3-二甲基-4-(γ -氯丙基氨基)尿嘧啶

乌拉地尔注射液

Wuladi'er Zhushēyē

Urapidil Injection

本品为乌拉地尔的灭菌水溶液。含乌拉地尔($C_{20}H_{29}N_5O_3$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量,加水稀释制成每 1ml 中约含乌拉地尔 0.01mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)

测定,在 268nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.0~7.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 除柱温为 30℃外,见乌拉地尔有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 乌拉地尔中含内毒素的量应小于 1.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 2ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 除柱温为 30℃外,见乌拉地尔含量测定项下。

【类别】 同乌拉地尔。

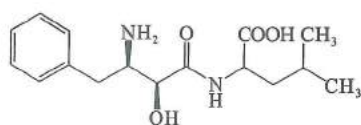
【规格】 5ml : 25mg

【贮藏】 遮光,密闭,在阴凉处保存。

乌 苯 美 司

Wubenmeisi

Ubenimex



$C_{16}H_{24}N_2O_4$ 308.37

本品为 *N*-[(2*S*,3*R*)-3-氨基-2-羟基-4-苯基丁酰]-*L*-亮氨酸。按干燥品计算,含 $C_{16}H_{24}N_2O_4$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水或甲醇中微溶;在冰醋酸中易溶,在 0.1mol/L 盐酸溶液或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中溶解。

比旋度 取本品,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -15.5° 至 -17.5° 。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加 20%醋酸溶液 2ml、茚三酮约 5mg 与 1mol/L 氢氧化钠溶液 2 滴,加热,溶液渐显蓝紫色。

(2)取本品和乌苯美司对照品各适量,加有关物质项下的流动相 A 分别溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.3mg 的供试品溶液与对照品溶液,照有关物质项下的色谱条件试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm、257nm 与 263nm 的波长处有最大吸收,在 254nm 与 261nm 的波长处有最小吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 911 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.25g,加水 25ml,振摇,滤过,取滤液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~7.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 3mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 15 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 1.5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 65mmol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈(17 : 3)为流动相 A,乙腈-65mmol/L 磷酸二氢钾溶液(2 : 1)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;柱温 25℃;检测波长 220nm;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
20	100	0
60	0	100
70	0	100
71	100	0
80	100	0

系统适用性要求 对照溶液色谱图中,理论板数按乌苯美司峰计算不低于 5000;灵敏度溶液色谱图中,乌苯美司色谱峰的信噪比应不小于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%),供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定,应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残

渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.25g,精密称定,加冰醋酸 30ml 使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 30.84mg 的 $C_{16}H_{24}N_2O_4$ 。

【类别】 免疫调节药,抗肿瘤药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)乌苯美司片 (2)乌苯美司胶囊

乌苯美司片

Wubenmeisi Pian

Ubenimex Tablets

本品含乌苯美司($C_{16}H_{24}N_2O_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于乌苯美司 10mg),加 20%醋酸溶液 2ml,加茚三酮约 5mg 与 1mol/L 氢氧化钠溶液 2 滴,加热,溶液渐显蓝紫色。

(2)取本品细粉适量(约相当于乌苯美司 10mg),加水使乌苯美司溶解并稀释制成每 1ml 中约含乌苯美司 0.5mg 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm、257nm 与 263nm 的波长处有最大吸收,在 254nm 与 261nm 的波长处有最小吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于乌苯美司 30mg),置 10ml 量瓶中,加流动相 A 适量,超声使乌苯美司溶解,再用流动相 A 稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 15 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 1.5 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见乌苯美司有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

含量均匀度 取本品 1 片(10mg 规格),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使乌苯美司溶解并用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定,计算每片的含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取乌苯美司对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含乌苯美司 10 μ g(10mg 规格)或 30 μ g(30mg 规格)的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于乌苯美司 10mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使乌苯美司溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取乌苯美司对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈(83:17)为流动相;检测波长 220nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按乌苯美司峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同乌苯美司。

【规格】 (1)10mg (2)30mg

【贮藏】 密封保存。

乌苯美司胶囊

Wubenmeisi Jiaonang

Ubenimex Capsules

本品含乌苯美司($C_{16}H_{24}N_2O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于乌苯美司 30mg),加 20%醋酸溶液 6ml,振摇使乌苯美司溶解,滤过,取滤液 2ml,加茚三酮 5mg 与 1mol/L 氢氧化钠溶液 2 滴,加热,溶液渐显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的内容物适量(约相当于乌苯美司 10mg),加水使乌苯美司溶解并制成每 1ml 中约含乌苯美司 0.5mg 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm、257nm 与 263nm 的波长处有最大吸收,在 254nm 与 261nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于乌苯美司 30mg),置 10ml 量瓶中,加流动相 A 适量,超声使乌苯美司溶解,再用流动相 A 稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 15 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 1.5 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见乌苯美司有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

含量均匀度 取本品 1 粒(10mg 规格),将内容物倾入 100ml 量瓶中,囊壳用甲醇洗净,洗液并入量瓶中,加流动相适量,超声使乌苯美司溶解并用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,供试品置沉降篮中,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取乌苯美司对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g(10mg 规格)或 30 μ g(30mg 规格)的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒,精密称定重量,倾出内容物,精密称定囊壳重量,计算平均装量,取内容物混合均匀,精密称取适量(约相当于乌苯美司 10mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使乌苯美司溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取乌苯美司对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈(83:17)为流动相;检测波长 220nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按乌苯美司峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同乌苯美司。

【规格】 (1)10mg (2)30mg

【贮藏】 密封保存。

乌洛托品

Wuluotopin

Methenamine



$C_6H_{12}N_4$ 140.19

本品为六亚甲基四胺。按干燥品计算,含 $C_6H_{12}N_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为无色、有光泽的结晶或白色结晶性粉末;几乎无臭;遇火能燃烧,发生无烟的火焰;水溶液显碱性反应。

本品在水中易溶,在乙醇或三氯甲烷中溶解,在乙醚中微溶。

【鉴别】 (1)取本品约 0.5g,加稀硫酸 5ml 溶解后,加热,产生甲醛的特臭,能使润湿的氨制硝酸银试纸显黑色;再加过量的氢氧化钠试液,产生氨臭,能使润湿的红色石蕊试纸变为蓝色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 45 图)一致。

【检查】 酸碱度 取本品 5.0g,加水 50ml 溶解,取溶液 5.0ml,加酚酞指示液 0.1ml,用盐酸滴定液(0.1mol/L)或氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,消耗滴定液的体积不得过 0.2ml。

溶液的澄清度与颜色 取本品 2.0g,加新沸冷水 20ml 溶解后,溶液应澄清无色。

氯化物 取本品 2.5g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.002%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,加水 50ml 溶解,取溶液 10ml,加稀盐酸 5 滴酸化,加氯化钡试液 5 滴,在 1 分钟内无浑浊产生。

铵盐与三聚甲醛 取本品 0.50g,加无氨蒸馏水 10ml 溶解后,立即加碱性碘化汞钾试液 1.0ml,摇匀,在 20~25℃ 放置 2 分钟,溶液的颜色与对照液(碱性碘化汞钾试液 1.0ml,加无

氨蒸馏水 10ml)比较,不得更深;如显浑浊,与对照液(取标准硫酸钾溶液 0.60ml,加水 7ml 与稀盐酸 1ml,摇匀,加 25%氯化钡溶液 2ml,摇匀,放置 10 分钟)比较,不得更浓。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中干燥至恒重,减失重量不得过 1.5%(通则 0831)。

重金属 取本品 4.0g,加水 20ml 溶解后,必要时滤过,滤液中加氨试液数滴,加水使成 25ml,依法检查(通则 0821 第三法),含重金属不得过百万分之五。

【含量测定】 取本品约 0.1g,加甲醇 30ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 14.02mg 的 $C_9H_{18}N_6$ 。

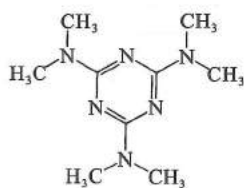
【类别】 消毒防腐药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

六甲蜜胺

Liujiami'an

Altretamine



$C_9H_{18}N_6$ 210.28

本品为 2,4,6-三(二甲氨基)均三嗪。按无水物计算,含 $C_9H_{18}N_6$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭;能升华。

本品在三氯甲烷中易溶,在乙醇中略溶,在水中不溶;在稀盐酸中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 170~174℃。

【鉴别】 (1)取本品约 15mg,加 0.14%碘的石油醚溶液 5ml,溶液颜色由紫色变为红色。

(2)取本品,加无水乙醇制成每 1ml 中含 2μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 227nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品或其升华物的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 692 图)一致。

【检查】 含氮化合物 取本品 0.10g,精密称定,照氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏,以氢氧化钠试液 2ml 与水 10ml 为吸收液,俟燃烧完毕后,充分振摇使吸收完全,加稀硝酸 10ml 后,移入 50ml 纳氏比色管中,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 1.0ml 同法操作制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,

含水分不得过 0.5%。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加冰醋酸与醋酐各 10ml 使溶解,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 21.03mg 的 $C_9H_{18}N_6$ 。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)六甲蜜胺片 (2)六甲蜜胺胶囊

六甲蜜胺片

Liujiami'an Pian

Altretamine Tablets

本品含六甲蜜胺($C_9H_{18}N_6$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于六甲蜜胺 0.1g),加三氯甲烷适量,振摇使六甲蜜胺溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照六甲蜜胺项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(0.9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,用 0.45μm 的滤膜滤过,精密量取续滤液 2ml,置 25ml(50mg 规格)或 50ml(100mg 规格)量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取六甲蜜胺对照品,精密称定,加盐酸溶液(0.9→1000)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4.4μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 241nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于六甲蜜胺 25mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇 35ml,振摇使六甲蜜胺溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇-水(65:35)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取六甲蜜胺对照品约 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 35ml,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇-水(65:35)稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以碳酸铵溶液[取碳酸铵 0.79g,加水 1000ml 使溶解,用甲酸溶液(1→10)或氨溶液(1→10)调节 pH 值至 8.0 ± 0.05]-甲醇(25:75)为流动相;检测波长为 227nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,理论板数按六甲蜜胺峰计算不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同六甲蜜胺。

【规格】 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

六甲蜜胺胶囊

Liujiami'an Jiaonang

Altretamine Capsules

本品含六甲蜜胺($C_9H_{18}N_6$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末。

【鉴别】 取本品的内容物适量(约相当于六甲蜜胺 0.1g),加三氯甲烷适量,振摇使六甲蜜胺溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照六甲蜜胺项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 **溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(0.9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,用 0.45 μ m 的滤膜滤过,精密量取续滤液 2ml,置 25ml(50mg 规格)或 50ml(100mg 规格)或 100ml(200mg 规格)量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取六甲蜜胺对照品,精密称定,加盐酸溶液(0.9→1000)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4.4 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 241nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于六甲蜜胺 0.15g),照六甲蜜胺项下的方法

测定,即得。

【类别】 同六甲蜜胺。

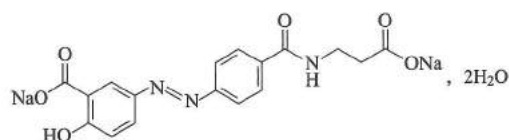
【规格】 (1)50mg (2)100mg (3)200mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

巴柳氮钠

Baliudanna

Balsalazide Disodium



$C_{17}H_{13}N_3Na_2O_6 \cdot 2H_2O$ 437.32

本品为(E)-5-[[4-[(2-羧乙基)氨基甲酰基]苯基]偶氮基]水杨酸二钠盐二水合物。按无水与无溶剂物计算,含 $C_{17}H_{13}N_3Na_2O_6$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为黄色或橙黄色结晶性粉末;无臭,具引湿性。

本品在水中易溶,在甲醇中溶解,在冰醋酸中微溶,在乙醇或三氯甲烷中几乎不溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 261nm 与 357nm 的波长处有最大吸收,在 289nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 **碱度** 取本品 0.10g,加水 30ml 溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.0~9.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(用 0.1mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.8)-甲醇(60:40)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按巴柳氮峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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(1.0%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 精密称取本品 1.0g,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 精密称取无水乙醇适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 30℃,维持 5 分钟,以每分钟 2℃的速率升温至 80℃,再以每分钟 30℃的速率升温至 200℃,维持 5 分钟;检测器温度为 200℃,进样口温度为 180℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 30 分钟。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,乙醇的残留量应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法),含水量分为 8.0%~10.0%。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15μg 的溶液。

对照品溶液 取巴氯芬对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15μg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为 361nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

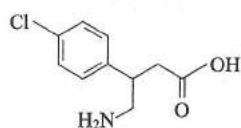
【类别】 炎性肠病治疗药。

【贮藏】 密封保存。

巴 氯 芬

Balüfen

Baclofen



$C_{10}H_{12}ClNO_2$ 213.66

本品为 β -(氨基甲基)-4-氯- α -氢化肉桂酸。按干燥品计算,含 $C_{10}H_{12}ClNO_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中微溶,在甲醇中极微溶解,在三氯甲烷中不溶;在稀酸或稀碱中略溶。

【鉴别】 (1)取有关物质项下的供试品溶液作为供试品溶液;另取巴氯芬对照品适量,加溶剂(取甲醇 75ml 与冰醋酸 10ml,用水稀释至 250ml)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液,作为对照品溶液。照有关物质项下的方法,取上述两种溶液各 10μl 分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.7mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 259nm、266nm 和 275nm 的波长处有最大吸收,在 272nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 701 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 取甲醇 75ml 与冰醋酸 10ml,用水稀释至 250ml。

供试品溶液 取本品,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 8μg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液。

系统适用性溶液 取巴氯芬与杂质 I 对照品各适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含巴氯芬 4mg 和杂质 I 0.04mg 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 2μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以 0.3mol/L 冰醋酸溶液-甲醇-0.36mol/L 戊烷磺酸钠溶液(550:440:20)为流动相;检测波长为 265nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,巴氯芬峰与杂质 I 峰间的分离度应大于 10.0,理论板数按巴氯芬峰计算不低于 1500;灵敏度溶液色谱图中,巴氯芬峰的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 1.0%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),杂质总量不得过 2.0%,小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计(0.05%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查(通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 150mg, 精密称定, 加冰醋酸 20ml 溶解, 照电位滴定法(通则 0701), 用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定, 并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 21.37mg 的 $C_{10}H_{12}ClNO_2$ 。

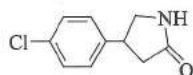
【类别】 中枢性肌肉松弛药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 巴氯芬片

附:

杂质 I



$C_{10}H_{10}ClNO$ 195.65

4-(4-氯苯基)-2-吡咯烷酮

巴 氯 芬 片

Balufen Pian

Baclofen Tablets

本品含巴氯芬($C_{10}H_{12}ClNO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色或着色片。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于巴氯芬 40mg), 置具塞试管中, 精密加入溶剂 10ml, 超声使巴氯芬溶解, 离心 20 分钟, 取上清液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含巴氯芬 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品适量, 精密称定, 加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 80 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液适量, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含巴氯芬 2 μ g 的溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见巴氯芬有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 不得过巴氯芬标示量的

2.0%, 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%), 其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(2.0%), 小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计(0.05%)。

含量均匀度 取本品 1 片, 置具塞试管中, 照含量测定项下的方法测定, 其中对照品溶液浓度稀释成每 1ml 中含 1mg 的溶液, 应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 500ml 为溶出介质, 转速为每分钟 50 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取巴氯芬对照品, 精密称定, 加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取巴氯芬对照品约 40mg, 精密称定, 置具塞试管中, 精密加入溶剂 10ml, 超声使溶解。

溶剂、供试品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同巴氯芬。

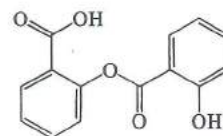
【规格】 10mg

【贮藏】 遮光, 密封保存。

双 水 杨 酯

Shuangshuiyangzhi

Salsalate



$C_{14}H_{10}O_5$ 258.22

本品为 2-羟基苯甲酸-2-羧基苯酯。按干燥品计算, 含 $C_{14}H_{10}O_5$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末, 无臭。

本品在乙醇或乙醚中易溶, 在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 140~146℃。

【鉴别】 取本品约 0.5g, 加氢氧化钠试液 5ml, 煮沸, 显

水杨酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 氯化物 取本品 1.0g,加水 20ml,振摇,滤过,取续滤液 4ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.005%)。

硫酸盐 取氯化物检查项下滤液 5ml,加稀盐酸 1ml 与氯化钡试液 3ml,不得发生浑浊。

游离水杨酸 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 1.0g,加三氯甲烷 20ml 使溶解。

对照品溶液 取水杨酸对照品约 25mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 20ml。

测定法 分别将供试品溶液与对照品溶液置于分液漏斗中,各用硝酸铁溶液[取硝酸铁 1g,加硝酸溶液(0.1→100)溶解,并稀释成 1000ml]提取 4 次,每次 20ml,分取硝酸铁溶液,滤过,置 100ml 量瓶中,并用硝酸铁溶液稀释至刻度,摇匀,在 530nm 的波长处分别测定吸光度。

限度 供试品溶液的吸光度不得大于对照品溶液的吸光度。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取氯化物检查项下滤液 5ml,加硫化钠试液数滴,溶液应不显色。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,加乙醇 40ml 使溶解,加酚酞指示液 0.2ml,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 25.82mg 的 $C_{14}H_{10}O_5$ 。

【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 双水杨酯片

双水杨酯片

Shuangshuiyangzhi Pian

Salsalate Tablets

本品含双水杨酯($C_{14}H_{10}O_5$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于双水杨酯 0.3g),加氢氧化钠试液 5ml,振摇使双水杨酯溶解,滤过,将滤液煮沸,照双水杨酯项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 游离水杨酸 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于双水杨酯

0.3g),精密称定,置分液漏斗中,加三氯甲烷 50ml 使双水杨酯溶解,加 1mol/L 盐酸溶液 2.5ml、水 7.5ml,振摇,分取三氯甲烷层,滤过,并用三氯甲烷 10ml 洗涤,合并三氯甲烷液。

对照品溶液 取水杨酸对照品约 45mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,加三氯甲烷 50ml。

测定法与限度 见双水杨酯游离水杨酸项下。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于双水杨酯 0.3g),加乙醇 40ml,振摇使双水杨酯溶解,加酚酞指示液 0.2ml,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 25.82mg 的 $C_{14}H_{10}O_5$ 。

【类别】 同双水杨酯。

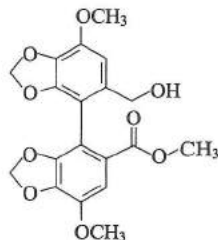
【规格】 0.3g

【贮藏】 遮光,密封保存。

双环醇

Shuanghuanchun

Bicyclol



$C_{19}H_{18}O_9$ 390.34

本品为 4,4'-二甲氧基-5,6,5',6'-双(亚甲二氧基)-2'-羟甲基联苯-2-甲酸甲酯。按干燥品计算,含 $C_{19}H_{18}O_9$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷或丙酮中易溶;在乙腈中溶解;在乙酸乙酯中略溶;在乙醇中微溶;在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)应为 136~140℃。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加变色酸试液 1ml,摇匀,置水浴中加热,即显紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1113 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加乙腈溶解并稀释制成每

1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 200ml 量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取杂质 I 对照品与杂质 II 对照品各适量, 加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中约含杂质 I 1μg 与杂质 II 3μg 的混合溶液。

系统适用性溶液 取双环醇对照品与杂质 I 对照品各适量, 加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含双环醇 20μg 与杂质 I 10μg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (Symmetry C18, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱); 以乙腈-水-醋酸 (55:45:0.01) 为流动相; 检测波长为 228nm; 流速为每分钟 0.5ml; 柱温为 40℃; 进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 双环醇峰的保留时间约为 8 分钟, 双环醇峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中杂质 I 保留时间一致的色谱峰, 其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍 (0.1%), 如有与对照品溶液中杂质 II 保留时间一致的色谱峰, 其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.6 倍 (0.3%), 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.3 倍 (0.15%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积 (0.5%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法 (通则 0861) 测定, 应符合规定。

干燥失重 取本品 1.0g, 在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得过 1.0% (通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查 (通则 0841), 遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查 (通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法 (通则 0512) 测定。

供试品溶液 取本品适量, 精密称定, 加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取双环醇对照品适量, 精密称定, 加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

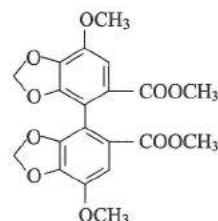
【类别】 肝病用药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 双环醇片

附:

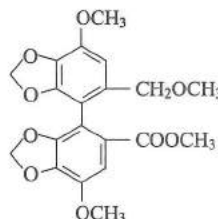
杂质 I (联苯双酯)



$C_{29}H_{18}O_{10}$ 418.36

4,4'-二甲氧基-5,6,5',6'-双(亚甲二氧基)-2,2'-联苯二甲酸二甲酯

杂质 II (甲醚化双环醇)



$C_{20}H_{20}O_9$ 404.37

4,4'-二甲氧基-5,6,5',6'-双(亚甲二氧基)-2'-甲氧亚甲基联苯-2-甲酸甲酯

双环醇片

Shuanghuanchun Pian

Bicyclol Tablets

本品含双环醇 ($C_{19}H_{18}O_9$) 应为标示量的 90.0% ~ 110.0%。

【性状】 本品为白色片或薄膜衣片, 除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1) 取本品细粉适量 (约相当于双环醇 40mg), 加三氯甲烷振摇使双环醇溶解, 滤过, 滤液蒸干后, 残渣加变色酸试液约 1ml, 摇匀, 置水浴中加热, 即显紫色。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3) 取有关物质项下的对照溶液, 用乙腈稀释制成每 1ml 中约含双环醇 5μg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法 (通则 0401) 测定, 在 228nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法 (通则 0512) 测定。

供试品溶液 本品 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量

(约相当于双环醇 25mg), 置 25ml 量瓶中, 加乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见双环醇有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中杂质 I 保留时间一致的色谱峰, 其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.1 倍(0.1%), 如有与对照品溶液中杂质 II 保留时间一致的色谱峰, 其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.3 倍(0.3%), 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.2%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

含量均匀度(25mg 规格) 取本品 1 片, 置 100ml 量瓶中, 加乙醇约 70ml(白色片)或取本品 1 片, 置乳钵中研细, 用乙醇约 50ml 分次研磨并转移至 100ml 量瓶中, 必要时加乙醇约 20ml, 超声使双环醇溶解, 放冷, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液; 另取双环醇对照品 25mg, 精密称定, 加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液, 作为对照品溶液。照含量测定项下的方法, 依法测定, 计算每片的含量, 应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.3% 十二烷基硫酸钠溶液 1000ml 为溶出介质, 转速为每分钟 50 转, 依法操作, 经 30 分钟时(25mg 规格)或 45 分钟时(50mg 规格)取样。

供试品溶液 取溶出液适量, 滤过, 精密量取续滤液适量, 用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含双环醇 25μg 的溶液。

对照品溶液 取双环醇对照品约 25mg, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5ml, 置 100ml 量瓶中, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 278nm 的波长处分别测定吸光度, 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于双环醇 25mg), 置 25ml 量瓶中, 加乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取双环醇对照品适量, 精密称定, 加乙腈溶解并定量稀释成每 1ml 中约含双环醇 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Symmetry C18, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱); 以乙腈-水-醋酸(55:45:0.01)为流动相; 检测波长为

228nm; 进样体积 10μl。

系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法 见双环醇含量测定项下。

【类别】 同双环醇。

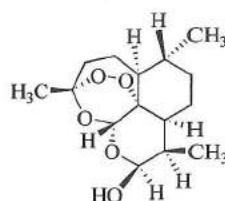
【规格】 (1)25mg (2)50mg

【贮藏】 密封保存。

双氢青蒿素

Shuangqing Qinghaosu

Dihydroartemisinin



$C_{15}H_{24}O_5$ 284.35

本品为(3R,5aS,6R,8aS,9R,10S,12R,12aR)-八氢-3,6,9-三甲基-3,12-桥氧-12H-吡喃并[4,3-j]-1,2-苯并二噻平-10(3H)醇。按干燥品计算, 含 $C_{15}H_{24}O_5$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末或无色针状结晶; 无臭。

本品在丙酮中溶解, 在甲醇或乙醇中略溶, 在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 145~150℃, 熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品, 加甲苯溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取双氢青蒿素对照品适量, 加甲苯溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板, 以石油醚(沸程为 40~60℃)-乙醚(1:1)为展开剂。

测定法 吸取上述两种溶液各 10μl, 分别点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 喷以 2% 香草醛的硫酸乙醇溶液(20→100), 在 85℃ 加热 10~20 分钟至斑点清晰。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 696 图)一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测

定。临用新制。

供试品溶液 取本品 0.25g, 置 25ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声使双氢青蒿素溶解, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 200ml 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液 取双氢青蒿素(出现两个色谱峰)对照品与青蒿素对照品各适量, 加甲醇适量, 超声使溶解并稀释制成每 1ml 中含双氢青蒿素与青蒿素各 1mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(CAPCELL PAK C18 MG II, 4.6mm×100mm, 3μm 或效能相当的色谱柱); 以水为流动相 A, 以乙腈为流动相 B, 按下表进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.6ml; 检测波长为 216nm; 进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	40	60
17	40	60
30	0	100
31	40	60
40	40	60

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 调节流动相比, 使青蒿素色谱峰的保留时间约为 10 分钟, α-双氢青蒿素和 β-双氢青蒿素相对青蒿素的保留时间约为 0.6 和 0.8, 各成分峰间的分离度均应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 大于对照溶液两主峰面积和的 0.5 倍(0.25%)且不大于对照溶液两主峰面积和(0.5%)的杂质峰个数不得多于 1 个, 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液两主峰面积和的 0.5 倍(0.25%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两主峰面积和的 2 倍(1.0%), 小于对照溶液两主峰面积和 0.1 倍的色谱峰忽略不计。

干燥失重 取本品, 置五氧化二磷干燥器中减压干燥至恒重, 减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查(通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量, 精密称定, 加二甲基亚砷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液。

对照品溶液 取双氢青蒿素对照品适量, 精密称定, 加二甲基亚砷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液。

系统适用性溶液 取双氢青蒿素对照品与青蒿素对照品各适量, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含双氢青蒿素

与青蒿素各 1mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(CAPCELL PAK C18 MG II, 4.6mm×100mm, 3μm 或效能相当的色谱柱); 以乙腈-水(60:40)为流动相; 流速为每分钟 0.6ml; 检测波长为 216nm; 系统适用性溶液进样体积 20μl, 其他溶液进样体积 5μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 双氢青蒿素呈现两个色谱峰, 各成分峰间的分离度均应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以双氢青蒿素峰面积计算(若双氢青蒿素出现两个色谱峰, 则以双氢青蒿素两峰面积的和计算)。

【类别】 抗疟药。

【贮藏】 遮光, 密封, 在阴凉处保存。

【制剂】 双氢青蒿素片

双氢青蒿素片

Shuangqing Qinghaosu Pian

Dihydroartemisinin Tablets

本品含双氢青蒿素(C₁₅H₂₂O₅)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于双氢青蒿素 20mg), 加无水乙醇 2ml 使双氢青蒿素溶解, 滤过, 滤液中加碘化钾试液 2ml 与稀硫酸 4ml, 摇匀, 加淀粉指示液数滴, 溶液即显蓝紫色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于双氢青蒿素 20mg), 加二氯甲烷 10ml, 振摇, 使双氢青蒿素溶解, 滤过, 滤液蒸发至约 2ml。

对照品溶液 取双氢青蒿素对照品适量, 加二氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板, 以甲苯-丙酮-冰醋酸(90:10:2)为展开剂。

测定法 吸取上述两种溶液各 10μl, 分别点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 喷以 2%香草醛硫酸溶液。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于双氢青蒿素 0.25g), 置 25ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声使双氢青蒿素溶解, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 200ml 量瓶中,

用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见双氢青蒿素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液两主峰面积的和(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两主峰面积和的4倍(2.0%),小于对照溶液两主峰面积和0.1倍的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以0.15%氢氧化钠溶液-乙醇(4:1)250ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经30分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液5ml,滤过,精密量取续滤液2ml,置10ml量瓶中,用2%氢氧化钠溶液稀释至刻度。

对照品溶液 取双氢青蒿素对照品适量,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释成每1ml中含0.4mg的溶液,放置2小时以上,精密量取2ml,置10ml量瓶中,用0.15%氢氧化钠溶液稀释至刻度,置37℃保温30分钟,再精密量取2ml,置10ml量瓶中,用2%氢氧化钠溶液稀释至刻度。

测定法 将供试品溶液与对照品溶液置60℃恒温水浴中反应30分钟,同时取出,迅速放冷,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在241nm的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于双氢青蒿素25mg),置50ml量瓶中,加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取双氢青蒿素对照品约25mg,精密称定,置50ml量瓶中,加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见双氢青蒿素含量测定项下。

【类别】 同双氢青蒿素。

【规格】 20mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

双氢青蒿素哌喹片

Shuangqingqinghaosu Paikui Pian

Dihydroartemisinin and Piperaquine

Phosphate Tablets

本品每片中含双氢青蒿素($C_{15}H_{24}O_5$)应为标示量的90.0%~110.0%;含磷酸哌喹($C_{29}H_{32}Cl_2N_6 \cdot 4H_3PO_4$)应为

标示量的93.0%~107.0%。

【处方】

双氢青蒿素	40g
磷酸哌喹	320g
辅料	适量
制成	1000片

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显类白色至淡黄色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于磷酸哌喹0.1g),加水10ml,超声10分钟,滤过。取滤液5ml,加氨试液2ml,摇匀,滤过,滤液加硝酸2ml,摇匀,加钼酸铵试液3ml,产生黄色沉淀,沉淀能在氨试液中溶解。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于双氢青蒿素10mg),加80%乙醇溶液5ml,超声使双氢青蒿素溶解,滤过,取续滤液。

对照品溶液(1) 取磷酸哌喹对照品80mg,加80%乙醇溶液5ml溶解(必要时超声使溶解)。

对照品溶液(2) 取双氢青蒿素对照品10mg,加80%乙醇溶液5ml溶解(必要时超声使溶解)。

色谱条件 采用硅胶GF₂₅₄薄层板,以二氯甲烷-甲苯-二甲胺(5:4:2)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各5μl,分别点于同一薄层板上,薄层板预饱和20分钟后展开,取出,晾干,立即在紫外光灯(254nm)下检视,再喷以2%香草醛的硫酸乙醇溶液[取香草醛2g,加硫酸-乙醇(20→100)混合液100ml使溶解,即得],85℃加热10~20分钟至斑点显色。

结果判定 在紫外光灯(254nm)下检视,供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液(1)主斑点一致;显色后,供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液(2)主斑点一致。

(3)在双氢青蒿素与磷酸哌喹含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 I 照薄层色谱法(通则 0502)试验。临用新制。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于双氢青蒿素0.2g),置25ml具塞锥形瓶中,精密加二氯甲烷10ml,振摇使溶解,离心,取上清液用0.45μm滤膜滤过,取续滤液。

对照溶液(1) 精密量取供试品溶液1.5ml,置50ml量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度。

对照溶液(2) 精密量取对照溶液(1)5ml,置100ml量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度。

系统适用性溶液 取双氢青蒿素对照品与青蒿素对照品各适量,加二氯甲烷溶解并稀释制成每1ml中含双氢青蒿素20mg与青蒿素0.1mg的混合溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以甲苯-丙酮-冰醋酸(90:10:2)为展开剂。

测定法 吸取上述四种溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开 15cm 以上,取出,晾干,喷以 2%香草醛的硫酸乙醇溶液,在 85℃加热 10~20 分钟至斑点显色清晰。

系统适用性要求 系统适用性溶液中,双氢青蒿素与青蒿素应显清晰分离的斑点,对照溶液(2)应显单一清晰斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,不得多于 2 个;其中与对照溶液(1)主斑点颜色相同的杂质斑点,不得多于 1 个,且与对照溶液(1)的主斑点比较,不得更深(3.0%)。

有关物质 II 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于磷酸哌嗪 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 3ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%三氯乙酸溶液-磷酸(20:80:0.035)为流动相;检测波长为 349nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按磷酸哌嗪峰计算不低于 1000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(3.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)500ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

双氢青蒿素 供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取双氢青蒿素对照品适量,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液,摇匀,精密量取 2ml,置 10ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,于 37℃保温 45 分钟,放冷。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 磷酸氢二钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.4)-乙腈(65:35)为流动相;检测波长为 237nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按双氢青蒿素峰计算不低于 3000,双氢青蒿素两峰之间的分离度应大于 2.0。

测定法 分别精密量取供试品溶液与对照品溶液各 5ml,置 25ml 量瓶中,用 3.6%氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,置 60℃水浴中反应 30 分钟,取出,放冷,精密加磷酸 0.7ml,摇匀,用 0.45 μ m 滤膜滤过,取续滤液。照高效液相色谱法(通则 0512),在 2 小时内分别注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以双氢青蒿素两峰面积的和计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

磷酸哌嗪 供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 1ml,置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取磷酸哌嗪对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 12.8 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 345nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 双氢青蒿素 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,取适量(约相当于双氢青蒿素 25mg),精密称定,置 25ml 量瓶中,加乙腈-水(6:4)超声使溶解,放冷,用乙腈-水(6:4)稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照品溶液 取双氢青蒿素对照品约 25mg,精密称定,加乙腈-水(6:4)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取双氢青蒿素对照品与青蒿素对照品各适量,加乙腈-水(8:2)超声使溶解并稀释制成每 1ml 中含双氢青蒿素与青蒿素各 1mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(YMC-Pack ODS-AQ, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m 或效能相当的色谱柱);以乙腈-水(60:40)为流动相;检测波长为 216nm,进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为 α -双氢青蒿素、 β -双氢青蒿素与青蒿素,与青蒿素峰(保留时间约为 10 分钟)相比, α -双氢青蒿素的相对保留时间约为 0.6,青蒿素与相邻双氢青蒿素峰之间的分离度应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以双氢青蒿素两个峰面积的和计算。

磷酸哌嗪 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定双氢青蒿素项下的细粉适量(约相当于磷酸哌嗪 250mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取磷酸哌嗪对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含磷酸哌嗪 25 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质 II 项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗疟药。

【贮藏】 遮光,密封,阴凉干燥处保存。

双 唑 泰 栓

Shuangzuotai Shuan

Metronidazole, Clotrimazole and Chlorhexidine
Acetate Suppositories

本品含甲硝唑($C_6H_9N_3O_3$)与克霉唑($C_{22}H_{17}ClN_2$)均应为标示量的 90.0%~110.0%;含醋酸氯己定($C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_2H_4O_2$)应为标示量的 85.0%~115.0%。

【处方】

甲硝唑	200g
克霉唑	160g
醋酸氯己定	8g
羊毛脂	适量
石蜡	适量
半合成脂肪酸甘油酯	适量

制成 1000 粒

【性状】 本品为类白色至乳黄色栓剂。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于甲硝唑 0.1g),加氢氧化钠试液 8ml,温热使溶解,溶液显紫红色,放冷,加乙醚 8ml,振摇提取,分取水层,加稀盐酸使成酸性后,溶液即变成黄色,再滴加过量的氢氧化钠试液则变成橙红色。

(2)取鉴别(1)项下的乙醚层,加 1%溴化十六烷基三甲胺溶液 5ml,加溴试液与氢氧化钠试液各 1ml,振摇放置,水层显红色。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中各主峰的保留时间应与对照品溶液相应主峰的保留时间一致。

【检查】 应符合栓剂项下有关的各项规定(通则 0107)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 粒,精密称定,置小烧杯中,置 70~80℃水浴上温热熔融,在不断搅拌下冷却至室温,精密称取适量(约相当于甲硝唑 20mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇-水(70:30)约 70ml,置 70~80℃水浴中剧烈振摇约 10 分钟,再置 70~80℃水浴中超声振摇使供试品溶解,放冷,用甲醇-水(70:30)稀释至刻度,摇匀,置冰浴中冷却 2 小时,取出迅速滤过,续滤液放至室温。

对照品溶液 取甲硝唑对照品、克霉唑对照品与醋酸氯己定对照品各适量,精密称定,加甲醇-水(70:30)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含甲硝唑 200μg、克霉唑 160μg 与醋酸氯己定 8μg 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-三乙胺(70:30:0.3)(含庚烷磺酸钠 10mmol/L,用磷酸调节 pH 值至 4.0)为流动相;检测波长为 260nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按克霉唑峰计算不低于 2500,甲硝唑峰、克霉唑峰与氯己定峰之间的分离度均应符合

要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

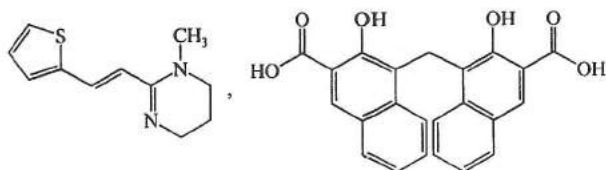
【类别】 抗菌药。

【贮藏】 遮光,密封,在 30℃以下保存。

双羟萘酸噻嘧啶

Shuangqiangnaisuan Saimiding

Pyrantel Pamoate

 $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$ 594.68

本品为(E)-1,4,5,6-四氢-1-甲基-2-[2-(2-噻吩基)乙烯基]嘧啶-4,4'-亚甲基-双[3-羟基-2-萘甲酸盐]。按干燥品计算,含 $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为淡黄色粉末;无臭。

本品在 N,N-二甲基甲酰胺中略溶,在乙醇中极微溶解,在水中几乎不溶。

吸收系数 避光操作。取本品约 20mg,精密称定,加二氧六环-0.1%浓氨溶液(1:1)8ml 使溶解,用盐酸溶液(9→1000)稀释至 100ml,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,用盐酸溶液(9→1000)稀释至 50ml,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 311nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 302~324。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加二氧六环-0.1%浓氨溶液(1:1)5ml 溶解后,加稀盐酸 2ml,即生成黄色沉淀。

(2)取本品约 20mg,加硫酸 1ml,振摇,溶液即显红色。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中噻嘧啶峰和双羟萘酸峰的保留时间应与对照品溶液中噻嘧啶峰和双羟萘酸峰的保留时间一致。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 51 图)一致。

【检查】 含氯化物 取本品 25mg,照氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏,以 0.4%氢氧化钠溶液 10ml 为吸收液,俟生成的烟雾完全吸入吸收液后,照氯化物检查法(通则 0801)检查,与标准氯化钠溶液 3.5ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.14%)。

双羟萘酸 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见含量测定项下。

对照品溶液 取经 60℃减压干燥 3 小时的双羟萘酸对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 52μg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积(干燥品)计算。

限度 含双羟萘酸应为 63.4%~67.3%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作,临用新制。

供试品溶液 取本品 80mg,置 100ml 量瓶中,加冰醋酸-水-二乙胺(5:5:2)混合溶剂 7ml,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取含量测定项下的供试品溶液 10ml,于 2000lx 条件下光照 24 小时。

色谱条件 用硅胶为填充剂;乙腈-水-醋酸-二乙胺(92.8:3:3:1.2)为流动相;检测波长为 288nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,紧邻噻嘧啶峰后的杂质峰相对保留时间约为 1.3,噻嘧啶峰与该杂质峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至噻嘧啶色谱峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821第二法),含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作,临用新制。

供试品溶液 取本品约 20mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取双羟萘酸噻嘧啶对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 80 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以噻嘧啶峰面积计算。

【类别】 驱肠虫药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)双羟萘酸噻嘧啶片 (2)双羟萘酸噻嘧啶颗粒

双羟萘酸噻嘧啶片

Shuangqiangnaisuan Saimiding Pian

Pyrantel Pamoate Tablets

本品含双羟萘酸噻嘧啶($C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为淡黄色片。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于双羟萘酸噻嘧啶 40mg),加二氧六环-0.1%浓氨溶液(1:1)20ml 使双羟萘酸噻嘧啶溶解后,滤过;取滤液 5ml,加稀盐酸 2ml,即生成黄色沉淀;另取滤液 10ml,蒸干,残渣中加硫酸 1ml,振摇,溶液即显红色。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于双羟萘酸噻嘧啶 20mg),置 100ml 棕色量瓶中,加二氧六环-0.1%浓氨溶液(1:1)8ml,振摇使双羟萘酸噻嘧啶溶解,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 棕色量瓶中,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 311nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 313 计算。

【类别】 同双羟萘酸噻嘧啶。

【规格】 0.3g

【贮藏】 遮光,密封保存。

双羟萘酸噻嘧啶颗粒

Shuangqiangnaisuan Saimiding Keli

Pyrantel Pamoate Granules

本品含双羟萘酸噻嘧啶($C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为淡黄色粉末或细粒。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量,照双羟萘酸噻嘧啶项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 311nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。避光操作。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀。精密称取适量(约相当于双羟萘酸噻嘧啶 20mg),置 100ml 棕色量瓶中,加二氧六环-0.1%浓氨溶液(1:1)8ml,振摇使双羟萘酸噻嘧啶溶解,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀,滤过,

精密量取续滤液 5ml, 置 50ml 棕色量瓶中, 用盐酸溶液 (9→1000) 稀释至刻度, 摇匀。

测定法 取供试品溶液, 在 311nm 的波长处测定吸光度, 按 $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$ 的吸收系数 ($E_{1cm}^{1\%}$) 为 313 计算。

【类别】 同双羟萘酸噻嘧啶。

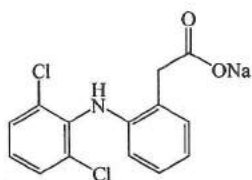
【规格】 每 1g 含双羟萘酸噻嘧啶 0.15g

【贮藏】 遮光, 密封, 在干燥处保存。

双氯芬酸钠

Shuanglǚfensuānnà

Diclofenac Sodium



$C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ 318.13

本品为 2-[(2,6-二氯苯基)氨基]-苯乙酸钠。按干燥品计算, 含 $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末; 有刺鼻感与引湿性。

本品在乙醇中易溶, 在水中略溶, 在三氯甲烷中不溶。

【鉴别】 (1) 取本品, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 $20\mu g$ 的溶液, 照紫外-可见分光光度法 (通则 0401) 测定, 在 276nm 的波长处有最大吸收。

(2) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱 (光谱集 53 图) 一致。

(3) 取本品约 50mg, 加碳酸钠 0.2g, 混匀, 炽灼至炭化, 放冷, 加水 5ml, 煮沸, 滤过, 滤液显氯化物鉴别 (1) 的反应 (通则 0301)。

(4) 本品炽灼后, 显钠盐的鉴别反应 (通则 0301)。

【检查】 **酸碱度** 取本品 0.50g, 加水 50ml 溶解后, 依法测定 (通则 0631), pH 值应为 6.5~7.5。

乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50g, 加乙醇 10ml 使溶解, 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液 (通则 0902 第一法) 比较, 不得更浓; 如显色, 与 3 号黄色标准比色液 (通则 0901 第一法) 比较, 不得更深。

氯化物 取本品 0.50g, 加水 48ml 使溶解, 滴加稀硝酸 2ml, 充分搅拌均匀, 滤过, 取续滤液 25ml, 依法检查 (通则 0801), 如有浑浊, 与标准氯化钠溶液 5ml 制成的对照液比较, 不得更浓 (0.02%)。

有关物质 照高效液相色谱法 (通则 0512) 测定。

供试品溶液 取本品, 加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量, 用甲醇定量稀释

成每 1ml 中约含 $2\mu g$ 的溶液。

系统适用性溶液 取双氯芬酸钠适量, 加水溶解并制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液, 将溶液暴露于紫外光灯 (254nm) 下照射 15 分钟。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-4%冰醋酸溶液 (65:35) 为流动相; 检测波长为 254nm; 进样体积 $20\mu l$ 。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 双氯芬酸峰与其相对保留时间约 0.8 处杂质峰之间的分离度应大于 6.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积 (0.2%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍 (0.5%)。

干燥失重 取本品, 在 $105^{\circ}C$ 干燥至恒重, 减失重量不得过 1.0% (通则 0831)。

重金属 取本品 2.0g, 加水 45ml, 微热溶解后, 缓缓加稀盐酸 5ml, 边加边搅拌, 滤过, 取滤液 25ml, 依法检查 (通则 0821), 含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.25g, 精密称定, 加冰醋酸 40ml 溶解, 照电位滴定法 (通则 0701), 用高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 滴定, 并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 相当于 31.81mg 的 $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ 。

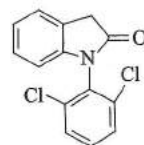
【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

【制剂】 (1) 双氯芬酸钠肠溶片 (2) 双氯芬酸钠肠溶胶囊 (3) 双氯芬酸钠栓 (4) 双氯芬酸钠搽剂 (5) 双氯芬酸钠滴眼液

附:

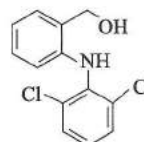
杂质 I



$C_{14}H_9Cl_2NO$ 278.13

1-(2,6-二氯苯基)-1,3-二氢-2H-吡啶-2-酮

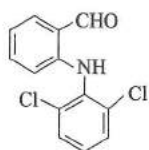
杂质 II



$C_{13}H_{11}Cl_2NO$ 268.14

2-(2,6-二氯苯基)苯甲醇

杂质Ⅲ

C₁₃H₈Cl₂NO 266.12

2-(2,6-二氯苯氨基)苯甲醛

双氯芬酸钠肠溶片

Shuanglǚfensuanna Changrongpian

Diclofenac Sodium Enteric-coated Tablets

本品含双氯芬酸钠(C₁₄H₁₀Cl₂NNaO₂)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为肠溶片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉，加水溶解并稀释制成每1ml中含双氯芬酸钠20μg的溶液，滤过，取滤液照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定，在276nm的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于双氯芬酸钠50mg)，精密称定，置50ml量瓶中，加甲醇适量，超声使双氯芬酸钠溶解，放冷，用甲醇稀释至刻度，摇匀，离心，取上清液。

对照溶液 取邻苯二甲酸二乙酯5mg，置200ml量瓶中，精密加供试品溶液1ml，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见双氯芬酸钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，除邻苯二甲酸二乙酯峰和其之前的色谱峰外，在相对双氯芬酸钠峰保留时间1.2~1.3处的杂质峰(杂质Ⅲ)，其峰面积乘以0.5后不得大于对照溶液中双氯芬酸钠峰面积(0.5%)，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中双氯芬酸钠峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和(杂质Ⅲ按校正后的峰面积计算)不得大于对照溶液双氯芬酸钠峰面积的2倍(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则0931 第一方法2)测定。

酸中溶出量 溶出条件 以0.1mol/L盐酸溶液1000ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经2小时时取样。

供试品溶液 取溶出液适量，滤过，取续滤液。

对照品贮备溶液 取双氯芬酸钠对照品25mg，精密称定，置100ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 精密量取对照品贮备溶液2ml，置100ml

量瓶中，用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，照紫外-可见分光光度法(通则0401)，在276nm的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。

限度 应符合规定。

缓冲液中溶出量 溶出条件 取酸中溶出量项下2小时后的转篮，随即浸入预热至37.0℃的磷酸盐缓冲液(pH 6.8)1000ml中，转速为每分钟100转，依法操作，经45分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml(25mg规格)或20ml(50mg规格)量瓶中，用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 精密量取酸中溶出量项下的对照品贮备溶液5ml，置100ml量瓶中，用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度，摇匀。

测定法 见酸中溶出量项下。

限度 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品5片，置100ml量瓶中，加70%甲醇适量，超声使双氯芬酸钠溶解，放冷，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，离心，精密量取上清液适量，用70%甲醇定量稀释制成每1ml中约含0.25mg的溶液。

对照品溶液 取双氯芬酸钠对照品，精密称定，加70%甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.25mg的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-4%冰醋酸溶液(70:30)为流动相；检测波长为276nm；系统适用性溶液进样体积20μl，其他溶液进样体积10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，双氯芬酸钠峰与其相对保留时间约0.8处杂质峰之间的分离度应大于4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同双氯芬酸钠。

【规格】 (1)25mg (2)50mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

双氯芬酸钠肠溶胶囊

Shuanglǚfensuanna Changrongjiaonang

Diclofenac Sodium Enteric Capsules

本品含双氯芬酸钠(C₁₄H₁₀Cl₂NNaO₂)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色球形小丸。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于双氯芬酸钠 0.1g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使双氯芬酸钠溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照溶液 取邻苯二甲酸二乙酯 5mg,置 200ml 量瓶中,精密加供试品溶液 1ml,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见双氯芬酸钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除邻苯二甲酸二乙酯峰和其之前的色谱峰外,在相对双氯芬酸钠峰保留时间 1.2~1.3 处的杂质峰(杂质Ⅲ),其峰面积乘以 0.5 后不得大于对照溶液中双氯芬酸钠峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中双氯芬酸钠峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和(杂质Ⅲ按校正后的峰面积计算)不得大于对照溶液中双氯芬酸钠峰面积的 2 倍(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一方法 1)测定。

酸中溶出量 溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 750ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 2 小时时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液。

对照品贮备溶液 取双氯芬酸钠对照品 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 精密量取对照品贮备溶液 5ml,置 200ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算每粒的溶出量。

限度 应小于标示量的 10%。

缓冲液中溶出量 溶出条件 在酸中溶出量项下 2 小时后的溶液后立即加入预热至 37 \pm 0.5 $^{\circ}$ C 的 0.2mol/L 磷酸钠溶液 250ml,混匀(必要时用 2mol/L 的氢氧化钠溶液或 2mol/L 的盐酸溶液调节 pH 值至 6.8),转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 精密量取酸中溶出量项下的对照品贮备溶液 5ml,置 20ml 量瓶中,用溶出介质(0.1mol/L 盐酸溶液和 0.2mol/L 磷酸钠溶液,按 3:1 混合均匀,必要时用 2mol/L 的氢氧化钠溶液或 2mol/L 的盐酸溶液调节 pH 值至 6.8)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法

见酸中溶出量项下。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,研细,精密称取细粉适量(约相当于双氯芬酸钠 25mg),置 100ml 量瓶中,加 70%甲醇适量,超声使双氯芬酸钠溶解,放冷,用 70%甲醇稀释至刻度,混匀,离心,取上清液。

对照品溶液 取双氯芬酸钠对照品适量,精密称定,加 70%甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-4%冰醋酸溶液(70:30)为流动相;检测波长为 276nm;系统适用性溶液进样体积 20 μ l,其他溶液进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,双氯芬酸钠峰与其相对保留时间约 0.8 处杂质峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同双氯芬酸钠。

【规格】 50mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

双氯芬酸钠栓

Shuanglüfensuanna Shuan

Diclofenac Sodium Suppositories

本品含双氯芬酸钠($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色至淡黄色的栓剂。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于双氯芬酸钠 50mg),加乙醇 2ml,水浴加热使溶解,放冷,待基质凝固后,滤过,滤液蒸干,取残渣适量,加水使成糊状,用铜片蘸取少量,在无色火焰中燃烧,火焰边缘应显绿色。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 282nm 的波长处有最大吸收,在 250nm 的波长处有最小吸收。

(3)取鉴别(1)项下的残渣适量,炽灼后显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 应符合栓剂项下有关的各项规定(通则 0107)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 粒,精密称定,水浴温热融化,在不断搅拌下放冷,精密称取适量(约相当于双氯芬酸钠 50mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,在 50~60 $^{\circ}$ C 水浴中振摇使溶解后,放冷,加水至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液

5ml,置分液漏斗中,精密加水 20ml,摇匀,加石油醚(60~90℃)20ml,振摇,静置使分层,取水层,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用 50%乙醇稀释至刻度。

测定法 取供试品溶液,在 282nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 415 计算。

【类别】 同双氯芬酸钠。

【规格】 (1)12.5mg (2)50mg

【贮藏】 避光,密闭,在 30℃以下保存。

双氯芬酸钠搽剂

Shuanglǔfensuanna Chaji

Diclofenac Sodium Liniment

本品含双氯芬酸钠($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄清液体。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 284nm 的波长处有最大吸收,在 251nm 的波长处有最小吸收。

(2)取本品适量(约相当于双氯芬酸钠 50mg),置水浴上蒸干,加碳酸钠 0.2g,混匀,直火加热至完全炭化,放冷,加水 5ml,煮沸,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 颜色 取本品,与黄色 4 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

乙醇量 应为 45.0%~55.0%(通则 0711)。

其他 应符合搽剂项下有关的各项规定(通则 0119)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于双氯芬酸钠 30mg),置 50ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取双氯芬酸钠对照品适量,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含双氯芬酸钠 12μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 284nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同双氯芬酸钠。

【规格】 0.1%

【贮藏】 遮光,密闭,阴凉处保存。

双氯芬酸钠滴眼液

Shuanglǔfensuanna Diyanye

Diclofenac Sodium Eye Drops

本品含双氯芬酸钠($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)应为标示量的

90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色或微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品,用水稀释制成每 1ml 中含 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 276nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 pH 值 应为 7.0~9.0(通则 0631)。

溶液的颜色 取本品,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 420nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.06。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见双氯芬酸钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,在相对双氯芬酸钠峰保留时间 1.2~1.3 处的杂质峰(双氯芬酸钠杂质Ⅲ),其峰面积乘以 0.5 后不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和(杂质Ⅲ按校正后的峰面积计算)不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

苯扎氯铵(处方中含苯扎氯铵时检查该项目) 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 5 瓶,混匀,精密量取 5ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取苯扎氯铵对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-5mmol/L 醋酸铵溶液(含 1%三乙胺,用冰醋酸调节 pH 值至 5.0±0.5)(65:35)为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 苯扎氯铵 C12 峰与 C14 峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

限度 每 1ml 中含苯扎氯铵不得过 0.12mg。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(通则 0632),渗透压摩尔浓度比应为 0.9~1.1。

无菌 取本品,用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液 200ml 稀释后,经薄膜过滤法处理,用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液分次冲洗(每膜不少于 200ml),以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合眼用制剂项下有关的各项规定(通则 0105)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 5 瓶,混匀,精密量取 5ml,置

25ml 量瓶中,用 70% 甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取双氯芬酸钠对照品适量,精密称定,加 70% 甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-4% 冰醋酸溶液(70:30)为流动相;检测波长为 276nm;系统适用性溶液进样体积 20 μ l,其他溶液进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,双氯芬酸峰与其相对保留时间约 0.8 处杂质峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同双氯芬酸钠。

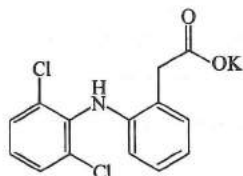
【规格】 5ml:5mg

【贮藏】 密闭,在干燥处保存。

双氯芬酸钾

Shuanglüfensuanjia

Diclofenac Potassium



$C_{14}H_{10}Cl_2KNO_2$ 334.24

本品为 2-[(2,6-二氯苯基)氨基]苯乙酸钾。按干燥品计算,含 $C_{14}H_{10}Cl_2KNO_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色的结晶性粉末;有刺鼻感与引湿性。

本品在甲醇中易溶,在乙醇中溶解,在丙酮中微溶,在三氯甲烷中不溶;在冰醋酸中溶解。

【鉴别】 (1)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 698 图)一致。

(2)取本品约 50mg,加碳酸钠 0.2g,混匀,加热至炭化,放冷,加水 5ml,搅拌,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

(3)本品显钾盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 **酸碱度** 取本品 0.20g,加水 20ml 溶解,依法检查(通则 0631),pH 值应为 6.5~8.0。

甲醇溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加甲醇 20ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓。取此溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 440nm 的波长处测定吸光度,不得大

于 0.05。

氯化物 取本品 0.50g,加水 48ml,微温使溶解,放冷,缓缓加入稀硝酸 2ml,边加边搅拌,滤过,取续滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照溶液比较,不得更深(0.02%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取双氯芬酸钾适量,用水溶解并制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,将溶液暴露于紫外光灯(254nm)下照射 15 分钟。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-4% 冰醋酸溶液(65:35)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,双氯芬酸峰与其相对保留时间约 0.8 处杂质峰之间的分离度应大于 6.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%)。

干燥失重 取本品,置 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

重金属 取本品 2.0g,加水 45ml,微温使溶解,放冷,缓缓加入稀盐酸 5ml,边加边搅拌,滤过,取续滤液 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品 0.25g,精密称定,加冰醋酸 40ml 溶解,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正,即得。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 33.42mg 的 $C_{14}H_{10}Cl_2KNO_2$ 。

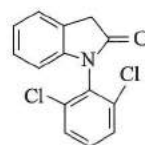
【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)双氯芬酸钾片 (2)双氯芬酸钾胶囊

附:

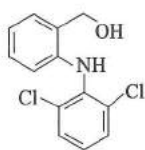
杂质 I



$C_{14}H_9Cl_2NO$ 278.13

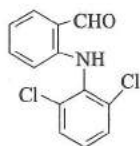
1-(2,6-二氯苯基)-1,3-二氢-2H-咪唑-2-酮

杂质Ⅱ


 $C_{13}H_{11}Cl_2NO$ 268.14

2-(2,6-二氯苯氨基)苯甲醇

杂质Ⅲ


 $C_{13}H_8Cl_2NO$ 266.12

2-(2,6-二氯苯氨基)苯甲醛

双氯芬酸钾片

Shuanglǔfensuanjia Pian

Diclofenac Potassium Tablets

本品含双氯芬酸钾($C_{14}H_{10}Cl_2KNO_2$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片或糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显白色。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于双氯芬酸钾 25mg)，置 25ml 量瓶中，加甲醇适量，超声使溶解，放冷，用甲醇稀释至刻度，摇匀，离心，取上清液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量，用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见双氯芬酸钾有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，在相对双氯芬酸峰保留时间 1.2~1.3 处的杂质峰(杂质Ⅲ)，其峰面积乘以 0.5 后不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和(杂质Ⅲ按校正后的峰面积计算)不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

含量均匀度(12.5mg 规格) 取本品 1 片，置 50ml 量瓶中，加 70% 甲醇溶液适量，超声使溶解，放冷，用 70% 甲醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定，应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)

测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml，滤过，取续滤液(12.5mg 规格)；或精密量取续滤液 5ml，置 10ml(25mg 规格)或 20ml(50mg 规格)量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取双氯芬酸钾对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 14 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 276nm 的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片，除去包衣(薄膜衣片可不除去包衣)，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于双氯芬酸钾 25mg)，置 100ml 量瓶中，加 70% 甲醇溶液适量，超声使双氯芬酸钾溶解，放冷，用 70% 溶液甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取双氯芬酸钾对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-4%冰醋酸溶液(70:30)为流动相；检测波长为 276nm；系统适用性溶液进样体积 20 μ l，其他溶液进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，双氯芬酸峰与其相对保留时间约 0.8 处杂质峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同双氯芬酸钾。

【规格】 (1)12.5mg (2)25mg (3)50mg

【贮藏】 密封，在干燥处保存。

双氯芬酸钾胶囊

Shuanglǔfensuanjia Jiaonang

Diclofenac Potassium Capsules

本品含双氯芬酸钾($C_{14}H_{10}Cl_2KNO_2$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容为白色至类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的内容物适量(约相当于双氯芬酸钾 25mg),置 25ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见双氯芬酸钾有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,在相对双氯芬酸峰保留时间 1.2~1.3 处的杂质峰(杂质Ⅲ),其峰面积乘以 0.5 后不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和(杂质Ⅲ按校正后的峰面积计算)不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 10ml(25mg 规格)或 20ml(50mg 规格)量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取双氯芬酸钾对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 14 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 276nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于双氯芬酸钾 25mg),置 100ml 量瓶中,加 70% 甲醇溶液适量,超声使双氯芬酸钾溶解,放冷,用 70% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取双氯芬酸钾对照品适量,精密称定,加 70% 甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-4%冰醋酸溶液(70:30)为流动相;检测波长为 276nm;系统适用性溶液进样体积 20 μ l,其他溶液进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,双氯芬酸峰与其相对保留时间约 0.8 处杂质峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同双氯芬酸钾。

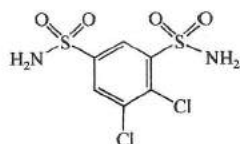
【规格】 (1)25mg (2)50mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

双氯非那胺

Shuanglǜfēina'ān

Diclofenamide



$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$ 305.15

本品为 4,5-二氯间苯二磺酰胺。按干燥品计算,含 $C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;几乎无臭。

本品在乙醇中溶解,在水或三氯甲烷中几乎不溶;在碱性溶液中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 238~242℃。

【鉴别】 (1)取本品少许,加碳酸钠或氢氧化钠适量,小火熔融,发生的气体能使湿润的红色石蕊试纸变蓝色;继续加热灰化后,残渣应显氯化物与硫酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

(2)取本品,加 0.4% 氢氧化钠溶液制成每 1ml 中含 0.10mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 284nm 与 294nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 54 图)一致。

【检查】碱性溶液的澄清度 取本品 1.0g,加氢氧化钠试液 10ml 溶解后,溶液应澄清。

氯化物 取本品 0.25g,加水 25ml,振摇 5 分钟,滤过,取滤液依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.028%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 40 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取无水磷酸氢二钠 5.68g 与磷酸二氢钠 5.52g,加水 1000ml 使溶解)-乙腈(1:1)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中,主峰的保留时间约为 7 分钟。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(2.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第三法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,照氮测定法(通则 0704 第一法)测定。每 1ml 硫酸滴定液(0.05mol/L)相当于 15.26mg 的 $C_6H_5Cl_2N_2O_4S_2$ 。

【类别】 碳酸酐酶抑制药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 双氯非那胺片

双氯非那胺片

Shuanglüfeina'an Pian

Diclofenamide Tablets

本品含双氯非那胺($C_6H_5Cl_2N_2O_4S_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于双氯非那胺 0.2g),照双氯非那胺项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 284nm 与 294nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于双氯非那胺 50mg),置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液 50ml,充分振摇使双氯非那胺溶解,用 0.4% 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 20ml,置另一 100ml 量瓶中,用 0.4% 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 284nm 的波长处测定吸光度,按 $C_6H_5Cl_2N_2O_4S_2$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 43.4 计算。

【类别】 同双氯非那胺。

【规格】 25mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

本品为 2,2',2'',2'''-[4,8-二嘧啶基嘧啶并[5,4-d]嘧啶-2,6-二基]双(2-羟基乙基)-四乙醇。按干燥品计算,含 $C_{24}H_{40}N_8O_4$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为黄色结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在乙醇中溶解,在丙酮中微溶,在水中几乎不溶;在稀酸中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 162~168℃。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加乙醇使溶解,即显绿色荧光,加酸后荧光消失。

(2)取本品约 10mg,加稀盐酸 2ml 使溶解,滴加 1% 铬酸钾溶液,即显红紫色;振摇后红紫色消退,加过量 1% 铬酸钾溶液,红紫色不复现。

(3)取本品,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 283nm 的波长处有最大吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 557 图)一致。

【检查】 含氯化物 取本品约 20mg,照氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏,以 0.4% 氢氧化钠溶液 20ml 为吸收液,俟燃烧完毕后,强力振摇 15 分钟,加稀硝酸 10ml,移至 50ml 纳氏比色管中,照氯化物检查法(通则 0801)检查,与对照液(与供试品同法操作,但燃烧时滤纸中不含供试品,并加标准氯化钠溶液 4.0ml)比较,不得更浓(0.20%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 1.0mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;磷酸氢二钠溶液[取磷酸氢二钠 0.25g,加水 250ml 溶解,用磷酸溶液(1→3)调节 pH 值至 4.6]-甲醇(25:75)为流动相;检测波长为 288nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按双嘧达莫峰计算不低于 600。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入 *N,N*-二甲基甲酰胺 5ml 使溶解,密封。

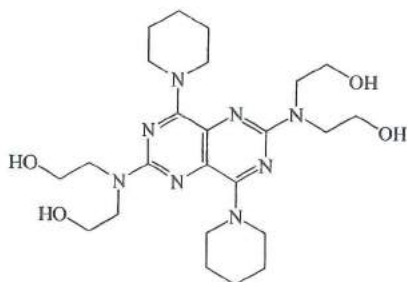
对照品溶液 分别取甲醇、丙酮与乙酸乙酯适量,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中各约含 50 μ g 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液;起始温度为 50℃,维持 3 分钟,以每分钟 40℃ 的速率升温至 160℃,维持 3 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为

双嘧达莫

Shuangmidamo

Dipyridamole



$C_{24}H_{40}N_8O_4$ 504.63

30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、丙酮与乙酸乙酯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,加稀盐酸 50ml 溶解后,用溴酸钾滴定液(0.016 67mol/L)缓缓滴定,临近终点时,时时振摇并逐滴加入,至不再出现红紫色即为终点。每 1ml 溴酸钾滴定液(0.016 67mol/L)相当于 25.23mg 的 $C_{24}H_{40}N_8O_4$ 。

【类别】 抗血小板聚集药、冠状动脉扩张药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)双嘧达莫片 (2)双嘧达莫注射液 (3)双嘧达莫缓释胶囊

双嘧达莫片

Shuangmidamo Pian

Dipyridamole Tablets

本品含双嘧达莫($C_{24}H_{40}N_8O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显黄色。

【鉴别】 (1)取本品,除去包衣,研细,称取适量(约相当于双嘧达莫 0.2g),加三氯甲烷 20ml,搅拌,使双嘧达莫溶解,滤过,溶液置水浴上蒸干,残渣照双嘧达莫项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量(约相当于双嘧达莫 100mg),加三氯甲烷 10ml,研磨溶解,滤过,滤液蒸干,残渣经减压干燥,依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 557 图)一致。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,除去包衣后研细,用 0.01mol/L 盐酸溶液转移至 100ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液适量,振摇使双嘧达莫溶解,并用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含双嘧达莫 10 μ g 的溶液,作为供试品溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 283nm

的波长处测定吸光度,按 $C_{24}H_{40}N_8O_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 625 计算含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含双嘧达莫 10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取双嘧达莫对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 283nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于双嘧达莫 50mg),置 100ml 量瓶中,加水 10ml,超声约 15 分钟,加甲醇 75ml,振摇约 30 分钟使双嘧达莫溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取双嘧达莫对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 40 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸氢二钠溶液[取磷酸氢二钠 1.0g,加水 1000ml 溶解,用磷酸溶液(1→3)调节 pH 值至 4.6]-甲醇(25:75)为流动相;检测波长为 288nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按双嘧达莫峰计算不低于 1000,双嘧达莫峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同双嘧达莫。

【规格】 25mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

双嘧达莫注射液

Shuangmidamo Zhushuye

Dipyridamole Injection

本品为双嘧达莫的灭菌水溶液。含双嘧达莫($C_{24}H_{40}N_8O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为黄色的澄明液体,具荧光。

【鉴别】 (1)取本品 2ml,加稀盐酸 2ml,滴加 1%铬酸钾溶液,即显红紫色,振摇后,红紫色消退,加过量的 1%铬酸钾溶液,红紫色不复现。

(2)取本品 1ml,加水 20ml 稀释,即显绿色荧光,加酸后荧光消失。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 2.5~4.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,用流动相稀释制成每 1ml 中含双嘧达莫 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见双嘧达莫有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4.5 倍(4.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 双嘧达莫中含内毒素的量应小于 8.8EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于双嘧达莫 10mg),置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取双嘧达莫对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 6.8g,加水溶解并稀释至 1000ml,用醋酸调节 pH 值至 5.1 \pm 0.1)-甲醇(35:65)为流动相;检测波长为 276nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按双嘧达莫峰计算不低于 2000,双嘧达莫峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同双嘧达莫。

【规格】 2ml:10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

双嘧达莫缓释胶囊

Shuangmidamo Huanshijiaonang

Dipyridamole Sustained-release Capsules

本品含双嘧达莫($C_{24}H_{40}N_8O_4$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为淡黄色小丸。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于双嘧达莫 10mg),加乙醇溶解,溶液即显绿色荧光,加酸后荧光消失。

(2)取本品的细粉适量(约相当于双嘧达莫 10mg),加稀

盐酸 5ml,振摇,使双嘧达莫溶解,滤过,取滤液 3ml,滴加 1%铬酸钾溶液,即显红紫色,振摇后红紫色消褪,加过量 1%铬酸钾溶液,红紫色不复现。

(3)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 283nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 粒,倾出内容物,照含量测定项下的方法,自“置烧杯中”起,依法测定,计算含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9 \rightarrow 1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 1 小时、3 小时、7 小时时分别取溶出液 10ml,并即时补充相同温度、相同体积的溶出介质。

供试品溶液 分别取 1 小时、3 小时、7 小时时的溶出液,滤过,精密量取续滤液,分别加溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含双嘧达莫 10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取双嘧达莫对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 283nm 的波长处分别测定吸光度,分别计算每粒在不同时间的溶出量。

限度 每粒在 1 小时、3 小时与 7 小时时的溶出量应分别为标示量的 5%~30%、40%~65% 和 75% 以上,均应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒,精密称定,计算平均装量,取内容物,混合均匀,研细,精密称取适量(约相当于双嘧达莫 50mg),置烧杯中,加 0.01mol/L 盐酸溶液适量,置热水浴中,搅拌使双嘧达莫溶解,放冷,定量移至 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 283nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{24}H_{40}N_8O_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 625 计算。

【类别】 同双嘧达莫。

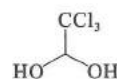
【规格】 25mg

【贮藏】 遮光,密封,阴凉处保存。

水合氯醛

Shuihelüquan

Chloral Hydrate



$C_2H_3Cl_3O_2$ 165.40

本品为 2,2,2-三氯-1,1-乙二醇。含 $C_2H_3Cl_3O_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或无色透明的结晶；有刺激性特臭；在空气中渐渐挥发。

本品在水中极易溶解，在乙醇、三氯甲烷或乙醚中易溶。

【鉴别】 取本品 0.2g，加水 2ml 溶解后，加氢氧化钠试液 2ml，溶液显浑浊；加温后成澄明的两液层，并发生三氯甲烷的臭气。

【检查】 酸度 取本品 1.0g，加水 10ml 溶解后，依法测定（通则 0631），pH 值应为 4.0~6.0。

氯化物 取本品 0.50g，依法检查（通则 0801），与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.010%）。

醇合三氯乙醚 取本品 1.0g，加水 4ml 与氢氧化钠试液 2ml，摇匀，滤过，滤液加碘试液至显深棕色，放置 1 小时，不得生成黄色结晶性沉淀。

炽灼残渣 不得过 0.1%（通则 0841）。

【含量测定】 取本品约 4g，精密称定，加水 10ml 溶解后，精密加氢氧化钠滴定液（1mol/L）30ml，摇匀，静置 2 分钟，加酚酞指示液数滴，用硫酸滴定液（0.5mol/L）滴定至红色消失，再加铬酸钾指示液 6 滴，用硝酸银滴定液（0.1mol/L）滴定；自氢氧化钠滴定液（1mol/L）的体积（ml）中减去消耗硫酸滴定液（0.5mol/L）的体积（ml），再减去消耗硝酸银滴定液（0.1mol/L）体积（ml）的 2/15。每 1ml 氢氧化钠滴定液（1mol/L）相当于 165.4mg 的 $C_2H_3Cl_3O_2$ 。

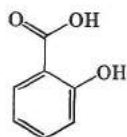
【类别】 催眠药、抗惊厥药。

【贮藏】 密封保存。

水杨酸

Shuiyangsuan

Salicylic Acid



$C_7H_6O_3$ 138.12

本品为 2-羟基苯甲酸。含 $C_7H_6O_3$ 不得少于 99.5%。

【性状】 本品为白色细微的针状结晶或白色结晶性粉末；无臭或几乎无臭；水溶液显酸性反应。

本品在乙醇或乙醚中易溶，在沸水中溶解，在三氯甲烷中略溶，在水中微溶。

熔点 本品的熔点（通则 0612）为 158~161℃。

【鉴别】 （1）取本品的水溶液，加三氯化铁试液 1 滴，即显紫堇色。

（2）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集 57 图）一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品 0.5g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，再精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取 4-羟基苯甲酸对照品、4-羟基间苯二甲酸对照品与苯酚对照品各适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含 4-羟基苯甲酸 $5\mu\text{g}$ 、4-羟基间苯二甲酸 $2.5\mu\text{g}$ 与苯酚 $1\mu\text{g}$ 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-冰醋酸（60：40：1）为流动相；检测波长为 270nm；进样体积 $20\mu\text{l}$ 。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，4-羟基苯甲酸不得过 0.1%，4-羟基间苯二甲酸不得过 0.05%，苯酚不得过 0.02%；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.25 倍（0.05%）；杂质总量不得大于 0.2%。

炽灼残渣 不得过 0.1%（通则 0841）。

重金属 取本品 1.0g，加乙醇 23ml 溶解后，加醋酸盐缓冲液（pH 3.5）2ml，依法检查（通则 0821 第一法），含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.3g，精密称定，加中性稀乙醇（对酚酞指示液显中性）25ml 溶解后，加酚酞指示液 3 滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于 13.81mg 的 $C_7H_6O_3$ 。

【类别】 消毒防腐药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 水杨酸软膏

水杨酸软膏

Shuiyangsuan Ruangao

Salicylic Acid Ointment

本品含水杨酸（ $C_7H_6O_3$ ）应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为黄色软膏。

【鉴别】 （1）取本品约 2g，加水 10ml，微温，振摇，放冷，分取水溶液，加三氯化铁试液 1 滴，即显紫堇色。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】应符合软膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于水杨酸 10mg),精密称定,置烧杯中,加三氯甲烷 10ml,超声使溶解,定量转移至 200ml 量瓶中,加无水乙醇适量,超声使水杨酸溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取水杨酸对照品适量,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-冰醋酸(50:50:1)为流动相;检测波长为 304nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按水杨酸峰计算应不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】同水杨酸。

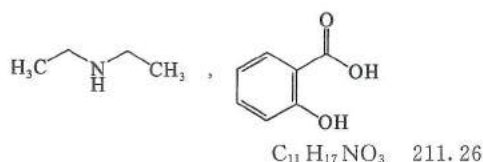
【规格】(1)2% (2)5%

【贮藏】密闭,在 30℃ 以下保存。

水杨酸二乙胺

Shuiyangsuan Eryi'an

Diethylamine Salicylate



本品为二乙胺水杨酸盐。按干燥品计算,含 $C_{11}H_{17}NO_3$ 不得少于 99.0%。

【性状】本品为白色结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在水中极易溶解,在乙醇、三氯甲烷或丙酮中易溶,在乙醚中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 99~102℃。

【鉴别】(1)取本品的水溶液,加三氯化铁试液 1 滴,即显紫堇色。

(2)取本品约 0.1g,加氢氧化钠试液 5ml,加热,即发生类似氨的臭气,能使湿润的红色石蕊试纸变蓝色。

(3)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 227nm 与 297nm 的波长处有最大吸收,在 257nm 的波长处有最小吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 703 图)一致。

【检查】溶液的澄清晰度 取本品 0.50g,加水 25ml 溶解后,溶液应澄清。

酸度 取本品 0.25g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~6.5。

干燥失重 取本品,在 80℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,加水适量溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,再加水至 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 10ml 溶解后,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,至溶液显蓝绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 21.13mg 的 $C_{11}H_{17}NO_3$ 。

【类别】解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】遮光,密封保存。

【制剂】水杨酸二乙胺乳膏

水杨酸二乙胺乳膏

Shuiyangsuan Eryi'an Rugao

Diethylamine Salicylate Cream

本品含水杨酸二乙胺($C_{11}H_{17}NO_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】本品为白色至微黄色乳膏。

【鉴别】(1)取本品适量(约相当于水杨酸二乙胺 0.2g),加水 10ml,充分搅拌使水杨酸二乙胺溶解,滤过,滤液照水杨酸二乙胺项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的溶液,照水杨酸二乙胺项下的鉴别(3)项试验,显相同的结果。

【检查】**酸碱度** 取本品 3.0g,加水 10ml,搅拌均匀,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.5~7.5。

其他 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于水杨酸二乙胺 20mg),精密称定,置烧杯中,加乙醇约 20ml,搅拌使水杨酸二乙胺溶解,置 100ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置另一 100ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 297nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{11}H_{17}NO_3$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 186 计算。

【类别】同水杨酸二乙胺。

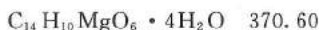
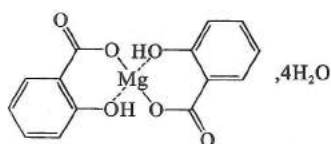
【规格】(1)20g:2g (2)20g:4g (3)30g:3g
(4)30g:6g

【贮藏】遮光,密封保存。

水杨酸镁

Shuiyangsuanmei

Magnesium Salicylate



本品为双(2-羟基苯甲酸- O^1, O^2)镁四水合物。按干燥品计算,含 $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{MgO}_6$ 应为 98.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭;有风化性;水溶液显微酸性反应。

本品在乙醇中易溶,在水中溶解。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 296nm 的波长处有最大吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 60 图)一致。

(3)本品的水溶液显镁盐与水杨酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 镁 取本品约 0.8g,精密称定,置 200ml 量瓶中,加水适量,振摇 15 分钟后,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 50ml,置 250ml 锥形瓶中,加水 50ml、氨-氯化铵缓冲液(pH 10.0)5ml 与铬黑 T 指示剂少许,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定,至溶液由紫红色转变为纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 1.215mg 的镁。按干燥品计算,含镁应为 7.9%~8.3%。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥 4 小时,减失重量应为 17.5%~20.0%(通则 0831)。

重金属 取本品 0.50g,加水 20ml 溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之四十。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含无水水杨酸镁 20μg 的溶液。

对照品溶液 取水杨酸镁对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含无水水杨酸镁 20μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 296nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)水杨酸镁片 (2)水杨酸镁胶囊

水杨酸镁片

Shuiyangsuanmei Pian

Magnesium Salicylate Tablets

本品含无水水杨酸镁($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{MgO}_6$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 296nm 的波长处有最大吸收。

(2)取本品 1 片,研细,加水使水杨酸镁溶解,滤过,滤液显镁盐与水杨酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释成每 1ml 中约含无水水杨酸镁 20μg 的溶液。

对照品溶液 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于无水水杨酸镁 0.5g),置 250ml 量瓶中,加水适量,振摇使水杨酸镁溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液与测定法 见水杨酸镁含量测定项下。

【类别】 同水杨酸镁。

【规格】 0.25g(按 $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{MgO}_6$ 计)

【贮藏】 密封保存。

水杨酸镁胶囊

Shuiyangsuanmei Jiaonang

Magnesium Salicylate Capsules

本品含无水水杨酸镁($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{MgO}_6$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品内容物为白色细小颗粒。

【鉴别】 取本品的内容物适量,照水杨酸镁项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的结果。

【检查】 干燥失重 取本品内容物,在 105℃干燥 4 小时,减失重量应为 17.5%~20.0%(通则 0831)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释成每 1ml 中含无水水杨酸镁 $20\mu\text{g}$ 的溶液。

对照品溶液 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量,加水适量,振摇使水杨酸镁溶解并定量稀释制成每 1ml 中含无水水杨酸镁 $20\mu\text{g}$ 的溶液。

对照品溶液与测定法 见水杨酸镁含量测定项下。

【类别】 同水杨酸镁。

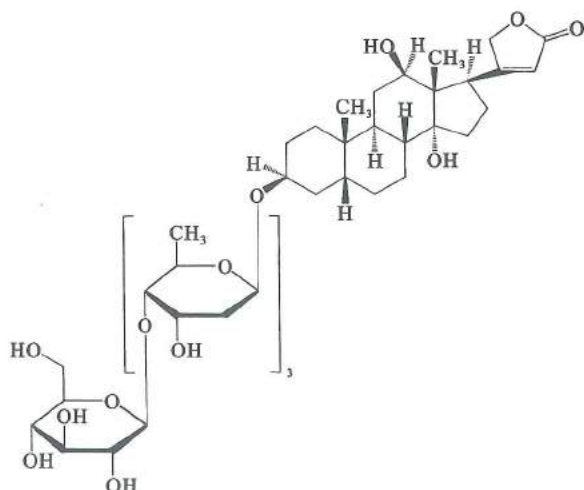
【规格】 0.25g(按 $\text{C}_{14}\text{H}_{19}\text{MgO}_5$ 计)

【贮藏】 密封保存。

去乙酰毛花苷

Quyixian Maohuagan

Deslanoside



$\text{C}_{47}\text{H}_{74}\text{O}_{19}$ 943.09

本品为 3-[[O- β -D-葡吡喃糖基-(1 \rightarrow 4)-O-2,6-二脱氧- β -D-核-己吡喃糖基-(1 \rightarrow 4)-O-2,6-二脱氧- β -D-核-己吡喃糖基-(1 \rightarrow 4)-O-2,6-二脱氧- β -D-核-己吡喃糖基]氧代]-12,14-二羟基-心甾-20(22)-烯内酯。按干燥品计算,含 $\text{C}_{47}\text{H}_{74}\text{O}_{19}$ 应为 96.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭,味苦;有引湿性。

本品在甲醇中微溶,在乙醇中极微溶解,在水或三氯甲烷中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加无水吡啶溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度应为 $+7^{\circ}$ 至 $+9^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 2mg,置试管中,加冰醋酸 2ml 溶解后,加三氯化铁试液 1 滴,摇匀,沿试管壁缓缓加硫酸 2ml,在两液层交界处即显棕色,冰醋酸层显蓝绿色。

(2)取本品约 2mg,置试管中,加乙醇 2ml 溶解后,加二硝基苯甲酸试液与乙醇制氢氧化钾试液各 10 滴,摇匀,溶液即显红紫色。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取去乙酰毛花苷对照品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以二氯甲烷-甲醇-水(84:15:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 $10\mu\text{l}$,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以硫酸-乙醇(1:9),在 140°C 加热 15 分钟,置紫外光灯(365nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和荧光应与对照品溶液的主斑点相同。

(4)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(3)、(4)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加少量甲醇超声使溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水为流动相 A,以乙腈-甲醇(22:14)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 220nm;进样体积 $20\mu\text{l}$ 。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	62	38
20	62	38
21	48	52
45	48	52
46	62	38
51	62	38

系统适用性要求 去乙酰毛花苷峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%),各杂质峰面

积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(5.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加少量甲醇超声使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取去乙酰毛花苷对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加少量甲醇超声使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-甲醇-水(232:148:620)为流动相,检测波长为 220nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按去乙酰毛花苷峰计算不低于 2000,去乙酰毛花苷峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 强心药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 去乙酰毛花苷注射液

去乙酰毛花苷注射液

Quyixian Maohuagan Zhusheye

Deslanoside Injection

本品为去乙酰毛花苷加 10% 乙醇制成的灭菌溶液。含去乙酰毛花苷($C_{47}H_{74}O_{19}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 4ml,置试管中,照去乙酰毛花苷鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去乙酰毛花苷有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍(3.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 8 倍(8.0%)。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液制成每 1ml 中含 0.01mg 的溶液,依法检查(通则 1141),按静脉注射法给药,

应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 去乙酰毛花苷中含内毒素的量应小于 200EU。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理,用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液冲洗(每膜不少于 100ml),以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

溶血与凝聚 取本品,依法检查(通则 1148),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照品溶液 取去乙酰毛花苷对照品,精密称定,加少量甲醇超声溶解后,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去乙酰毛花苷含量测定项下。

【类别】 同去乙酰毛花苷。

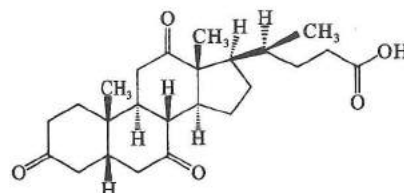
【规格】 2ml:0.4mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

去氢胆酸

Quqing Dansuan

Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$ 402.53

本品为 3,7,12-三氧代-5 β -胆烷-24-酸。按干燥品计算,含 $C_{24}H_{34}O_5$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色疏松状粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中略溶,在乙醇中微溶,在水中几乎不溶;在氢氧化钠试液中溶解。

比旋度 取本品,精密称定,加二氧六环溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +29.0°至 +32.5°。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加硫酸 1ml 与甲醛 1 滴,使溶解,放置 5 分钟,再加水 5ml,溶液呈黄色,并有青绿色荧光。

(2)取本品约 20mg,加乙醇 1ml,振摇,混匀,加间二硝基苯溶液(取间二硝基苯 1g,加乙醇 100ml 使溶解,即得)。本液(临用新制)5 滴与氢氧化钠溶液(1→8)0.5ml,放置,溶液呈紫色或紫红色,渐渐变成褐色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 715 图)一致。

【检查】 臭味 取本品 2.0g,加水 100ml,煮沸 2 分钟,应无臭。

乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g,加乙醇 30ml,振摇使溶解,溶液应澄清无色。

氯化物 取本品 1.0g,加水 100ml,振摇 5 分钟,滤过,取续滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取上述氯化物检查项下剩余的滤液 10ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.05%)。

钡盐 取本品 2.0g,加水 100ml 与盐酸 2ml,煮沸 2 分钟,冷却,滤过,并用水洗涤,洗液与滤液合并使成 100ml,摇匀;取 10ml 加稀硫酸 1ml,溶液不得浑浊。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.3%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

微生物限度 照非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法(通则 1105)和控制菌检查法(通则 1106)及非无菌药品微生物限度标准(通则 1107)检查,应符合规定,同时 10g 供试品中不得检出沙门菌。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)60ml,置沸水浴上加热使溶解,冷却,加酚酞指示液数滴与新沸过的冷水 20ml,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,至近终点时加新沸过的冷水 100ml 继续滴定至终点。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 40.25mg 的 $C_{24}H_{34}O_5$ 。

【类别】 利尿药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 去氢胆酸片

去氢胆酸片

Quqing Dansuan Pian

Dehydrocholic Acid Tablets

本品含去氢胆酸($C_{24}H_{34}O_5$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取本品 1 片,研细,置试管中,加碳酸钠试液 10ml,使去氢胆酸溶解,加重氮苯磺酸试液数滴,渐显红色。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于去氢胆酸 0.5g),加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)40ml 与水 20ml,置水浴上加热 10 分钟,时时振摇,使去氢胆酸溶解,加酚酞指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,至近终点时,加新沸过的冷水 100ml 继续滴定,即得。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 40.25mg 的 $C_{24}H_{34}O_5$ 。

【类别】 同去氢胆酸。

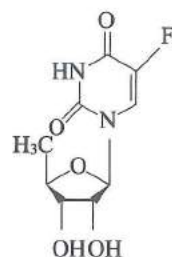
【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封保存。

去氧氟尿苷

Quyangfuniaogan

Doxifluridine



$C_9H_{11}FN_2O_5$ 246.19

本品为 5'-去氧-5-氟尿嘧啶核苷。按干燥品计算,含 $C_9H_{11}FN_2O_5$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色针状结晶或结晶性粉末。

本品在水中溶解,在甲醇中略溶,在乙醇中微溶,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 188~193℃,熔融同时分解。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +18.0°至 +21.0°。

【鉴别】 (1)取本品约 0.2g,加水 10ml 溶解后,加溴试液 1ml,振摇,红色即消失。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 716 图)一致。

(4)本品显有机氟化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品 0.20g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.5。

游离氟离子 取本品 1.0g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加氯化钠-枸橼酸钠缓冲液(取氯化钠 55g 和枸橼酸钠 0.5g,置 1000ml 量瓶中,加水约 350ml 使溶解,小心加入氢氧化钠

75g,振摇使溶解,放冷,边搅拌边小心加入冰醋酸 225ml,放冷,加异丙醇 300ml,用水稀释至 1000ml,摇匀,即得。该缓冲液的 pH 值为 5.0~5.5)溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另精密称取经 105℃干燥 4 小时的氟化钠 22.1mg,置 100ml 量瓶中,加水 20ml 使溶解,再加入 0.04% 氢氧化钠溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用上述氯化钠-枸橼酸钠缓冲液分别稀释制成每 1ml 中含氟化钠 1 μ g、3 μ g、5 μ g 和 10 μ g 的溶液,作为系列对照品溶液。照电位滴定法(通则 0701),用氟离子电极-甘汞电极分别测定系列对照品溶液和供试品溶液的电位。含游离氟离子(F⁻)不得过 0.05%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-乙腈-甲醇(75:5:20)为流动相;检测波长为 269nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按去氧氟尿苷峰计算不低于 1500。

测定法 精密量取供试品溶液和对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 7 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,置铂坩埚中,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

氯化物 取本品 0.14g,照氯化物检查法(通则 0801)测定,含氯化物不得过 0.035%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,摇匀。

对照品溶液 取去氧氟尿苷对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,摇匀。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)去氧氟尿苷片 (2)去氧氟尿苷分散片
(3)去氧氟尿苷胶囊

去氧氟尿苷片

Quyangfuniaogan Pian

Doxifluridine Tablets

本品含去氧氟尿苷(C₉H₁₁FN₂O₅)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于去氧氟尿苷 0.2g),加水 10ml,振摇使去氧氟尿苷溶解,滤过,取滤液加溴试液 1ml 振摇,红色即消失。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含去氧氟尿苷 10 μ g 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 269nm 的波长处有最大吸收,在 234nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的供试品贮备溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去氧氟尿苷有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(1.5%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含去氧氟尿苷 10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取去氧氟尿苷对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 269nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品贮备溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于去氧氟尿苷 25mg),置 25ml 量瓶中,加

水适量,超声处理约 10 分钟使去氧氟尿苷溶解,取出,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

供试品溶液 精密量取供试品贮备溶液 10ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去氧氟尿苷含量测定项下。

【类别】 同去氧氟尿苷。

【规格】 0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

去氧氟尿苷分散片

Quyanganfuriaogan Fensanpian

Doxifluridine Dispersible Tablets

本品含去氧氟尿苷($C_9H_{11}FN_2O_5$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于去氧氟尿苷 0.2g),加水 10ml,振摇,滤过,取滤液加溴试液 1ml,振摇,红色即消失。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含去氧氟尿苷 $10\mu g$ 的溶液,滤过,取滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 269nm 的波长处有最大吸收,在 234nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含去氧氟尿苷 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去氧氟尿苷有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(1.5%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 15 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含去氧氟尿苷 $10\mu g$ 的溶液。

对照品溶液 取去氧氟尿苷对照品适量,精密称定,加

溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 $10\mu g$ 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 269nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于去氧氟尿苷 25mg),置 25ml 量瓶中,加水适量,超声处理约 10 分钟使去氧氟尿苷溶解,取出,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去氧氟尿苷含量测定项下。

【类别】 同去氧氟尿苷。

【规格】 0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

去氧氟尿苷胶囊

Quyanganfuriaogan Jiaonang

Doxifluridine Capsules

本品含去氧氟尿苷($C_9H_{11}FN_2O_5$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于去氧氟尿苷 0.2g),加水 10ml,振摇使去氧氟尿苷溶解,滤过,取滤液加溴试液 1ml 振摇,红色即消失。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含去氧氟尿苷 $10\mu g$ 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 269nm 的波长处有最大吸收,在 234nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的供试品贮备溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,混匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去氧氟尿苷有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的

和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(1.5%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含去氧氟尿苷 10μg 的溶液。

对照品溶液 取去氧氟尿苷对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 269nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品贮备溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于去氧氟尿苷 25mg),置 25ml 量瓶中,加水适量,超声处理约 10 分钟使去氧氟尿苷溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

供试品溶液 精密量取供试品贮备溶液 10ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去氧氟尿苷含量测定项下。

【类别】 同去氧氟尿苷。

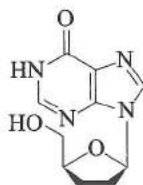
【规格】 0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

去羟肌苷

Quqiangjigan

Didanosine



$C_{10}H_{12}N_4O_3$ 236.23

本品为 2',3'-双脱氧肌苷。按干燥品计算,含 $C_{10}H_{12}N_4O_3$ 不得低于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶粉末;无臭;遇酸不稳定。

本品在水中略溶,在甲醇中微溶,在乙醇中几乎不溶;在 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中溶解。

比旋度 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -24° 至 -28° 。

【鉴别】 (1)取本品与去羟肌苷对照品各适量,分别加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,作为供试品溶液与对照品溶液。照有关物质项下方法试验,以流动相 A-流动相 B(90:10)为流动相,取上述两种溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1294 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 流动相 A-流动相 B(92:8)。

供试品溶液 临用新制。取本品适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5μg 的溶液。

系统适用性溶液 取去羟肌苷杂质混合对照品适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm×250mm,5μm);以醋酸铵溶液(取醋酸铵 3.86g,加水 800ml 溶解,用氨溶液调节 pH 值至 8.0,加水至 1000ml)为流动相 A,以乙腈-甲醇(50:50)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 254nm;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	92	8
15	92	8
30	70	30
45	70	30
50	92	8
60	92	8

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,调节流动相比比例使去羟肌苷峰的保留时间为 12~15 分钟,2'-去氧肌苷峰与 3'-去氧肌苷峰间的分离度应符合要求;对照溶液色谱图中,主成分色谱峰峰高的信噪比应大于 20。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,照下表中的相对保留时间定位各杂质。次黄嘌呤的峰面积与其相对校正因子(0.62)的乘积不得过对照溶液主峰面积的 5 倍(0.5%),2',3'-脱氧肌苷的峰面积不得过对照溶液主峰面积的 2 倍(0.2%),其他单个杂质的峰面积不得过对照溶液的主峰面积(0.1%),杂质总量不得过 1.0%,小于对照溶液主峰面积 0.5 倍的峰忽略不计。

序号	杂质名称	相对保留时间
杂质 I	次黄嘌呤	0.3
杂质 II	肌苷	0.4
杂质 III	2'-去氧肌苷	0.45
杂质 IV	3'-去氧肌苷	0.5
杂质 V	2',3'-脱水肌苷	0.6
杂质 VI	2',3'-二去氧-2',3'-二氢肌苷	0.8

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入二甲基亚砜 5.0ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取乙腈、二氯甲烷、乙醇、甲醇、丙酮与异丙醇适量,精密称定,置同一量瓶中,用二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中约含乙醇 0.5mg、丙酮 0.5mg、异丙醇 0.5mg、甲醇 0.3mg、乙腈 0.041mg、二氯甲烷 0.06mg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 8 分钟,以每分钟 40℃ 的速率升温至 200℃,维持 10 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,乙腈、二氯甲烷、乙醇、甲醇、丙酮与异丙醇的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 50ml(如滴定终点不明显,可适当加入醋酐,冰醋酸与醋酐比例不得过 1:4,总体积仍为 50ml),微热使溶解,放冷,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 23.62mg 的 $C_{10}H_{12}N_4O_3$ 。

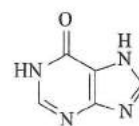
【类别】 抗病毒药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)去羟肌苷肠溶胶囊 (2)去羟肌苷咀嚼片

附:

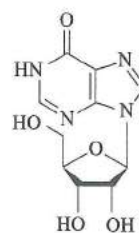
杂质 I



$C_5H_4N_4O$ 136.11

次黄嘌呤

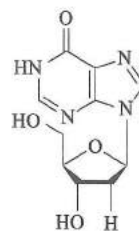
杂质 II



$C_{10}H_{12}N_4O_5$ 268.23

肌苷

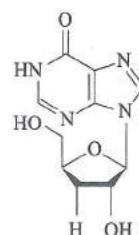
杂质 III



$C_{10}H_{12}N_4O_4$ 252.23

2'-去氧肌苷

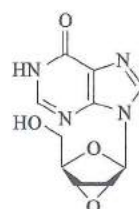
杂质 IV



$C_{10}H_{12}N_4O_4$ 252.23

3'-去氧肌苷

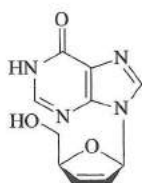
杂质 V



$C_{10}H_{10}N_4O_4$ 250.21

2',3'-脱水肌苷

杂质Ⅵ


 $C_{10}H_{10}N_4O_3$ 234.21

2',3'-二去氧-2',3'-二去氢肌苷

去羟肌苷肠溶胶囊

Quqiangjigan Changrongjiaonang

Didanosine Enteric Capsules

本品含去羟肌苷($C_{10}H_{10}N_4O_3$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色包衣小丸或颗粒。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品含量测定项下的细粉适量(约相当于去羟肌苷0.1g),置100ml量瓶中,加水适量,充分振摇使去羟肌苷溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,用水稀释制成每1ml中含去羟肌苷10 μ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在249nm的波长处有最大吸收,在222nm的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 临用新制。取本品细粉适量,精密称定,加溶剂溶解并稀释制成每1ml中含去羟肌苷0.5mg的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每1ml中含0.5 μ g的溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去羟肌苷有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,照去羟肌苷有关物质项下表中的相对保留时间定位各杂质。次黄嘌呤的峰面积与其相对校正因子(0.62)的乘积不得过对照溶液主峰面积的7倍(0.7%),2',3'-脱水肌苷的峰面积不得过对照溶液主峰面积的3倍(0.3%),其他单个杂质的峰面积不得过对照溶液主峰面积的2倍(0.2%),杂质总量不得过1.2%,小于对照溶液主峰面积0.5倍的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则0931第一方法2)测定。

酸中溶出量 溶出条件 以0.1mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经2小时

取样。

供试品溶液 取溶出液10ml。

空白溶液 取本品1粒,倒尽内容物,空胶囊用乙醇清洗干净挥干后,照供试品溶液的制备方法制备。

测定法 取供试品溶液,以空白溶液为空白,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在249nm的波长处测定吸光度。

限度 吸光度值不得过0.52(标示量的10%)。

缓冲液中溶出量 磷酸盐缓冲液(pH 6.8) 取0.1mol/L盐酸溶液-0.2mol/L磷酸钠溶液(3:1),混合均匀,必要时用2mol/L盐酸溶液或2mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至6.8。

溶出条件 弃去酸中溶出量项下各溶出杯中2小时后的酸液,随即在各溶出杯中加入预热至37 \pm 0.5 $^{\circ}$ C的磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml,转速不变,继续依法操作,经45分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取去羟肌苷对照品适量,精密称定,加磷酸盐缓冲液(pH 6.8)溶解并定量稀释制成每1ml中约含10 μ g的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)为空白,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在249nm的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下内容物混匀,研细,精密称取细粉适量(约相当于去羟肌苷25mg),加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含去羟肌苷10 μ g的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取去羟肌苷对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含去羟肌苷10 μ g的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵溶液(取醋酸铵3.86g,加水800ml溶解,用氨水调节pH值至8.0,加水至1000ml)-乙腈-甲醇(90:5:5)为流动相;检测波长为254nm;进样体积20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按去羟肌苷峰计算不低于6000,去羟肌苷峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同去羟肌苷。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。

去羟肌苷咀嚼片

Quqiangjigan Jujuepian

Didanosine Chewable Tablets

本品含去羟肌苷($C_{10}H_{12}N_4O_3$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色片。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量(约相当于去羟肌苷5mg),置50ml量瓶中,加水适量振摇使去羟肌苷溶解并稀释至刻度,滤过,取续滤液,用水稀释制成每1ml中约含去羟肌苷 $10\mu\text{g}$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在249nm的波长处有最大吸收,在222nm的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 临用新制。取本品细粉适量,精密称定,加溶剂溶解并稀释制成每1ml中含去羟肌苷0.5mg的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每1ml中约含 $0.5\mu\text{g}$ 的溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见去羟肌苷有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,照去羟肌苷有关物质项下表中的相对保留时间定位各杂质。次黄嘌呤的峰面积与其相对校正因子(0.62)的乘积不得过对照溶液主峰面积的7倍(0.7%),2',3'-脱水肌苷的峰面积不得过对照溶液主峰面积的3倍(0.3%),其他单个杂质的峰面积不得过对照溶液主峰面积的2倍(0.2%),杂质总量不得过1.2%,小于对照溶液主峰面积0.5倍的峰忽略不计。

含量均匀度(25mg规格) 取本品1片,置100ml量瓶中,加流动相适量,超声使去羟肌苷完全溶解后放至室温,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含 $10\mu\text{g}$ 的溶液,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定,计算每片的含量,应符合规定(通则0941)。

制酸力 取含量测定项下的细粉约0.5g,精密称定,置250ml具塞锥形瓶中,精密加入盐酸滴定液(0.1mol/L)100ml,密塞,在37℃不断振摇20分钟,滤过,精密量取续滤液25ml,加溴酚蓝指示液2滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每片消耗盐酸滴定液(0.1mol/L)的体积不得少于170ml。

重金属 取本品1.0g,依法检查(通则0821第二法),含重金属不得过百万分之二十。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品20片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于去羟肌苷25mg),加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含去羟肌苷 $10\mu\text{g}$ 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取去羟肌苷对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含去羟肌苷 $10\mu\text{g}$ 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵溶液(取醋酸铵3.86g,加水800ml溶解,用氨水调节pH值至8.0,加水至1000ml)-乙腈-甲醇(90:5:5)为流动相;检测波长为254nm;进样体积 $20\mu\text{l}$ 。

系统适用性要求 理论板数按去羟肌苷峰计算不低于6000,去羟肌苷峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同去羟肌苷。

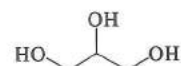
【规格】 (1)25mg (2)100mg

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

甘 油

Ganyou

Glycerol

 $C_3H_8O_3$ 92.09

本品为1,2,3-丙三醇。按无水物计算,含 $C_3H_8O_3$ 不得少于98.0%。

【性状】 本品为无色、澄清的黏稠液体;有引湿性,水溶液(1→10)显中性反应。

本品与水或乙醇能任意混溶,在丙酮中微溶,在三氯甲烷或乙醚中均不溶。

相对密度 本品的相对密度(通则0601),在25℃时为1.258~1.268。

折光率 本品的折光率(通则0622)应为1.470~1.475。

【鉴别】 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1268图)一致。

【检查】 酸碱度 取本品25.0g,用水稀释至50ml,摇匀,加酚酞指示剂0.5ml,溶液应无色,加0.1mol/L氢氧化钠溶液0.2ml,溶液应显粉红色。

颜色 取本品50ml,置50ml纳氏比色管中,与对照液(取比色用重铬酸钾液0.2ml,加水稀释至50ml制成)比较,不得更深。

氯化物 取本品5.0g,依法检查(通则0801),与标准氯化钠溶液5.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.001%)。

硫酸盐 取本品 10g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.002%)。

糖 取本品 5.0g,加水 5ml,混匀,加稀硫酸 1ml,置水浴上加热 5 分钟,加不含碳酸盐的 2mol/L 氢氧化钠溶液[取氢氧化钠适量,加水振摇使溶解成饱和溶液,冷却后,置聚乙烯塑料瓶中,密闭静置数日后,取上层清液 5.6ml,加新沸放冷的水使成 50ml,摇匀,即得]3ml,滴加硫酸铜试液 1ml,混匀,应为蓝色澄清溶液,继续在水浴上加热 5 分钟,溶液仍为蓝色,无沉淀产生。

脂肪酸与酯类 取本品 40g,加新沸过的冷水 40ml,再精密加氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)10ml,摇匀后,煮沸 5 分钟,放冷,加酚酞指示液数滴,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定剩余的氢氧化钠,并将滴定的结果用空白试验校正,消耗的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)不得过 4.0ml。

丙烯醛与铵盐 取本品 4.0g,加 10%氢氧化钾溶液 5ml,混匀,在 60℃放置 5 分钟,不得显黄色或发生氨臭。

易炭化物 取本品 4.0g,照易炭化物检查法(通则 0842)项下方法检查,静置时间为 1 小时,如显色,与对照溶液(取比色用氯化钴溶液 0.2ml、比色用重铬酸钾溶液 1.6ml 与水 8.2ml 制成)比较,不得更深。

有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。

内标溶液 每 1ml 中含 0.5mg 正己醇的甲醇溶液。

供试品溶液 取本品约 10g,精密称定,置 25ml 量瓶中,精密加入内标溶液 5ml,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取二甘醇、乙二醇、1,2-丙二醇各适量,精密称定,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含有二甘醇与乙二醇各 0.5mg、1,2-丙二醇 2mg 的混合溶液;精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,精密加入内标溶液 5ml,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 分别取二甘醇、乙二醇、1,2-丙二醇、正己醇与甘油适量,精密称定,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含有甘油 400mg,二甘醇、乙二醇、1,2-丙二醇与正己醇各 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;程序升温,起始温度为 100℃,维持 4 分钟,以每分钟 50℃的速率升温至 120℃,维持 10 分钟,再以每分钟 50℃的速率升温至 220℃,维持 20 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;进样体积 1μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,各成分峰之间的分离度应符合要求;对照品溶液重复进样,二甘醇、乙二醇和 1,2-丙二醇峰面积与内标峰面积比值的相对标准偏差均不得大于 5%。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 按内标法以峰面积计算,供试品溶液中含二甘醇

与乙二醇均不得过 0.025%,含 1,2-丙二醇不得过 0.1%;如有其他杂质峰,扣除内标峰按面积归一化法计算,单个杂质不得过 0.1%,杂质总量不得过 1.0%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法)测定,含水分不得过 2.0%。

炽灼残渣 取本品 20.0g,加热至发火,停止加热,使自然燃烧后,放冷,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 2mg。

铁盐 取本品 10.0g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.0001%)。

钙盐 取本品 2.5g,加水 8ml,摇匀,加入草酸铵试液 5~6 滴,放置 15 分钟,溶液应澄清。

重金属 取本品 5.0g,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二。

砷盐 取本品 6.65g,加水 23ml 和盐酸 5ml,混匀,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.00003%)。

【含量测定】 取本品 0.20g,精密称定,加水 90ml,混匀,精密加入 2.14%(g/ml)高碘酸钠溶液 50ml,摇匀,暗处放置 15 分钟后,加 50%(g/ml)乙二醇溶液 10ml,摇匀,暗处放置 20 分钟,加酚酞指示液 0.5ml,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至红色,30 秒内不褪色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 9.21mg 的 $C_3H_8O_3$ 。

【类别】 润滑性泻药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 甘油栓

甘油栓

Ganyou Shuan

Glycerol Suppositories

【处方】

甘油	1820g
硬脂酸钠	180g
制成	1000 粒

【制法】 取甘油,在蒸汽夹层锅内加热至 120℃,加入研细干燥的硬脂酸钠,不断搅拌,使之溶解,继续保温在 85~95℃,直至溶液澄清,滤过,浇模,冷却成型,脱模,即得。

【性状】 本品为无色或几乎无色的透明或半透明栓。

【检查】 除融变时限不检查外,其他应符合栓剂项下有关的各项规定(通则 0107)。

【类别】 同甘油。

【贮藏】 密封,在 30℃以下保存。

甘油果糖氯化钠注射液

Ganyou Guotang Lühuana Zhushuye

Glycerol Fructose and Sodium Chloride Injection

本品为含甘油、果糖与氯化钠的灭菌水溶液。含甘油($C_3H_8O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%，含果糖($C_6H_{12}O_6$)与氯化钠(NaCl)均应为标示量的 93.0%~107.0%。

【处方】

甘油	100g
果糖	50g
氯化钠	9g
注射用水	适量
全量	1000ml

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 10ml,加间苯二酚 0.1g 与盐酸 1ml,在水浴中加热 3 分钟,应显红色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液三个主峰的保留时间应与对照品溶液相应三个主峰的保留时间一致。

(3)本品显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

(4)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 3.0~6.0(通则 0631)。

5-羟甲基糠醛 取本品 5.0ml,加水至 20.0ml,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 284nm 的波长处测定吸光度,吸光度不得过 0.80。

重金属 取本品 50ml,置蒸发皿中,加热蒸发至 20ml,加醋酸缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过千万分之二。

砷盐 取本品 4ml,加盐酸 5ml 与水 19ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.000 05%)。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(通则 0632),本品的渗透压摩尔浓度比应为 6.5~7.5。

热原 取本品,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 缓慢注射 10ml,应符合规定。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取氯化钠、果糖与甘油对照品各适量,精密称定,置同一量瓶中,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别含 9mg、50mg 与 100mg 的混合溶液,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用磺胺型聚苯乙烯与二乙烯苯共聚体阳离子交换树脂 H 型为填充剂;以 0.04mol/L 磷酸溶液为流动相;

柱温为 50℃,检测波长为 200nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 出峰顺序依次为氯化钠、果糖、甘油,理论板数按氯化钠峰计算不低于 2500,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 脱水药。

【规格】 (1)250ml (2)500ml

【贮藏】 密闭保存。

注:渗透压摩尔浓度比的测定用标准溶液的制备

精密称取经 500~650℃干燥 40~50 分钟并置干燥器(硅胶)中放冷的基准氯化钠 5.756g,加水使溶解并稀释至 100ml,摇匀。该标准溶液的渗透压摩尔浓度值是 1800mOsmol/kg。

甘油磷酸钠

Ganyou Linsuanna

Sodium Glycerophosphate

$C_3H_7Na_2O_6P$ 216.04

本品为 α-甘油磷酸钠与 β-甘油磷酸钠的混合物,按无水物计算,含 $C_3H_7Na_2O_6P$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为无色结晶或白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇或丙酮中不溶。

【鉴别】 (1)取本品 0.1g,加硫酸氢钾 0.5g,混合后,置试管中,加热,即发生丙烯醛的刺激性臭气。

(2)本品显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

(3)取本品约 0.1g,加稀硝酸 5ml,加热至沸约 1 分钟,放冷应显磷酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 **碱度** 取本品 1.0g,加水 30ml 溶解后,加盐酸滴定液(0.1mol/L)1.0ml 与酚酞指示液 4 滴,溶液应无色。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解后溶液应澄清无色,如显浑浊,与 2 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更深;如显色,与黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

游离甘油与乙醇中可溶物 取本品 1.0g,加无水乙醇 25ml,搅拌 10 分钟,滤过,滤渣用乙醇 5ml 洗涤,合并滤液与洗液,在水浴上蒸干,在 70℃干燥 1 小时,残渣不得过 10mg。

氯化物 取本品 0.25g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

硫酸盐 取本品 0.60g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.05%)。

游离磷酸盐 取本品 0.10g,加水 10ml 溶解,吸取 1.0ml 加水稀释成 100ml,加钼酸铵溶液(取钼酸铵 2.5g,加水 20ml,加热溶解,取硫酸 28ml 用 50ml 水稀释,放冷,混合两液,并用

水稀释成 100ml) 4ml, 摇匀, 加氯化亚锡溶液(取氯化亚锡 3.3g, 加盐酸 1ml 溶解, 加水至 10ml, 量取 1ml 加 2mol/L 盐酸溶液 9ml, 混合, 即得) 0.1ml, 摇匀, 放置 10 分钟, 如显色, 与标准磷酸盐溶液(精密称取在 105℃ 干燥 2 小时的磷酸二氢钾 0.716g, 置 1000ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1.00ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 即得) 2.0ml, 加水 98ml, 与用同一方法制成的对照液比较, 不得更深(0.1%)。

水分 取本品, 照水分测定法(通则 0832 第一法)测定, 含水分应为 29.0%~33.5%。

铁盐 取本品 0.50g, 依法检查(通则 0807), 与标准铁溶液 2.0ml 制成的对照液比较, 不得更深(0.004%)。

重金属 取本品 1.0g, 加水 23ml 溶解后, 加醋酸盐缓冲液(pH 3.5) 2ml, 依法检查(通则 0821 第一法), 含重金属不得超过百万分之二十。

砷盐 取本品 0.40g, 加盐酸 5ml 与水 21ml 溶解后, 依法检查(通则 0822 第一法), 应符合规定(0.0005%)。

【含量测定】 取本品 0.20g, 精密称定, 加水 30ml 溶解, 加酚酞指示液 4 滴, 用硫酸滴定液(0.05mol/L)滴至恰使溶液无色后, 照电位滴定法(通则 0701), 用硫酸滴定液(0.05mol/L)滴定, 记录电位滴定消耗的硫酸滴定液(0.05mol/L)体积。每 1ml 硫酸滴定液(0.05mol/L) 相当于 21.6mg 的 $C_3H_7Na_2O_6P$ 。

【类别】 补磷药。

【贮藏】 密闭保存。

【制剂】 甘油磷酸钠注射液

甘油磷酸钠注射液

Ganyou Linsuanna Zhusheye

Sodium Glycerophosphate Injection

本品为甘油磷酸钠的灭菌水溶液, 含磷(P) 应为 28.80~33.14mg/ml, 含钠(Na) 应为 43.68~48.28mg/ml。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1) 取本品 1ml, 加水 10ml, 加稀硝酸 10ml 与钼酸铵试液 5ml, 加热, 放冷, 生成黄色沉淀; 沉淀在氨试液中溶解。

(2) 取本品 5ml, 置试管中, 加硫酸氢钾适量, 加热, 即发生丙烯醛的刺激性臭。

(3) 本品显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 7.2~7.6(通则 0631)。

游离磷酸盐 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 1.0ml, 加水稀释至 30ml, 摇匀。

对照品溶液 取在 105℃ 干燥 2 小时的磷酸二氢钾 136.09mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加水使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 10ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 5ml, 分别

置 25ml 量瓶中, 加钼酸铵溶液[称取钼酸铵 5g, 加 5%(g/ml) 硫酸溶液溶解, 并稀释至 100ml] 1ml 与 0.5% 对苯二酚溶液[称取对苯二酚 0.5g, 加 0.25%(g/ml) 硫酸溶液溶解并稀释至 100ml; 临用新制] 1ml, 再加 50% 醋酸钠溶液 3ml, 用水稀释至刻度, 摇匀, 在 720nm 的波长处分别测定吸光度, 计算。

限度 供试品溶液的吸光度不得大于对照品溶液的吸光度(<0.03 mol/L)。

细菌内毒素 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1ml 中含内毒素的量应小于 16EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 钠 精密量取本品 2ml, 置 200ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 10ml, 置 50ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 2ml, 置 100ml 量瓶中, 加氯化铯溶液(取氯化铯 63.34g, 加水溶解, 并稀释至 1000ml) 4.0ml, 用水稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液; 另精密称取在 130℃ 干燥至恒重的氯化钠 1.2711g, 置 500ml 量瓶中, 加水使溶解并稀释至刻度(每 1ml 含钠 1mg), 摇匀, 精密量取 10ml, 置 50ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 取 100ml 量瓶 4 只, 分别精密加入上述溶液 0、0.5、1.0、1.5ml, 各加氯化铯溶液 4.0ml, 用水稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法), 在 589nm 的波长处分别测定, 计算, 即得。

磷 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1ml 置瓷坩埚中, 加氧化锌 1g, 置电炉上炭化, 在 600℃ 炽灼 1 小时, 放冷, 加水 5ml 与盐酸 5ml, 加热煮沸溶解, 定量转移至 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液与测定法 见游离磷酸盐项下。

【类别】 补磷药。

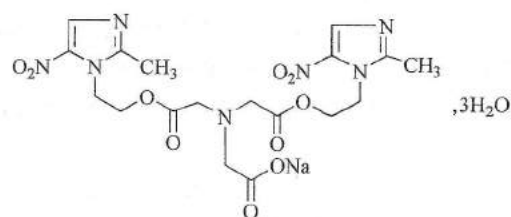
【规格】 10ml : 2.16g

【贮藏】 25℃ 以下, 不得冰冻, 密闭保存。

甘氨酸双唑钠

Gan'an Shuangzuona

Glycididazole Sodium



$C_{18}H_{22}N_7NaO_{10} \cdot 3H_2O$ 573.45

本品为 *N,N*-双[2-[(2-甲基-5-硝基-1*H*-咪唑-1-基)乙氧基]-2-氧代-乙基]甘氨酸钠三水合物。按无水无残留溶剂计算, 含 $C_{18}H_{22}N_7NaO_{10}$ 应为 97.0%~102.0%。

【性状】 本品为类白色至微黄色的结晶或结晶性粉末；无臭；遇光色渐变深。

本品在水或甲醇中易溶，在三氯甲烷或环己烷中不溶；在冰醋酸中易溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含甘氨双唑钠约 15 μ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 319nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1129 图)一致。

(4)本品的水溶液显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸碱度 取本品 0.10g，加水 10ml 溶解后，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 6.0~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g，加水 10ml 溶解后，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较，不得更浓；如显色，与黄色或黄绿色 4 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较，不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。临用新制。

供试品溶液 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05mol/L 醋酸铵溶液(pH 7.1)(15 : 85)为流动相；检测波长为 316nm；进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甘氨双唑钠峰计算不低于 3000，甘氨双唑钠峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与甲硝唑保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过 1.0%；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%)；杂质总量不得过 2.0%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

内标溶液 取乙酸乙酯适量，用二甲基亚砜稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 1.0g，精密称定，置 10ml 量瓶中，加内标溶液溶解并稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取乙醇适量，精密称定，用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中含乙醇 0.5mg 的溶液，摇匀。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度 60℃，保持 10 分钟，再以每分钟 20℃的升温速率升至 200℃，保持 3 分钟；进样口温度

为 230℃；检测器温度为 250℃；进样体积 1 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中，乙醇峰与内标峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积计算，含乙醇不得过 0.5%。

氯化物 取本品 0.30g，加水 25ml 溶解后，依法检查(通则 0801)，与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较，不得更浓(0.020%)。

水分 取本品，照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定，含水分应为 9.0%~11.5%。

结晶性 取本品少许，依法检查(通则 0981 第一法)，应符合规定。

重金属 取本品 1.0g，依法检查(通则 0821 第二法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。临用新制。

对照品溶液 取甘氨双唑钠对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

供试品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 放射增敏药。

【贮藏】 密封，凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用甘氨双唑钠

注射用甘氨双唑钠

Zhusheyong Gan'an Shuangzuona

Glycididazole Sodium for Injection

本品为甘氨双唑钠的无菌冻干品。按平均装量计算，含无水甘氨双唑钠($C_{18}H_{22}N_7NaO_{10}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色至微黄色的疏松块状物或粉末；无臭；遇光色渐变黄。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含无水甘氨双唑钠约 15 μ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 319nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 酸碱度 取本品，加水制成每 1ml 中含无水甘氨双唑钠约 10mg 的溶液，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 6.5~8.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品，加水制成每 1ml 中含无水甘氨双唑钠约 10mg 的溶液，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较，不得更浓；如显色，与黄色或黄

绿色 5 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含无水甘氨酸双唑钠 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甘氨酸双唑钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与甲硝唑保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 2.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(1.5%);杂质总量不得过 4.0%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 3.0%。

热原 取本品,加灭菌注射用水制成每 1ml 中含无水甘氨酸双唑钠约 50mg 的溶液,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 注射 1ml,应符合规定。

无菌 取本品,用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液适量溶解后,经薄膜过滤法处理,用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液分次冲洗(每膜不少于 200ml),以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。临用新制。

对照品溶液 取甘氨酸双唑钠对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含无水甘氨酸双唑钠 0.5mg 的溶液。

供试品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甘氨酸双唑钠含量测定项下。

【类别】 同甘氨酸双唑钠。

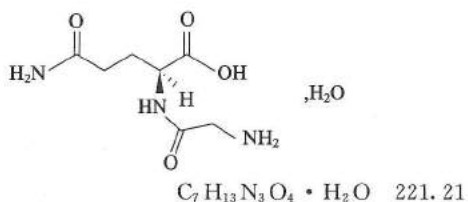
【规格】 按 $C_{18}H_{22}N_7NaO_{10}$ 计 (1)0.25g (2)0.6g

【贮藏】 密闭,凉暗干燥处保存。

甘氨酸谷氨酰胺

Gan'anxian Gu'anxian'an

Glycyl Glutamine



本品为甘氨酸-L-谷氨酰胺一水合物。按无水物计算,含 $C_7H_{13}N_3O_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末,无臭。

本品在水中易溶,在乙醇、丙酮或乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -1.2° 至 -2.4° 。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水约 1ml 溶解,加茚三酮试液 5 滴,加热,即显蓝紫色。

(2)取本品约 0.2g,置试管中,加氢氧化钠试液 5ml,缓缓煮沸,即发生氨臭,能使润湿的红色石蕊试纸变蓝。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.0。

溶液的透光率 取本品 1.0g,加水溶解并稀释至 20ml 后,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 98.0%。

溶液的澄清度 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.10g 的溶液,溶液应澄清,如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓。

氯化物 取本品 0.30g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

铵盐 取本品 0.10g,在 60 $^{\circ}$ C 以下减压蒸馏,依法检查(通则 0808),与标准氯化铵溶液 10.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.10%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.0mg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品、杂质 II 对照品适量,分别精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 分别精密量取供试品溶液与对照品溶液 1ml,置同一 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甘氨酸谷氨酰胺 50mg,置 50ml 量瓶中,加浓过氧化氢溶液 5ml,放置 30 分钟,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用氨基键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 4.5)-乙腈(35:65)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甘氨酸谷氨酰胺峰计算不低于 2000;系统适用性溶液色谱图中,甘氨酸谷氨酰胺峰与相邻杂质峰间的分离度应符合要求;对照溶液色谱图中,甘氨酸谷氨酰胺峰高信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液

相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,含杂质 I 与杂质 II,按外标法以峰面积计算,均不得过 0.5%;其他单个未知杂质峰面积不得大于对照溶液中甘氨酸谷氨酰胺峰面积的 0.5 倍(0.5%);其他未知杂质色谱峰面积的和不得大于对照溶液中甘氨酸谷氨酰胺峰面积(1.0%);小于对照品溶液甘氨酸谷氨酰胺峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

其他氨基酸 取本品适量,加水溶解并稀释制成适宜浓度的溶液,作为供试品溶液;另取甘氨酸、谷氨酰胺、谷氨酸和甘氨酸谷氨酰胺对照品各适量,加水溶解并稀释制成适宜浓度的溶液,作为系统适用性溶液。用适宜的氨基酸分析仪或高效液相色谱仪进行分离测定,甘氨酸峰、谷氨酰胺峰、谷氨酸峰和甘氨酸谷氨酰胺峰之间的分离度均应符合要求。按外标法以峰面积计算,含甘氨酸不得过 1.0%,谷氨酰胺和谷氨酸的总量不得过 0.5%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品 50mg,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 1ml 使溶解,密封。

对照品溶液 分别取乙醇、乙酸乙酯、甲苯各适量,精密称定,用二甲基亚砜稀释制成对照品贮备液;分别精密量取各对照品贮备液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含乙醇 25 μ g、乙酸乙酯 250 μ g 和甲苯 44.5 μ g 的混合溶液,精密量取 1ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 5% 苯基二甲聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 6 分钟,以每分钟 10℃ 的速率升温至 160℃,维持 3 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 40 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各主峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,乙醇的残留量不得过 0.05%,乙酸乙酯与甲苯的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量应为 7.0%~9.0%。

炽灼残渣 取本品,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

铁盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.001%)。

重金属 取本品 2.0g,依法检查(通则 0821 第三法),含重金属不得过百万分之五。

砷盐 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1g 甘氨酸谷氨酰胺中含内毒素的量应小于 6EU。(供注射用)

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加无水甲酸

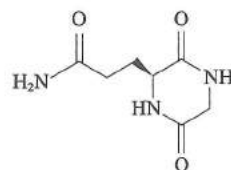
2ml,冰醋酸 40ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 20.32mg 的 $C_7H_{11}N_3O_4$ 。

【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 密封保存。

附:

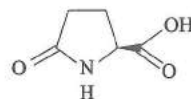
杂质 I



$C_7H_{11}N_3O_3$ 185.18

环-(甘氨酸-谷氨酰胺)

杂质 II



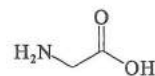
$C_5H_7NO_3$ 129.11

焦谷氨酸

甘氨酸

Gan'ansuan

Glycine



$C_2H_5NO_2$ 75.07

本品为氨基乙酸。按干燥品计算,含 $C_2H_5NO_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色至类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇或乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品与甘氨酸对照品各适量,分别加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,作为供试品溶液与对照品溶液。照其他氨基酸项下的方法试验,供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 929 图)一致。

【检查】 **酸度** 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.6~6.6。

溶液的透光率 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,照紫外-

可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 98.0%。

氯化物 取本品 1.0g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.007%)。

硫酸盐 取本品 2.5g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.5ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.006%)。

铵盐 取本品 0.10g,依法检查(通则 0808),与标准氯化铵溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

其他氨基酸 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甘氨酸对照品与丙氨酸对照品各适量,置同一量瓶中,加水溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 10mg 和 0.05mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正丙醇-氨水(7:3)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 2 μ l,分别点于同一薄层板上,展开约 10cm,晾干,在 80℃干燥 30 分钟,喷以茚三酮的正丙醇溶液(1→100),在 105℃加热至斑点出现,立即检视。

系统适用性要求 对照溶液应显一个清晰的斑点,系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点。

限度 供试品溶液除主斑点外,所显杂质斑点个数不得超过 1 个,其颜色与对照溶液的主斑点比较不得更深(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥 3 小时,减失重量不得超过 0.2%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

铁盐 取本品 1.50g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.5ml 制成的对照液比较,不得更深(0.001%)。

重金属 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1g 甘氨酸中含内毒素的量应小于 20EU。(供注射用)

【含量测定】 取本品约 70mg,精密称定,加无水甲酸 1.5ml 使溶解,加冰醋酸 50ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 7.507mg 的 $C_2H_5NO_2$ 。

【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 甘氨酸冲洗液

甘氨酸冲洗液

Gan'ansuan Chongxiye

Glycine Irrigation Solution

本品为甘氨酸的灭菌水溶液。含甘氨酸($C_2H_5NO_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 35ml,置水浴上蒸发至约 5ml,加稀盐酸 1ml 及 50%亚硝酸钠溶液 5 滴,即产生气泡。

(2)取本品,照甘氨酸项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

【检查】 pH 值 应为 4.5~6.5(通则 0631)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1ml 中含内毒素的量应小于 0.50EU。

其他 应符合冲洗剂项下有关的各项规定(通则 0128)。

【含量测定】 精密量取本品 10ml,置锥形瓶中,加水 10ml 和预先调节 pH 值至 9.0 的甲醛溶液 10ml,摇匀,加混合指示剂[取酚酞 75mg 和麝香草酚蓝 25mg,加乙醇-水(1:1)适量使溶解,并稀释成 100ml]5 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显淡紫色,每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 7.507mg 的 $C_2H_5NO_2$ 。

【类别】 同甘氨酸。

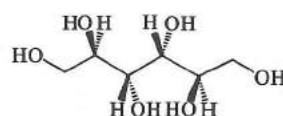
【规格】 2000ml:30g

【贮藏】 遮光,密封保存。

甘露醇

Ganluchun

Mannitol



$C_6H_{14}O_6$ 182.17

本品为 D-甘露糖醇。按干燥品计算,含 $C_6H_{14}O_6$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醚和乙醇中几乎不溶或不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 166~170℃。

比旋度 取本品约 1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加钼酸铵溶液(1→10)40ml,再加入 0.5mol/L 的硫酸溶液 20ml,用水稀释至刻度,摇匀,在 25℃时依法测定(通则 0621),比旋度为 +137°至 +145°。

【鉴别】 (1)取本品的饱和水溶液 1ml,加三氯化铁试液与氢氧化钠试液各 0.5ml,即生成棕黄色沉淀,振摇不消失;滴加过量的氢氧化钠试液,即溶解成棕色溶液。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1238 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 5.0g,加水 50ml 溶解后,加酚酞指示液 3 滴与氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.30ml,应显粉红色。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.5g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清无色,如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 50mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度。

系统适用性溶液 取甘露醇与山梨醇各 0.5g,置同一 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度。

色谱条件 用磺化交联的苯乙烯二乙烯基苯共聚物为填充剂的强阳离子钙型交换柱(或分离效能相当的色谱柱);以水为流动相;流速为每分钟 0.5ml;柱温为 80℃;示差折光检测器,检测温度为 55℃;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,甘露醇峰与山梨醇峰间的分离度应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

还原糖 取本品 5.0g,置锥形瓶中,加 25ml 水使溶解,加枸橼酸铜溶液(取硫酸铜 25g、枸橼酸 50g 和无水碳酸钠 144g,加水 1000ml 使溶解,即得)20ml,加热至沸腾,保持沸腾 3 分钟,迅速冷却,加 2.4%(V/V)冰醋酸溶液 100ml 和 0.025mol/L 碘滴定液 20.0ml,摇匀,加 6%(V/V)盐酸溶液 25ml(沉淀应完全溶解。如有沉淀,继续加该盐酸溶液至沉淀完全溶解),用硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)滴定,近终点时加淀粉指示液 1ml,继续滴定至蓝色消失。消耗硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)的体积不得少于 12.8ml。

氯化物 取本品 2.0g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.003%)。

硫酸盐 取本品 2.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

草酸盐 取本品 1.0g,加水 6ml,加热溶解后,放冷,加氨试液 3 滴与氯化钙试液 1ml,摇匀,置水浴中加热 15 分钟后,取出,放冷;如发生浑浊,与草酸钠溶液[取草酸钠 0.1523g,置 1000ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。每 1ml 相当于 0.1mg 的草酸盐(C_2O_4)]2.0ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

钾盐 取本品 1.0g,加水 10ml 使溶解,加稀硫酸 5ml 与溴化钾溴试液 0.5ml,置水浴上加热 20 分钟,使保持稍过量的溴存在(必要时可滴加溴化钾溴试液),并随时补充蒸散的水分,放冷,加盐酸 5ml 与水适量使成 28ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,置 250ml 量瓶中,加水使溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 10ml,置碘瓶中,精密加高碘酸钠溶液[取硫酸溶液(1→20)90ml 与高碘酸钠溶液(2.3→1000)110ml 混合制成]50ml,置水浴上加热 15 分钟,放冷,加碘化钾试液 10ml,密塞,放置 5 分钟,用硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液 1ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)相当于 0.9109mg 的 $C_6H_{14}O_6$ 。

【类别】 脱水药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 甘露醇注射液

甘露醇注射液

Ganluchun Zhushuye

Mannitol Injection

本品为甘露醇的灭菌水溶液。含甘露醇($C_6H_{14}O_6$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,照甘露醇项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.5~6.5(通则 0631)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1g 甘露醇中含内毒素的量应小于 1.25EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于甘露醇 5g),加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

对照品溶液 取甘露醇对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

系统适用性溶液 取甘露醇与山梨醇各 0.5g,置同一 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用磺化交联的苯乙烯二乙烯基苯共聚物为填充剂的强阳离子钙型交换柱(或分离效能相当的色谱柱);以水为流动相;流速为每分钟 0.5ml;柱温为 80℃;示差折光检

测器,检测温度为 55℃;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,甘露醇峰与山梨醇峰间的分离度应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甘露醇。

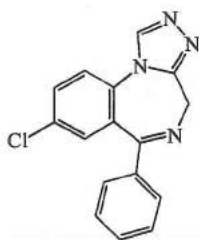
【规格】 (1)20ml:4g (2)50ml:10g (3)100ml:20g (4)250ml:50g (5)500ml:100g (6)3000ml:150g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

艾司唑仑

Aisizuolun

Estazolam



$C_{16}H_{11}ClN_4$ 294.74

本品为 6-苯基-8-氯-4H-[1,2,4]-三氮唑[4,3-a][1,4]苯并二氮杂草。按干燥品计算,含 $C_{16}H_{11}ClN_4$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在甲醇中溶解,在乙酸乙酯或乙醇中略溶,在水中几乎不溶;在醋酐中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 229~232℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加盐酸溶液(9→1000)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 271nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 349~367。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加盐酸溶液(1→2)15ml,缓缓煮沸 15 分钟,放冷,溶液显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

(2)取本品约 1mg,加稀硫酸 1~2 滴,置紫外光灯(365nm)下检视,显天蓝色荧光。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 63 图)一致(如不一致,用甲醇重结晶后测定)。

【检查】 氯化物 取本品 1.0g,加水 50ml,振摇 10 分钟,滤过;分取滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.014%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀

释制成每 1ml 中约含 2μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(65:35)为流动相;检测波长为 223nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按艾司唑仑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,加醋酐 50ml 溶解后,加结晶紫指示液 2 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显黄色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 14.74mg 的 $C_{16}H_{11}ClN_4$ 。

【类别】 抗焦虑药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)艾司唑仑片 (2)艾司唑仑注射液

艾司唑仑片

Aisizuolun Pian

Estazolam Tablets

本品含艾司唑仑($C_{16}H_{11}ClN_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于艾司唑仑 10mg),加乙醇 10ml,振摇使艾司唑仑溶解,滤过,滤液蒸干,残渣照艾司唑仑项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于艾司唑仑 2mg),加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含艾司唑仑 2μg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见艾司唑仑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 100ml(1mg 规格)或 200ml(2mg 规格)量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)适量,充分振摇使艾司唑仑溶解,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含

量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)100ml(1mg 规格)或 200ml(2mg 规格)为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 268nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{16}H_{11}ClN_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 352 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 30 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于艾司唑仑 10mg),置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)60ml,充分振摇使艾司唑仑溶解,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 268nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{16}H_{11}ClN_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 352 计算。

【类别】 同艾司唑仑。

【规格】 (1)1mg (2)2mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

艾司唑仑注射液

Aisizolun Zhushuye

Estazolam Injection

本品为艾司唑仑加适宜助溶剂制成的灭菌水溶液。含艾司唑仑($C_{16}H_{11}ClN_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于艾司唑仑 1mg),加稀硫酸 2 滴,置紫外光灯(365nm)下检视,显天蓝色荧光。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 5.6~7.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相稀释制成每 1ml 中约含艾司唑仑 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含艾司唑仑 $2\mu\text{g}$ 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见艾司唑仑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除苯甲酸钠峰外,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释成每 1ml 中约含艾司唑仑 $10\mu\text{g}$ 的溶液。

对照品溶液 取艾司唑仑对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 $10\mu\text{g}$ 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同艾司唑仑。

【规格】 (1)1ml:1mg (2)1ml:2mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

艾司奥美拉唑钠

Aisi'aomeilazuona

Esomeprazole Sodium



本品为 5-甲氧基-2-[(S)-[(4-甲氧基-3,5-二甲基-2-吡啶基)甲基]亚硫酸基]-1H-苯并咪唑钠盐。按无水与无溶剂物计,含 $C_{17}H_{18}N_3O_3SNa$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末;有引湿性。

本品在乙醇中易溶。

【鉴别】 (1)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

(2)取本品约 195mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,加 3.8%氯化钾溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另精密量取标准钠溶液(每 1ml 相当于 1.0mg 的 Na)1ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 15ml,置 100ml 量瓶中,加 3.8%氯化钾溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。取对照品溶液与供试品溶液,照原子吸收分光光度法(通则 0406),在 589.0nm 的波长处测定,供试品溶液的吸光度应与对照品溶液的吸光度基本一致。

【检查】 杂质吸光度 取本品 2.0g,加甲醇 100ml 使溶解,立即照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 440nm 与 650nm 的波长处测定,吸光度均不得大于 0.05。

碱度 取本品 2.0g,加水 100ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 10.3~11.3。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相 A 溶解

并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液 分别取奥美拉唑对照品与杂质 I 对照品各适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.02mg 的混合溶液。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶(Microspher C18, 4.6mm \times 100mm,3 μ m 或效能相当的色谱柱)为填充剂;以水-磷酸盐缓冲液(pH 7.6)(每 1000ml 中含磷酸二氢钠 0.0052mol 与磷酸氢二钠 0.032mol)-乙腈(80:10:10)为流动相 A,以乙腈-磷酸盐缓冲液(pH 7.6)-水(80:1:19)为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 302nm;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	80	20
30	0	100
31	100	0
45	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,奥美拉唑峰的保留时间为 14~19 分钟,奥美拉唑峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 2.5。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图至 30 分钟。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按峰面积归一化法计算,杂质 I 不得过 0.2%,杂质 II(相对保留时间约为 0.21)与杂质 III(相对保留时间约为 1.10)均不得过 0.1%,其他单个杂质不得过 0.1%,杂质总量不得过 0.5%。

R-对映体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

磷酸盐缓冲液(pH 11.0) 每 1000ml 中含磷酸钠 0.0028mol 与磷酸氢二钠 0.011mol。

供试品溶液 取本品,加磷酸盐缓冲液(pH 11.0)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.32mg 的溶液,精密量取 2ml,置 20ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取奥美拉唑对照品约 18mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇 5ml 使溶解,用磷酸盐缓冲液(pH 11.0)稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用 α_1 -酸性糖蛋白键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(pH 6.0)(每 1000ml 中含磷酸二氢钠 0.0175mol 与磷酸氢二钠 0.0025mol)-乙腈(85:15)为流动相,检测波长为 302nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为 R-对映体与艾司奥美拉唑,艾司奥美拉唑峰的保留时间为 4~5 分钟,两峰之间的分离度应大于 3。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色

谱图。

限度 按峰面积归一化法计算,含 R-对映体不得过 0.5%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.25g,精密称定,置 20ml 顶空瓶中,精密加入 N,N-二甲基乙酰胺 2ml,密封,摇匀。

对照品溶液 取甲苯 38mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,用 N,N-二甲基乙酰胺稀释至刻度,摇匀;取丙酮 62mg、甲醇 38mg 与乙腈 25mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,精密加入上述甲苯溶液 10ml,用 N,N-二甲基乙酰胺稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 20ml 顶空瓶中,密封,摇匀。

色谱条件 用 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 40 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟,以每分钟 10 $^{\circ}$ C 的速率升温至 100 $^{\circ}$ C,再以每分钟 30 $^{\circ}$ C 的速率升温至 230 $^{\circ}$ C,维持 3 分钟;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C,检测器温度为 280 $^{\circ}$ C;顶空瓶平衡温度为 70 $^{\circ}$ C,平衡时间为 20 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰之间的分离度应大于 3.0。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲苯的残留量不得过 0.03%,丙酮、甲醇与乙腈的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.0%。

重金属 取本品 1.0g,置坩埚中,加 25%硫酸镁的稀硫酸溶液 4ml,混匀,缓缓炽灼至完全炭化,在 700~800 $^{\circ}$ C 炽灼 1 小时,放冷,残渣用稀盐酸 10ml 溶解,加酚酞指示液 1 滴,滴加浓氨溶液至溶液显粉红色,滴加冰醋酸至粉红色消失,再加冰醋酸 0.5ml,滤过,用水冲洗滤器,合并滤液与洗液,用水稀释至 20ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,加新沸冷水 50ml 使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 36.74mg 的 $C_{17}H_{18}N_3O_3SNa$ 。

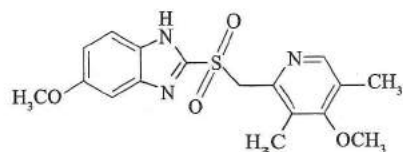
【类别】 质子泵抑制药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 注射用艾司奥美拉唑钠

附:

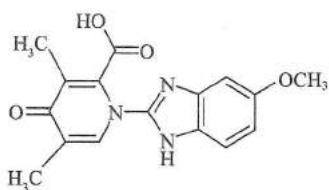
杂质 I



$C_{17}H_{18}N_3O_4S$ 361.42

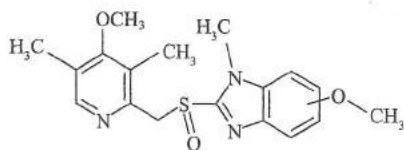
5-甲氧基-2-[[[4-甲氧基-3,5-二甲基-2-吡啶基]甲基]磺酰基]-1H-苯并咪唑

杂质Ⅱ


 $C_{16}H_{15}N_3O_4$ 313.31

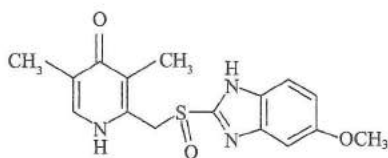
1,4-二氢-1-(5-甲氧基-1*H*-苯并咪唑-2-基)-3,5-二甲基-4-氧代-2-吡啶羧酸

杂质Ⅲ


 $C_{18}H_{21}N_3O_3S$ 359.44

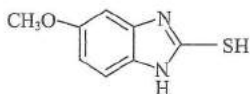
5-甲氧基-2-[[[4-甲氧基-3,5-二甲基-2-吡啶基]甲基]亚硫酸基]-1-甲基苯并咪唑与 6-甲氧基-2-[[[4-甲氧基-3,5-二甲基-2-吡啶基]甲基]亚硫酸基]-1-甲基苯并咪唑

杂质Ⅳ


 $C_{16}H_{17}N_3O_3S$ 331.39

2-[[[5-甲氧基-1*H*-苯并咪唑-2-基]亚硫酸基]甲基]-3,5-二甲基-4(1*H*)-1-吡啶酮

杂质Ⅴ


 $C_8H_8N_2OS$ 180.23

2-巯基-5-甲氧基-1*H*-苯并咪唑

注射用艾司奥美拉唑钠

Zhusheyong Aisi'aomeilazuona

Esomeprazole Sodium for Injection

本品为艾司奥美拉唑钠的无菌冻干品。含艾司奥美拉唑钠按艾司奥美拉唑($C_{17}H_{13}N_3O_3S$)计算,应为标示量的97.0%~109.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于艾司奥美拉唑

40mg),加水5ml,振摇使溶解,作为供试品溶液;以0.03%乙二胺四醋酸二钠溶液作为对照溶液;取供试品溶液与对照溶液各0.5ml,依次加入0.008%硫酸镍溶液1.0ml、1mol/L氨水溶液1.0ml、1%丁二酮肟乙醇溶液1.0ml,混匀,放置1分钟,供试品溶液与对照溶液均应呈无色至微黄色。同时做空白对照试验,溶液应呈明显的红色。

(2)照高效液相色谱法(通则0512)试验。

磷酸盐缓冲液(pH 11.0) 每1000ml中含磷酸钠0.0028mol与磷酸氢二钠0.011mol。

供试品溶液 取本品,加磷酸盐缓冲液(pH 11.0)溶解并稀释制成每1ml中约含艾司奥美拉唑0.01mg的溶液。

对照品溶液 取奥美拉唑对照品10mg,置100ml量瓶中,加磷酸盐缓冲液(pH 11.4)(每1000ml中含磷酸钠0.0179mol与磷酸氢二钠0.0348mol)15ml使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,量取5ml,置25ml量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 11.0)稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用 α_1 -酸性糖蛋白键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(pH 6.2)(每1000ml中含磷酸二氢钠0.0174mol与磷酸氢二钠0.00253mol)-乙腈(85:15)为流动相;检测波长为280nm;流速为每分钟0.6ml;进样体积20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,出峰顺序依次为*R*-对映体与艾司奥美拉唑,艾司奥美拉唑峰保留时间约为4分钟,两峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

结果判定 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液中艾司奥美拉唑峰的保留时间一致。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 碱度 取本品1瓶,加0.9%氯化钠溶液5.2ml振摇使溶解后,依法测定(通则0631),pH值应为10.0~11.0。

溶液的澄清度 取本品1瓶,加0.9%氯化钠溶液5.2ml溶解后,依法检查(通则0902 第一法),溶液应澄清。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品5瓶,加鉴别(2)项下的磷酸盐缓冲液(pH 11.0)溶解并稀释制成每1ml中约含艾司奥美拉唑0.1mg的溶液。

系统适用性溶液 取杂质Ⅰ对照品与奥美拉唑各适量,加磷酸盐缓冲液(pH 11.0)溶解并稀释制成每1ml中各约含0.5 μ g的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Microspher C18, 4.6mm \times 100mm, 3 μ m或效能相当的色谱柱);以乙腈-磷酸盐缓冲液(pH 7.4)(每1000ml中含磷酸二氢钠0.00123mol与磷酸氢二钠0.00298mol)-四丁基硫酸氢铵溶液[取四丁基硫酸氢铵6.8g,加1mol/L氢氧化钠溶液

20ml 使溶解,用上述磷酸盐缓冲液(pH 7.4)稀释至 1000ml](26:69:5)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,奥美拉唑峰的保留时间为 7~8 分钟,奥美拉唑峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按峰面积归一化法计算,杂质 IV(相对保留时间约为 0.26)不得过 1.3%,杂质 I 与杂质 III(相对保留时间约为 1.5)均不得过 0.9%,杂质 II(相对保留时间约为 0.32)与杂质 V(相对保留时间约为 0.34)均不得过 0.3%,其他单个杂质不得过 0.2%,杂质总量不得过 2.6%,小于总峰面积 0.05%的色谱峰忽略不计。

水分 取本品 5 瓶,照水分测定法(通则 0832 第一法 2)测定,含水分不得过 5.0%。

细菌内毒素 取本品,依法测定(通则 1143),每 1mg 艾司奥美拉唑钠中含内毒素的量应小于 2.5EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 5 瓶,加鉴别(2)项下的磷酸盐缓冲液(pH 11.0)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含艾司奥美拉唑 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取奥美拉唑对照品 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加鉴别(2)项下的磷酸盐缓冲液(pH 11.4) 15ml 使溶解,用水稀释至刻度。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同艾司奥美拉唑钠。

【规格】 40mg(按 $C_{17}H_{19}N_3O_3S$ 计)

【贮藏】 遮光,密闭保存。

艾司奥美拉唑镁肠溶片

Aisi'aomeilazuomei Changrongpian

Esomeprazole Magnesium Enteric-coated Tablets

本品含艾司奥美拉唑镁按艾司奥美拉唑($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)计算,应为标示量的 93.0%~105.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色,内含多个肠溶微囊。

【鉴别】 (1)照高效液相色谱法(通则 0512)试验。

磷酸盐缓冲液(pH 11.0) 每 1000ml 中含磷酸钠

0.0137mol 与磷酸氢二钠 0.0551mol。

供试品溶液 取本品适量(约相当于艾司奥美拉唑 20mg),置 200ml 量瓶中,加磷酸盐缓冲液(pH 11.0)约 120ml,振摇,加乙醇 40ml,超声使艾司奥美拉唑镁溶解,放冷,用磷酸盐缓冲液(pH 11.0)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取奥美拉唑对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 20ml 使溶解,用磷酸盐缓冲液(pH 11.0)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用 α_1 -酸性糖蛋白键合硅胶为填充剂;以乙腈-磷酸盐缓冲液(pH 6.0)(每 1000ml 中含磷酸氢二钠 0.0747mol 与磷酸二氢钠 0.400mol)-水(150:85:765)为流动相;检测波长为 302nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,出峰顺序依次为 R-对映体与艾司奥美拉唑,艾司奥美拉唑峰保留时间约为 4 分钟,两峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

结果判定 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液中艾司奥美拉唑峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量(约相当于艾司奥美拉唑 40mg),精密称定,置 50ml 锥形瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 20ml,振摇 10 分钟使溶解,滤过,量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另精密量取标准镁溶液(每 1ml 相当于 1.0mg 的 Mg)适量,用水稀释制成每 1ml 中含镁约为 10 μ g 的溶液,作为对照品溶液。取对照品溶液与供试品溶液,照原子吸收分光光度法(通则 0406),在 285.2nm 的波长处分别测定,供试品溶液的吸光度应与对照品溶液的吸光度基本一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于艾司奥美拉唑 20mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml,振摇,加鉴别(1)项下的磷酸盐缓冲液(pH 11.0)20ml,振摇,超声使艾司奥美拉唑镁溶解,用水稀释至刻度,滤过,取续滤液。

系统适用性溶液 分别取奥美拉唑与杂质 I 对照品各适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.02mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Microspher C18, 4.6mm \times 100mm, 3 μ m 或效能相当的色谱柱);以水-磷酸盐缓冲液(pH 7.6)(每 1000ml 中含磷酸二氢钠 0.0052mol 与磷酸氢二钠 0.0315mol)-乙腈(80:10:10)为流动相 A,以乙腈-磷酸盐缓冲液(pH 7.6)-水(80:1:19)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 302nm;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	80	20
30	0	100
31	100	0
45	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,艾司奥美拉唑峰的保留时间为 14~19 分钟,艾司奥美拉唑峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 2.5。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图至 30 分钟。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按峰面积归一化法计算,杂质 I 含量不得过 0.5%,其他单个杂质含量不得过 0.2%,杂质总量不得过 2.0%。

含量均匀度(20mg 规格) 以含量测定项下测得的每片含量计算,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二方法 1)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 300ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 2 小时,随即在各溶出杯中加入预热至 37℃±0.5℃的 0.086mol/L 磷酸氢二钠溶液 700ml,混匀,转速不变,继续依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液 5ml,精密加入 0.25mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,摇匀。

对照品溶液 取奥美拉唑对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 10ml 使溶解,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)(取 0.086mol/L 磷酸氢二钠溶液 700ml 与 0.1mol/L 盐酸溶液 300ml,混匀)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml(20mg 规格)或 10ml(40mg 规格),置 50ml 量瓶中,用上述磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,精密加 0.25mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,摇匀。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

耐酸力 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。如平均溶出量不小于标示量的 90%,则不再进行测定。

溶出条件 以氯化钠的盐酸溶液(取氯化钠 1g,加盐酸 3.5ml,加水至 500ml)500ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 2 小时时取下转篮。

供试品溶液 用水洗转篮内颗粒至洗液呈中性,用少量鉴别(1)项下的磷酸盐缓冲液(pH 11.0)将颗粒分别移至 100ml(20mg 规格)或 200ml(40mg 规格)量瓶中,加乙醇

20ml(20mg)或 40ml(40mg),超声使艾司奥美拉唑溶解,用上述磷酸盐缓冲液(pH 11.0)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的含量。

限度 6 片中每片含量不得少于标示量的 90%;如有 1~2 片小于标示量的 90%,但平均含量不得少于标示量的 90%。

其他 应符合制剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,分别置 100ml(20mg)或 200ml(40mg)量瓶中,加鉴别(1)项下的磷酸盐缓冲液(pH 11.0)60ml(20mg 规格)或 120ml(40mg 规格),振摇 20 分钟,加乙醇 20ml(20mg)或 40ml(40mg),超声使艾司奥美拉唑溶解,用上述磷酸盐缓冲液(pH 11.0)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取奥美拉唑对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 20ml 使溶解,用上述磷酸盐缓冲液(pH 11.0)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-磷酸盐缓冲液(pH 7.3)(每 1000ml 中含磷酸二氢钠 0.0105mol 与磷酸氢二钠 0.0300mol)-水(35:50:15)为流动相;检测波长为 302nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 艾司奥美拉唑峰的保留时间应不小于 3.5 分钟,理论板数按艾司奥美拉唑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片含量,并求出 10 片的平均含量。

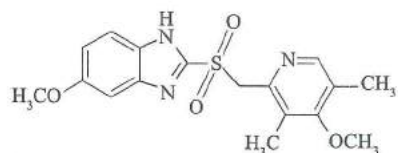
【类别】 质子泵抑制药。

【规格】 按 C₁₇H₁₉N₃O₄S 计 (1)20mg (2)40mg

【贮藏】 密封保存。

附:

杂质 I



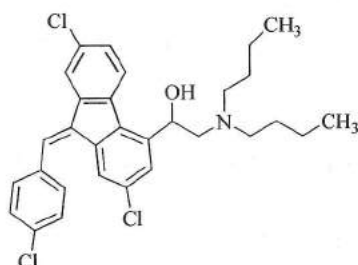
C₁₇H₁₉N₃O₄S 361.42

5-甲氧基-2-[(4-甲氧基-3,5-二甲基-2-吡啶基)甲基]磺酰基]-1H-苯并咪唑

本 芴 醇

Benwuchun

Lumefantrine

 $C_{30}H_{32}Cl_3NO$ 528.94

本品为(9Z)-2-(二丁氨基)-1-[2,7-二氯-9-(4-氯苯基亚甲基)-9H-芴-4-基]乙醇。按干燥品计算,含 $C_{30}H_{32}Cl_3NO$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为黄色结晶性粉末,有苦杏仁臭。

本品在丙酮中略溶,在乙醇或水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 125~131℃。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,置试管中,加枸橼酸醋酐试液 1ml,置水浴上加热,即显紫色。

(2)取本品,加乙醇适量,置水浴中微温使溶解,制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 234nm、266nm、301nm 与 335nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 76 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取本芴醇与杂质 I 对照品各适量,加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中约含本芴醇 0.3mg 与杂质 I 30 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Agilent Nucleosil 100-5 C18, 4.0mm \times 125mm, 5 μ m 或效能相当的色谱柱);取己烷磺酸钠 5.65g 和磷酸二氢钠 2.75g 溶于 800ml 水中,用磷酸调节 pH 值至 2.3,用水稀释至 1000ml,即得离子对溶液,以离子对溶液-水-乙腈-正丙醇(20:50:25:5)为流动相 A,离子对溶液-水-乙腈-正丙醇(20:10:65:5)为流动相 B,水-乙腈-正丙醇(1:1:4)为流动相 C,按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟 2.0ml;检测波长为 265nm;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)	流动相 C(%)
0	25	75	0
14	25	75	0
19	0	100	0
20	0	80	20
26	0	80	20
27	0	30	70
50	0	30	70
51	25	75	0
56	25	75	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,本芴醇峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 0.5;对照溶液色谱图中,主峰峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(0.3%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加 *N,N*-二甲基甲酰胺 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇与甲苯各适量,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中约含甲醇 120 μ g、乙醇 200 μ g、丙酮 200 μ g、异丙醇 200 μ g 与甲苯 36 μ g 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 5 分钟,再以每分钟 20℃ 的速率升温至 200℃,维持 5 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;载气为氦气或氮气;顶空瓶平衡温度为 90℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇与甲苯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.2%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,加醋酐 20ml,振摇使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 52.89mg 的 $C_{30}H_{32}Cl_3NO$ 。

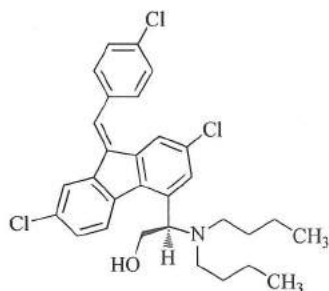
【类别】 抗疟药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 复方蒿甲醚片

附：

杂质 I



及其对映异构体

$C_{30}H_{32}Cl_3NO$ 528.94

(RS, Z)-2-二丁氨基-2-[2,7-二氯-9-(4-氯苯基亚甲基)-9H-芴-4-基]-1-乙醇

可待因桔梗片

Kedaiyin Jiegeng Pian

Codeine Phosphate and Platycodon Tablets

本品每片含磷酸可待因($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot 1 \frac{1}{2} H_2O$)应为 10.8~13.2mg;含桔梗皂苷应不少于 9mg。

【处方】

桔梗流浸膏 50g

磷酸可待因($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot 1 \frac{1}{2} H_2O$) 12g

辅料 适量

制成 1000 片

【性状】 本品为浅棕色片或薄膜衣片,除去包衣后显浅棕色。

【鉴别】 取本品的细粉约 1g,加水 10ml 溶解,滤过,滤液做下列(1)、(2)试验。

(1)取滤液 1ml 加水至 10ml,振摇时产生持续性微细泡沫。

(2)取滤液 5 滴于 2ml 冰醋酸中,缓缓加入硫酸 0.5ml,界面处呈红色至红褐色。

(3)取本品的细粉约 0.5g,加水 5ml,摇匀,加氨水 1ml,用三氯甲烷 10ml 振摇提取 1 次,三氯甲烷层加水 2ml 洗涤 1 次,水浴蒸干三氯甲烷,残渣加含亚硒酸 2.5mg 的硫酸 0.5ml,应立即显绿色,渐变为蓝色。

(4)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的细粉约 1g,加水 10ml 使溶解,滤

过,滤液置分液漏斗中,用乙酸乙酯提取 2 次,每次 20ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加无水乙醇 2ml 使溶解。

对照药材溶液 取桔梗对照药材 2g,加乙醇 10ml,浸渍 24 小时,滤过,滤液置分液漏斗中,用乙酸乙酯提取 2 次,每次 20ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加无水乙醇 2ml 使溶解。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-甲醇-水(14:3:3)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照药材溶液各 2 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。

结果判定 供试品溶液色谱图中在与对照药材溶液色谱图相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 含量均匀度 磷酸可待因 取本品 1 片,照含量测定磷酸可待因项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 5ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 精密量取磷酸可待因含量测定项下的对照品溶液,用水定量稀释制成每 1ml 中约含磷酸可待因 0.03mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定磷酸可待因项下。

测定法 见含量测定磷酸可待因项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 磷酸可待因 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于磷酸可待因 12mg),置 50ml 量瓶中,加水 2.5ml,超声使崩解,加甲醇适量,超声 10 分钟使磷酸可待因溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取磷酸可待因对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 48 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈(3.5:1)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按磷酸可待因峰计算不低于 1000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,并将结果乘以 1.068。

桔梗皂苷 取本品 20 片,精密称定,研细;精密称取约 10 片量,置磨口锥形瓶中,精密加水 20ml,密塞,超声 15 分钟,滤过,取续滤液 4.0ml,置分液漏斗中,加氨水 1 滴,摇匀,用

三氯甲烷提取 2 次,每次 15ml,弃去三氯甲烷液,水层用水饱和的正丁醇提取 5 次,每次 15ml,合并正丁醇液,放置 20 分钟,经垫有脱脂棉的玻璃漏斗滤至已恒重的磨口锥形瓶中,置水浴 90℃ 减压蒸干后,在 100℃ 减压干燥 2 小时,称重,计算桔梗皂苷的含量。本品每片含桔梗皂苷应不少于 9mg。

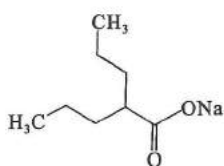
【类别】 镇咳祛痰药。

【贮藏】 密封保存。

丙戊酸钠

Bingwusuanna

Sodium Valproate



$C_8H_{15}NaO_2$ 166.20

本品为 2-丙基戊酸钠。按干燥品计算, $C_8H_{15}NaO_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末或颗粒;有强吸湿性。

本品在水中极易溶解,在甲醇或乙醇中易溶,在丙酮中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取有关物质项下的供试品溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。另取丙戊酸钠对照品约 10mg,置分液漏斗中,加水 10ml,加稀硫酸 5ml,振摇,用二氯甲烷提取 3 次,每次 20ml,合并二氯甲烷液,加无水硫酸钠适量,振摇,滤过,滤液置旋转蒸发器上蒸干(温度不超过 30℃),精密加二氯甲烷 20ml,振摇使残渣溶解,摇匀,作为对照品溶液。照有关物质项下的方法,精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1μl,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 65 图)一致。

(3)本品显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 碱度 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.5~9.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加新沸过的冷水 10ml 使溶解后,溶液应澄清无色。如显色,与黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 1.25g,置分液漏斗中,加水 20ml,振摇使溶解,加稀硝酸 5ml,振摇,放置 12 小时,取下层溶液供试验用。取供试验用溶液 5ml,加水 10ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照溶液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取氯化物检查项下的供试验用溶液 10ml,依法

检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照溶液比较,不得更浓(0.02%)。

醇中不溶物 取本品约 1.0g,加无水乙醇 10ml,应完全溶解。

有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.5g,置分液漏斗中,加水 10ml,加稀硫酸 5ml,振摇使溶解,用二氯甲烷提取 3 次,每次 20ml,合并二氯甲烷液,加无水硫酸钠适量,振摇,滤过,滤液置旋转蒸发器上蒸干(温度不超过 30℃),加二氯甲烷适量,振摇使残渣溶解,定量转移至 100ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取 2-苯乙醇 20mg,置 10ml 量瓶中,加二氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,取 1ml,置 25ml 量瓶中,加供试品溶液 1ml,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)为固定液的毛细管色谱柱;起始温度为 130℃,维持 20 分钟,再以每分钟 5℃ 的速率升温至 200℃,维持 15 分钟;进样口温度为 220℃;检测器温度为 220℃;进样体积 1μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,2-苯乙醇峰与丙戊酸峰之间的分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 3.0%(通则 0831)。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第三法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,加水 30ml 溶解后,加乙醚 30ml,照电位滴定法(通则 0701),用玻璃-饱和甘汞电极,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定至 pH 4.5。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 16.62mg 的 $C_8H_{15}NaO_2$ 。

【类别】 抗癫痫药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)丙戊酸钠片 (2)注射用丙戊酸钠

丙戊酸钠片

Bingwusuanna Pian

Sodium Valproate Tablets

本品含丙戊酸钠($C_8H_{15}NaO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色

或类白色。

【鉴别】 (1)取有关物质项下的供试品溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取丙戊酸钠对照品约 10mg,置分液漏斗中,加水 10ml,加稀硫酸 5ml,振摇,用二氯甲烷提取 3 次,每次 20ml,合并二氯甲烷液,加无水硫酸钠适量,振摇,滤过,滤液置旋转蒸发器上蒸干(温度不超过 30℃),精密加入二氯甲烷 20ml,振摇使残渣溶解,摇匀,作为对照品溶液。照有关物质项下的方法,精密量取对照品溶液与供试品溶液各 1 μ l,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品 5 片,除去糖衣后,研细,加水 10ml,振摇使丙戊酸钠溶解,滤过,滤液显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 10 片,如为糖衣片除去糖衣,精密称定,研细,取细粉适量(约相当于丙戊酸钠 0.5g),照丙戊酸钠有关物质项下的供试品溶液,自“置分液漏斗中”起,依法制备。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见丙戊酸钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

其他 应符合片剂项下有关各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 10 片(0.2g 规格)或 20 片(0.1g 规格),置 100ml 量瓶中,加水约 50ml,振摇使丙戊酸钠溶解,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25ml,照丙戊酸钠含量测定项下的方法,自“加乙醚 30ml”起,依法测定。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 16.62mg 的 $C_8H_{15}NaO_2$ 。

【类别】 同丙戊酸钠。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

丙戊酸钠缓释片(I)

Bingwusuanna Huanshipian (I)

Sodium Valproate Sustained-release Tablets (I)

本品含丙戊酸钠和丙戊酸以丙戊酸钠($C_8H_{15}NaO_2$)计,应为标示量的 95.0%~105.0%。

【处方】

丙戊酸钠	333g
丙戊酸	145g
辅料	适量
制成	1000 片

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量(约相当于丙戊酸钠 0.05g),加水 50ml,振摇使丙戊酸钠溶解,滤过,滤液显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 丙戊酸钠 取本品细粉适量(约相当于丙戊酸钠 0.12g),加冰醋酸 50ml 与醋酐 20ml,振摇使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用玻璃-饱和甘汞电极,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 16.62mg 的 $C_8H_{15}NaO_2$ 。每片含丙戊酸钠应为 308~358mg。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于丙戊酸钠 0.8g),置 100ml 量瓶中,加入乙腈 20ml,振摇 5 分钟,加磷酸盐缓冲液(pH 6.8)约 50ml,振摇 1 小时使丙戊酸钠溶解,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm \times 250mm,5 μ m 或效能相当的色谱柱);以 0.01mol/L 磷酸二氢钠溶液-乙腈(70:30)(用磷酸调节 pH 值至 2.2)为流动相;流速为每分钟 1.5ml;柱温为 45℃;检测波长为 210nm;进样体积 50 μ l。

系统适用性要求 理论板数按丙戊酸峰计算不低于 3000,丙戊酸峰与相邻杂质峰之间的分离度应大于 1.2。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间 0.2 之前的辅料峰外,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(1.5%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 60 转,依法操作,经 1 小时、3 小时、6 小时和 12 小时,分别取溶出液 10ml,并即时补充相同温度、相同体积的溶出介质。

供试品溶液 分别取 1 小时、3 小时、6 小时和 12 小时时的溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取丙戊酸钠对照品,精密称定,加磷酸盐缓冲液(pH 6.8)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。分别计算每片在不同时间的溶出量。

限度 每片在 1 小时、3 小时、6 小时和 12 小时时的溶出

量应分别为标示量的 10%~30%、30%~50%、50%~70% 和 70% 以上, 均应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于丙戊酸钠 0.5g), 置 250ml 量瓶中, 加入乙醇 40ml, 振摇 5 分钟, 加磷酸盐缓冲液(pH 6.8)约 140ml, 振摇 1 小时使丙戊酸钠溶解, 用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取丙戊酸钠对照品, 精密称定, 加磷酸盐缓冲液(pH 6.8)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗癫痫药。

【规格】 0.5g (以丙戊酸钠计)

【贮藏】 密封, 干燥处保存。

曾用名: 丙戊酸钠缓释片

注射用丙戊酸钠

Zhusheyong Bingwusuanna

Sodium Valproate for Injection

本品为丙戊酸钠的无菌冻干品。按平均装量计算, 含丙戊酸钠($C_8H_{15}NaO_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 65 图)一致。

(3) 本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸碱度 取本品 3 瓶, 每瓶分别加水 4ml 溶解后, 合并混匀, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 6.8~8.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1 瓶, 加水 4ml 使溶解后, 溶液应澄清无色。如显浑浊, 与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 不得更浓; 如显色, 与黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 不得更深。

有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 混匀, 精密称取约 0.5g, 照丙戊酸钠有关物质项下的供试品溶液, 自“置分液漏斗中”起, 依法制备。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用二氯甲烷稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见丙戊酸钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%), 小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

干燥失重 取本品, 在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得超过 3.0%(通则 0831)。

细菌内毒素 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1mg 丙戊酸钠中含内毒素的量应小于 0.050EU。

无菌 取本品, 用 0.1% 蛋白胍水溶液 300ml 溶解后, 经薄膜过滤法处理, 用 0.1% 蛋白胍水溶液冲洗(每膜不少于 100ml), 以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌, 依法检查(通则 1101), 应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 混匀, 精密称定, 加磷酸盐缓冲液(pH 6.8)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含丙戊酸钠 2mg 的溶液。

对照品溶液 取丙戊酸钠对照品, 精密称定, 加磷酸盐缓冲液(pH 6.8)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含丙戊酸钠 2mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Phenomenex Luna C18, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m 或效能相当的色谱柱); 以 0.01mol/L 磷酸二氢钠溶液-乙腈(70:30)(用磷酸调节 pH 值至 2.2)为流动相; 流速为每分钟 1.5ml; 柱温为 45℃; 检测波长为 210nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按丙戊酸钠峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同丙戊酸钠。

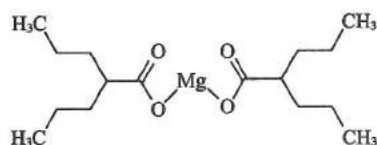
【规格】 0.4g

【贮藏】 遮光, 密闭保存。

丙戊酸镁

Bingwusuanmei

Magnesium Valproate



$C_{16}H_{30}MgO_4$ 310.71

本品为 2-丙基戊酸镁。按无水物计算, 含 $C_{16}H_{30}MgO_4$ 应为 98.5%~101.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末或颗粒。

本品在水或乙醇中微溶；在稀酸中略溶。

【鉴别】 (1)取有关物质项下的供试品溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。另取丙戊酸镁对照品约 10mg,置分液漏斗中,加水 10ml,加稀硫酸 5ml,振摇,用二氯甲烷提取 3 次,每次 20ml,合并二氯甲烷液,加入无水硫酸钠适量,振摇,滤过,滤液置旋转蒸发器上蒸干(温度不超过 30℃),精密加入二氯甲烷 20ml,振摇使残渣溶解,摇匀,作为对照品溶液。照有关物质项下方法,精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1 μ l,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1114 图)一致。

(3)取本品约 1g,加水 25ml,加热使溶解,放冷,加稀硫酸约 5ml,使溶液呈酸性,再加乙醚 15ml,振摇,静置使分层,水溶液显镁盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 碱度 取本品 1.0g,加水 20ml,充分振摇,依法测定(通则 0631),pH 值应为 8.0~10.0。

有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.5g,置分液漏斗中,加水 10ml,加稀硫酸 5ml,振摇使溶解,用二氯甲烷提取 3 次,每次 20ml,合并二氯甲烷液,加无水硫酸钠适量,振摇,滤过,滤液置旋转蒸发器上蒸干(温度不超过 30℃),加二氯甲烷适量,振摇使残渣溶解,定量转移至 100ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取 2-苯乙醇 20mg,置 10ml 量瓶中,加二氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,取 1ml,置 25ml 量瓶中,加供试品溶液 1ml,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)为固定液的毛细管色谱柱;起始温度为 130℃,维持 20 分钟,再以每分钟 5℃的速率升温至 200℃,维持 15 分钟;进样口温度为 220℃;检测器温度为 220℃;进样体积 1 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,2-苯乙醇峰与丙戊酸峰之间的分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 4.5%。

重金属 取本品 1.0g,加稀盐酸 10ml 与水 20ml,加热煮沸,放冷,置分液漏斗中,加乙醚 15ml,振摇,静置使分层。分取水层,加氨试液至呈中性,置水浴上浓缩至 20ml,放冷,加醋酸铵缓冲液(pH 3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含

重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.4g,精密称定,加水 50ml,溶解后,加乙醚 30ml,照电位滴定法(通则 0701),用玻璃-饱和甘汞电极,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定至 pH 3.8,即得。每 1ml 的盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 15.54mg 的 $C_{16}H_{30}MgO_4$ 。

【类别】 抗癫痫与抗躁狂药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 丙戊酸镁片

丙戊酸镁片

Bingwusuanmei Pian

Magnesium Valproate Tablets

本品含丙戊酸镁($C_{16}H_{30}MgO_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于丙戊酸镁 0.1g),加水 10ml,振摇 15 分钟,滤过,滤液蒸干,取残渣测定红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 66 图)一致。

(2)取本品细粉适量(约相当于丙戊酸镁 1g),加水 25ml,加热使溶解,放冷,滤过,取滤液,加稀硫酸约 5ml,使溶液呈酸性,加乙醚 15ml,振摇,静置使分层,水溶液显镁盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于丙戊酸镁 0.5g),照丙戊酸镁有关物质项下的供试品溶液,自“置分液漏斗中”起,依法制备。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见丙戊酸镁有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 600ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 50ml,加维生素 C 少许,再加氨-氯化铵缓冲液(pH 10.0)10ml,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.01mol/L)滴定,滴定至近终点时,加铬黑 T 指示剂少量,继续滴定至溶液显纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.01mol/L)相当于 3.107mg 的 $C_{16}H_{30}MgO_4$,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于丙戊酸镁 0.3g)，加水 50ml，加热使丙戊酸镁溶解，放冷，自“加乙醚 30ml”起，照丙戊酸镁含量测定项下的方法测定，即得。

【类别】 同丙戊酸镁。

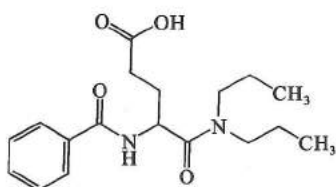
【规格】 0.2g

【贮藏】 密封，在干燥处保存。

丙 谷 胺

Binggu'an

Proglumide



$C_{18}H_{26}N_2O_4$ 334.42

本品为(±)-4-苯甲酰胺基-N,N-二丙基戊酰胺酸。按干燥品计算，含 $C_{18}H_{26}N_2O_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末；无臭。

本品在乙醇或三氯甲烷中易溶，在水中极微溶解；在氢氧化钠试液中溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 148.5~152℃。

【鉴别】 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 67 图)一致。

【检查】 氯化物 取本品 2.0g，加硝酸 1ml，用水稀释成 50ml，振摇，滤过，取滤液 25ml，依法检查(通则 0801)，与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较，不得更浓(0.005%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 200ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-乙腈-2%醋酸铵溶液(30:10:60)为流动相；检测波长为 240nm；进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按丙谷胺峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

干燥失重 取本品，在 105℃ 干燥至恒重，减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(通则 0841)，遗留残渣不得超过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(通则 0821 第二法)，含重金属不得超过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.3g，精密称定，加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)30ml 溶解后，加酚酞指示液 2 滴，用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 33.44mg 的 $C_{18}H_{26}N_2O_4$ 。

【类别】 抑酸药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)丙谷胺片 (2)丙谷胺胶囊

丙 谷 胺 片

Binggu'an Pian

Proglumide Tablets

本品含丙谷胺($C_{18}H_{26}N_2O_4$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1) 取本品的细粉适量(约相当于丙谷胺 0.2g)，加乙醇 20ml，使充分溶解后，滤过，滤液水浴蒸干，得结晶，105℃ 干燥 1 小时，依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 67 图)一致。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.2)900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作，经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml 滤过，精密量取续滤液 3ml，置 50ml 量瓶中，用磷酸盐缓冲液(pH 7.2)稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取丙谷胺对照品适量，精密称定，加磷酸盐缓冲液(pH 7.2)溶解并定量稀释成每 1ml 中约含丙谷胺 13.3μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 223nm 的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于丙谷胺 50mg)，置 100ml 量瓶中，加流动相适量，超声使丙谷胺溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过。

精密量取续滤液 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取丙谷胺对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含丙谷胺 0.05mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-乙腈-2% 醋酸铵溶液 (30 : 10 : 60) 为流动相; 检测波长为 223nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按丙谷胺峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同丙谷胺。

【规格】 0.2g

【贮藏】 遮光, 密封保存。

丙谷胺胶囊

Binggu'an Jiaonang

Proglumide Capsules

本品含丙谷胺 ($C_{18}H_{26}N_2O_4$) 应为标示量的 95.0% ~ 105.0%。

【鉴别】 (1) 取本品的内容物适量 (约相当于丙谷胺 0.2g), 研细, 加乙醇 20ml, 使充分溶解后, 滤过, 滤液水浴蒸干, 得结晶, 105 $^{\circ}$ C 干燥 1 小时, 依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱 (光谱集 67 图) 一致。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **溶出度** 照溶出度与释放度测定法 (通则 0931 第二法) 测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液 (pH 7.2) 900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 75 转, 依法操作, 经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 25ml 量瓶中, 用磷酸盐缓冲液 (pH 7.2) 稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取丙谷胺对照品适量, 精密称定, 加磷酸盐缓冲液 (pH 7.2) 溶解并定量稀释成每 1ml 中约含丙谷胺 50 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 70%, 应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定 (通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法 (通则 0512) 测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 精密称取适量 (约相当于丙谷胺 50mg), 置 100ml 量瓶中, 加流动相适量, 超声使丙谷胺溶解, 放冷, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过。精

密量取续滤液 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取丙谷胺对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含丙谷胺 0.05mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-乙腈-2% 醋酸铵溶液 (30 : 10 : 60) 为流动相; 检测波长为 223nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按丙谷胺峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同丙谷胺。

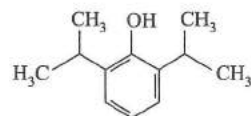
【规格】 0.2g

【贮藏】 密封保存。

丙泊酚

Bingbofen

Propofol



$C_{12}H_{18}O$ 178.27

本品为 2,6-二异丙基苯酚, 含 $C_{12}H_{18}O$ 应为 98.0% ~ 102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶固体 (15 $^{\circ}$ C 以下), 常温下为无色至微黄色澄明液体。有特异臭。遇光逐渐变成黄色, 遇高温很快变成黄色。

本品在乙醇、乙醚或丙酮中极易溶解; 在水中极微溶解。

相对密度 本品的相对密度 (通则 0601) 为 0.952~0.956。

凝点 本品的凝点 (通则 0613) 为 18.0~19.0 $^{\circ}$ C。

折光率 本品的折光率 (通则 0622) 为 1.5124~1.5144。

【鉴别】 (1) 取本品 0.1ml, 用乙醇-水 (32 : 25) 10ml 溶解后, 取溶液 5ml, 加溴试液, 即生成瞬间溶解的白色沉淀, 但溴试液过量时, 即生成持久的沉淀。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱 (光谱集 707 图) 一致。

【检查】 **酸度** 取本品 1.0ml, 加水 25.0ml, 充分振摇后, 静置 5~10 分钟, 分取水层, 滤过, 取滤液 10ml, 加甲基红指示液 2 滴, 不得显红色。

乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0ml, 用乙醇稀释至 10ml, 摇匀, 溶液应澄清无色; 如显色, 与黄色 1 号标准比色液 (通则 0901 第一法) 比较, 不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含丙泊酚 3mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 0.5ml,置 500ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取杂质 I 对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 1.5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取丙泊酚对照品与杂质 II 对照品各适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含丙泊酚 1mg 与杂质 II 3 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢钠溶液(取磷酸二氢钠一水合物 2.76g,加水 900ml 使溶解,用 85%磷酸调节 pH 值至 3.0,用水稀释至 1000ml)为流动相 A,以乙腈为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;检测波长为 275nm;柱温 40℃;进样体积 10 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	60	40
22	60	40
38	30	70
40	30	70
41	10	90
45	10	90
46	60	40

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,丙泊酚峰与杂质 II 峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含杂质 I 不得过 0.05%,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(0.05%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(0.2%)。

2,6-二异丙基-1,4-苯醌(杂质 II) 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取杂质 II 对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.5 μ g 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为 254nm。

供试品溶液、系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 II 保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含杂质 II 不得过 0.05%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 1.0g,精密称定,置 10ml 量瓶

中,加 *N,N*-二甲基甲酰胺溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置顶空瓶中,再精密加入 *N,N*-二甲基甲酰胺 2ml,密封。

对照品溶液 分别称取甲醇、丙酮、正己烷与甲苯各适量,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中分别含甲醇 0.3mg、丙酮 0.5mg、正己烷 0.029mg 与甲苯 0.089mg 的混合溶液,精密量取 1ml,置顶空瓶中,再精密加入 *N,N*-二甲基甲酰胺 2ml,密封。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 1 分钟,以每分钟 15℃的速率升温至 150℃,再以每分钟 30℃的速率升温至 220℃,维持 2 分钟;进样口温度为 180℃;检测器温度为 220℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、丙酮、正己烷与甲苯的残留量均应符合规定。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取丙泊酚对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 3mg 的溶液,摇匀。

供试品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

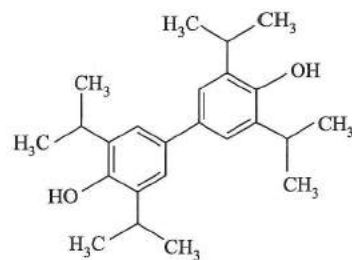
【类别】 静脉麻醉药。

【贮藏】 充氮,遮光,密封,在 15℃以下保存。

【制剂】 丙泊酚乳状注射液

附:

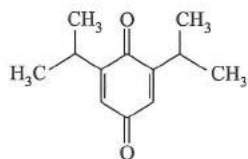
杂质 I



$C_{24}H_{34}O_2$ 354.53

3,3',5,5'-(四异丙基)联苯-4,4'-二酚

杂质Ⅱ

C₁₂H₁₈O₂ 192.25

2,6-二异丙基-1,4-苯醌

丙泊酚乳状注射液

Bingbofen Ruzhuangzhushuye

Propofol Injectable Emulsion

本品由丙泊酚、大豆油(供注射用)经蛋黄卵磷脂乳化并加甘油(供注射用)制成的灭菌乳状液体。含丙泊酚(C₁₂H₁₈O)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【处方】	丙泊酚	10g
	大豆油(供注射用)	100g
	蛋黄卵磷脂	12g
	甘油(供注射用)	22.5g
	其他辅料	适量
	注射用水	适量
	制成	1000ml

【性状】 本品为白色的均匀乳状液体。

【鉴别】 (1)取本品,用异丙醇稀释制成每 1ml 中约含丙泊酚 40μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 6.0~8.5(通则 0631)。

乳粒 取本品,照粒度和粒度分布测定法(通则 0982 第三法),依法检查(采用基于米氏散射理论的激光散射粒度分析仪,如 Mastersizer MS2000;建议参数为吸收率 0,0.001 或 0.01,折射率 1.47~1.52,遮光度 5%~10%;或其他等价的仪器),或照动态光散射法检查(附件 1),体积平均粒径或光强平均粒径应小于 0.5μm;另取本品,照基于单粒子光学传感技术的光阻法测定(附件 2),大于 5μm 乳粒加权总体积不得过油相体积的 0.05%。

游离脂肪酸 取本品,作为供试品溶液;取棕榈酸对照品约 0.1795g(若处方中含有油酸,则取棕榈酸对照品约 0.3077g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加正庚烷溶解并定量稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,分别置 20ml 具塞试管中,加异丙醇-正庚烷-0.5mol/L 硫酸溶液(40:10:1)混合溶液 5.0ml,振摇 1 分钟,放置 10 分钟。供试品溶液试管中精密加入正庚烷与水

各 3ml,对照品溶液试管中精密加入正庚烷 2ml 与水 4ml,密塞,上下翻动 10 次,静置至少 15 分钟使分层。分别精密量取上层液 3ml,置 10ml 离心管中,加尼罗蓝指示液(取硫酸尼罗蓝 0.04g,加水 200ml 使溶解,加正庚烷 100ml,振摇,弃去上层正庚烷,反复操作 4 次。取下层水溶液 20ml,加无水乙醇 180ml,混匀,置棕色瓶中,室温一个月内使用)1ml,在氮气流下,用氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液显淡紫色。供试品溶液消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)的毫升数不得大于对照品溶液消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)的毫升数。

过氧化值 精密量取本品 10ml,冻干或加无水乙醇 20ml,于 60℃水浴减压旋转蒸发除去水分。自“加无水乙醇 20ml”起,依法重复操作三次除尽水分。加冰醋酸-三氯甲烷(3:2)溶液 30ml 使残渣溶解。精密加饱和碘化钾溶液 0.5ml,密塞,准确振摇萃取 1 分钟,加新沸并放冷的水 30ml 与淀粉指示液 5ml,立即用硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)滴定至上层水相蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。消耗硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)不得过 1.0ml。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用四氢呋喃-异丙醇(5:3)溶液定量稀释制成每 1ml 中约含丙泊酚 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用四氢呋喃-异丙醇(5:3)溶液定量稀释并制成每 1ml 中约含丙泊酚 1μg 的溶液。

对照品溶液 取杂质Ⅰ对照品适量,精密称定,加四氢呋喃-异丙醇(5:3)溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1μg 的溶液。

系统适用性溶液 取丙泊酚与杂质Ⅱ对照品各适量,加四氢呋喃-异丙醇(5:3)溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含丙泊酚 1mg 与杂质Ⅱ 3μg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙泊酚有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质Ⅰ保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含杂质Ⅰ不得过丙泊酚标示量的 0.1%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(0.2%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(0.4%),小于对照溶液主峰面积 0.2 倍的色谱峰忽略不计。

2,6-二异丙基-1,4-苯醌(杂质Ⅱ) 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取杂质Ⅱ对照品适量,精密称定,加四氢呋喃-异丙醇(5:3)溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1μg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为 254nm。

供试品溶液、系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入

液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质Ⅱ保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含杂质Ⅱ不得过丙泊酚标示量的 0.1%。

甲氧基苯胺值 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品 10ml,置 250ml 圆底烧瓶中,加无水乙醇 20ml,置 60℃ 水浴减压旋转蒸发 15 分钟。自“加无水乙醇 20ml”起,依法重复操作三次除尽水分。加异丙醇-异辛烷(2:8)溶液使残渣溶解并定量转移至 25ml 量瓶中,再加上上述溶剂稀释至刻度,摇匀,用 0.45μm 的微孔滤膜滤过,取续滤液。

测定法 精密量取供试品溶液与异丙醇-异辛烷(2:8)溶液各 5ml,分别置甲、乙两支具塞试管中,各精密加 0.25% 4-甲氧基苯胺冰醋酸溶液(临用新制)1ml,密塞,摇匀,避光准确放置 10 分钟,以异丙醇-异辛烷(2:8)溶液为空白,在 350nm 的波长处分别测定吸光度 A_1 、 A_2 ;另取供试品溶液,以异丙醇-异辛烷(2:8)溶液为空白,在 350nm 的波长处测定吸光度 A_0 。按下式计算。

$$\text{甲氧基苯胺值} = \frac{25 \times [1.2 \times (A_1 - A_2) - A_0]}{C \times V}$$

式中 V 为供试品的取样量,ml;

C 为供试品中大豆油在处方中的标示量,g/ml;

1.2 为加入 4-甲氧基苯胺冰醋酸溶液后溶液的稀释因子;

A_1 为甲具塞试管中溶液的吸光度值;

A_2 为乙具塞试管中溶液的吸光度值;

A_0 为未加入 4-甲氧基苯胺冰醋酸溶液的供试品溶液的吸光度值。

限度 不得过 5.0。

溶血磷脂酰胆碱和溶血磷脂酰乙醇胺 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 1ml,置 10ml 量瓶中,用异丙醇-正庚烷(2:1)溶液稀释至刻度,摇匀。

系列对照品溶液 取溶血磷脂酰胆碱对照品与溶血磷脂酰乙醇胺对照品各适量,精密称定,加三氯甲烷-甲醇(2:1)溶液适量使溶解,用异丙醇-正庚烷(2:1)溶液定量稀释制成每 1ml 中分别约含溶血磷脂酰胆碱 0.02、0.04、0.1、0.2mg 和溶血磷脂酰乙醇胺 0.01、0.02、0.05、0.1mg 的混合溶液。

系统适用性溶液 取溶血磷脂酰乙醇胺对照品适量,加三氯甲烷-甲醇(2:1)溶液适量使溶解,用异丙醇-正庚烷(2:1)溶液稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,量取该溶液 0.5ml,加供试品溶液 1ml,混匀。

色谱条件 用二羟基丙基硅烷键合硅胶为填充剂(Ultimate Diol, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱);以甲醇-水-冰醋酸-三乙胺(85:15:0.5:0.05)为流动相 A,以

正己烷-异丙醇-流动相 A(20:48:32)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;检测器为蒸发光散射检测器(以下参数供参考:雾化气为氮气,雾化气压力为 25psi,漂移管温度为 70℃);柱温为 40℃;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	5	95
10	22	78
22	90	10
23	5	95
27	5	95

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,溶血磷脂酰乙醇胺峰与相邻峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与系列对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。根据供试品中溶血磷脂酰胆碱的含量,选择系列对照品溶液中 3 个相邻浓度的对照品溶液,以浓度的对数和对应峰面积的对数计算线性回归方程,由回归方程计算供试品溶液中溶血磷脂酰胆碱和溶血磷脂酰乙醇胺的含量。

限度 每 1ml 中含溶血磷脂酰胆碱不得过 2.0mg,溶血磷脂酰乙醇胺不得过 0.6mg。

甘油 精密量取本品 2ml,置锥形瓶中,加水 100ml 及溴甲酚紫指示液 6 滴,摇匀,若供试品溶液呈酸性,滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液,使溶液呈蓝紫色;若供试品溶液呈碱性,应先滴加 0.5mol/L 硫酸溶液调节至溶液恰呈黄色,再滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液,使溶液呈蓝紫色,加 0.7% 高碘酸钾溶液(临用新制)100ml,置 37~40℃ 水浴中保温 15 分钟,并不断振摇。加 1,2-丙二醇 3ml,放置 5 分钟,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液呈蓝紫色。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 9.21mg 的 $C_3H_8O_3$ 。每 1ml 中含甘油($C_3H_8O_3$)应为 20.2~24.8mg。

磷 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品 3ml,置坩埚中,加氧化锌 2g,缓慢灼烧至烟雾消失,将坩埚置 600℃ 灼灼 1 小时,取出,放冷,加盐酸溶液(1→2)10ml,缓缓加热至微沸,煮沸 5 分钟使残渣溶解,用水定量转移至 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取磷酸二氢钾对照品约 0.135g,精密称定,置 250ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,加氧化锌 2g 与盐酸溶液(1→2)10ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 5ml,分别置 25ml 量瓶中,依次分别加水 10ml、钼酸铵硫酸溶液(取钼酸铵 5g,加 0.5mol/L 硫酸溶液 100ml 使溶解)1ml、对苯二酚硫酸溶液(取对苯二酚 0.5g,加 0.14% 硫酸溶液 100ml 使溶解,临用新制)1ml 与 50% 醋酸钠溶液 3ml,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 分钟,在 720nm 波长处分别测定吸光度,并将

测定结果用空白试验校正,计算。

限度 每 1ml 中含磷(P)应为 0.40~0.50mg。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(通则 0632),渗透压摩尔浓度应为 280~330mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 丙泊酚中含内毒素的量应小于 0.33EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取丙泊酚对照品适量,精密称定,加四氢呋喃-异丙醇(5:3)溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

供试品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 麻醉药。

【规格】 (1)10ml:0.1g (2)20ml:0.2g (3)50ml:0.5g

【贮藏】 密闭,在 2~25℃之间保存,不能冰冻。

曾用名: 丙泊酚注射液

附:

硫酸尼罗蓝

分子式: $C_{40}H_{40}N_6O_6S$;分子量:732.84

英文名:Nile blue A

CAS 号:3625-57-8

附件 1

动态光散射法

动态光散射(Dynamic Light Scattering, DLS),也称光子相关光谱(Photon Correlation Spectroscopy, PCS)。动态光散射技术是基于对散射光强度快速而短暂的波动进行分析,这种波动是悬浮在液体中的粒子(包括脂肪乳粒)由于随机布朗运动或扩散引起的。采用合适的检测器(如光电倍增管),在给定的角度(如 90°)测定快速波动的散射光强度。由散射光强度数据计算得自相关函数,通过适当的解卷积算法,转换得到强度加权扩散系数的近似分布。再通过 Stokes-Einstein 方程和经典(米氏)光散射理论计算小粒径乳粒的分布。

1. 对仪器的一般要求

具备(或不具备)样品自动稀释功能的合适的动态光散射仪,一般散射角设置为 90°。取 100、250 和 400nm 的标准粒子(聚苯乙烯标准粒子或其他合适的微球体),每种粒子测定 3 次,平均粒径的相对标准偏差应不大于 10%,光强平均粒径

和标准偏差应在可接受的误差范围内。

2. 测定方法

在预先经 0.2μm 孔径过滤器过滤并经超声脱气的水中,加入适量样品。缓慢搅拌得到均匀的轻微浑浊的混悬液。将仪器散射角度设置为 90°进行测定。只要卡方(χ^2)拟合优度参数保持可接受的低值(视每台仪器的规格而定),样品的测试结果就是可接受的。

如果仪器中配有自动稀释系统,可直接将初始高浓度的样品注入仪器中,由仪器自动稀释至适合的浓度进行检测。需确保浓度不过高,否则会因为多重散射和液滴间相互作用产生假象。如果仪器不具备自动稀释功能,则需手动稀释(第一次至少稀释 10 倍),然后装入一个插入式的样品池中。依据仪器规格及技术参数制定最佳的稀释方案,使得待测样品池中的浓度能产生合适的散射强度以适于测定。

附件 2

光阻法测定乳状注射液中大于 5μm 的乳粒

乳状注射液中大于 5μm 的大粒子尾部的比例,采用基于光阻或光消减原理的单粒子光学传感技术进行测定。应用单粒子光学传感技术时,单个粒子通过狭窄的光感区域阻挡了一部分入射光线,引起到达检测器的光强度瞬间降低,此信号的衰减幅度理论上与粒子横截面(假设横截面积小于传感区域的宽度),即粒子直径的平方成比例。用系列标准粒子建立粒径与信号大小的校正曲线。仪器测得样品中乳粒通过光感区产生的信号,根据校正曲线算出样品中乳粒的粒径。使用光消减单粒子光学传感技术传感器时,需知道重合限和最佳流速。

1. 对仪器的一般要求

将仪器的阈值设为 1.8μm,上限为 50μm。分别测定 5μm、10μm 两种规格的标准粒子,每一种标准粒子检测三次,所测得的标准粒子的平均数均粒径的相对标准偏差应不大于 10%,与其标示值的偏差应小于 10%。此外,所测得的每毫升标准粒子的数目应在标准粒子标示浓度的±10%以内。

2. 测定法

如果仪器配有自动稀释系统,直接用注射器或聚四氟乙烯管线将高浓度的样品注入仪器中,由仪器自动稀释至适合的浓度再进行检测;如果仪器不具备自动稀释功能,则需手动稀释(第一次至少稀释 10 倍),在预先经 0.2μm 孔径过滤器过滤并经超声脱气的水中加入适量乳状注射液,缓慢搅拌得到轻微浑浊的均匀混悬液。无论哪种稀释方式,最终粒子浓度均应低于传感器的重合限。将检测器的阈值设为 1.8μm,上限为 50μm,测定样品,每个样品测定 3 次。按下式计算大于 5μm 乳粒的总体积占油相体积的百分比。

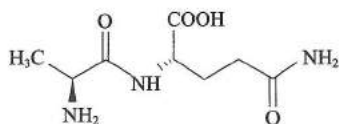
大乳粒% = 测得的大于 5μm 乳粒的总体积(ml) × 稀释

倍数 \times 油相密度(g/ml) \times 100/[取样量(ml) \times 油相标示浓度(g/100ml)] \times 100%

丙氨酰谷氨酰胺

Bing'anxian Gu'anxian'an

Alanyl Glutamine



$C_8H_{15}N_3O_4$ 217.22

本品为 $N(2)$ -L-丙氨酰-L-谷氨酰胺。按干燥品计算,含 $C_8H_{15}N_3O_4$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末,无臭。

本品在水中易溶,在乙醇、丙酮或乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 $+9.5^{\circ}$ 至 $+11.0^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水 1ml 使溶解,加茚三酮试液 5 滴,加热,即显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加水 5ml 使溶解,溶液应澄清无色。如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更深;如显色,与黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 0.30g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

铵盐 取本品 0.10g,在 60°C 以下减压蒸馏,依法检查(通则 0808),与标准氯化铵溶液 8.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.08%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密称取本品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含丙氨酰谷氨酰胺 4mg 的溶液。

对照品溶液 取主成分与各杂质对照品适量,精密称定,按下表的浓度加流动相溶解并定量稀释制成。

主成分与杂质对照品	浓度($\mu\text{g/ml}$)
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)	8
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酸)	1.6
L-焦谷氨酰-L-丙氨酸	6
L-焦谷氨酸	2
D-丙氨酰-L-谷氨酰胺	2
丙氨酰谷氨酰胺	4
L-丙氨酰-L-谷氨酸	20

色谱条件 用氨基键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾缓冲液(用磷酸调节 pH 值至 4.0)-乙腈(35:65)为流动相;检测波长为 215nm;流速为每分钟 0.7ml;柱温为 30°C ;进样体积 20 μl 。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各杂质峰间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以峰面积计算,含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)不得过 0.2%,含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酸)不得过 0.04%,含 L-焦谷氨酰-L-丙氨酸不得过 0.15%,含 L-焦谷氨酸不得过 0.05%,含 D-丙氨酰-L-谷氨酰胺不得过 0.05%,含 L-丙氨酰-L-谷氨酸不得过 0.5%,其他单个未知杂质按外标法以丙氨酰谷氨酰胺峰面积计算,不得过 0.1%,其他未知杂质总和不得过 0.5%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 100mg,精密称定,置顶空瓶中,精密加 30% N,N -二甲基甲酰胺溶液 2ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取甲醇、乙醇、四氢呋喃、甲苯适量,精密称定,加 30% N,N -二甲基甲酰胺溶液定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 150 μg 、乙醇 250 μg 、四氢呋喃 36 μg 和甲苯 44.5 μg 的溶液,精密量取 2ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;程序升温,起始温度 70°C ,维持 2 分钟,以每分钟 10°C 的速率升温至 120°C ,再以每分钟 20°C 的速率升温至 220°C ,维持 3 分钟;进样口温度为 200°C ;检测器温度为 250°C ;顶空瓶平衡温度为 80°C ,平衡时间为 20 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、四氢呋喃与甲苯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105°C 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

铁盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶

液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.001%)。

重金属 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 丙氨酰谷氨酰胺中含内毒素的量应小于 0.050EU。(供注射用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,用 0.1% 无菌蛋白胨水溶液分次冲洗(每膜不少于 300ml),以金黄色葡萄糖球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.05mg 的溶液。

对照品溶液 取丙氨酰谷氨酰胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.05mg 的溶液。

系统适用性溶液 取 D-丙氨酰-L-谷氨酰胺和丙氨酰谷氨酰胺对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 D-丙氨酰-L-谷氨酰胺 10 μ g 和丙氨酰谷氨酰胺 50 μ g 的混合溶液。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按丙氨酰谷氨酰胺峰计算不低于 3000,D-丙氨酰-L-谷氨酰胺峰与丙氨酰谷氨酰胺峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

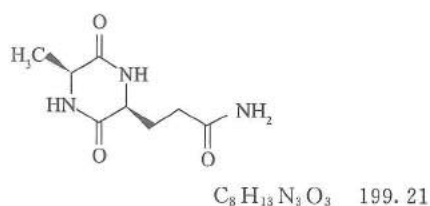
【类别】 氨基酸类药。

【制剂】 (1)丙氨酰谷氨酰胺注射液 (2)注射用丙氨酰谷氨酰胺

【贮藏】 密封保存。

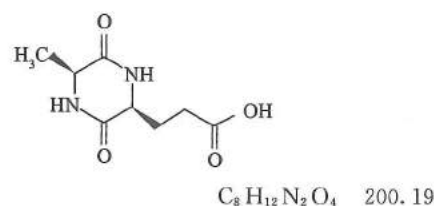
附:

杂质 I



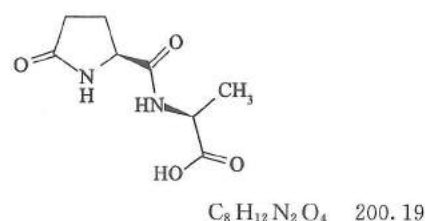
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)

杂质 II



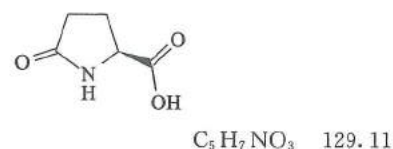
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酸)

杂质 III



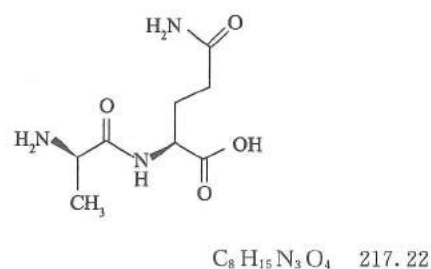
L-焦谷氨酰-L-丙氨酸

杂质 IV



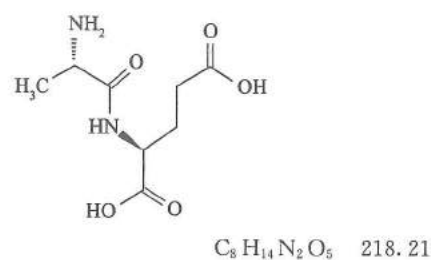
L-焦谷氨酸

杂质 V



D-丙氨酰-L-谷氨酰胺

杂质 VI



L-丙氨酰-L-谷氨酸

丙氨酰谷氨酰胺注射液

Bing'anxian Gu'anxian'an Zhushuye

Alanyl Glutamine Injection

本品为丙氨酰谷氨酰胺的灭菌水溶液。含丙氨酰谷氨酰胺($C_8H_{15}N_3O_4$)应为标示量的95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品1ml,加水10ml,加茚三酮试液5滴,加热,即显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH值 应为5.4~6.0(通则0631)。

吸光度 取本品,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在400nm的波长处测定,吸光度不得过0.05。

氨 照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定。试验应在20~25℃进行。

供试品溶液 精密量取本品5ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取氯化铵29.7mg,精密称定,置500ml量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀(每1ml中相当于20μg的 NH_4^+)。

测定法 精密量取还原酶I溶液(NADH)(取还原型辅酶I适量,用2-氧代戊二酸缓冲液制成每1ml中含0.2mg的溶液。该溶液4℃可保存3天)1.0ml,置吸收池中,加供试品溶液0.1ml和水1.9ml,混匀,反应5分钟。以水为参比,在340nm的波长处测定吸光度 A_1 ,再加入谷氨酸脱氢酶溶液(GLDH)(取谷氨酸脱氢酶适量,加水稀释制成每1ml中含1000单位的溶液)0.02ml,混匀,20分钟后测定吸光度 A_2 。同法测定水和对照品溶液的吸光度,分别为 B_1 、 B_2 和 C_1 、 C_2 。按下式计算。

$$C(\text{mg/L}) = C_s \times \frac{(A_1 - A_2) - (B_1 - B_2)}{(C_1 - C_2) - (B_1 - B_2)} \times 10$$

式中 C_s 为对照品溶液的氨浓度,μg/ml;

10 为供试品溶液的稀释倍数。

限度 含氨不得过340mg/L。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品,用流动相定量稀释制成每1ml中约含丙氨酰谷氨酰胺4mg的溶液。

对照品溶液 取主成分与各杂质对照品适量,分别精密称定,按下表的浓度加流动相溶解并定量稀释制成。

主成分与杂质对照品	浓度(μg/ml)
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)	200
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酸)	2
L-焦谷氨酰-L-丙氨酸	26

① 渗透压摩尔浓度的测定用标准溶液的制备

分别精密称取500~650℃干燥40~50分钟并置硅胶干燥器中放冷至室温的基准氯化钠3.223g、6.437g,各加水适量使溶解并稀释至100ml,摇匀(渗透压摩尔浓度分别为1000、2000mOsmol/kg)。

续表

主成分与杂质对照品	浓度(μg/ml)
L-焦谷氨酸	10
D-丙氨酰-L-谷氨酰胺	10
丙氨酰谷氨酰胺	20
L-丙氨酰-L-谷氨酸	40

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙氨酰谷氨酰胺有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以峰面积计算,各杂质含量与主成分标示量比较,含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)不得过5.0%、含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酸)不得过0.05%、含L-焦谷氨酰-L-丙氨酸不得过0.65%、含L-焦谷氨酸不得过0.25%、含D-丙氨酰-L-谷氨酰胺不得过0.25%、含L-丙氨酰-L-谷氨酸不得过1.0%;其他单个未知杂质按外标法以丙氨酰谷氨酰胺峰面积计算,不得过0.5%,其他未知杂质总和不得过1.0%。

重金属 取本品适量(约相当于丙氨酰谷氨酰胺2.0g),加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,加水适量使成25ml,依法检查(通则0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

渗透压摩尔浓度 应为900~1180mOsmol/kg(通则0632)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则1143),每1ml中含内毒素的量应小于0.50EU。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理,用0.1%无菌蛋白胨水溶液冲洗(每膜不少于100ml),以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含丙氨酰谷氨酰胺0.05mg的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙氨酰谷氨酰胺含量测定项下。

【类别】 同丙氨酰谷氨酰胺。

【规格】 (1)50ml:10g (2)100ml:20g

【贮藏】 密闭,在阴凉处保存。

注射用丙氨酰谷氨酰胺

Zhushuyong Bing'anxian Gu'anxian'an

Alanyl Glutamine for Injection

本品为丙氨酰谷氨酰胺的无菌冻干品或无菌粉末。按平均装量计算,含丙氨酰谷氨酰胺($C_8H_{15}N_3O_4$)应为标示量的95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水 1ml 使溶解,加茚三酮试液 5 滴,加热,即显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.4~6.0。

溶液的澄清度 取本品适量,加水溶解并制成每 1ml 中含 0.20g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓。

吸光度 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 400nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.05。

氨 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。试验应在 20~25℃ 进行。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 200mg 的溶液,摇匀。

对照品溶液 取氯化铵 29.7mg,精密称定,置 500ml 量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀(每 1ml 中相当于 20μg 的 NH₄⁺)。

测定法 精密量取还原酶 I 溶液(NADH)(取还原型辅酶 I 适量,用 2-氧代戊二酸缓冲液制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。该溶液 4℃ 可保存 3 天)1.0ml,置吸收池中,加供试品溶液 0.1ml 和水 1.9ml,混匀,反应 5 分钟。以水为参比,在 340nm 的波长处测定吸光度 A₁,再加入谷氨酸脱氢酶溶液(GLDH)(取谷氨酸脱氢酶适量,加水稀释制成每 1ml 中含 1000 单位的溶液)0.02ml,混匀,20 分钟后测定吸光度 A₂。同法测定水和对照品溶液的吸光度,分别为 B₁、B₂ 和 C₁、C₂。按下式计算。

$$\text{含氮量}\% = C_s \times \frac{(A_1 - A_2) - (B_1 - B_2)}{(C_1 - C_2) - (B_1 - B_2)} \times \frac{n}{W} \times 10^{-6} \times 100\%$$

式中 C_s 为对照品溶液的氮浓度,μg/ml;

n 为供试品溶液的稀释倍数;

W 为供试品的称样量。

限度 含氮不得过 0.17%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含丙氨酸 4mg 的溶液。

对照品溶液 取主成分与各杂质对照品适量,分别精密称定,按下表的浓度加流动相溶解并定量稀释制成。

主成分与杂质对照品	浓度(μg/ml)
环-(L-丙氨酸-L-谷氨酸)	20
环-(L-丙氨酸-L-谷氨酸)	1.6
L-焦谷氨酸-L-丙氨酸	20
L-焦谷氨酸	8
D-丙氨酸-L-谷氨酸	10
丙氨酸谷氨酸	20
L-丙氨酸-L-谷氨酸	20

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙氨酸谷氨酸有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以峰面积计算,各杂质含量与主成分标示量比较,含环-(L-丙氨酸-L-谷氨酸)不得过 0.5%、含环-(L-丙氨酸-L-谷氨酸)不得过 0.04%、含 L-焦谷氨酸-L-丙氨酸不得过 0.5%、含 L-焦谷氨酸不得过 0.2%、含 D-丙氨酸-L-谷氨酸不得过 0.25%、含 L-丙氨酸-L-谷氨酸不得过 0.5%;其他单个未知杂质按外标法以丙氨酸谷氨酸峰面积计算,不得过 0.5%,其他未知杂质总和不得过 1.0%。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(无菌粉末)或 3.0%(无菌冻干品)(通则 0831)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 中含内毒素的量应小于 0.050EU。

无菌 取本品,用 0.1% 无菌蛋白胨水溶液适量溶解后,经薄膜过滤法处理,用 0.1% 无菌蛋白胨水溶液冲洗(每膜不少于 100ml),以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含丙氨酸 0.05mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙氨酸谷氨酸含量测定项下。

【类别】 同丙氨酸谷氨酸。

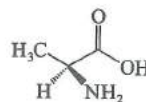
【规格】 (1)10g (2)20g

【贮藏】 密闭,在阴凉处保存。

丙氨酸

Bing'ansuan

Alanine



C₃H₇NO₂ 89.09

本品为 L-2-氨基丙氨酸。按干燥品计算,含 C₃H₇NO₂ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末;有香气。

本品在水中易溶,在乙醇、丙酮或乙醚中不溶;在 1mol/L 盐酸溶液中易溶。

比旋度 取本品,精密称定,加 1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +14.0° 至 +15.0°。

【鉴别】 (1)取本品与丙氨酸对照品各适量,分别加水溶

解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,作为供试品溶液与对照品溶液。照其他氨基酸项下的方法试验,供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 915 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~7.0。

溶液的透光率 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 98.0%。

氯化物 取本品 0.30g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

铵盐 取本品 0.10g,依法检查(通则 0808),与标准氯化铵溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

其他氨基酸 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 25mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取丙氨酸对照品与甘氨酸对照品各适量,置同一量瓶中,加水溶解并稀释制成每 1ml 中分别含丙氨酸 25mg 和甘氨酸 0.125mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正丁醇-水-冰醋酸(3:1:1)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 2 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,同法再展开一次,晾干。喷以 0.2%茚三酮的正丁醇冰醋酸溶液[正丁醇-2mol/L 冰醋酸溶液(95:5)],在 105℃加热至斑点出现,立即检视。

系统适用性要求 对照溶液应显一个清晰的斑点,系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,不得超过 1 个,其颜色与对照溶液的主斑点比较,不得更深(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥 3 小时,减失重量不得超过 0.2%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

铁盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.001%)。

重金属 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1g 丙氨酸中含内毒素的量应小于 20EU。(供注射用)

【含量测定】 取本品约 80mg,精密称定,加无水甲酸

2ml 溶解后,加冰醋酸 50ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 8.909mg 的 C₉H₁₂N₂S。

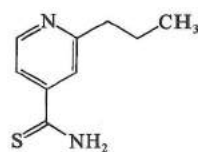
【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 密封保存。

丙硫异烟胺

Bingliuyiyan'an

Protionamide



C₉H₁₂N₂S 180.28

本品为 2-丙基硫代异烟酰胺。按干燥品计算含 C₉H₁₂N₂S 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为黄色结晶或结晶性粉末,微具特殊臭。

本品在甲醇、乙醇或丙酮中溶解,在乙醚中微溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 139~143℃。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 291nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 69 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 2.0g,加乙醇 20ml,微热溶解,加水 20ml,放冷,振摇使结晶析出,加甲酚红指示液 2 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,消耗氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)不得过 0.20ml。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取丙硫异烟胺适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.2mol/L 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈(80:20)为流动相;检测波长为 282nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液的色谱图中,理论板数按丙硫异烟胺峰计算不低于 5000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,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(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

对照品溶液 取丙硫异烟胺对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗结核病药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 丙硫异烟胺肠溶片

丙硫异烟胺肠溶片

Bingliuyiyan'an Changrongpian

Protionamide Enteric-coated Tablets

本品含丙硫异烟胺($C_9H_{12}N_2S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为肠溶衣片,除去包衣后,显黄色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含丙硫异烟胺 20μg 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 291nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品的细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含丙硫异烟胺 0.1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙硫异烟胺有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积

的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二方法 2)测定。

酸中溶出量 溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取丙硫异烟胺对照品约 10mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml 溶解后用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)(含 0.05% 十二烷基硫酸钠)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 应符合规定。

缓冲液中溶出量 溶出条件 弃去酸中溶出量项下各溶出杯中酸液,立即加入预热至 37℃ ± 0.5℃ 的磷酸盐缓冲液(pH 6.8)(含 0.05% 十二烷基硫酸钠)1000ml,转速不变,依法操作。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 见酸中溶出量项下。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,除去包衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于丙硫异烟胺 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相使丙硫异烟胺溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙硫异烟胺含量测定项下。

【类别】 同丙硫异烟胺。

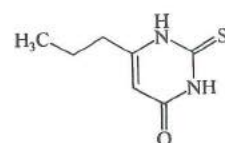
【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。

丙硫氧嘧啶

Bingliuyang Miding

Propylthiouracil



$C_7H_{10}N_2OS$ 170.24

本品为 6-丙基-2-硫代-2,3-二氢-4(1H)嘧啶酮。按干燥品计算,含 $C_7H_{10}N_2OS$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末；无臭。

本品在乙醇中略溶，在水中极微溶解；在氢氧化钠试液或氨试液中溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 218~221℃。

【鉴别】 (1)取本品的饱和水溶液，加热至沸，加等量临用新制的含 0.4%亚硝基铁氰化钠、0.4%盐酸羟胺与 0.8%的碳酸钠的混合溶液，即显绿蓝色。

(2)取本品约 25mg，滴加溴试液至完全溶解，加热，褪色后，放冷，滴加氢氧化钡试液，即生成白色沉淀。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 70 图)一致。

(4)取本品与丙硫氧嘧啶对照品适量，分别加甲醇适量溶解后，用水稀释制成每 1ml 中约含 25μg 的溶液，作为供试品溶液与对照品溶液。照有关物质项下的方法试验，在记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 硫脲 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg，置 100ml 量瓶中，加流动相适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 10ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取硫脲对照品适量，精密称定，加流动相适量使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以水-乙腈(60:40)为流动相，流速为每分钟 0.5ml，检测波长为 238nm；进样体积 20μl。

系统适用性要求 硫脲峰与相邻峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中，如有与硫脲保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过 0.1%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg，置 100ml 量瓶中，加甲醇 5ml，振摇 10 分钟，加水 50ml，振摇 20 分钟，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液 10ml，置 50ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 3.40g，加水 500ml 使溶解，用磷酸或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 4.6，加水稀释至 1000ml)-乙腈(70:30)为流动相；检测波长为 273nm；进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按丙硫氧嘧啶峰计算不低于 2000，主峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，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%)。

干燥失重 取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(通则 0841)，遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(通则 0821 第二法)，含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 取本品约 0.3g，精密称定，加水 30ml，用滴定管加氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)30ml，煮沸并振摇溶解，加 0.1mol/L 硝酸银溶液 50ml，继续加热并使其保持微沸约 7 分钟，放冷，照电位滴定法(通则 0701)，继续用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 8.512mg 的 $C_7H_9N_2OS$ 。

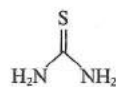
【类别】 抗甲状腺药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 (1)丙硫氧嘧啶片 (2)丙硫氧嘧啶肠溶片

附：

硫脲



CH_4N_2S 76.12

丙硫氧嘧啶片

Bingliuyang Miding Pian

Propylthiouracil Tablets

本品含丙硫氧嘧啶($C_7H_9N_2OS$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于丙硫氧嘧啶 0.2g)，加乙醇 10ml，加热回流 20 分钟，趁热滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣照丙硫氧嘧啶项下的鉴别(1)、(2)项试验，显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量(约相当于丙硫氧嘧啶 0.1g)，加乙醇 20ml，振摇，滤过，滤液蒸干，残渣经减压干燥，依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 70 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于丙硫氧嘧啶 50mg)，置 100ml 量瓶中，加甲醇 5ml，振摇 10 分钟，加水 50ml，振摇 20 分钟，使丙硫氧嘧啶溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，置 50ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙硫氧嘧啶有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 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%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 100 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml, 滤过, 精密量取续滤液适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中约含丙硫氧嘧啶 5 μ g 的溶液。

对照品溶液 取丙硫氧嘧啶对照品约 25mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加乙醇 20ml, 超声使溶解, 放冷, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 274nm 的波长处分别测定吸光度, 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于丙硫氧嘧啶 50mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇 5ml, 振摇 10 分钟, 加水 50ml, 振摇 20 分钟, 使丙硫氧嘧啶溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀, 滤过; 精密量取续滤液 10ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取丙硫氧嘧啶对照品约 25mg, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇 2.5ml, 振摇 10 分钟, 加水 25ml, 振摇 20 分钟, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 10ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 理论板数按丙硫氧嘧啶峰计算不低于 2000, 主峰与相邻峰之间的分离度应符合规定。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同丙硫氧嘧啶。

【规格】 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 遮光, 密封保存。

丙硫氧嘧啶肠溶片

Bingliuyang Miding Changrongpian

Propylthiouracil Enteric-coated Tablets

本品含丙硫氧嘧啶($C_7H_{10}N_2OS$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为肠溶片, 除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于丙硫氧嘧啶 0.2g), 加乙醇 10ml, 加热回流 20 分钟, 趁热滤过, 滤液置水浴上蒸干, 残渣照丙硫氧嘧啶项下的鉴别(1)、(2)项试验, 显相同的反应。

(2)取含量测定项下的供试品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 274nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于丙硫氧嘧啶 50mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇 5ml, 振摇 10 分钟, 加水 50ml, 振摇 20 分钟, 使丙硫氧嘧啶溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 10ml, 置 50ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙硫氧嘧啶有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 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%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一方法 2)测定。

酸中溶出量 **溶出条件** 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 100 转, 依法操作, 经 2 小时时, 立即将转篮升起液面, 并取样。

供试品溶液 取溶出液适量, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取丙硫氧嘧啶对照品适量, 精密称定, 用 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5.5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 274nm 的波长处分别测定吸光度, 计算每片的酸中溶出量。

限度 各片均不得有裂缝或崩解现象; 不大于标示量的 10%, 应符合规定。

缓冲液中溶出量 **磷酸盐缓冲液** 取 0.1mol/L 盐酸溶液与 0.2mol/L 磷酸钠溶液, 按 3:1 混合均匀, 必要时用 2mol/L 盐酸溶液或 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.8。

溶出条件 取酸中溶出量项下 2 小时后的转篮, 随即浸入磷酸盐缓冲液 900ml 中, 继续依法操作, 经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 50ml 量瓶中, 加磷酸盐缓冲液稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取丙硫氧嘧啶对照品适量, 精密称定, 用磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5.5 μ g 的溶液。

测定法 见酸中溶出量项下。计算每片的缓冲液中溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适

量(约相当于丙硫氧嘧啶 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇 5ml,振摇 10 分钟,加水 50ml,振摇 20 分钟,使丙硫氧嘧啶溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过;精密量取续滤液 10ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取丙硫氧嘧啶对照品约 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 2.5ml,振摇 10 分钟,加水 25ml,振摇 20 分钟,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 理论板数按丙硫氧嘧啶峰计算不低于 2000,主峰与相邻峰之间的分离度应符合规定。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同丙硫氧嘧啶。

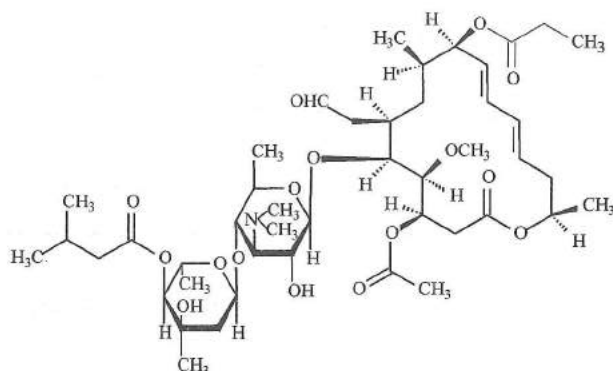
【规格】 50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

丙酸交沙霉素

Bingsuan Jiaoshameisu

Josamycin Propionate



$C_{45}H_{73}NO_{16}$ 884.06

本品主组分为(4*R*, 5*S*, 6*S*, 7*R*, 9*R*, 10*R*, 11*E*, 13*E*, 16*R*)-4-(乙酰氧基)-5-甲氧基-6-[[3,6-二脱氧-4-*O*-[2,6-二脱氧-3-*C*-甲基-4-*O*-(3-甲基丁酰基)- α -L-核己吡喃糖基]-3-(二甲氨基)- β -D-吡喃葡萄糖基]氧基]-10-羟基-9,16-二甲基-2-氧代杂环十六烷-11,13-二烯-7-乙醛的立体异构体的丙酸酯[即吉他霉素(柱晶白霉素) A_3 丙酸酯]。按干燥品计算,每 1mg 的效价不得少于 843 交沙霉素单位。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶性粉末,略有引湿性。

本品在甲醇或乙醇中易溶,在乙醚中微溶,在水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品 2mg,加硫酸 5ml 溶解,溶液应显红褐色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

标准品溶液 取丙酸交沙霉素标准品适量,加甲醇溶解

并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以丙酮-正己烷(7:5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与标准品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以磷钼酸乙醇溶液(1 \rightarrow 10),置 110 $^{\circ}$ C 加热数分钟。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与标准品溶液的主斑点的位置和颜色相同。

(3)取本品与丙酸交沙霉素标准品各适量,分别加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,作为供试品溶液与标准品溶液;照有关物质项下的色谱条件,取供试品溶液与标准品溶液各 20 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,供试品溶液主峰的保留时间应与标准品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 231nm 的波长处有最大吸收。

(5)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1115 图)一致。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取丙酸交沙霉素标准品约 5mg,加甲醇 10ml 和稀磷酸 40 μ l 使溶解,放置 5 分钟。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液 10ml 与 0.05mol/L 磷酸氢二钾 40ml,混匀,调节 pH 值至 7.5)-甲醇(18:82)为流动相;柱温 40 $^{\circ}$ C,检测波长为 231nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,丙酸交沙霉素峰与相对保留时间约为 0.7 处杂质峰之间的分离度应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 14 倍(14.0%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定。

内标溶液 取乙醇适量,用水稀释制成每 1ml 中含乙醇 60 μ g 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加内标溶液 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取甲醇、异丙醇和二氯甲烷各适量,分别精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中含甲醇、异丙醇和二氯甲烷分别约为 100 μ g、100 μ g、12 μ g 的混合溶液,精密量取 5ml 置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 100%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,柱温为 30 $^{\circ}$ C;检测器温度为

230℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 100℃,平衡时间为 20 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,出峰顺序依次为,甲醇、乙醇、异丙醇和二氯甲烷,各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积比值计算,含甲醇不得过 0.5%,异丙醇与二氯甲烷的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 60℃减压干燥 3 小时(通则 0831),减失重量不得过 2.0%。

炽灼残渣 取本品约 1g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之三十。

【含量测定】 取本品适量,精密称定(约相当于交沙霉素 40mg),加甲醇 20ml 振摇使溶解,用灭菌 pH 5.6 磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 9.07g,加水 1000ml,用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5.6)定量制成每 1ml 中约含 400 单位的溶液,照抗生素微生物检定法(通则 1201)测定。

【类别】 抗生素类药。

【贮藏】 密闭,避光保存。

【制剂】 丙酸交沙霉素颗粒

丙酸交沙霉素颗粒

Bingsuan Jiaoshameisu keli

Josamycin Propionate Granules

本品为丙酸交沙霉素的混悬颗粒,含丙酸交沙霉素以交沙霉素($C_{42}H_{69}NO_{15}$)计,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 取本品适量(约相当于交沙霉素 100mg),加三氯甲烷 30ml,混匀,过滤,滤液加 1%碳酸钠溶液 30ml,强力振摇后,静置,取三氯甲烷层,置水浴上蒸干,残渣供以下试验。

(1)取残渣适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含交沙霉素 1mg 的溶液,作为供试品溶液,照丙酸交沙霉素项下的鉴别(2)试验,应显相同的结果。

(2)取残渣适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含交沙霉素 10 μ g 的溶液,照丙酸交沙霉素项下的鉴别(4)试验,应显相同的结果。

【检查】干燥失重 取本品,在 60℃减压干燥 3 小时(通则 0831),减失重量不得过 2.0%。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于交沙霉素 0.1g),加甲醇 50ml,振摇使溶解,再用灭菌 pH 5.6 磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 9.07g,加水使成 1000ml,用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5.6)定量制成每 1ml 中约含 400 单位的溶液,照丙酸交沙霉素项下的方法测定。

【类别】 同丙酸交沙霉素。

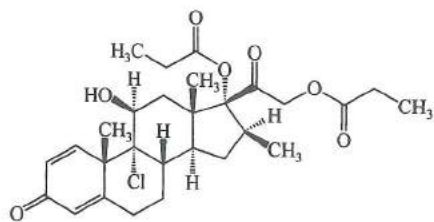
【规格】 0.1g(10 万单位)(按 $C_{42}H_{69}NO_{15}$ 计)

【贮藏】 遮光,密封,干燥保存。

丙酸倍氯米松

Bingsuan Beilümisong

Beclomethasone Dipropionate



$C_{28}H_{37}ClO_7$ 521.05

本品为 16 β -甲基-11 β ,17 α ,21-三羟基-9 α -氯孕甾-1,4-二烯-3,20-二酮-17,21-二丙酸酯。按干燥品计算,含 $C_{28}H_{37}ClO_7$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末;无臭。

本品在丙酮或三氯甲烷中易溶,在甲醇中溶解,在乙醇中略溶,在水中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加二氧六环溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +88°至 +94°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 239nm 的波长处有最大吸收,吸光度为 0.57~0.60;在 239nm 与 263nm 的波长处的吸光度比值应为 2.25~2.45。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 71 图)一致。

【检查】有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加三氯甲烷-甲醇(9:1)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 3mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用三氯甲烷-甲醇(9:1)稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以二氯乙烷-甲醇-水(95:5:0.2)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,在 105℃干燥 10 分钟,放冷,喷以碱性四氮唑蓝试液,立即检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,不得多于 2 个,其颜色与对照溶液的主斑点比较,不得更深。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

内标溶液 取甲睾酮,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.12mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 12.5mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 74ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取该溶液 10ml 与内标溶液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取丙酸倍氯米松对照品约 12.5mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 74ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取该溶液 10ml 与内标溶液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(74:26)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按丙酸倍氯米松峰计算不低于 2500,丙酸倍氯米松峰与内标物质峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

【类别】 肾上腺皮质激素药。

【贮藏】 密封,避光保存。

【制剂】 (1)丙酸倍氯米松吸入气雾剂 (2)丙酸倍氯米松吸入粉雾剂 (3)丙酸倍氯米松乳膏

丙酸倍氯米松吸入气雾剂

Bingsuan Beilümisong Xiru Qiwuji

Beclometasone Dipropionate Inhalation Aerosol

本品为丙酸倍氯米松的溶液型定量吸入气雾剂。本品含丙酸倍氯米松($C_{28}H_{37}ClO_7$)应为标示量的 85.0%~120.0%。

【性状】 本品在耐压容器中的药液应为无色至微黄色澄清液体;揿压阀门,药液即呈雾滴喷出。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品 1 瓶,在铝盖上钻一小孔,插入连有干燥橡皮管的注射针(勿与液面接触),橡皮管的一端通入水中放气,待抛射剂气化挥尽,除去铝盖,置水浴上除尽瓶内残留的抛射剂,加环己烷 3ml 洗涤内容物,静置后滤过。共洗涤 3 次,用同一滤纸滤过,瓶内和滤纸上的残留物用热风除去环己烷后,加无水乙醇 50ml 使溶解,滤过,精密量取续滤液适量(约相当于丙酸倍氯米松 1mg),用无水乙醇稀释至 50ml,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 239nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 微细粒子剂量 照吸入制剂微细粒子空气动力学特性测定法(通则 0951 第一法)测定。

供试品溶液 取本品,依法操作,下层锥形瓶中置 30ml 乙醇接受液,上层锥形瓶置 7ml 乙醇接受液。充分振摇,试喷 5 次,揿压喷射 20 次(注意每次喷射间隔 5 秒并缓缓振摇),用乙醇适量清洗规定部件,合并洗液与下层锥形瓶(H)中的接受液,置 50ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,充分振摇,滤过,精

密量取续滤液适量,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取丙酸倍氯米松对照品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性要求与测定法 见含量测定项下。

限度 每揿含丙酸倍氯米松 50~100 μ g 的气雾剂,微细粒子药物量应不低于每揿标示量的 20%;每揿含丙酸倍氯米松 100 μ g 以上的气雾剂,微细粒子药物量应符合规定。

泄漏率 取供试品 12 瓶,去除外包装,用乙醇将表面清洗干净,室温垂直(直立)放置 24 小时,分别精密称定重量(W_1),再在室温放置 72 小时(精确至 30 分钟),再分别精密称定重量(W_2),置 2~8℃冷却后,迅速在阀上面钻一小孔,放置至室温,待抛射剂完全气化挥尽后,将瓶与阀分离,用乙醇洗净,在室温下干燥,分别精密称定重量(W_3),按下式计算每瓶年泄漏率。平均年泄漏率应小于 3.5%,并不得有 1 瓶大于 5%。

年泄漏率 = $365 \times 24 \times (W_1 - W_2) / [72 \times (W_1 - W_3)] \times 100\%$

其他 除递送剂量均一性与每揿喷量外,应符合气雾剂项下有关的各项规定(通则 0113)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,以无水乙醇为吸收剂,照气雾剂(通则 0113)每揿主药含量项下的方法操作,用无水乙醇定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取丙酸倍氯米松对照品,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 见丙酸倍氯米松含量测定项下。

系统适用性要求 理论板数按丙酸倍氯米松峰计算不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同丙酸倍氯米松。

【规格】 (1)每瓶 200 揿,每揿含丙酸倍氯米松 50 μ g

(2)每瓶 200 揿,每揿含丙酸倍氯米松 80 μ g (3)每瓶 200 揿,每揿含丙酸倍氯米松 100 μ g (4)每瓶 200 揿,每揿含丙酸倍氯米松 200 μ g (5)每瓶 200 揿,每揿含丙酸倍氯米松 250 μ g (6)每瓶 80 揿,每揿含丙酸倍氯米松 250 μ g

【贮藏】 密闭,在凉暗处保存。

丙酸倍氯米松吸入粉雾剂

Bingsuan Beilümisong Xiru Fenwuji

Beclometasone Dipropionate

Powder for Inhalation

本品为微粉化丙酸倍氯米松(0.5~10 μ m)和适宜的辅料装入胶囊制成的吸入用粉雾剂,置于专用装置中使用。含丙酸倍氯米松($C_{28}H_{37}ClO_7$)应为标示量的 90.0%~115.0%。

【性状】 本品为供吸入用的硬胶囊,内含白色粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取含量均匀度项下的续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 238nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 粒,将内容物倾入 10ml 量瓶中,用无水乙醇洗涤胶囊内壁,洗液并入量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,用滤膜(0.45 μ m)滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 238nm 的波长处测定吸光度;另取丙酸倍氯米松对照品,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,同法测定吸光度,计算含量。除限度为 $\pm 20\%$ 外,应符合规定(通则 0941)。

微细粒子剂量 照吸入制剂微细粒子空气动力学特性测定法(通则 0951 第一法)测定。

内标溶液 取丙酸睾酮素适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液,摇匀。

供试品溶液 取本品 10 粒,依法操作,在第二级分布瓶 H 中精密加入内标溶液 5ml 与甲醇 25ml,作为接受液。清洗规定部件,合并洗液与第二级分布瓶 H 中的接受液,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取丙酸倍氯米松对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液,精密量取该溶液 5ml 与内标溶液 5ml,置同一 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见含量测定项下。

限度 微细粒子药物剂量应不低于标示量的 10%。

其他 除递送剂量均一性外,应符合吸入制剂项下有关的规定(通则 0111)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

内标溶液 取丙酸睾酮素适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.22mg 的溶液,摇匀。

供试品溶液 取本品 25 粒(0.1mg)或 12 粒(0.2mg)(约相当于含丙酸倍氯米松 2.5mg),拭净胶囊,将内容物倾入 100ml 量瓶中,用甲醇洗涤胶囊内壁,洗液并入量瓶中,加甲醇适量,振摇使丙酸倍氯米松溶解,精密加入内标溶液 10ml,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取丙酸倍氯米松对照品约 25mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取该溶液 10ml 与内标溶液 10ml,置同一 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(76:24)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按丙酸倍氯米松峰计算不低于 1500,丙酸倍氯米松峰与内标物质峰之间的分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

【类别】 同丙酸倍氯米松。

【规格】 (1)0.1mg (2)0.2mg

【贮藏】 置凉暗干燥处保存。

丙酸倍氯米松乳膏

Bingsuan Beilümisong Rugao

Beclometasone Dipropionate Cream

本品含丙酸倍氯米松($C_{28}H_{37}ClO_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色乳膏。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于丙酸倍氯米松 1.25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇约 30ml,置 80℃ 水浴中加热 2 分钟,振摇使丙酸倍氯米松溶解,放冷,精密加入内标溶液 5ml,用甲醇稀释至刻度,摇匀,置冰浴中冷却 2 小时以上,取出后迅速滤过,取续滤液放至室温。

内标溶液、对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙酸倍氯米松含量测定项下。

【类别】 同丙酸倍氯米松。

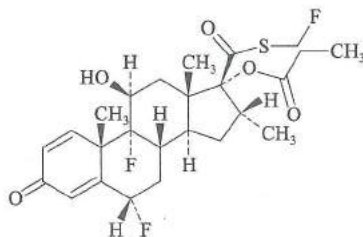
【规格】 10g:2.5mg

【贮藏】 密封,在阴凉处保存。

丙酸氟替卡松

Bingsuan Futikasong

Fluticasone Propionate



$C_{25}H_{31}F_3O_5S$ 500.57

本品为 6 α ,9 α -二氟-17-[[[(氟甲基)硫代]甲酰基]-11 β -羟基-16 α -甲基雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 α -基]丙酸酯。按无水与无溶剂物计算,含 $C_{25}H_{31}F_3O_5S$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末,无臭。

本品在二氯甲烷中略溶,在乙醇中微溶,在水中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加二氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +32°至 +36°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20mg,置 100ml 量瓶中,加流动相 A-流动相 B(50 : 50)溶解并稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取丙酸氟替卡松与杂质 I 对照品适量,加流动相 A-流动相 B(50 : 50)溶解并稀释制成每 1ml 中含丙酸氟替卡松 0.2mg 与杂质 I 0.4 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 取供试品溶液适量,用流动相 A-流动相 B (50 : 50)稀释制成每 1ml 中含丙酸氟替卡松 0.1 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Kromasil 100-5 C18, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m 或效能相当的色谱柱),以含 0.05%磷酸与 3.0%甲醇的乙腈溶液为流动相 A,以含 0.05%磷酸与 3.0%甲醇的水溶液为流动相 B,按下表进行梯度洗脱,流速为每分钟 1.0ml,柱温为 40 $^{\circ}$ C,检测波长为 239nm。进样体积 50 μ l。

时间(分钟)	流动相 A	流动相 B
0	43	57
40	55	45
60	90	10
70	90	10
75	43	57

系统适用性要求 系统适用性溶液的色谱图中,丙酸氟替卡松峰的保留时间约为 33 分钟,丙酸氟替卡松峰与杂质 I 峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,按峰面积归一化法计算,杂质 I、杂质 II(相对保留时间约为 1.30)均不得过 0.3%,杂质 III(相对保留时间约为 0.77)不得过 0.2%,其他单个杂质不得过 0.1%,杂质总量不得过 0.8%。小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计(0.05%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定,应符合规定。

水分 取本品约 0.25g,照水分测定法(通则 0832 第一法 1),以三氯甲烷-甲醇(1 : 1)为溶剂,每次测定前更换溶剂,含水分不得过 0.5%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

对照品溶液 取丙酸氟替卡松对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取丙酸氟替卡松与杂质 I 对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含丙酸氟替卡松 40 μ g 与杂质 I 8 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.01mol/L 磷酸二氢铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.5)-甲醇

(15 : 35 : 50)为流动相;流速为每分钟 1.5ml,柱温为 40 $^{\circ}$ C,检测波长为 239nm。进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,丙酸氟替卡松峰与杂质 I 峰之间的分离度应符合要求。

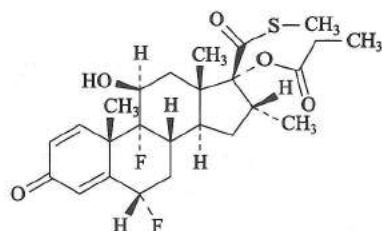
测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 肾上腺皮质激素类药

【贮藏】 遮光保存。

附:

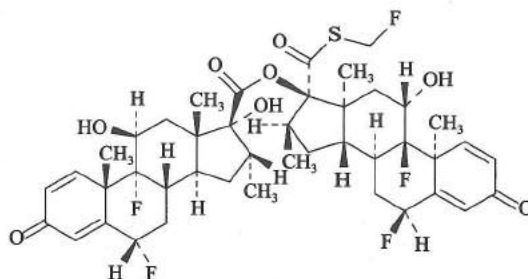
杂质 I



$C_{25}H_{32}F_2O_5S$ 482.58

6 α ,9 α -二氟-11 β -羟基-16 α -甲基-17-[(甲硫基)甲酰基]雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 α -基 丙酸酯

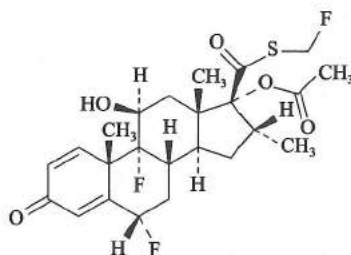
杂质 II



$C_{43}H_{51}F_2O_8S$ 822.93

6 α ,9 α -二氟-17-[[[(甲硫基)硫基]甲酰基]-11 β -羟基-16 α -甲基雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 α -基 6 α ,9 α -二氟-11 β ,17-二羟基-16 α -甲基雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 β -羧酸酯

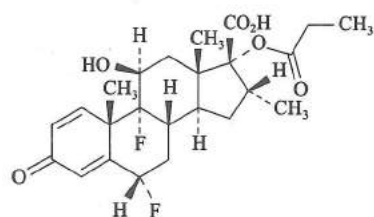
杂质 III



$C_{24}H_{29}F_2O_5S$ 486.55

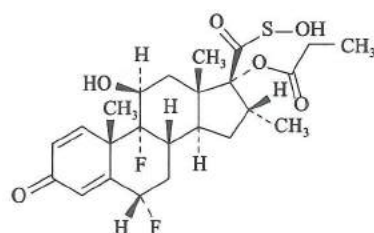
6 α ,9 α -二氟-17-[[[(甲硫基)硫基]甲酰基]-11 β -羟基-16 α -甲基雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 α -基 乙酸酯

杂质Ⅳ


 $C_{24}H_{30}F_2O_6$ 452.49

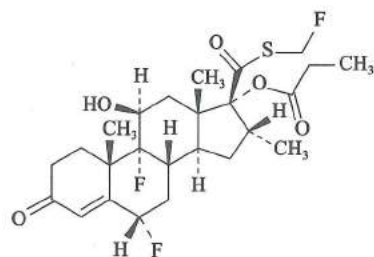
6 α ,9 α -二氟-11 β -羟基-16 α -甲基-17-(丙酰氧基)雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 β -羧酸

杂质Ⅴ


 $C_{24}H_{30}F_2O_6S$ 484.55

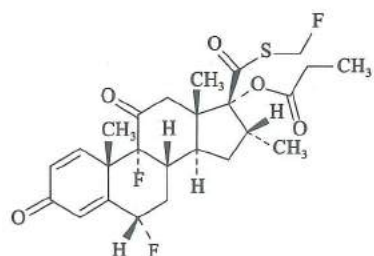
6 α ,9 α -二氟-11 β -羟基-16 α -甲基-17-(丙酰氧基)雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 β -硫代过氧甲酸(COSOH)

杂质Ⅵ


 $C_{25}H_{33}F_3O_5S$ 502.59

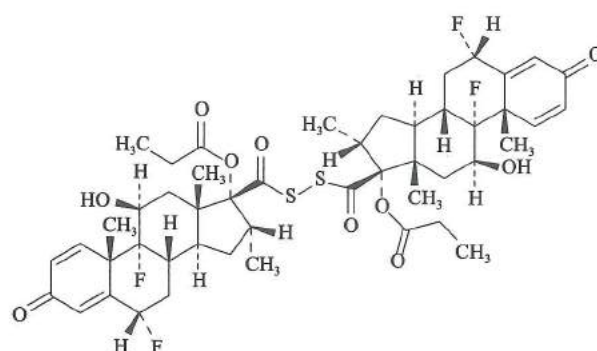
6 α ,9 α -二氟-17-[[[(氟甲基)硫基]甲酰基]-11 β -羟基-16 α -甲基雄甾-4-烯-3-酮-17 α -基]丙酸酯

杂质Ⅶ


 $C_{25}H_{29}F_3O_5S$ 498.56

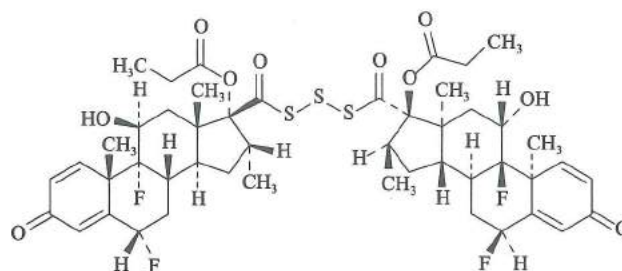
6 α ,9 α -二氟-17-[[[(氟甲基)硫基]甲酰基]-16 α -甲基雄甾-1,4-二烯-3,11-二酮-17 α -基]丙酸酯

杂质Ⅷ


 $C_{48}H_{58}F_4O_{10}S_2$ 935.10

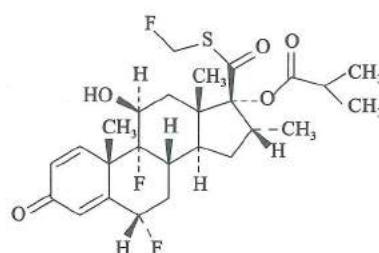
17,17'-(二硫二基二甲酰基)双(6 α ,9 α -二氟-11 β -羟基-16 α -甲基雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 α -基)二丙酸酯

杂质Ⅸ


 $C_{48}H_{58}F_4O_{10}S_3$ 967.16

17,17'-(三硫烷二基二甲酰基)双(6 α ,9 α -二氟-11 β -羟基-16 α -甲基雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 α -基)二丙酸酯

杂质Ⅹ

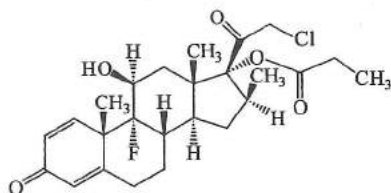

 $C_{26}H_{33}F_3O_5S$ 514.60

6 α ,9 α -二氟-17-[[[(氟甲基)硫基]甲酰基]-11 β -羟基-16 α -甲基雄甾-1,4-二烯-3-酮-17 α -基]异丁酸酯

丙酸氯倍他索

Bingsuan Lübeitasuo

Clobetasol Propionate

 $C_{25}H_{32}ClFO_5$ 466.99

本品为 16 β -甲基-11 β -羟基-17-(1-氧代丙基)-9-氟-21-氯-孕甾-1,4-二烯-3,20-二酮。按干燥品计算,含 $C_{25}H_{32}ClFO_5$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为类白色至微黄色结晶性粉末。

本品在三氯甲烷中易溶,在乙酸乙酯中溶解,在甲醇或乙醇中略溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 194~198℃,熔融时同时分解。

比旋度 取本品,精密称定,加二氧六环溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度应为 +99°至 +105°。

【鉴别】 (1)取本品少许,加乙醇 1ml,混合,置水浴上加热 2 分钟,加硝酸(1→2)2ml,摇匀,加硝酸银试液数滴,即生成白色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 592 图)一致。

(3)本品显有机氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,用流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取丙酸氯倍他索适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液(用 85%磷酸溶液调节 pH 值至 2.5)-乙腈-甲醇(425:475:100)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液的色谱图中,理论板数按丙酸氯倍他索峰计算不低于 5000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.25 倍(2.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

对照品溶液 取丙酸氯倍他索对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。进样体积 10 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 肾上腺皮质激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 丙酸氯倍他索乳膏

丙酸氯倍他索乳膏

Bingsuan Lübeitasuo Rugao

Clobetasol Propionate Cream

本品含丙酸氯倍他索($C_{25}H_{32}ClFO_5$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色乳膏。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

内标溶液 取醋酸氯轻松,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 的溶液。

供试品溶液 取本品适量(约相当于丙酸氯倍他索 1mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,精密加内标溶液 5ml,加甲醇约 30ml,置 60℃水浴中加热 5 分钟,小心振摇使丙酸氯倍他索溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,置冰浴中冷却 2 小时以上,取出后迅速滤过,取续滤液放至室温。

对照品溶液 取丙酸氯倍他索对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,精密量取该溶液 5ml 与内标溶液 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(65:35)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按丙酸氯倍他索峰计算不低于 2000,丙酸氯倍他索峰与内标物质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

【类别】 同丙酸氯倍他索。

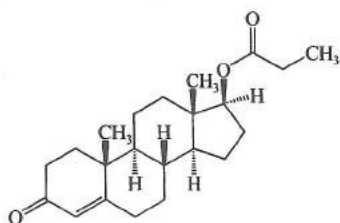
【规格】 (1)10g:2mg (2)10g:5mg

【贮藏】 密封,在阴凉处保存。

丙酸睾酮

Bingsuan Gaotong

Testosterone Propionate

 $C_{22}H_{32}O_3$ 344.49

本品为 17β -羟基雄甾-4-烯-3-酮丙酸酯。按干燥品计算,含 $C_{22}H_{32}O_3$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色结晶或类白色结晶性粉末,无臭。

本品在三氯甲烷中极易溶解,在甲醇、乙醇或乙醚中易溶,在乙酸乙酯中溶解,在植物油中略溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 118~123℃。

比旋度 取本品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +84°至 +90°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 72 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取本品约 50mg,加甲醇适量使溶解,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,摇匀,室温放置 30 分钟后,用 1mol/L 盐酸溶液调节至中性,转移至 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(80:20)为流动相,调节流速使丙酸睾酮峰的保留时间约为 12 分钟;检测波长为 241nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,丙酸睾酮峰与降解物峰(相对保留时间约为 0.4)之间的分离度应不小于 20。理论板数按丙酸睾酮峰计算不低于 4000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,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(1.0%),小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 25mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取丙酸睾酮对照品约 25mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 雄激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 丙酸睾酮注射液

丙酸睾酮注射液

Bingsuan Gaotong Zhushuye

Testosterone Propionate Injection

本品为丙酸睾酮的灭菌油溶液。含丙酸睾酮($C_{22}H_{32}O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄明油状液体。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量(约相当于丙酸睾酮 10mg),加无水乙醇 10ml,强力振摇,置冰浴中放置使分层,取上层乙醇溶液置离心管中离心,取上清液。

对照品溶液 取丙酸睾酮对照品,加无水乙醇制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以二氯甲烷-甲醇(19:0.5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 用内容量移液管精密量取本品适量(约相当于丙酸睾酮 100mg),置 100ml 量瓶中,用乙醚分多次洗涤移液管内壁,洗液并入量瓶中,用乙醚稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置具塞离心管中,在温水浴上使乙醚挥发,用甲醇振摇提取 4 次(5ml,5ml,5ml,3ml),每次振摇 10 分钟后离心

15 分钟,合并甲醇提取液,置 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙酸萘酮有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中扣除相对主峰保留时间 0.25 之前的辅料(苯甲醇)峰,如有杂质峰,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%),小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的峰忽略不计。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见有关物质项下。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丙酸萘酮含量测定项下。

【类别】 同丙酸萘酮。

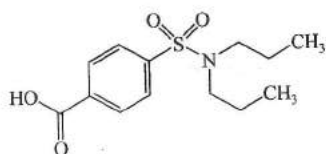
【规格】 (1)1ml:10mg (2)1ml:25mg (3)1ml:50mg (4)1ml:100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

丙磺舒

Binghuangshu

Probenecid



$C_{13}H_{19}NO_4S$ 285.36

本品为对-[(二丙氨基)磺酰基]苯甲酸。按干燥品计算,含 $C_{13}H_{19}NO_4S$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在丙酮中溶解,在乙醇或三氯甲烷中略溶,在水中几乎不溶;在稀氢氧化钠溶液中溶解,在稀酸中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 198~201℃。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 0.2ml,用水稀释至 2ml(pH 值约 5.0~6.0),加三氯化铁试液 1 滴,即生成米黄色沉淀。

(2)取本品约 0.1g,加氢氧化钠 1 粒,小火加热熔融数分钟,放冷,残渣加硝酸数滴,再加盐酸溶解使成酸性,加水少许稀释,滤过,滤液显硫酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

(3)取本品,加含有盐酸的乙醇[取盐酸溶液(9→1000) 2ml,加乙醇制成 100ml]制成每 1ml 中含 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 225nm 与 249nm 的

波长处有最大吸收,在 249nm 波长处的吸光度约为 0.67。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 73 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 2.0g,加新沸过的冷水 100ml,置水浴上加热 5 分钟,时时振摇,放冷,滤过;取滤液 50ml,加酚酞指示液数滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,消耗氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)不得过 0.25ml。

氯化物 取本品 1.6g,加水 100ml 与硝酸 1ml,置水浴上加热 5 分钟,时时振摇,放冷,滤过;取滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.018%)。

硫酸盐 取上述氯化物检查项下剩余的滤液 25ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.025%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 60μg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钠(加 1%冰醋酸,用磷酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈(50:50)为流动相;检测波长为 245nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按丙磺舒峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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 2 倍(2.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,加氢氧化钠试液 10ml 溶解后,加水使成 25ml,依法检查(通则 0821 第三法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 60μg 的溶液。

对照品溶液 取丙磺舒对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 60μg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗痛风药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 丙磺舒片

丙磺舒片

Binghuangshu Pian

Probenecid Tablets

本品含丙磺舒($C_{13}H_{19}NO_4S$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于丙磺舒 0.25g),加丙酮 30ml 使丙磺舒溶解,滤过,滤液滴加水适量使析出沉淀,滤过,沉淀照丙磺舒项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 225nm 与 249nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以人工肠液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用 0.4% 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 244nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{13}H_{19}NO_4S$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 359 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于丙磺舒 60mg),置 200ml 量瓶中,加乙醇 150ml 与盐酸溶液(9→100)4ml,置 70℃ 水浴上加热 30 分钟,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→100)2ml,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 249nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{13}H_{19}NO_4S$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 338 计算。

【类别】 同丙磺舒。

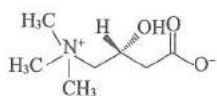
【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封保存。

左卡尼汀

Zuokaniting

Levocarnitine


 $C_7H_{15}NO_3$ 161.20

本品为(3R)-3-羟基-4-(三甲基铵)丁酸内盐。按无水与

无溶剂物计算,含 $C_7H_{15}NO_3$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;有强引湿性。

本品在水或乙醇中易溶,在丙酮或乙醚中几乎不溶;在甲酸中易溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.10g 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -29° 至 -32° 。

【鉴别】 (1)取本品 0.1g,加水 4ml,振摇使溶解,加 1mol/L 盐酸溶液 1ml,摇匀,加硫氰酸铬铵试液 2 滴,即生成紫红色沉淀。

(2)取本品,在 50℃ 减压干燥 5 小时,依法测定,其红外光吸收图谱应与同法处理的对照品图谱一致(通则 0402)。

【检查】 酸碱度 取本品 1.0g,加水 20ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.5~8.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加水 10ml 使溶解,依法检查(通则 0901 第一法和通则 0902 第一法),溶液应澄清无色;如显混浊,与 1 号浊度标准液比较,不得更浓。

氯化物 取本品 0.25g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.03%)。

氟化物 取本品 1.0g,依法检查(通则 0806 第一法),应符合规定。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取杂质 I 对照品适量,精密称定,加水溶解并用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 25μg 的溶液。

系统适用性溶液 取左卡尼汀与杂质 I 对照品各适量,加水溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中含左卡尼汀 10mg 与杂质 I 0.1mg 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用氨基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.81g,加水 1000ml,用氢氧化钠试液调节 pH 值至 4.7)-乙腈(35:65)为流动相;检测波长为 205nm;柱温为 30℃;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,左卡尼汀峰与杂质 I 峰分离度应大于 1.0。灵敏度溶液色谱图中,左卡尼汀峰的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中,如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,杂质 I 不得过 0.5%;

其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取甲醇、无水乙醇与丙酮各适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 0.3mg、乙醇 0.5mg 与丙酮 0.5mg 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始柱温为 40℃,维持 5 分钟,以每分钟 35℃ 的速率升温至 160℃,保持 3 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 90℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各色谱峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇与丙酮的残留量均应符合规定。

钠 取本品 0.1g 两份,分别置 50ml 量瓶中,一份加水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另一份加标准氯化钠溶液(取经 105℃ 干燥 2 小时的氯化钠 0.126g,置 1000ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,制成每 1ml 中含钠 50μg 的溶液)2.0ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法(通则 0406 第二法),在 589.0nm 的波长处分别测定,应符合规定(0.1%)。

钾 取本品 0.1g 两份,分别置 50ml 量瓶中,一份加水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另一份加标准氯化钾溶液(取经 105℃ 干燥 2 小时的氯化钾 0.191g,置 1000ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,制成每 1ml 中含钾 100μg 的溶液)2.0ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法(通则 0406 第二法),在 766.5nm 的波长处分别测定,应符合规定(0.2%)。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 1.0g,加水 23ml 与盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0002%)。

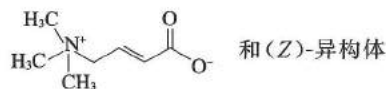
【含量测定】 取本品约 0.125g,精密称定,加无水甲酸 3ml 和冰醋酸 50ml 溶解后,加结晶紫指示液 2 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 16.12mg 的 $C_7H_{15}NO_3$ 。

【类别】 促代谢药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

附:

杂质 I



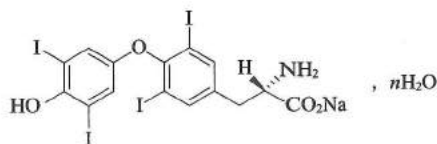
$C_7H_{13}NO_2$ 143.18

(E)-4-(三甲基铍)丁-2-烯酸内盐和(Z)-异构体

左甲状腺素钠

ZuoJiazhuangxiansuna

Levothyroxine Sodium



$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4 \cdot nH_2O$ 798.86($n=0$)

本品为 O-(4-羟基-3,5-二碘苯基)-3,5-二碘-L-酪氨酸单钠盐水合物。按干燥品计算,含 $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为类白色至淡棕黄色粉末或结晶性粉末。

本品在乙醇中微溶,在水中几乎不溶;在热 1mol/L 氢氧化钠溶液中溶解。

比旋度 取本品,精密称定,用 1mol/L 氢氧化钠溶液-乙醇(1:2)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 30mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -5° 至 -6° 。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,置坩埚中,小火加热,即分解产生紫色的碘蒸气。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 928)一致。

(4)取鉴别(1)项下的残渣,滴加 1mol/L 氢氧化钾溶液使溶解,该溶液显钠盐的鉴别(1)反应(通则 0301)。

【检查】 **溶液的颜色** 取本品 0.2g,加 1mol/L 盐酸溶液-乙醇(1:4)混合溶液 8ml,置热水中超声使溶解,放冷,再用上述混合溶液稀释至 10ml,立即与黄色 5 号标准比色液比较(通则 0902 第一法),不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

混合溶液 0.02mol/L 氢氧化钠溶液-甲醇(1:1)。

供试品溶液 取本品,精密称定,加混合溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照品溶液 取左甲状腺素钠对照品与碘塞罗宁钠对照品各 10mg,精密称定,置同一 50ml 量瓶中,用混合溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含左甲状腺素钠和碘塞罗宁钠各约 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取左甲状腺素钠与碘塞罗宁钠对照品各适量,加混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 的溶液,取 1ml,用流动相稀释制成每 1ml 中含左甲状腺素钠和碘塞罗宁钠各约 10 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照品溶液 1ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用氨基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-磷酸(300:700:1)为流动相;检测波长为 225nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按左甲状腺素峰计算不得低于 2000,左甲状腺素峰与碘塞罗宁峰间的分离度应大于 4.0。灵敏度溶液色谱图中,两成分色谱峰峰高的信噪比均应不小于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录供试品溶液色谱图至主峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中,如有与碘塞罗宁钠保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 1.0%;如有其他杂质峰,按外标法以对照品溶液色谱图中左甲状腺素峰面积计算,其他单个杂质均不得过 1.0%;杂质总量不得过 2.0%,小于灵敏度溶液色谱图中左甲状腺素峰面积的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入二甲基亚砷 5ml,密封。

对照品溶液 取三氯甲烷适量,精密称定,用二甲基亚砷定量稀释制成每 1ml 中约含三氯甲烷 6 μ g 的溶液,精密量取 5ml 置顶空瓶中,密封。

色谱条件 用以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷(或极性相似)为固定液的毛细管柱;起始温度为 150 $^{\circ}$ C,维持 4 分钟,以每分钟 50 $^{\circ}$ C 的速率升至 250 $^{\circ}$ C,维持 3 分钟;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C;顶空瓶平衡温度为 95 $^{\circ}$ C,平衡时间为 45 分钟。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,三氯甲烷的残留量应符合规定。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60 $^{\circ}$ C 减压干燥 4 小时,减失重量应为 7.0%~11.0%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 25mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加有关物质项下的混合溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取左甲状腺素钠对照品约 25mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加有关物质项下的混合溶液溶解并稀释

至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

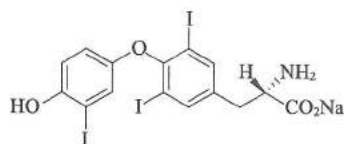
【类别】 甲状腺激素类药。

【贮藏】 遮光,密封,阴凉处保存。

【制剂】 左甲状腺素钠片

附:

碘塞罗宁钠(Liothyronine Sodium)



$C_{15}H_{11}I_4NNaO_4$ 672.96

O-(4-羟基-3-碘苯基)-3,5-二碘-L-酪氨酸钠盐

左甲状腺素钠片

ZuoJiazhuanxiansuna Pian

Levothyroxine Sodium Tablets

本品含左甲状腺素钠($C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于左甲状腺素钠 0.5mg),加乙醇 20ml 超声处理 5 分钟,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣加水 3ml,乙醇 2.5ml,氢氧化钠试液 1ml 溶解,再加盐酸 1ml 与亚硝酸钠试液 1ml,摇匀,滤过,在暗处放置 20 分钟,加浓氨溶液 1.2ml,即显粉红色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

混合溶液 0.02mol/L 氢氧化钠溶液-甲醇(1:1)。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于左甲状腺素钠 0.5mg),置 10ml 量瓶中,加混合溶液 5ml,超声约 5 分钟使左甲状腺素钠溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照品溶液 取左甲状腺素钠对照品 10mg 与碘塞罗宁钠对照品 20mg,精密称定,置同一 50ml 量瓶中,用混合溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含左甲状腺素钠 0.5 μ g 和碘塞罗宁钠 1.0 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取左甲状腺素钠与碘塞罗宁钠对照品适量,加混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 的溶液,取 1ml,再用流动相定量稀释制成每 1ml 中各约含 5 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照品溶液 1ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

辅料对照溶液 称取空白辅料适量,置 10ml 量瓶中,加混合溶液 5ml,超声约 20 分钟,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

色谱条件 见左甲状腺素钠有关物质项下。系统适用性溶液进样体积 50 μ l,其他溶液进样体积 100 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按左甲状腺素峰计算不低于 2000,左甲状腺素峰与碘塞罗宁峰之间的分离度应不小于 4.0。灵敏度溶液色谱图中,两成分色谱峰峰高的信噪比均应不小于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照品溶液与辅料对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录供试品溶液色谱图至主峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中,除辅料峰外,如有与碘塞罗宁保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含碘塞罗宁钠不得过左甲状腺素钠标示量的 2.0%;如有其他杂质峰,按外标法以对照品溶液色谱图中左甲状腺素峰面积计算,单个最大杂质不得过左甲状腺素钠标示量的 5.0%,其中超过 1.0%但不过 5.0%的杂质不得过 1 个;杂质总量不得过左甲状腺素钠标示量的 8.0%;小于灵敏度溶液色谱图中左甲状腺素峰面积的峰忽略不计。

含量均匀度 以含量测定项下测定的每片含量计算,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以含 0.2%十二烷基硫酸钠的 0.01mol/L 盐酸溶液 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,立即离心,取上清液。

对照品溶液 精密量取含量测定项下的对照品溶液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 0.05 μ g(25 μ g 规格)、0.1 μ g(50 μ g 规格)或 0.2 μ g(100 μ g 规格)的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-磷酸-2%十二烷基硫酸钠溶液(500:400:2:100)为流动相;柱温为 30 $^{\circ}$ C;检测波长为 225nm;进样体积 100 μ l。

系统适用性要求 理论板数按左甲状腺素峰计算不得低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,照高效液相色谱法(通则 0512),分别注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,分别置 5ml(25 μ g 规格)、10ml(50 μ g 规格)或 20ml(100 μ g 规格)量瓶中,加有关物质项下混合溶液 2ml,超声约 5 分钟使左甲状腺素钠溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照品溶液 取左甲状腺素钠对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加有关物质项下混合溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见有关物质项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积分别计算每片的含量,并求出 10 片的平均含量。

【类别】 同左甲状腺素钠。

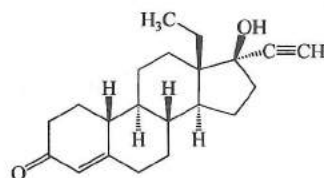
【规格】 按 $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$ 计 (1)25 μ g (2)50 μ g (3)100 μ g

【贮藏】 遮光,密封,25 $^{\circ}$ C 以下保存。

左炔诺孕酮

Zuoquenuoyuntong

Levonorgestrel



$C_{21}H_{28}O_2$ 312.47

本品为(-)-13-乙基-17-羟基-18,19-双去甲基-17 α -孕甾-4-烯-20-炔-3-酮。含 $C_{21}H_{28}O_2$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中溶解,在甲醇中微溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 233~239 $^{\circ}$ C,熔距在 5 $^{\circ}$ C 以内。

比旋度 取本品,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为-30 $^{\circ}$ 至-35 $^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 726 图)一致。

【检查】 **乙炔基** 精密称取本品约 0.1g,加四氢呋喃 40ml 使溶解,加 5%硝酸银溶液 10ml,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠

滴定液(0.1mol/L)相当于 2.503mg 的乙炔基($-C\equiv CH$)。本品含乙炔基应为 7.81%~8.18%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并制成每 1ml 中含 75 μ g 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取左炔诺孕酮与醋酸甲地孕酮,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含左炔诺孕酮 75 μ g 与醋酸甲地孕酮 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(70:30)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按左炔诺孕酮峰计算不低于 2000,左炔诺孕酮峰与醋酸甲地孕酮峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.0%)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 75 μ g 的溶液。

对照品溶液 取左炔诺孕酮对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 75 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 孕激素类药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)左炔诺孕酮片 (2)左炔诺孕酮炔雌醇(三相)片 (3)左炔诺孕酮炔雌醚片 (4)复方左炔诺孕酮片 (5)复方左炔诺孕酮滴丸

左炔诺孕酮片

Zuoquenuoyuntong Pian

Levonorgestrel Tablets

本品含左炔诺孕酮($C_{21}H_{28}O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于左炔诺孕酮 37.5mg),分次加三氯甲烷约 200ml,充分搅拌后,用 G4 垂熔漏斗减压抽滤,用三氯甲烷洗涤滤渣及滤器,合并滤液,置水浴上蒸干,放冷,精密加三氯甲烷 5ml,依法测定(通则 0621)

旋光度,应为左旋,并不得低于 0.18°。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 10ml 量瓶(0.75mg 规格)或 20ml 量瓶(1.5mg 规格)中,照含量测定项下的方法,自“加流动相适量”起,依法测定,按外标法以峰面积计算含量,应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于左炔诺孕酮 3.75mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声使左炔诺孕酮溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

系统适用性要求 理论板数按左炔诺孕酮峰计算不低于 2000。

对照品溶液、色谱条件与测定法 见左炔诺孕酮含量测定项下。

【类别】 同左炔诺孕酮。

【规格】 (1)0.75mg (2)1.5mg

【贮藏】 避光,密封保存。

左炔诺孕酮炔雌醇(三相)片

Zuoquenuoyuntong Quecichun (Sanxiang) Pian

Levonorgestrel and Ethinylestradiol

Tablets (Triphasic)

本品含左炔诺孕酮($C_{21}H_{28}O_2$)与炔雌醇($C_{20}H_{24}O_2$)均应为标示量的 90.0%~115.0%。

【处方】

(1)黄色片	
左炔诺孕酮	50mg
炔雌醇	30mg
制成	1000 片
(2)白色片	
左炔诺孕酮	75mg
炔雌醇	40mg
制成	1000 片
(3)棕色片	
左炔诺孕酮	125mg
炔雌醇	30mg
制成	1000 片

【性状】 本品为糖衣片或薄膜包衣片(分别为黄、白、棕三种颜色),除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间

一致。

【检查】 含量均匀度 以含量测定项下测得的每片含量计算,限度为 $\pm 20\%$,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.0005% 聚山梨酯 80 溶液 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 30ml,滤过,弃去初滤液 20ml,取续滤液。

对照品贮备液(1) 取左炔诺孕酮对照品,精密称定,加乙醇适量,超声使溶解,放冷,并定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液。

对照品贮备液(2) 取炔雌醇对照品,精密称定,加乙醇适量,超声使溶解,放冷,并定量稀释制成每 1ml 中含 8 μ g 的溶液。

对照品溶液 分别精密量取上述两种对照品贮备液各 2ml,置同一 200ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(70:30)为流动相;左炔诺孕酮的检测波长为 247nm;炔雌醇用荧光检测器测定,激发波长为 285nm,发射波长为 310nm;进样体积 100 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的溶出量。

限度 左炔诺孕酮与炔雌醇均为标示量的 60%,均应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片(黄色片或白色片或棕色片),分别置 10ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 30 分钟使左炔诺孕酮与炔雌醇溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照品溶液(1) 取左炔诺孕酮与炔雌醇对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含左炔诺孕酮 5 μ g 与炔雌醇 3 μ g 的溶液(供黄色片用)。

对照品溶液(2) 取左炔诺孕酮与炔雌醇对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含左炔诺孕酮 7.5 μ g 与炔雌醇 4 μ g 的溶液(供白色片用)。

对照品溶液(3) 取左炔诺孕酮与炔雌醇对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含左炔诺孕酮 12.5 μ g 与炔雌醇 3 μ g 的溶液(供棕色片用)。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(70:30)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 50 μ l。

系统适用性要求 左炔诺孕酮峰与炔雌醇峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与相应的对照品溶液(1)或对照品溶液(2)或对照品溶液(3),分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片含左炔诺孕酮与炔雌醇

醇的含量,并计算 10 片的平均值。

【类别】 避孕药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

左炔诺孕酮炔雌醚片

Zuoquenuoyuntong Quecimi Pian

Levonorgestrel and Quinestrol Tablets

本品含左炔诺孕酮($C_{21}H_{28}O_2$)应为标示量的 90.0%~115.0%,含炔雌醚($C_{25}H_{32}O_2$)应为标示量的 95.0%~115.0%。

【处方】

左炔诺孕酮	6g
炔雌醚	3g
制成	1000 片

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于左炔诺孕酮 0.15g),分次加三氯甲烷约 200ml,充分搅拌后,用 G4 垂熔漏斗减压抽滤,用三氯甲烷洗涤滤渣及滤器,合并滤液,置水浴上蒸干,放冷,精密加三氯甲烷 20ml,作为供试品溶液,依法测定(通则 0621)旋光度,应为左旋,并不得低于 0.18°。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取鉴别(1)项下的供试品溶液。

对照品溶液 取含量测定项下的炔雌醚对照品溶液 2ml,置水浴上蒸干,放冷,加三氯甲烷 2.5ml 使溶解。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇(96:4)为展开剂。

测定法 吸取对照品溶液 15 μ l 与供试品溶液 12.5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以临用新制的 10% 磷钼酸乙醇溶液,在 105℃ 干燥 10 分钟,放冷,立即检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照品溶液所显的主斑点比较,不得更深。

含量均匀度 取本品 1 片,照含量测定项下的方法,自“置 100ml 量瓶中”起,依法测定。按外标法以峰面积计算含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.8% 十二烷基硫酸钠溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取左炔诺孕酮对照品约 30mg 与炔雌醚对照品约 15mg,精密称定,置同一 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用溶出

介质稀释至刻度,摇匀。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片中左氧诺孕酮与炔雌醚的溶出量。

限度 左氧诺孕酮与炔雌醚的溶出量分别为标示量的60%与80%,均应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于左氧诺孕酮6mg),置100ml量瓶中,加流动相适量,超声使左氧诺孕酮与炔雌醚溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取左氧诺孕酮与炔雌醚对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含左氧诺孕酮60μg与炔雌醚30μg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(80:20)为流动相;检测波长为220nm;进样体积20μl。

系统适用性要求 理论板数按左氧诺孕酮峰计算不低于3000,左氧诺孕酮峰与炔雌醚峰的分度度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

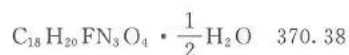
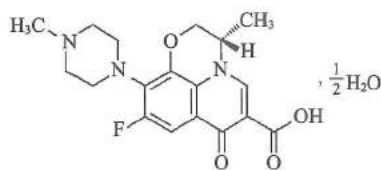
【类别】 孕激素类药。

【贮藏】 遮光、密封保存。

左氧氟沙星

Zuoyangfushaxing

Levofloxacin



本品为(-)-(S)-3-甲基-9-氟-2,3-二氢-10-(4-甲基-1-哌嗪基)-7-氧代-7H-吡啶并[1,2,3-de]-1,4-苯并噁嗪-6-羧酸半水合物。按无水与无溶剂物计算,含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)应为98.5%~102.0%。

【性状】 本品为类白色至淡黄色结晶性粉末,无臭。

本品在水中微溶,在乙醇中极微溶解,在乙醚中不溶;在冰醋酸中易溶,在0.1mol/L盐酸溶液中略溶。

比旋度 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度应为-92°至-99°。

【鉴别】 (1)取本品与氧氟沙星对照品适量,分别加右氧

氟沙星项下的流动相溶解并稀释制成每1ml中含0.01mg与0.02mg的溶液,作为供试品溶液与对照品溶液。照右氧氟沙星项下的方法试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰中左氧氟沙星峰(后)的保留时间一致。

(2)取本品适量,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含5μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在226nm与294nm的波长处有最大吸收,在263nm的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1128图)一致。

【检查】 酸碱度 取本品,加水制成每1ml中含10mg的溶液,依法测定(通则 0631),pH值应为6.8~8.0。

溶液的澄清度 取本品5份,分别加水制成每1ml中含5mg的溶液,溶液均应澄清;如显浑浊,与2号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓。

吸光度 取本品5份,分别加水溶解并定量稀释制成每1ml中含5mg的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在450nm波长处测定吸光度,均不得过0.1。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含1.0mg的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含2μg的溶液。

杂质A对照品溶液 取杂质A对照品约15mg,精密称定,置100ml量瓶中,加6mol/L氨溶液1ml与水适量使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取2ml,置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取左氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质E对照品各适量,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含左氧氟沙星1.0mg、环丙沙星和杂质E各5μg的混合溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含0.2μg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵高氯酸钠溶液(取醋酸铵4.0g和高氯酸钠7.0g,加水1300ml使溶解,用磷酸调节pH值至2.2)-乙腈(85:15)为流动相A,乙腈为流动相B,按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟1ml;柱温为40℃;检测波长为294nm和238nm;进样体积10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
18	100	0
25	70	30
39	70	30
40	100	0
50	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中(294nm),左氧氟沙星峰的保留时间约为15分钟,左氧氟沙星峰与杂质

E 峰和左氧氟沙星峰与环丙沙星峰之间的分离度应分别大于 2.0 与 2.5。灵敏度溶液色谱图中(294nm),主成分色谱峰峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液和杂质 A 对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 A (238nm)按外标法以峰面积计算,不得过 0.3%,其他单个杂质(294nm)峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),其他各杂质(294nm)峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

右氧氟沙星 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.0mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

系统适用性溶液 取左氧氟沙星和氧氟沙星对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星 1mg 和氧氟沙星 20μg 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以硫酸铜 D-苯丙氨酸溶液(取 D-苯丙氨酸 1.32g 与硫酸铜 1g,加水 1000ml 溶解后,用氢氧化钠试液调节 pH 值至 3.5)-甲醇(82:18)为流动相;柱温为 40℃,检测波长为 294nm;进样体积为 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,右氧氟沙星与左氧氟沙星依次流出,右、左旋异构体峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分色谱峰峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中右氧氟沙星峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

内标溶液 称取丙酮适量,用 0.5mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中含 0.01mg 的溶液。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加内标溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 100mg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 取甲醇和乙醇,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中含甲醇和乙醇分别为 300μg 和 500μg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 40℃;进样口温度为 150℃;检测器温度为 180℃;顶空瓶平衡温度为 85℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,丙酮峰、甲醇峰

与乙醇峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,分别顶空进样,记录色谱图。按内标法以峰面积比值计算。

限度 甲醇与乙醇的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法)测定,含水分应为 2.0%~3.0%。

炽灼残渣 取本品 1g,置铂坩埚中,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下的遗留残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取左氧氟沙星对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取左氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质 E 对照品各适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星 0.1mg、环丙沙星和杂质 E 各 5μg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵高氯酸钠溶液(取醋酸铵 4.0g 和高氯酸钠 7.0g,加水 1300ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 2.2)-乙腈(85:15)为流动相;检测波长为 294nm,进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,左氧氟沙星峰的保留时间约为 15 分钟,左氧氟沙星峰与杂质 E 峰和左氧氟沙星峰与环丙沙星峰之间的分离度应分别大于 2.0 与 2.5。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 的量。

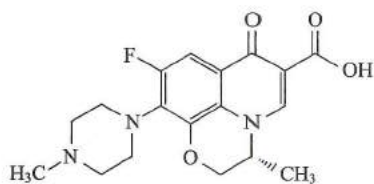
【类别】 喹诺酮类抗菌药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)左氧氟沙星片 (2)左氧氟沙星滴眼液

附:

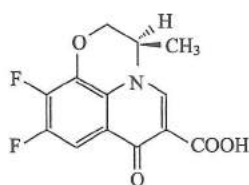
右氧氟沙星(Dextroflaxacin)



$C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 361.37

(+)-(R)-3-甲基-9-氟-2,3-二氢-10-(4-甲基-1-哌嗪基)-7-氧代-7H-吡啶并[1,2,3-de]-[1,4]苯并噁嗪-6-羧酸

杂质 A

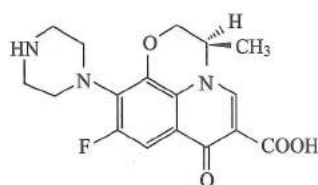


和对映异构体

 $C_{17}H_{15}F_2NO_4$ 281.23

(3RS)-9,10-二氟-3-甲基-7-氧代-2,3-二氢-7H-吡啶并[1,2,3-de]-1,4-苯并噁嗪-6-羧酸

杂质 E



和对映异构体

 $C_{17}H_{18}FN_3O_4$ 347.34

(3RS)-9-氟-3-甲基-7-氧代-10-(1-哌嗪基)-2,3-二氢-7H-吡啶并[1,2,3-de]-1,4-苯并噁嗪-6-羧酸

左氧氟沙星片

Zuoyangfushaxing Pian

Levofloxacin Tablets

本品含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后,显白色至淡黄色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)1mg 的溶液,滤过,取续滤液适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)0.01mg 的溶液,作为供试品溶液;另取氧氟沙星对照品,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,精密量取适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含 0.02mg 的溶液,作为对照品溶液。照左氧氟沙星右氧氟沙星项下的方法试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰中左氧氟沙星峰(后)的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)10μg 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 226nm 和 294nm 波长处有最大吸收,在 263nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)1.0mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)2μg 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)0.2μg 的溶液。

杂质 A 对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见左氧氟沙星有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 A (238nm)按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.3%,其他单个杂质(294nm)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(0.3%),其他各杂质(294nm)峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍(0.7%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)5.5μg 的溶液。

对照品溶液 取左氧氟沙星对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5.5μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 294nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于左氧氟沙星,按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见左氧氟沙星含量测定项下。

【类别】 同左氧氟沙星。

【规格】 按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计 (1)0.1g (2)0.5g

【贮藏】 遮光,密封保存。

左氧氟沙星滴眼液

Zuoyangfushaxing Diyanye

Levofloxacin Eye Drops

本品含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为微黄色至淡黄色或淡黄绿色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)0.1mg 的溶液,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)0.01mg 的溶液,作为供试品溶液;另取氧氟沙星对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.02mg 的溶液,作为对照品溶液。照左氧氟沙星右氧氟沙星项下的方法试验。供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰中左氧氟沙星峰(后)的保留时间一致。

(2)取本品适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)5 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 226nm 和 294nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 pH 值 应为 6.0~7.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)1.0mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)2 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)0.2 μ g 的溶液。

杂质 A 对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见左氧氟沙星有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 A (238nm)按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.3%,其他单个杂质(294nm)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(0.3%),其他各杂质(294nm)峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍(0.7%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

苯扎溴铵 如使用苯扎溴铵作为防腐剂,照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含苯扎溴铵 5 μ g 的溶液。

对照品溶液 取苯扎溴铵对照品适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-三乙胺磷酸溶液(取三乙胺 4ml 和磷酸 7ml,用水稀释至 1000ml)(65:35)为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 20 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品如含苯扎溴铵,按外标法以峰面积计算,应

为标示量的 80.0%~120.0%。

渗透压摩尔浓度 渗透压摩尔浓度比应为 0.9~1.1(通则 0632)。

其他 应符合眼用制剂项下有关的各项规定(通则 0105)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)0.1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见左氧氟沙星含量测定项下。

【类别】 喹诺酮类抗菌药。

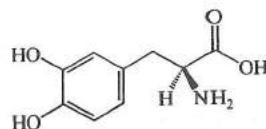
【规格】 5ml:24.4mg(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)

【贮藏】 密封,遮光,室温保存。

左旋多巴

Zuoxuan Duoba

Levodopa



$C_9H_{11}NO_4$ 197.19

本品为(-)-3-(3,4-二羟基苯基)-L-丙氨酸。按干燥品计算,含 $C_9H_{11}NO_4$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在水中微溶,在乙醇、三氯甲烷或乙醚中不溶;在稀酸中易溶。

比旋度 取本品约 0.2g,精密称定,置 25ml 棕色量瓶中,加乌洛托品 5g,再加盐酸溶液(9→100)溶解并稀释至刻度,摇匀,避光放置 3 小时,依法测定(通则 0621),比旋度为-159°至-168°。

吸收系数 取本品,精密称定,加盐酸溶液(9→1000)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 280nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 136~146。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加盐酸溶液(9→1000)5ml 使溶解,加三氯化铁试液 2 滴,即显绿色。分取溶液 2.5ml,加过量的稀氨溶液,即显紫色;剩余的溶液中加入过量的氢氧化钠试液,即显红色。

(2)取本品约 5mg,加水 5ml 使溶解,加 1%茛三酮溶液 1ml,置水浴中加热,溶液渐显紫色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 87 图)一致。

【检查】 酸性溶液的澄清度与颜色 取本品 0.40g,加盐酸溶液(9→100)10ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显色,与黄绿色或黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 0.30g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

其他氨基酸 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加盐酸溶液(9→1000)溶解并定量制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取本品和酪氨酸,加盐酸溶液(9→1000)溶解并制成每 1ml 中含 10mg 与酪氨酸 0.10mg 的溶液。

色谱条件 采用微晶纤维素薄层板(微晶纤维素 0.15g/10cm²),以正丁醇-冰醋酸-水(2:1:1)为展开剂。

系统适用性要求 系统适用性溶液应显左旋多巴与酪氨酸的各自斑点。

测定法 吸取上述三种溶液各 10μl,分别点于同一薄层板上,展开,置空气中使溶剂挥散,喷以 10%三氯化铁溶液与 5%铁氰化钾溶液的等体积混合溶液(临用新制),立即检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液的主斑点比较,不得更深。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得超过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,加无水甲酸 2ml 使溶解,加冰醋酸 20ml,摇匀,加结晶紫指示液 2 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 19.72mg 的 C₉H₁₁NO₄。

【类别】 抗帕金森病药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)左旋多巴片 (2)左旋多巴胶囊

左旋多巴片

Zuoxuan Duoba Pian

Levodopa Tablets

本品含左旋多巴(C₉H₁₁NO₄)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉,照左旋多巴项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量(约相当于左旋多巴 750mg),加

3mol/L 盐酸溶液 25ml,振摇使左旋多巴溶解,滤过,滤液中逐滴加入氨试液调节 pH 值为 4.0,搅拌,避光放置数小时使左旋多巴沉淀析出。滤过,沉淀用水洗涤,取沉淀置 105℃干燥。沉淀的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 87 图)一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 10ml(50mg 规格)或 25ml(125mg 规格)或 50ml(250mg 规格)量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 280nm 的波长处测定吸光度,按 C₉H₁₁NO₄ 的吸收系数(E_{1%}^{1cm})为 141 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于左旋多巴 30mg),置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)适量,振摇使左旋多巴溶解,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置另一 100ml 量瓶中,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 280nm 的波长处测定吸光度,按 C₉H₁₁NO₄ 的吸收系数(E_{1%}^{1cm})为 141 计算。

【类别】 同左旋多巴。

【规格】 (1)50mg (2)125mg (3)250mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

左旋多巴胶囊

Zuoxuan Duoba Jiaonang

Levodopa Capsules

本品含左旋多巴(C₉H₁₁NO₄)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量,照左旋多巴项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取本品的内容物适量(约相当于左旋多巴 750mg),加 3mol/L 盐酸溶液 25ml,振摇使左旋多巴溶解,滤过,滤液中逐滴加入氨试液调节 pH 值为 4.0,搅拌,避光放置数小时使左旋多巴沉淀析出。滤过,沉淀用水洗涤,取沉淀置 105℃干燥。沉淀的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 87 图)一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经30分钟时取样。

测定法 取溶出液10ml,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在280nm的波长处测定吸光度,按 $C_9H_{11}NO_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为141计算每粒的溶出量。

限度 标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于左旋多巴30mg),置100ml量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)适量,振摇使左旋多巴溶解,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液10ml,置另一100ml量瓶中,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在280nm的波长处测定吸光度,按 $C_9H_{11}NO_4$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为141计算。

【类别】 同左旋多巴。

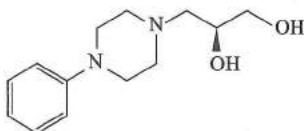
【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封保存。

左羟丙哌嗪

Zuoqiangbingpaiqin

Levodropizine



$C_{13}H_{20}N_2O_2$ 236.32

本品为S-(+)-3-(4-苯基-1-哌嗪基)-1,2-丙二醇。按干燥品计算,含 $C_{13}H_{20}N_2O_2$ 不得少于98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在二氯甲烷、甲醇或冰醋酸中易溶,在乙醇中溶解,在水中略溶。

熔点 本品的熔点(通则0612)为102~107℃。

比旋度 取本品,精密称定,加1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含30mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度为-29.0°至-33.5°。

【鉴别】 (1)取本品约30mg,加水5ml使溶解,滴加三硝基苯酚试液,即产生黄色沉淀。

(2)取本品适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在237nm的波长处有最大吸收,在217nm的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则

0402)。

【检查】 碱度 取本品0.20g,加水20ml使溶解,依法测定(通则0631),pH值应为9.0~10.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液。

对照品溶液 取苯基哌嗪对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含50μg的溶液,精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取苯基哌嗪与左羟丙哌嗪各适量,加甲醇适量使溶解后,用流动相稀释制成每1ml中分别约含10μg与100μg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(称取磷酸二氢钾6.81g,加水1000ml溶解,用磷酸调节pH值至3.0)-甲醇(88:12)为流动相;检测波长为254nm;进样体积20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按左羟丙哌嗪峰计算不低于2000,左羟丙哌嗪峰与苯基哌嗪峰之间的分离度应大于2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。

限度 供试品溶液中如有与苯基哌嗪保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过0.1%;其他单个杂质,以对照品溶液主峰面积为对照,按外标法以峰面积计算,不得过0.1%,其他杂质总量不得过0.2%,小于对照品溶液主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

右羟丙哌嗪 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

溶剂 正己烷-无水乙醇(60:40)。

供试品溶液 取本品,加溶剂溶解并稀释制成每1ml中约含60μg的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液1ml,置200ml量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取右羟丙哌嗪与左羟丙哌嗪各适量,加溶剂溶解并稀释制成每1ml中分别约含0.3μg与60μg的溶液。

色谱条件 用直链淀粉氨基甲酸酯为填充剂;以正己烷-无水乙醇-二乙胺(80:20:0.2)为流动相;检测波长为250nm;进样体积20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按左羟丙哌嗪峰计算不低于2000,左羟丙哌嗪峰与右羟丙哌嗪峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与右羟丙哌嗪保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

缩水甘油 照气相色谱法(通则0521)测定。

供试品溶液 取本品约 1.0g,精密称定,置 5ml 量瓶中,加二氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取缩水甘油对照品约 0.2g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加二氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 0.5ml,置 100ml 量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取本品约 1.0g,精密称定,置 5ml 量瓶中,精密加入对照品溶液 0.5ml,加二氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管色谱柱;进样口温度为 170℃,柱温为 140℃,检测器温度为 250℃;载气为氮气,检测器为火焰离子化检测器(FID);进样体积 1μl。

系统适用性要求 理论板数按缩水甘油峰计算不低于 5000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与缩水甘油保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液中缩水甘油峰面积的 0.5 倍(0.0005%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.3g,精密称定,置顶空瓶中,加入氯化钠约 1.0g,精密加入二甲基亚砜 5ml,密封。

对照品溶液 取丙酮、二氯甲烷、三氯甲烷与甲苯各适量,精密称定,用二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中分别约含 300μg、36μg、3.6μg 与 53μg 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,加入氯化钠约 1.0g,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 50℃,维持 10 分钟,以每分钟 20℃的速率升温至 150℃,维持 5 分钟;进样口温度为 250℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 20 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,丙酮、二氯甲烷、三氯甲烷与甲苯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品 1.0g,在 80℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,加 50ml 无水乙酸溶解,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,以第二个突跃点为滴定终点,并将滴定的结果用空白试

验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 11.82mg 的 $C_{13}H_{20}N_2O_2$ 。

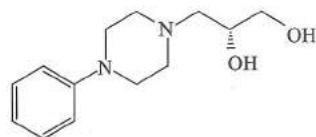
【类别】 镇咳药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)左羟丙哌嗪片 (2)左羟丙哌嗪胶囊

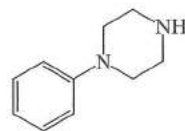
附:

右羟丙哌嗪(dextropropizine)



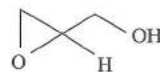
$C_{13}H_{20}N_2O_2$ 236.32

苯基哌嗪(1-phenylpiperazine)



$C_{10}H_{14}N_2$ 162.23

缩水甘油(glycidol)



$C_3H_6O_2$ 74.08

左羟丙哌嗪片

Zuoqiangbingpaiqin Pian

Levodropropizine Tablets

本品含左羟丙哌嗪($C_{13}H_{20}N_2O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于左羟丙哌嗪 60mg),加水 10ml,振摇,滤过,取滤液,滴加三硝基苯酚试液,即产生黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的细粉适量(约相当于左羟丙哌嗪 12mg),加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含左羟丙哌嗪 12μg 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 237nm 波长处有最大吸收,在 217nm 波长处有最小吸收。

(4)取本品的细粉适量(约相当于左羟丙哌嗪 120mg),加水 50ml,振摇,再加二氯甲烷 20ml,振摇萃取,取二氯甲烷层

在 60℃ 水浴蒸干,将残渣在 60℃ 减压干燥 12 小时,其红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量,精密称定,加流动相超声使左羟丙哌嗪溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含左羟丙哌嗪 0.5mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取苯基哌嗪对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液,精密量取 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见左羟丙哌嗪有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与苯基哌嗪保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.2%;其他单个杂质,以对照品溶液主峰面积为对照,按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.2%,杂质总量不得过标示量的 0.5%,小于对照品溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 20 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含左羟丙哌嗪 12μg 的溶液。

对照品溶液 取左羟丙哌嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 12μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 237nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于左羟丙哌嗪 10mg),置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取左羟丙哌嗪对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同左羟丙哌嗪。

【规格】 (1)30mg (2)60mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

左羟丙哌嗪胶囊

Zuoqiangbingpaiqin Jiaonang

Levodropropizine Capsules

本品含左羟丙哌嗪($C_{13}H_{20}N_2O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于左羟丙哌嗪 60mg),加水 10ml,振摇使左羟丙哌嗪溶解,滤过,取滤液,滴加三硝基苯酚试液,即产生黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物适量(约相当于左羟丙哌嗪 12mg),加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含左羟丙哌嗪 12μg 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 237nm 波长处有最大吸收,在 217nm 波长处有最小吸收。

(4)取本品内容物适量(约相当于左羟丙哌嗪 120mg),加水 50ml,振摇使左羟丙哌嗪溶解,再加二氯甲烷 20ml,振摇萃取,取二氯甲烷层在 60℃ 水浴蒸干,将残渣在 60℃ 减压干燥 12 小时,其红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量,精密称定,加流动相超声使左羟丙哌嗪溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含左羟丙哌嗪 0.5mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取苯基哌嗪对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液,精密量取 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见左羟丙哌嗪有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与苯基哌嗪保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.2%;其他单个杂质,以对照品溶液主峰面积为对照,按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.2%,杂质总量不得过标示量的 0.5%,小于对照品溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 20 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含左羟丙哌嗪 12μg 的溶液。

对照品溶液 取左羟丙哌嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 12 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 237nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下内容物适量,研细,精密称取适量(约相当于左羟丙哌嗪 10mg),置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取左羟丙哌嗪对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同左羟丙哌嗪。

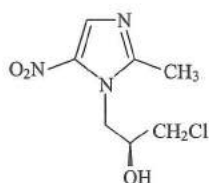
【规格】 60mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

左奥硝唑

Zuo'aoxiao zuo

Levornidazole



$C_7H_{10}ClN_3O_3$ 219.63

本品为 S-(—)-1-(3-氯-2-羟基丙基)-2-甲基-5-硝基咪唑。按干燥品计算,含 $C_7H_{10}ClN_3O_3$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇中易溶,在水中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 92~97℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 310nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 388~412。

【鉴别】 (1)取本品 10mg,加氢氧化钠试液 2ml,温热,即得橙红色溶液;滴加稀盐酸使成酸性后即呈黄色,再滴加过量氢氧化钠试液,变成橙红色。

(2)取本品约 0.1g,加硫酸溶液(3→100)5ml 使溶解,加三硝基苯酚试液 2ml,即产生黄色沉淀。

(3)在右奥硝唑项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰中左奥硝唑峰(后)的保留时间一致。

(4)取吸收系数项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 310nm 的波长处有最大吸收,在 263nm 的波长处有最小吸收。

(5)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 酸碱度 取本品,加水制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~7.5。

乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g,加乙醇 10ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显混浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 0.25g,加乙醇 2ml 使溶解,加水至 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,加乙醇 10ml 使溶解,加水至 40ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

铵盐 取本品 67mg,依法检查(通则 0808),应符合规定(0.03%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 称取杂质 I 对照品、杂质 II 对照品、杂质 III 对照品与左奥硝唑各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(20:80)为流动相;检测波长为 318nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按左奥硝唑峰计算不低于 3000,杂质 I 峰与杂质 III 峰之间的分离度应符合要求,其他各峰之间的分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(0.5%)。

右奥硝唑 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取奥硝唑对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

色谱条件 用纤维素三苯甲酸酯为填充剂；以正己烷-乙醇-冰醋酸(90:10:0.1)为流动相；检测波长为 310nm；进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按左奥硝唑峰计算不低于 2000。系统适用性溶液色谱图中，出峰顺序依次为右奥硝唑与左奥硝唑，左奥硝唑峰与右奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中，右奥硝唑峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

供试品溶液 取本品 1.0g，精密称定，置 10ml 量瓶中，加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取甲苯适量，精密称定，用二甲基亚砷定量稀释制成每 1ml 中约含 89 μ g 的溶液。

色谱条件 以 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度为 40℃，维持 6 分钟，以每分钟 40℃ 的速率升至 150℃，维持 2 分钟；进样口温度为 100℃；检测器为氢火焰离子化(FID)检测器，检测器温度为 240℃；载气为氮气；进样体积 1 μ l。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算，甲苯的残留量应符合规定。

干燥失重 取本品，以五氧化二磷为干燥剂，在 60℃ 减压干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(通则 0841)，遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(通则 0821 第二法)，含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品 0.16g，精密称定，加醋酐 20ml 使溶解，照电位滴定法(通则 0701)，用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定，并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 21.96mg 的 $C_7H_{10}ClN_3O_3$ 。

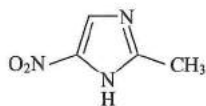
【类别】 抗厌氧菌药。

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

【制剂】 左奥硝唑氯化钠注射液

附：

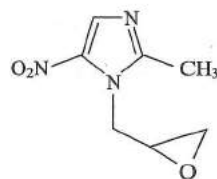
杂质 I



$C_4H_5N_3O_2$ 127.10

2-甲基-5-硝基咪唑

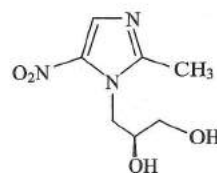
杂质 II



$C_7H_9N_3O_3$ 183.16

1-(2,3-环氧丙基)-2-甲基-5-硝基咪唑

杂质 III



$C_7H_{11}N_3O_4$ 201.18

1-(2,3-二羟基丙基)-2-甲基-5-硝基咪唑

左奥硝唑氯化钠注射液

Zuo'aoxiazuo Lúhuana Zhushuye

Levornidazole and Sodium Chloride Injection

本品为左奥硝唑与氯化钠的灭菌水溶液。含左奥硝唑($C_7H_{10}ClN_3O_3$)应为标示量的 93.0%~107.0%；含氯化钠(NaCl)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色至微黄绿色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 50ml，置分液漏斗中，加三氯甲烷 20ml，振摇，静置，取三氯甲烷层，置热水浴上蒸干，取残渣适量(约相当于左奥硝唑 20mg)，加氢氧化钠试液 2ml，温热，即得橙红色溶液；滴加稀盐酸使成酸性后即呈黄色，再滴加过量氢氧化钠试液，变成橙红色。

(2)取上述剩余残渣，加硫酸溶液(3→100)2ml 使溶解，滴加三硝基苯酚试液 2~3 滴，即产生黄色沉淀。

(3)在右奥硝唑项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰中左奥硝唑峰(后)的保留时间一致。

(4)取本品，用水稀释制成每 1ml 中约含左奥硝唑 10 μ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 318nm 的波长处有最大吸收，在 263nm 的波长处有最小吸收。

(5)本品显钠盐鉴别(1)与氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 3.2~4.5(通则 0631)。

颜色 取本品，与黄绿色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较，不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中含左奥硝唑 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含左奥硝唑 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见左奥硝唑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与系统适用性溶液中杂质Ⅲ峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(1.0%),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(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 7.5 倍(1.5%)。

右奥硝唑 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,用异丙醇稀释制成每 1ml 中含左奥硝唑 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用异丙醇定量稀释制成每 1ml 中含左奥硝唑 2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取奥硝唑对照品适量,加异丙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.4mg 的溶液。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为右奥硝唑与左奥硝唑,左奥硝唑峰与右奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

色谱条件与测定法 见左奥硝唑右奥硝唑项下。

限度 供试品溶液色谱图中,右奥硝唑峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

重金属 取本品 50ml,蒸发至约 20ml,放冷,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过千万分之三。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(通则 0632),渗透压摩尔浓度应为 260~320mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1ml 中含内毒素的量应小于 0.50EU。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理,用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液分次冲洗(每膜 1000ml),以生孢梭菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 左奥硝唑 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含左奥硝唑 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取左奥硝唑对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

氯化钠 精密量取本品 20ml,加水 30ml,加 2%糊精溶液 5ml、2.5%硼砂溶液 2ml 与荧光黄指示液 5~8 滴,用硝酸银

滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 的硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 5.844mg 的 NaCl。

【类别】 同左奥硝唑。

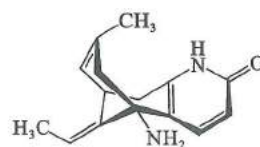
【规格】 100ml: 左奥硝唑 0.5g 与氯化钠 0.83g

【贮藏】 密闭,在凉暗处保存。

石杉碱甲

Shishanbianjia

Huperzine A



$C_{15}H_{18}N_2O$ 242.32

本品为(5*R*,9*R*,11*E*)-5-氨基-11-亚乙基-5,8,9,10-四氢-7-甲基-5,9-亚甲基环辛四烯并[6*b*]吡啶-2(1*H*)-酮。按干燥品计算,含 $C_{15}H_{18}N_2O$ 应为 97.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在甲醇中易溶,在乙醇中溶解,在水中不溶;在 0.01mol/L 盐酸溶液中微溶。

【鉴别】 (1)取本品约 0.2mg,加乙醇 5 滴使溶解,加碘化铋钾试液 2 滴,即生成橙黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 936 图)一致。

【检查】 酸性溶液的澄清度 取本品 5.0mg,加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml 溶解后,溶液应澄清。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含 2.5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 2.72g,加水 1000ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(86:14)为流动相;检测波长为 310nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按石杉碱甲峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.5%)。

干燥失重 取本品约 0.3g,在 80℃ 减压干燥至恒重,减

失重量不得过 4.0%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

对照品溶液 取石杉碱甲对照品,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 胆碱酯酶抑制剂。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)石杉碱甲片 (2)石杉碱甲注射液 (3)石杉碱甲胶囊

石杉碱甲片

Shishanjianjia Pian

Huperzine A Tablets

本品含石杉碱甲($C_{15}H_{18}N_2O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于石杉碱甲 0.1mg),加无水乙醇 3ml,超声使石杉碱甲溶解,离心,取上清液加碘化铋钾试液 2 滴,即生成橙黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉,加 0.01mol/L 盐酸溶液使石杉碱甲溶解并定量稀释制成每 1ml 中含石杉碱甲 20 μ g 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含石杉碱甲 0.8 μ g 的溶液。

色谱条件 见石杉碱甲有关物质项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性要求与测定法 见石杉碱甲有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间为 0.2 以前的色谱峰外,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(4.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 10ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液适量,超声使石杉碱甲溶解,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 100ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取石杉碱甲对照品,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于石杉碱甲 100 μ g),置 20ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液适量,超声使石杉碱甲溶解,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取石杉碱甲对照品,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

色谱条件 见石杉碱甲含量测定项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性要求与测定法 见石杉碱甲含量测定项下。

【类别】 同石杉碱甲。

【规格】 50 μ g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

石杉碱甲注射液

Shishanjianjia Zhushuye

Huperzine A Injection

本品为石杉碱甲的灭菌水溶液。含石杉碱甲($C_{15}H_{18}N_2O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加碘化铋钾试液 2 滴,即生成橙黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 3.5~6.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含石杉碱甲 0.1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含石杉碱甲 2.5 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见石杉碱甲有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.5%)。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含石杉碱甲 40 μ g 的溶液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见石杉碱甲含量测定项下。

【类别】 同石杉碱甲。

【规格】 1ml : 0.2mg

【贮藏】 遮光, 密闭保存。

石杉碱甲胶囊

Shishanjianjia Jiaonang

Huperzine A Capsules

本品含石杉碱甲($C_{15}H_{18}N_2O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于石杉碱甲 0.1mg), 加无水乙醇 3ml, 超声使石杉碱甲溶解, 离心, 取上清液加碘化铋钾试液 2 滴, 即生成橙黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的内容物适量, 加 0.01mol/L 盐酸溶液使石杉碱甲溶解并定量稀释制成每 1ml 中含石杉碱甲 20 μ g 的溶液, 滤过, 取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量, 用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含石杉碱甲 0.8 μ g 的溶液。

色谱条件 见石杉碱甲有关物质项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性要求与测定法 见石杉碱甲有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 除相对保留时间为 0.2 以前的色谱峰外, 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(4.0%)。

含量均匀度 取本品 1 粒, 将内容物倾入 10ml 量瓶中, 用少量 0.01mol/L 盐酸溶液洗涤囊壳, 洗液并入量瓶中, 加 0.01mol/L 盐酸溶液适量, 超声使石杉碱甲溶解, 用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 照含量测定项下的方法测定含量, 应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 100ml 为溶出介质, 转速为每分钟 35 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取石杉碱甲对照品, 精密称定, 加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%, 应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒内容物, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于石杉碱甲 100 μ g), 置 20ml 量瓶中, 加 0.01mol/L 盐酸溶液适量, 超声使石杉碱甲溶解, 用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取石杉碱甲对照品, 精密称定, 加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

色谱条件 见石杉碱甲含量测定项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性要求与测定法 见石杉碱甲含量测定项下。

【类别】 同石杉碱甲。

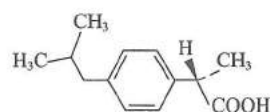
【规格】 50 μ g

【贮藏】 遮光, 密封, 在阴凉干燥处保存。

右布洛芬

Youbuluofen

Dexibuprofen



$C_{13}H_{18}O_2$ 206.28

本品为(2S)-2-[4-(2-甲基丙基)苯基]丙酸。按干燥品计算, 含 $C_{13}H_{18}O_2$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末, 稍有特异臭。

本品在乙醇或乙醚中易溶, 在氢氧化钠试液中溶解; 在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 48~53 $^{\circ}$ C, 且熔距不超过 2 $^{\circ}$ C。

比旋度 取本品, 精密称定, 加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。依法测定(通则 0621), 比旋度为 +56 $^{\circ}$ 至 +60 $^{\circ}$ 。

吸收系数 取本品, 精密称定, 加磷酸盐缓冲液(pH 7.2)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 11 μ g 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 222nm 的波长处测定吸光度, 吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 425~470。

【鉴别】 (1)在有关物质项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与同浓度的对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品, 加 0.4% 氢氧化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 265nm 与 273nm 的波长处有最大吸收, 在 245nm 与 271nm 的波长处有最小吸收, 在 259nm 的波长处有一肩峰。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 氯化物 取本品 1.0g,精密加水 50ml,振摇 5 分钟,滤过,取续滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.010%)。

左布洛芬 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

对照品溶液 取左布洛芬对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.02mg 的溶液。

系统适用性溶液 取布洛芬适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 用 O,O' -二-(4-叔丁基苯甲酰基)- N,N' -二烯丙基-L-酒石酸二胺手性键合相(简称 CHI-TBB)为填充剂(Kromasil, 4.6mm×250mm, 5 μ m 或效能相当的色谱柱);以正己烷-叔丁基甲醚-醋酸(850:150:1)为流动相,流速为每分钟 2.0ml;检测波长为 220nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按右布洛芬峰计算不低于 2000,右布洛芬峰与左布洛芬峰之间的分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有左布洛芬峰,按外标法以峰面积计算,不得过 1.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加乙腈 2ml 溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取右布洛芬对照品 20mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加乙腈 2ml 使溶解;另取杂质 I 对照品适量,精密称定,加乙腈溶解并制成每 1ml 中含 0.06mg 的溶液,精密量取 1ml,置上述量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-磷酸溶液(用磷酸调节水相 pH 值至 2.5)(45:55)为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按右布洛芬峰计算不低于 4000;对照品溶液色谱图中,右布洛芬峰与杂质 I 峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中,如有与对照品溶液色谱图中杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.3%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.3 倍(0.3%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.7 倍(0.7%),小于对照溶液主峰面积 0.05

倍的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

供试品溶液 取本品约 1.0g,精密称定,加碳酸钠试液 10ml,微热溶解,定量稀释制成每 1ml 含右布洛芬 0.1g 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 取甲苯适量,精密称定,用碳酸钠试液定量稀释制成每 1ml 含 89 μ g 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 110℃;检测器温度为 200℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 15 分钟。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲苯的残留量应符合规定。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,加乙醇 22ml 溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.35g,精密称定,加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)50ml 溶解后,加酚酞指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 20.63mg 的 $C_{13}H_{18}O_2$ 。

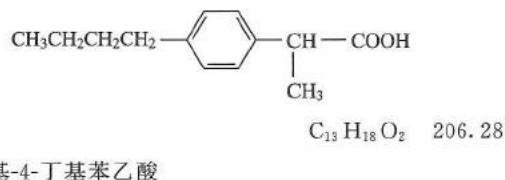
【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 右布洛芬胶囊

附:

杂质 I



右布洛芬胶囊

Youbuluofen Jiaonang

Dexibuprofen Capsules

本品含右布洛芬($C_{13}H_{18}O_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品内容物,研细,称取细粉适量,加 0.4% 氢氧化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含右布洛芬 0.25mg 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 265nm 与 273nm 的波长处有最大吸收,在 245nm 和 271nm 的波长处有最小吸收,在 259nm 的波长处有一肩峰。

(3)取本品内容物,研细,称取细粉适量(约相当于右布洛芬 250mg),精密称定,置 25ml 量瓶中,加无水乙醇适量,振摇使右布洛芬溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,依法测定(通则 0621)旋光度,应为 +0.53° 至 +0.65°。

(4)取本品 5 粒,将内容物研细,加丙酮 20ml 使右布洛芬溶解,滤过,取滤液挥干,真空干燥后测定。本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.2)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 5ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取右布洛芬对照品,精密称定,加甲醇适量溶解并用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,研细,精密称取适量(约相当于右布洛芬 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使右布洛芬溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取右布洛芬对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含右布洛芬 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸钠缓冲液(取醋酸钠 6.13g,加水 750ml 使溶解,用冰醋酸调节 pH 值至 3.5)-乙腈(40:60)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按右布洛芬峰计算不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同右布洛芬。

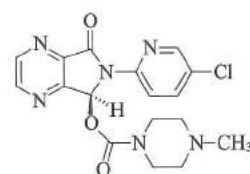
【规格】 0.15g

【贮藏】 遮光,密封保存。

右佐匹克隆

Youzuopikelong

Dexzopiclone



$C_{17}H_{17}ClN_5O_3$ 388.81

本品为(+)-(7S)-6-(5-氯-2-吡啶基)-7-[(4-甲基哌嗪-1-基)甲酰氧基]-5,6-二氢吡咯并[3,4-b]吡嗪-5-酮。按干燥品计算,含 $C_{17}H_{17}ClN_5O_3$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末;无嗅。

本品在三氯甲烷中易溶,在甲醇或丙酮中微溶,在乙醇中极微溶解,在水中几乎不溶,在 0.1mol/L 盐酸溶液中溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 202~208℃,熔距在 4℃ 以内。

比旋度 取本品约 0.25g,精密称定,置 25ml 量瓶中,加丙酮超声溶解并稀释至刻度,摇匀,依法测定(通则 0621),比旋度为 +131° 至 +141°。

【鉴别】 (1)取本品,加盐酸溶液(9→1000)溶解并制成每 1ml 中约含 15μg 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 305nm 的波长处有最大吸收,在 245nm 的波长处有最小吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

(3)在光学异构体检查项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与系统适用性溶液中右佐匹克隆峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.0mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,再精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取右佐匹克隆约 10mg,置 10ml 量瓶中,加甲醇 2ml 使溶解,加 3% 过氧化氢溶液 0.1ml,水浴加热 15 分钟,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Diamonsil C18, 250mm×4.6mm, 5μm 或效能相当的色谱柱),以含 0.5% 十二烷基硫酸钠和 0.01% 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 4.0)-乙腈(625:375)为流动相;检测波长为 303nm;

进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,调节流动相比比例,使主成分色谱峰的保留时间约为 29 分钟,主成分峰与相对保留时间约为 0.8 处的杂质 I 峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 1.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

光学异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取杂质 II 对照品与右佐匹克隆对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 2.5 μ g 的溶液。

色谱条件 用 CHIRALCEL OD-R 手性色谱柱;以 0.01mol/L 磷酸氢二钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 6.5)-乙腈(57:43)为流动相;检测波长为 305nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,右佐匹克隆峰与杂质 II 峰之间的分离度应大于 3,理论板数按杂质 II 峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 II 保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.25g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加二甲基亚砜溶解并稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照品溶液 分别取甲醇、乙腈与二氯甲烷各适量,精密称定,用二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中分别约含 0.75mg、0.10mg、0.15mg 的混合溶液。

色谱条件 用 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 20 分钟,以每分钟 40℃的速率升温至 200℃,维持 4 分钟;进样口温度为 150℃;检测器温度为 220℃;载气为氮气;进样体积 1 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙腈与二氯甲烷的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,加冰醋酸 40ml 使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 38.88mg 的 C₁₇H₁₇ClN₆O₃。

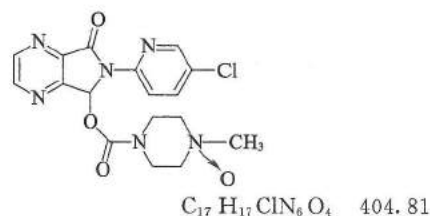
【类别】 镇静催眠药。

【贮藏】 密封,在阴凉处保存。

【制剂】 右佐匹克隆片

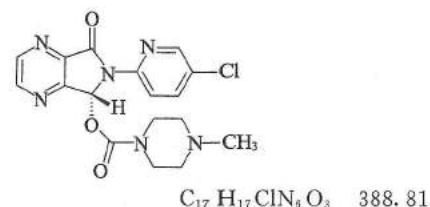
附:

杂质 I (佐匹克隆氧化物)



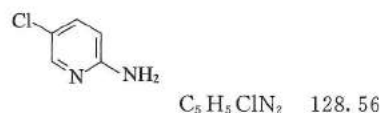
6-(5-氯-2-吡啶基)-7-[(4-甲基-4-氧化哌嗪-1-基)甲酰氧基]-5,6-二氢吡咯并[3,4-*b*]吡嗪-5-酮

杂质 II (光学异构体,左佐匹克隆)



(-)-(7*R*)-6-(5-氯-2-吡啶基)-7-[(4-甲基哌嗪-1-基)甲酰氧基]-5,6-二氢吡咯并[3,4-*b*]吡嗪-5-酮

杂质 III



2-氨基-5-氯吡啶

右佐匹克隆片

Youzuo pikelong Pian

Dexzopiclone Tablets

本品含右佐匹克隆(C₁₇H₁₇ClN₆O₃)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片，除去薄膜衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1) 取含量测定项下的供试品溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 305nm 的波长处有最大吸收，在 245nm 的波长处有最小吸收。

(2) 在光学异构体检查项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与系统适用性溶液中右佐匹克隆峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于右佐匹克隆 37.5mg)，精密称定，置 100ml 量瓶中，加流动相适量使右佐匹克隆溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，再精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取杂质Ⅲ对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml，置 10ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见右佐匹克隆有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 1.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质Ⅲ保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含杂质Ⅲ不得过右佐匹克隆标示量的 0.5%，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(0.3%)，其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 10 倍(1.0%)，小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

光学异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于右佐匹克隆 12.5mg)，精密称定，置 25ml 量瓶中，加流动相使右佐匹克隆溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 200ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见右佐匹克隆光学异构体项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质Ⅱ保留时间一致的色谱峰，其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每片含量计算，应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 500ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 20 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取右佐匹克隆对照品适量，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml，超声使溶解，用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，精密量取适量，用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g(1mg 规格)、4 μ g(2mg 规格)、6 μ g(3mg 规格)的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.01mol/L 磷酸氢二钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 6.5)-乙腈(67:33)为流动相；检测波长为 305nm；进样体积 20 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，照高效液相色谱法(通则 0512)，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 片，分别置 200ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液适量，超声使右佐匹克隆溶解，用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取右佐匹克隆对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g(1mg 规格)、10 μ g(2mg 规格)、15 μ g(3mg 规格)的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 305nm 的波长处分别测定吸光度，计算每片的含量，并求得 10 片的平均含量。

【类别】 同右佐匹克隆。

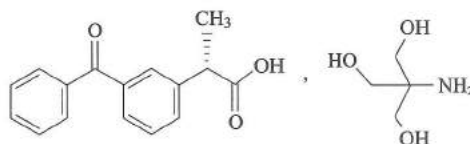
【规格】 (1)1mg (2)2mg (3)3mg

【贮藏】 密封，在干燥处保存。

右酮洛芬氨丁三醇

Youtongluofen Andingsanchun

Dexketoprofen Trometamol



$C_{16}H_{14}O_3 \cdot C_4H_{11}NO_3$ 375.43

本品为(+)-(S)-3'-苯甲酰基-2-苯基丙酸 2-氨基-2-羟甲基-1,3-丙二醇盐。按干燥品计算，含 $C_{16}H_{14}O_3 \cdot C_4H_{11}NO_3$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末；有刺激性特臭。

本品在水或甲醇中易溶，在乙醚中不溶。

比旋度 取本品 2g，加水 50ml，充分搅拌使溶解，用 0.5mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 1.0~1.5，使渐渐析出沉淀，继续搅拌 30 分钟，滤过，滤渣用水 60ml 洗涤 3 次(每次

20ml),在 60℃减压干燥至恒重,精密称取适量,加二氯乙烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为+56.0°至+60.0°。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 260nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)为 425~451。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加水 5ml 使溶解,加二硝基苯肼试液 1ml,摇匀,微温,即生成橙色沉淀。

(2)取本品 0.6g,加硫酸 4ml,直火加热约 15 分钟后,放冷,缓缓加水 5ml,加饱和氢氧化钠溶液使成碱性,加热,发生的气体能使湿润的红色石蕊试纸变蓝,并能使硝酸亚汞试液湿润的滤纸变黑。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 酸度 取本品 0.25g,加水 25ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~7.0。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液。

对照溶液(1) 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液(2) 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以甲苯-异丙醚-甲酸(70:30:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液、对照溶液(1)与对照溶液(2)各 5μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液(1)的主斑点比较,不得更深;深于对照溶液(2)的杂质斑点,不得多于 3 个。

葡辛胺 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液。

对照品溶液 取葡辛胺对照品适量,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以甲醇-三氯甲烷-无水甲酸(30:70:2)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 4μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,将薄层板置氯气中 1 分钟,取出薄层板,在冷流通空气中挥去氯气,喷以新鲜配制的碘化钾-淀粉溶液(新制的淀粉指示液 100ml 中加碘化钾 0.5g,摇匀)。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照品溶液的主斑点比较,不得更深。

左酮洛芬 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取比旋度项下干燥至恒重的滤渣适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

系统适用性溶液 取酮洛芬对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.0mg 的溶液。

色谱条件 用 *O,O'*-二-(4-叔丁基苯甲酰基)-*N,N'*-二烯丙基-L-酒石酸二胺手性键合相为填充剂(KR100-5CHI-TBB,4.6mm×250mm,10μm 色谱柱);以正己烷-叔丁基甲醚-冰醋酸(65:35:0.1)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按右酮洛芬峰计算不低于 2000,左酮洛芬峰与右酮洛芬峰之间的分离度应大于 2.5,两个对映体峰面积之比应为 1:1。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图至 20 分钟。

限度 供试品溶液的色谱图中如有左酮洛芬峰,按下列公式计算,左酮洛芬不得大于 3.0%。

$$\text{左酮洛芬含量}(\%) = \frac{S}{R+S} \times 100$$

式中 *S* 为左酮洛芬峰面积;

R 为右酮洛芬峰面积。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中,在 60℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,置分液漏斗中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 20ml,振摇 5 分钟,加乙醚振摇提取 3 次,每次 20ml,合并乙醚液,用水 20ml 洗涤 2 次,每次 10ml,分取乙醚层,将乙醚挥干,加中性乙醇(对酚酞指示液显中性) 25ml,加酚酞指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 37.54mg 的 C₂₀H₂₅NO₆。

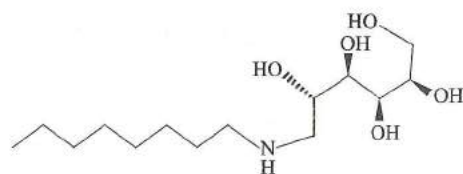
【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 右酮洛芬氨丁三醇胶囊

附:

葡辛胺



C₁₄H₃₁NO₅ 293.40

N-正辛基-D-葡萄糖胺

右酮洛芬氨丁三醇胶囊

Youtongluofen Andingsanchun Jiaonang

Dexketoprofen Trometamol Capsules

本品含右酮洛芬氨丁三醇按右酮洛芬($C_{16}H_{14}O_3$)计,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于右酮洛芬氨丁三醇 75mg),加水 4ml,振摇使右酮洛芬氨丁三醇溶解,滤过,取滤液,加二硝基苯胍试液 1ml,摇匀,加热,放冷,即产生橙色沉淀。

(2)取本品内容物适量(约相当于右酮洛芬氨丁三醇 185mg),加硫酸 4ml,直火加热约 15 分钟后,放冷,缓缓加水 5ml,加饱和氢氧化钠溶液使成碱性,加热,发生的气体能使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

(3)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 260nm 的波长处有最大吸收。

(4)照高效液相色谱法(通则 0512)试验。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于右酮洛芬 5.0mg),置 10ml 量瓶中,加流动相使溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取右酮洛芬对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用 O,O' -二-(4-叔丁基苯甲酰基)- N,N' -二烯丙基-L-酒石酸二胺手性键合相为填充剂(KR100-5CHI-TBB, 4.6mm×250mm,10 μ m 色谱柱);以正己烷-叔丁基甲醚-冰醋酸(65:35:0.1)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

结果判定 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 粒,将内容物倾入 100ml 量瓶中,囊壳用水分次洗净,洗液并入量瓶中,加水适量,充分振摇,使右酮洛芬氨丁三醇溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 20ml,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取右酮洛芬氨丁三醇对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 260nm 的波长处分别测定吸光度,计

算每粒的溶出量,将结果乘以 0.6773。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒,精密称定,计算平均装量,取内容物,混匀,研细,精密称取适量(约相当于右酮洛芬氨丁三醇 20mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,充分振摇使右酮洛芬氨丁三醇溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取右酮洛芬氨丁三醇对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 260nm 的波长处分别测定吸光度,计算,并将结果乘以 0.6773。

【类别】 同右酮洛芬氨丁三醇。

【规格】 12.5mg(按 $C_{16}H_{14}O_3$ 计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

右旋糖酐 20

Youxuantanggan 20

Dextran 20

本品系蔗糖经肠膜状明串珠菌 *L.-M-1226* 号菌(*Leuconostoc mesenteroides*)发酵后生成的高分子葡萄糖聚合物,经处理精制而得。右旋糖酐 20 的重均分子量(M_w)应为 16 000~24 000。

【性状】 本品为白色粉末;无臭。

本品在热水中易溶,在乙醇中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,在 25℃ 时,依法测定(通则 0621),比旋度为 +190°至 +200°。

【鉴别】 取本品 0.2g,加水 5ml 溶解后,加氢氧化钠试液 2ml 与硫酸铜试液数滴,即生成淡蓝色沉淀;加热后变为棕色沉淀。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,振摇,放置过夜。

对照品溶液 取 4~5 个已知分子量的右旋糖酐对照品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各含 10mg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取葡萄糖适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 取葡聚糖 2000 适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

色谱条件 以亲水性球型高聚物为填充剂(TSK G PWXL 柱、Shodex OHpak SB HQ 柱或其他适宜色谱柱);以 0.71% 硫酸钠溶液(内含 0.02% 叠氮化钠)为流动相;柱温为

35℃;流速为每分钟 0.5ml;示差折光检测器;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)色谱图中,葡萄糖的保留时间为 t_T ,系统适用性溶液(2)色谱图中,葡聚糖 2000 的保留时间为 t_0 ,供试品溶液和对照品溶液色谱图中主峰的保留时间 t_R 均应在 t_T 和 t_0 之间。理论板数按葡萄糖峰计算不小于 5000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。由 GPC 软件分别计算出对照品溶液的回归方程与供试品的重均分子量及分子量分布。

限度 重均分子量应为 16 000~24 000,10%大分子部分重均分子量不得大于 70 000,10%小分子部分重均分子量不得小于 3500。

氯化物 取本品 0.10g,加水 50ml,加热溶解后,放冷,取溶液 10ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.25%)。

氮 取本品 0.20g,置 50ml 凯氏烧瓶中,加硫酸 1ml,加热消化至供试品成黑色油状物,放冷,加 30%过氧化氢溶液 2ml,加热消化至溶液澄清(如不澄清,可再加上述过氧化氢溶液 0.5~1.0ml,继续加热),冷却至 20℃以下,加水 10ml,滴加 5%氢氧化钠溶液使成碱性,移至 50ml 比色管中,加水洗涤烧瓶,洗液并入比色管中,再用水稀释至刻度,缓缓加碱性碘化汞钾试液 2ml,随加随摇匀(溶液温度保持在 20℃以下);如显色,与标准硫酸铵溶液(精密称取经 105℃干燥至恒重的硫酸铵 0.4715g,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,混匀,作为贮备液。临用时精密量取贮备液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。每 1ml 相当于 10μg 的 N)1.4ml 加硫酸 0.5ml 用同法处理后的颜色比较,不得更深(0.007%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥 6 小时,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.5g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.5%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之八。

【类别】 血浆代用品。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)右旋糖酐 20 葡萄糖注射液 (2)右旋糖酐 20 氯化钠注射液

右旋糖酐 20 葡萄糖注射液

Youxuantanggan 20 Putaotang Zhusheye

Dextran 20 and Glucose Injection

本品为右旋糖酐 20 与葡萄糖的灭菌水溶液。含右旋糖酐 20 与葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$) 均应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色、稍带黏性的澄明液体,有时显轻微的乳光。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加氢氧化钠试液 2ml 与硫酸铜试液数滴,即生成淡蓝色沉淀,加热后变为棕色沉淀。

(2)取本品 1ml,缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中,即生成氧化亚铜的红色沉淀。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,加流动相稀释制成每 1ml 中约含右旋糖酐 20 10mg 的溶液,振摇,放置过夜。

对照品溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见右旋糖酐 20 分子量与分子量分布项下。

限度 重均分子量应为 16 000~24 000,10%大分子部分重均分子量不得大于 70 000,10%小分子部分重均分子量不得小于 3500。

pH 值 应为 3.5~6.5(通则 0631)。

5-羟甲基糠醛 精密量取本品适量(约相当于葡萄糖 1.0g),置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 284nm 的波长处测定,吸光度不得大于 0.32。

重金属 精密量取本品 20ml,置坩埚中,蒸干,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过千万分之十五。

渗透压摩尔浓度 应为 265~325mOsmol/kg(通则 0632)。

异常毒性 取本品,依法检查(通则 1141),应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1ml 中含内毒素的量应小于 0.50EU。

过敏反应 取本品,依法检查(通则 1147),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 右旋糖酐 20 精密量取本品 10ml,置 25ml (6%规格)或 50ml(10%规格)量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,照旋光度测定法(通则 0621)测定,按下式计算右旋糖酐的含量。

$$C = 0.5128(a - 0.4795C_1)$$

式中 C 为每 100ml 注射液中含右旋糖酐 20 的重量, g;

a 为测得的旋光度 \times 稀释倍数 2.5 (6%规格)或 5.0 (10%规格);

C_1 为每 100ml 注射液中用下法测得的葡萄糖重量, g。

葡萄糖 精密量取本品 2ml,置碘瓶中,精密加碘滴定液 (0.05mol/L) 25ml,边振摇边滴加氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 50ml,在暗处放置 30 分钟,加稀硫酸 5ml,用硫代硫酸钠滴定液 (0.1mol/L) 滴定,至近终点时,加淀粉指示液 2ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用 0.12g(6%规格)或 0.20g(10%规格)的右旋糖酐 20 做空白试验校正。每 1ml 碘滴定液 (0.05mol/L) 相当于 9.909mg 的 $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ 。

【类别】 同右旋糖酐 20。

【规格】 (1)10%右旋糖酐 20 葡萄糖注射液 100ml : 10g 右旋糖酐 20 与 5g 葡萄糖;250ml : 25g 右旋糖酐 20 与 12.5g 葡萄糖;500ml : 50g 右旋糖酐 20 与 25g 葡萄糖

(2)6%右旋糖酐 20 葡萄糖注射液 100ml : 6g 右旋糖

酐 20 与 5g 葡萄糖;250ml : 15g 右旋糖酐 20 与 12.5g 葡萄糖;500ml : 30g 右旋糖酐 20 与 25g 葡萄糖

【贮藏】 在 25℃ 以下密闭保存。

右旋糖酐 20 氯化钠注射液

Youxuantanggan 20 Lühuana Zhushuye

Dextran 20 and Sodium Chloride Injection

本品为右旋糖酐 20 与氯化钠的灭菌水溶液。含右旋糖酐 20 与氯化钠(NaCl)均应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色、稍带黏性的澄明液体,有时显轻微的乳光。

【鉴别】 (1)照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)本品显钠盐鉴别(1)的与氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,加流动相稀释制成每 1ml 中约含右旋糖酐 20 10mg 的溶液,振摇,放置过夜。

对照品溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见右旋糖酐 20 分子量与分子量分布项下。

限度 重均分子量应为 16 000~24 000,10%大分子部分重均分子量不得大于 70 000,10%小分子部分重均分子量不得小于 3500。

pH 值 应为 4.0~7.0(通则 0631)。

渗透压摩尔浓度 应为 265~325mOsmol/kg(通则 0632)。

重金属、异常毒性、细菌内毒素与过敏反应 照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 右旋糖酐 20 精密量取本品 10ml,置 25ml (6%规格)或 50ml(10%规格)量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,照旋光度测定法(通则 0621)测定,按下式计算右旋糖酐的含量。

$$C=0.5128a$$

式中 C 为每 100ml 注射液中含右旋糖酐 20 的重量,g;

a 为测得的旋光度 \times 稀释倍数 2.5(6%规格)或 5.0(10%规格)。

氯化钠 精密量取本品 10ml,置锥形瓶中,加铬酸钾指示液数滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 5.844mg 的 NaCl。

【类别】 同右旋糖酐 20。

【规格】 (1)10%右旋糖酐 20 氯化钠注射液 100ml : 10g 右旋糖酐 20 与 0.9g 氯化钠;250ml : 25g 右旋糖酐 20 与 2.25g 氯化钠;500ml : 50g 右旋糖酐 20 与 4.5g 氯化钠

(2)6%右旋糖酐 20 氯化钠注射液 100ml : 6g 右旋糖酐 20 与 0.9g 氯化钠;250ml : 15g 右旋糖酐 20 与 2.25g 氯化钠;500ml : 30g 右旋糖酐 20 与 4.5g 氯化钠

【贮藏】 在 25℃ 以下密闭保存。

右旋糖酐 40

Youxuantanggan 40

Dextran 40

本品系蔗糖经肠膜状明串珠菌 *L.-M-1226* 号菌(*Leuconostoc mesenteroides*) 发酵后生成的高分子葡萄糖聚合物,经处理精制而得。右旋糖酐 40 的重均分子量(M_w)应为 32 000~42 000。

【性状】 本品为白色粉末,无臭。

本品在热水中易溶,在乙醇中不溶。

比旋度 照右旋糖酐 20 项下的方法测定,应符合规定。

【鉴别】 照右旋糖酐 20 项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,振摇,放置过夜。

对照品溶液 取 4~5 个已知分子量的右旋糖酐对照品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各含 10mg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取葡萄糖适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 取葡聚糖 2000 适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

色谱条件 以亲水性球型高聚物为填充剂(TSK G PWXL 柱,Shodex OHpak SB HQ 柱或其他适宜色谱柱);以 0.71%硫酸钠溶液(内含 0.02%叠氮化钠)为流动相;柱温为 35℃;流速为每分钟 0.5ml;示差折光检测器;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)色谱图中,葡萄糖的保留时间为 t_T ,系统适用性溶液(2)色谱图中,葡聚糖 2000 的保留时间为 t_n ,供试品溶液和对照品溶液色谱图中主峰的保留时间 t_R 均应在 t_T 和 t_n 之间。理论板数按葡萄糖峰计算不小于 5000。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。由 GPC 软件分别计算出对照品溶液的回归方程与供试品的重均分子量及分子量分布。

限度 重均分子量应为 32 000~42 000,10%大分子部分重均分子量不得大于 120 000,10%小分子部分重均分子量不得小于 5000。

氯化物、氮、干燥失重、炽灼残渣与重金属 照右旋糖酐 20 项下的方法检查,均应符合规定。

【类别】 血浆代用品。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)右旋糖酐 40 葡萄糖注射液 (2)右旋糖酐 40 氯化钠注射液

右旋糖酐 40 葡萄糖注射液

Youxuantanggan 40 Putaotang Zhusheye

Dextran 40 and Glucose Injection

本品为右旋糖酐 40 与葡萄糖的灭菌水溶液。含右旋糖酐 40 与葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)均应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色、稍带黏性的澄明液体,有时显轻微的乳光。

【鉴别】 照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,加流动相稀释制成每 1ml 中约含右旋糖酐 40 10mg 的溶液,振摇,放置过夜。

对照品溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见右旋糖酐 40 分子量与分子量分布项下。

限度 重均分子量应为 32 000~42 000,10%大分子部分重均分子量不得大于 120 000,10%小分子部分重均分子量不得小于 5000。

渗透压摩尔浓度 应为 270~350mOsmol/kg(通则 0632)。

pH 值、5-羟甲基糠醛、重金属、异常毒性、细菌内毒素与过敏反应 照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的方法测定,用右旋糖酐 40 做空白试验校正。

【类别】 同右旋糖酐 40。

【规格】 (1)10%右旋糖酐 40 葡萄糖注射液 100ml:10g 右旋糖酐 40 与 5g 葡萄糖;250ml:25g 右旋糖酐 40 与 12.5g 葡萄糖;500ml:50g 右旋糖酐 40 与 25g 葡萄糖

(2)6%右旋糖酐 40 葡萄糖注射液 100ml:6g 右旋糖酐 40 与 5g 葡萄糖;250ml:15g 右旋糖酐 40 与 12.5g 葡萄糖;500ml:30g 右旋糖酐 40 与 25g 葡萄糖

【贮藏】 在 25℃以下密闭保存。

右旋糖酐 40 氯化钠注射液

Youxuantanggan 40 Lühuana Zhusheye

Dextran 40 and Sodium Chloride Injection

本品为右旋糖酐 40 与氯化钠的灭菌水溶液。含右旋糖

酐 40 与氯化钠(NaCl)均应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色、稍带黏性的澄明液体,有时显轻微的乳光。

【鉴别】 照右旋糖酐 20 氯化钠注射液项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,加流动相稀释制成每 1ml 中约含右旋糖酐 40 10mg 的溶液,振摇,放置过夜。

对照品溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见右旋糖酐 40 分子量与分子量分布项下。

限度 重均分子量应为 32 000~42 000,10%大分子部分重均分子量不得大于 120 000,10%小分子部分重均分子量不得小于 5000。

pH 值 应为 4.0~7.0(通则 0631)。

重金属、渗透压摩尔浓度、异常毒性、细菌内毒素与过敏反应 照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照右旋糖酐 20 氯化钠注射液项下的方法测定,并计算含量。

【类别】 同右旋糖酐 40。

【规格】 (1)10%右旋糖酐 40 氯化钠注射液 100ml:10g 右旋糖酐 40 与 0.9g 氯化钠;250ml:25g 右旋糖酐 40 与 2.25g 氯化钠;500ml:50g 右旋糖酐 40 与 4.5g 氯化钠

(2)6%右旋糖酐 40 氯化钠注射液 100ml:6g 的右旋糖酐 40 与 0.9g 氯化钠;250ml:15g 右旋糖酐 40 与 2.25g 氯化钠;500ml:30g 右旋糖酐 40 与 4.5g 氯化钠

【贮藏】 在 25℃以下密闭保存。

右旋糖酐 70

Youxuantanggan 70

Dextran 70

本品系蔗糖经肠膜状明串珠菌 *L.-M-1226* 号菌(*Leuconostoc mesenteroides*)发酵后生成的高分子葡萄糖聚合物,经处理精制而得。右旋糖酐 70 的重均分子量(M_w)应为 64 000~76 000。

【性状】 本品为白色粉末,无臭。

本品在热水中易溶,在乙醇中不溶。

比旋度 照右旋糖酐 20 项下的方法测定,应符合规定。

【鉴别】 照右旋糖酐 20 项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,振摇,放置过夜。

对照品溶液 取 4~5 个已知分子量的右旋糖酐对照品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各含 10mg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取葡萄糖适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 取葡聚糖 2000 适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

色谱条件 以亲水性球型高聚物为填充剂(TSK G PWXL 柱,Shodex OHPak SB HQ 柱或其他适宜色谱柱);以 0.71%硫酸钠溶液(内含 0.02%叠氮化钠)为流动相;柱温为 35℃;流速为每分钟 0.5ml;示差折光检测器;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)色谱图中,葡萄糖的保留时间为 t_T ,系统适用性溶液(2)色谱图中,葡聚糖 2000 的保留时间为 t_0 ,供试品溶液和对照品溶液色谱图中主峰的保留时间 t_R 均应在 t_T 和 t_0 之间。理论板数按葡萄糖峰计算不小于 5000。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。由 GPC 软件分别计算出对照品溶液的回归方程与供试品的重均分子量及分子量分布。

限度 重均分子量应为 64 000~76 000,10%大分子部分重均分子量不得大于 185 000,10%小分子部分重均分子量不得小于 15 000。

氯化物、氮、干燥失重、炽灼残渣与重金属 照右旋糖酐 20 项下的方法检查,均应符合规定。

【类别】 血浆代用品。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)右旋糖酐 70 葡萄糖注射液 (2)右旋糖酐 70 氯化钠注射液

右旋糖酐 70 葡萄糖注射液

Youxuantanggan 70 Putaotang Zhusheyue

Dextran 70 and Glucose Injection

本品为右旋糖酐 70 与葡萄糖的灭菌水溶液。含右旋糖酐 70 与葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)均应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色、稍带黏性的澄明液体,有时显轻微的乳光。

【鉴别】 照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,加流动相稀释制成每 1ml 中约含右旋糖酐 70 10mg 的溶液,振摇,放置过夜。

对照品溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见右旋糖酐 70 分子量与分子量分布项下。

限度 重均分子量应为 64 000~76 000,10%大分子部分重均分子量不得大于 185 000,10%小分子部分重均分子量不得小于 15 000。

pH 值、5-羟甲基糠醛、重金属、渗透压摩尔浓度、异常毒性、细菌内毒素与过敏反应 照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的方法测定,用右旋糖酐 70 做空白试验校正。

【类别】 同右旋糖酐 70。

【规格】 500ml:30g 右旋糖酐 70 与 25g 葡萄糖

【贮藏】 在 25℃以下密闭保存。

右旋糖酐 70 氯化钠注射液

Youxuantanggan 70 Lühuana Zhusheyue

Dextran 70 and Sodium Chloride Injection

本品为右旋糖酐 70 与氯化钠的灭菌水溶液。含右旋糖酐 70 与氯化钠(NaCl)均应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色、稍带黏性的澄明液体,有时显轻微的乳光。

【鉴别】 照右旋糖酐 20 氯化钠注射液项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,加流动相稀释制成每 1ml 中约含右旋糖酐 70 10mg 的溶液,振摇,放置过夜。

对照品溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见右旋糖酐 70 分子量与分子量分布项下。

限度 重均分子量应为 64 000~76 000,10%大分子部分重均分子量不得大于 185 000,10%小分子部分重均分子量不得小于 15 000。

pH 值 应为 4.0~7.0(通则 0631)。

重金属、渗透压摩尔浓度、异常毒性、细菌内毒素与过敏反应 照右旋糖酐 20 葡萄糖注射液项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照右旋糖酐 20 氯化钠注射液项下的方法测定,并计算含量。

【类别】 同右旋糖酐 70。

【规格】 500ml:30g 右旋糖酐 70 与 4.5g 氯化钠

【贮藏】 在 25℃以下密闭保存。

右旋糖酐铁

Youxuantanggan Tie

Iron Dextran

本品为氢氧化铁与重均分子量(M_w)5000~7500 的右旋糖酐的络合物。按干燥品计算,含铁(Fe)应不少于 25.0%。

【性状】 本品为棕褐色至棕黑色结晶性粉末,无臭。

本品在热水中易溶,在乙醇中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 40mg,加水 5ml,加热使溶解,放冷,加氨试液,应无沉淀析出;另取本品约 80mg,加水 20ml 与盐酸 5ml,煮沸 5 分钟,放冷,加过量的氨试液,产生红棕色沉淀,滤过,沉淀用水洗涤,加适量盐酸使溶解,加水至 20ml,溶液显铁盐的鉴别反应(通则 0301)。

(2)取本品约 40mg,加水 500ml,加热使溶解,取 1ml,置试管中,在冰浴中沿试管壁加萘酚溶液(取萘酚 0.4g,加水 10ml 与硫酸 190ml 的混合液使溶解)2ml,摇匀,加热,溶液由绿色变为蓝绿色。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于右旋糖酐铁 40mg),置试管中,加水 2ml,加热使溶解,放冷,加 4mol/L 磷酸二氢钠溶液 2ml,摇匀,静置过夜,加流动相至 10ml,0.45 μ m 滤膜滤过,取续滤液,即得。

对照品溶液 取 4~5 个右旋糖酐分子量对照品(峰位分子量 2000~60 000),加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各含 10mg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取葡萄糖适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 取葡聚糖 2000 适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

色谱条件 以亲水性球型高聚物为填充剂(TSK G PWXL 柱、Shodex OHPak SB HQ 柱或其他适宜色谱柱);以 0.71% 硫酸钠溶液(内含 0.02% 叠氮化钠)为流动相;柱温为 30℃;流速为每分钟 0.5ml;示差折光检测器;供试品溶液进样体积 50 μ l,其他溶液进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)色谱图中,葡萄糖的保留时间为 t_T ,系统适用性溶液(2)色谱图中,葡聚糖 2000 的保留时间为 t_0 ,供试品溶液和对照品溶液色谱图中主峰的保留时间 t_R 均应在 t_T 和 t_0 之间。理论板数按葡萄糖峰计算不小于 5000。对照品溶液色谱图中,以保留时间为横坐标、峰位分子量的对数值为纵坐标,使用 GPC 软件计算回归方程,相关系数应不小于 0.99。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。由 GPC 软件分别计算本品中右旋糖酐的重均分子量及分子量分布。

限度 重均分子量(M_w)应为 5000~7000,分布系数 D (M_w/M_n)应小于 1.8。

游离铁 取本品 0.10g,置 50ml 纳氏比色管中,加水 10ml 振摇使溶解,加标准铁贮备液 1.0ml、硫氰酸钾溶液(取硫氰酸钾 15g,置 100ml 量瓶中,加水约 50ml 溶解后,加丙酮 15ml,用水稀释至刻度,摇匀)15ml 与丙酮 24ml,摇匀,静置,观察上清液的颜色,如显色,与标准铁贮备液 3.0ml 同法制成的对照液比较,不得更深(0.2%)。

氯化物 取本品 0.25g,加水 2ml 与硫酸 1ml,加热至溶液呈淡黄色,放冷,用水稀释至 200ml,取 2ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(2.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

重金属 取本品 1.0g,加水 6ml 与硝酸 4ml,水浴加热至体积约为 2~3ml,放冷,加硫酸 2ml,置水浴加热至氧化成白色,如氧化不完全,再加硝酸 1~2ml,再置水浴中加热,放冷,加盐酸 15ml,加热使溶解,加乙酸异丁酯提取 4 次,每次 8ml,弃去有机相,取水层,置水浴上蒸发至约 8ml,放冷,加酚酞指示液 1 滴,用氨试液中和后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,加水至 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二十。

砷盐 取本品 0.40g,加氢氧化钙 0.5g,混匀,缓缓加热至完全炭化,在 500~600℃ 灼灼使灰化,放冷,加盐酸 14ml 与水 7ml 使溶解,移至蒸馏瓶中,加酸性氯化亚锡试液 0.5ml,蒸馏至约 5ml,馏出液导入盛有 10ml 水的测砷瓶中,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0005%)。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,置碘瓶中,加水 34ml 与硫酸 2ml,加热至溶液显橙黄色,放冷,滴加高锰酸钾试液,至溶液恰显粉红色并持续 5 秒钟,加盐酸 30ml 与碘化钾试液 30ml,密塞,静置 3 分钟,加水 50ml,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液 2ml,继续滴定至蓝色消失。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 5.585mg 的 Fe。

【类别】 抗贫血药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)右旋糖酐铁片 (2)右旋糖酐铁注射液

右旋糖酐铁片

Youxuantanggan Tie Pian

Iron Dextran Tablets

本品含右旋糖酐铁,含铁(Fe)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片,除去包衣后显棕褐色。

【鉴别】 取本品,研细,取细粉适量(约相当于 Fe 12.5mg),照右旋糖酐铁项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 精密量取铁单元素标准溶液适量置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液分别定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g、2.5 μ g、1.25 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照原子吸收分光光度法(通则 0406),在 248.3nm 的波长处分别测定,按标准曲线法计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 20 片,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于 Fe 0.1g),照右旋糖酐铁项下的方法测定。

【类别】 同右旋糖酐铁。

【规格】 25mg(按 Fe 计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

右旋糖酐铁注射液

Youxuantanggan Tie Zhusheye

Iron Dextran Injection

本品为右旋糖酐铁的灭菌胶体溶液。含铁(Fe)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为深褐色的胶体溶液。

【鉴别】 (1)取本品 0.5ml,加水 5ml,照右旋糖酐铁鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品的稀释液(1→1000)1ml,照右旋糖酐铁鉴别(2)项试验,显相同的反应。

【检查】 分子量与分子量分布 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于铁 50mg),加 4mol/L 磷酸二氢钠溶液 2ml,摇匀,静置过夜,加水至 10ml,滤过,取续滤液,即得。

对照品溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见右旋糖酐铁分子量与分子量分布项下。

限度 右旋糖酐的重均分子量(M_w)应为 5000~7500,分布系数 $D(M_w/M_n)$ 应小于 1.8。

pH 值 应为 5.2~6.5(通则 0631)。

苯甲醇 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 1ml,置 25ml 量瓶中,用水

稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取苯甲醇约 10mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(25:35:40)为流动相;检测波长为 258nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 苯甲醇峰与相邻峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有苯甲醇峰,按外标法以峰面积计算,每 1ml 含苯甲醇应为标示量的 80%~120%。

氯化物 取本品 1ml,照右旋糖酐铁项下的方法检查,与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.5%)。

重金属 取本品 2ml,照右旋糖酐铁项下的方法检查,含重金属不得过百万分之十五。

砷盐 取本品 1ml,照右旋糖酐铁项下的方法检查,含砷盐不得过 0.0002%。

注射部位未吸收 Fe 含量 供试品溶液和对照溶液的制备 取体重 1.5~2.5kg 健康家兔 2 只,剪去后腿内侧的毛,消毒注射部位,自半腱肌远侧末端插入针头,穿过缝匠肌注入股内肌中,每只家兔一侧后腿注射本品,另一侧作为对照,剂量按每 1kg 体重注射 0.4ml(每 1ml 含 Fe 25mg)或 0.2ml(每 1ml 含 Fe 50mg)。给药 7 天后,处死动物,切开给药侧后腿皮肤。仔细检查注射部位,注射部位肌肉不能有暗褐色沉积,沿筋膜板不能有渗迹,如有上述现象,则判为不符合规定;注射部位肌肉有轻微着色的则进行如下试验。取出注射部位呈色的股内肌;对照侧后腿,取出与给药侧后腿相应部位与大小的股内肌,分别匀浆后,移至 1000ml 烧杯中,加 2mol/L 氢氧化钠溶液 75ml 和水适量,使没过肌肉,加盖煮沸至无固体物存在,放冷,小心加硫酸 50ml,加热至沸,分次滴加硝酸约 10ml,至无炭化物出现,加热除去过量硝酸,放冷,转移至 250ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,分别作为供试品溶液与对照溶液。

标准曲线的制备 精密量取铁单元素标准溶液(每 1ml 中含 Fe 100 μ g)0ml、0.5ml、1.0ml、2.0ml、3.0ml,分别置 100ml 量瓶中,加 20%枸橼酸溶液 10ml、巯基乙酸 1ml,摇匀,滴加浓氨溶液至紫红色不再加深,用水稀释至刻度。以 0 管为空白,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 530nm 的波长处测定吸光度,以含铁量(μ g)与相应的吸光度计算直线回归方程。

测定法 精密量取供试品溶液和对照溶液各 5ml,分别加硫酸 3ml,加热至发烟,加硝酸适量,继续加热至溶液呈无色,放冷,加水 20ml,煮沸 3 分钟,放冷,加 20%枸橼酸溶液 10ml、巯基乙酸 1ml,滴加浓氨溶液至紫红色不再加深,转移至 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,分别作为供试品测定溶液与对照测定溶液,以标准曲线项下 0 管为空白,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 530nm 的波长处分别测定注射腿肌的吸光度 $A_{\text{样}}$ 与对照腿肌的吸光度 $A_{\text{对}}$ 。由直线回归方程求得 $Fe_{\text{样}}$ 和 $Fe_{\text{对}}$ 的含量,求出平均值,按下式计算:

注射部位未吸收 Fe 含量% = $\frac{Fe_{\text{样}} - Fe_{\text{剂}}}{\text{注射量}(Fe)} \times 50 \times 100\%$

注射部位未吸收 Fe 含量不得大于 20%。

过敏反应 取本品,用氯化钠注射液稀释制成每 1ml 中含 2mg(按 Fe 计)的溶液,依法检查(通则 1147),应符合规定。

异常毒性 取体重 18~22g 健康小鼠 10 只,分别自尾静脉注射用氯化钠注射液稀释成每 1ml 中含铁 10mg 的供试品溶液 0.5ml,在 5 日内小鼠死亡数不得超过 3 只;如超过 3 只,需另取小鼠 20 只,重复试验;合并 2 次实验结果,小鼠死亡总数不得超过 10 只。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 中(按 Fe 计)含内毒素的量应小于 0.50EU。

其他 除可见异物不检查外,应符合注射剂项下有关的规定(通则 0102)。

【含量测定】 用内容移液管,精密量取本品适量(约相当于铁 0.1g),照右旋酐酞铁项下的方法测定。

【类别】 同右旋酐酞铁。

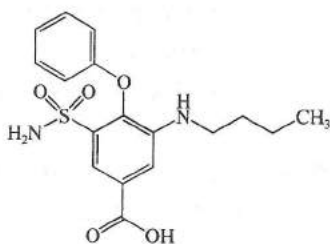
【规格】 按 Fe 计 (1)2ml : 50mg (2)4ml : 100mg (3)2ml : 100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

布美他尼

Bumeitani

Bumetanide



$C_{17}H_{20}N_2O_5S$ 364.42

本品为 3-丁氨基-4-苯氧基-5-磺酰基苯甲酸。按干燥品计算,含 $C_{17}H_{20}N_2O_5S$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色的结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇中溶解,在三氯甲烷中极微溶解,在水中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 1mg,加无水乙醇 2ml 溶解后,置紫外光灯(365nm)下检视,显紫色荧光。

(2)取本品约 5mg,加甲酸钠碱性溶液(取甲酸钠 5g 与氢氧化钠 6g,加水溶解成 100ml)1 滴,缓缓加热至干,继续加热至显灰色并略炭化,放冷,加硫酸溶液(1→2)0.5ml 酸化,再加水 0.5ml,滤过,滤液置点滴反应板上,加铁氰化钾试液 1 滴,即显绿色,渐生成蓝色沉淀。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 86 图)一致。

【检查】碱性溶液的澄清度与颜色 取本品 50mg,加氢氧化钾试液 1ml 与水 9ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓;如显色,与橙黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 0.25g,置 50ml 具塞锥形瓶中,加水 25ml,充分振摇约 10 分钟,滤过,滤渣与具塞锥形瓶用水少量洗涤,滤过,洗液与滤液合并,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

芳香第一胺 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 40mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→100)3ml 与 4%亚硝酸钠溶液 0.5ml,摇匀,放置 2 分钟,用 10%氨基磺酸铵溶液 1ml,摇匀,放置 5 分钟,加 2%二盐酸萘基乙二胺的稀乙醇溶液 0.5ml,摇匀,放置 2 分钟,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 518nm 波长处测定吸光度。

限度 吸光度不得大于 0.19。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 12.5mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 0.5μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.1%三氟乙酸溶液(58 : 42)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按布美他尼峰计算不低于 3000,布美他尼峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(0.4%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 1.0g,加氢氧化钙 1.0g,加水少量,搅拌均匀,干燥后,先用小火炽灼使炭化,再在 500~600℃炽灼成灰白色,放冷,加盐酸 8ml 与水 20ml 溶解后,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,加中性乙醇(对甲酚红指示液显中性)60ml 溶解后,加甲酚红指示液 5 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显红色。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 36.44mg 的 $C_{17}H_{20}N_2O_5S$ 。

【类别】 利尿药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)布美他尼片 (2)布美他尼注射液

布美他尼片

Bumeitani Pian

Bumetanide Tablets

本品含布美他尼($C_{17}H_{20}N_2O_5S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品 10 片,研细,加无水乙醇 10ml,振摇使布美他尼溶解,滤过,滤液照布美他尼项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于布美他尼 6.25mg),置 25ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见布美他尼有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间小于 0.3 的色谱峰不计外,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(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 20ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使布美他尼溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定,按外标法以峰面积计算每片的含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.8~8.0)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 25ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取布美他尼对照品,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 1.1 μ g 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 100 μ l。

系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于布美他尼 5mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适

量,振摇使布美他尼溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取布美他尼对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为 344nm。

系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同布美他尼。

【规格】 1mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

布美他尼注射液

Bumeitani Zhushuye

Bumetanide Injection

本品为布美他尼加氢氧化钠制成的灭菌水溶液。含布美他尼($C_{17}H_{20}N_2O_5S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品,置紫外光灯(365nm)下观察,显紫色荧光。

(2)取本品 8ml,加稀硫酸 1ml,搅拌,即生成白色沉淀,滤过,滤渣用水洗净后,加无水乙醇 2ml 溶解,再加 1%碘酸钾溶液与碘化钾试液各 1ml,即显黄色。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 6.5~8.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见布美他尼有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.3 倍(0.3%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 布美他尼中含内毒素的量应小于 60EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取布美他尼对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为 344nm。

系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同布美他尼。

【规格】 2ml:0.5mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

布洛伪麻片

Buluo Weima Pian

Ibuprofen and Pseudoephedrine Hydrochloride Tablets

本品含布洛芬($C_{13}H_{18}O_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%,含盐酸伪麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

布洛芬	200g
盐酸伪麻黄碱	30g
辅料	适量
制成	1000 片

【性状】 本品为白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量,加水振摇,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.2)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 20 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片中布洛芬与盐酸伪麻黄碱的溶出量。

限度 均为标示量的 80%,均应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于布洛芬 100mg,盐酸伪麻黄碱 15mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使布洛芬与盐酸伪麻黄碱溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 分别取布洛芬与盐酸伪麻黄碱对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含布洛芬 0.2mg 与盐酸伪麻黄碱 0.03mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(1:1)(每 1000ml 含十二烷基硫酸钠 2.5g,加磷酸 1ml,混匀后用氨水调节 pH 值至 3.2)为流动相;检测波长为 215nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按布洛芬峰计算不低于 3000,布洛芬峰与伪麻黄碱峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗感冒药。

【贮藏】 密封保存。

布洛伪麻胶囊

Buluo Weima Jiaonang

Ibuprofen and Pseudoephedrine Hydrochloride Capsules

本品含布洛芬($C_{13}H_{18}O_2$)与盐酸伪麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

布洛芬	200g
盐酸伪麻黄碱	30g
辅料	适量
制成	1000 粒

【性状】 本品内容物为白色颗粒。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量(约相当于布洛芬 50mg),加乙醚 20ml,振摇,滤过,滤液置 50~60℃水浴上蒸干,残渣用 0.4%氢氧化钠溶液制成每 1ml 中含布洛芬 0.25mg 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 265nm 与 273nm 波长处有最大吸收,在 245nm 与 271nm 波长处有最小吸收,在 259nm 波长处有一肩峰。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.2)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 分别取布洛芬对照品与盐酸伪麻黄碱对照品各适量,精密称定,加甲醇溶液(70→100)溶解并定量稀释成每 1ml 中含布洛芬 20mg 与盐酸伪麻黄碱 3mg 的混合溶液;精密量取上述溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见含量测定项下。

系统适用性要求 理论板数按布洛芬峰计算不低于 2500,各成分峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每粒的溶出量。

限度 均为标示量的 70%,均应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

内标溶液 取联苯适量,加甲醇溶解并稀释成每 1ml 中含 0.3mg 的溶液。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,研细,精密称取细粉适量(约相当于布洛芬 200mg,盐酸伪麻黄碱 30mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇 70ml 充分振摇 30 分钟,精密加内标溶液 5ml,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 分别取布洛芬对照品及盐酸伪麻黄碱对照品各适量,精密称定,加甲醇溶液(70→100)溶解并定量稀释成每 1ml 中含布洛芬 20mg 与盐酸伪麻黄碱 3mg 的混合溶液;精密量取上述混合溶液 10ml 及内标溶液 5ml,置 100ml 量瓶中,加甲醇 70ml,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-冰醋酸(520:470:10)每 1000ml 中加 4.0g 十二烷基硫酸钠为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按布洛芬峰计算不低于 2500,各成分峰与内标物峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

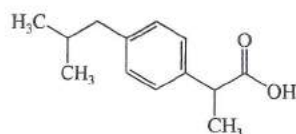
【类别】 抗感冒药。

【贮藏】 密封,遮光保存。

布洛芬

Buluo fen

Ibuprofen



$C_{13}H_{18}O_2$ 206.28

本品为 α -甲基-4-(2-甲基丙基)苯乙酸。按干燥品计算,含 $C_{13}H_{18}O_2$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;稍有特异臭。

本品在乙醇、丙酮、三氯甲烷或乙醚中易溶,在水中几乎不溶;在氢氧化钠或碳酸钠试液中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 74.5~77.5℃。

【鉴别】 (1)取本品,加 0.4% 氢氧化钠溶液制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 265nm 与 273nm 的波长处有最大吸收,在 245nm 与 271nm 的波长处有最小吸收,在 259nm 的波长处有一肩峰。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 943

图)一致。

【检查】 氯化物 取本品 1.0g,加水 50ml,振摇 5 分钟,滤过,取续滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.010%)。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中含 100mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用三氯甲烷定量稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(15:5:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以 1% 高锰酸钾的稀硫酸溶液,在 120℃ 加热 20 分钟,置紫外光灯(365nm)下检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液的主斑点比较,不得更深。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,加乙醇 22ml 溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)50ml 溶解后,加酚酞指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 20.63mg 的 $C_{13}H_{18}O_2$ 。

【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)布洛芬口服溶液 (2)布洛芬片 (3)布洛芬胶囊 (4)布洛芬混悬滴剂 (5)布洛芬缓释胶囊 (6)布洛芬糖浆

布洛芬口服溶液

Buluofen Koufu Rongye

Ibuprofen Oral Solution

本品含布洛芬($C_{13}H_{18}O_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为淡黄色至黄色溶液。

【鉴别】 (1)取本品 20ml,用 1mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 2.0,滤过,用少量水洗涤残渣,晾干。取残渣约 25mg,置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 265nm 与 273nm 的波长处有最大吸收,在 245nm 与 271nm 的波长处有最小吸收,在 259nm 的波长处有一肩峰。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的

保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 7.0~9.0(通则 0631)。

其他 应符合口服溶液剂项下有关的各项规定(通则 0123)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 用内容量移液管,精密量取本品适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含布洛芬 0.5mg 的溶液。

对照品溶液 取布洛芬对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含布洛芬 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸钠缓冲液(取醋酸钠 6.13g,加水 750ml 使溶解,用冰醋酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(40:60)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按布洛芬峰计算不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同布洛芬。

【规格】 10ml:0.1g

【贮藏】 密封,在阴凉处保存。

布洛芬片

Buluofen Pian

Ibuprofen Tablets

本品含布洛芬($C_{13}H_{18}O_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量,加 0.4% 氢氧化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含布洛芬 0.25mg 的溶液,滤过,取续滤液,照布洛芬项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)取本品 5 片,研细,加丙酮 20ml 使布洛芬溶解,滤过,取滤液挥干,真空干燥后测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 943 图)一致。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.2)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含布洛芬 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取布洛芬对照品,精密称定,加甲醇适量溶解并用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片(糖衣片应除去包衣),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于布洛芬 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使布洛芬溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取布洛芬对照品 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 2ml 使溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸钠缓冲液(取醋酸钠 6.13g,加水 750ml 使溶解,用冰醋酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(40:60)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按布洛芬峰计算不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同布洛芬。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g (3)0.4g

【贮藏】 密封保存。

布洛芬胶囊

Buluofen Jiaonang

Ibuprofen Capsules

本品含布洛芬($C_{13}H_{18}O_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为白色结晶性粉末或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量,加 0.4% 氢氧化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液,滤过,取续滤液,照布洛芬项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)取本品 5 粒,将内容物研细,加丙酮 20ml 使布洛芬溶解,滤过,取滤液挥干,真空干燥后测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 943 图)一致。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.2)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 5ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取布洛芬对照品,精密称定,加甲醇适量溶解并用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于布洛芬 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使布洛芬溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取布洛芬对照品 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 2ml 使溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸酸钠缓冲液(取醋酸钠 6.13g,加水 750ml 使溶解,用冰醋酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(40:60)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按布洛芬峰计算不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同布洛芬。

【规格】 0.2g

【贮藏】 密封保存。

布洛芬混悬滴剂

Buluofen Hunxuandiji

Ibuprofen Suspension Drops

本品含布洛芬($C_{13}H_{18}O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为乳白色或着色的混悬液体。

【鉴别】 (1)取本品适量,加 0.4%氢氧化钠溶液制成每 1ml 中约含布洛芬 0.25mg 的溶液(必要时滤过),照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 265nm 与 273nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 2.0~6.5(通则 0631)。

相对密度 本品的相对密度应为 1.090~1.270(通则 0601)。

其他 应符合口服混悬剂项下有关的各项规定(通则 0123)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,摇匀,精密称取 1.1g(约相当于布洛芬 40mg),置 50ml 量瓶中,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,加水适量,振摇使布洛芬溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取布洛芬对照品约 40mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,加水适量,振摇使布洛芬溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水-磷酸(65:10:25:0.03)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按布洛芬峰计算应不低于 1000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同布洛芬。

【规格】 20ml:0.8g

【贮藏】 遮光,密封保存。

布洛芬缓释胶囊

Buluofen Huanshijiaonang

Ibuprofen Sustained-release Capsules

本品含布洛芬($C_{13}H_{18}O_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为白色球形小丸。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 68.05g,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 56ml,用水稀释至 10 000ml,摇匀, pH 值应为 6.0 \pm 0.05)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 30 转,依法操作,经 1 小时、2 小时、4 小时与 7 小时时,各取溶出液 5ml,并即时补充相同温度、相同体积的溶出介质。

供试品溶液 分别取 1 小时、2 小时、4 小时与 7 小时时的溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取布洛芬对照品约 15mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 2ml 使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。分别计算每粒在不同时间的溶出量。

限度 每粒在 1 小时、2 小时、4 小时与 7 小时时的溶出量应分别为标示量的 10%~35%、25%~55%、50%~80%和 75%以上,均应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于布洛芬 0.1g),置 200ml 量瓶中,加甲醇 100ml,振摇 30 分钟,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取布洛芬对照品 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸酸钠缓冲液(取醋酸钠 6.13g,加水 750ml 使溶解,用冰醋酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(40:60)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按布洛芬峰计算应不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同布洛芬。

【规格】 0.3g

【贮藏】 密封保存。

布洛芬糖浆

Bulufen Tangjiang

Ibuprofen Syrup

本品含布洛芬($C_{13}H_{18}O_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为淡黄棕色的澄清黏稠液体,有芳香气味。

【鉴别】 (1)取本品 20ml,用 1mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 2.0,加水 20ml,混匀,滤过,用少量水洗涤残渣,晾干,取残渣约 25mg,置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 265nm 与 273nm 的波长处有最大吸收,在 245nm 与 271nm 的波长处有最小吸收,在 259nm 的波长处有一肩峰。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 7.0~8.5(通则 0631)。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)应不低于 1.200。

其他 应符合糖浆剂项下有关的各项规定(通则 0116)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 用内容量移液管,精密量取本品适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含布洛芬 0.5mg 的溶液。

对照品溶液 取布洛芬对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含布洛芬 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以醋酸钠缓冲液(取醋酸钠 6.13g,加水 750ml 使溶解,用冰醋酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(40:60)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按布洛芬峰计算应不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同布洛芬。

【规格】 (1)10ml:0.2g (2)90ml:1.8g

【贮藏】 遮光,密封保存。

戊四硝酯粉

Wusixiaozhi Fen

Powdered Pentaerithrityl Tetranitrate


 $C_5H_8N_4O_{12}$ 316.14

本品为四硝酸季戊四硝酯 1 份、乳糖 3 份与淀粉 1 份的混合物,含 $C_5H_8N_4O_{12}$ 应为 18.5%~21.5%。

【性状】 本品为白色粉末,无臭。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于戊四硝酯 50mg),加无水丙酮(取丙酮用无水碳酸钠处理后,蒸馏即得)约 25ml,搅拌,使戊四硝酯溶解后,滤过,滤液置蒸发皿中,在温水浴上蒸除丙酮,取残渣依法测定,熔点(通则 0612)为 139~143℃(本品有爆炸性,操作时应采用适宜的防护罩。剩余的提取物可用丙酮溶解,置大瓷皿中燃烧破坏之)。

(2)取鉴别(1)项下的残渣约 10mg,置硫酸 3ml 与水 1ml 的混合液中,冷却,沿壁加硫酸亚铁试液 3ml,在二液面交界处产生棕色环。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于戊四硝酯 25mg),置 25ml 量瓶中,加甲醇 20ml,超声 15 分钟,使戊四硝酯溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含戊四硝酯 6 μ g 的溶液。

系统适用性贮备液 取硝酸甘油对照品溶液适量(相当于硝酸甘油 20mg),置 25ml 量瓶中,加甲醇 20ml 超声 15 分钟,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 精密量取系统适用性贮备液与供试品溶液各 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(54:46)(用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,戊四硝酯峰的保留时间约为 12 分钟,戊四硝酯峰和硝酸甘油峰的分度应大于 2.0,理论板数按戊四硝酯峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至戊四硝酯峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间 0.35 之前的色谱峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.3%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(0.6%)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于戊四硝酯 25mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加冰醋酸约 75ml,置水浴上加热 20 分钟,放冷,加冰醋酸稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取在 105℃干燥至恒重的硝酸钾 0.1279g,精密称定,置 200ml 量瓶中,加水 3ml 使溶解,用冰醋酸稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 10ml 量瓶中,用冰醋酸稀释至刻度,摇匀(每 1ml 相当于 0.25mg 的 $C_5H_8N_4O_{12}$)。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 2ml,分

别置 50ml 量瓶中,各精密加苯酚二磺酸试液 2ml,摇匀,静置 5 分钟,分别加水 25ml,冷却,分别缓缓加浓氨溶液约 8ml 使成碱性后,放冷,分别用水稀释至刻度,摇匀,在 405nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 血管扩张药。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 戊四硝酯片

戊四硝酯片

Wusixiao zhi Pian

Pentaerithrityl Tetranitrate Tablets

本品含戊四硝酯($C_5H_8N_4O_{12}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于戊四硝酯 50mg),加无水丙酮(取丙酮用无水碳酸钠处理后,蒸馏即得)约 25ml,搅拌,使戊四硝酯溶解后,滤过,滤液置蒸发皿中,在温水浴上蒸除丙酮,取残渣依法测定,熔点(通则 0612)为 139~143℃(本品有爆炸性,操作时应采用适宜的防护罩,剩余的提取物可用丙酮溶解,置大瓷皿中燃烧破坏之)。

(2)取上述残渣约 10mg,置硫酸 3ml 与水 1ml 的混合液中,冷却,沿壁加硫酸亚铁试液 3ml,在二液面接界处产生棕色环。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于戊四硝酯 25mg),置 25ml 量瓶中,加甲醇 20ml,超声 15 分钟,使戊四硝酯溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 精密量取对照品贮备液与供试品溶液各 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品贮备液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见戊四硝酯粉有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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的主峰面积(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置乳钵中研细,加冰醋酸适量,研磨,于通风橱处用冰醋酸分次转移至 50ml 量瓶中,置水浴上加热约 20 分钟,振摇使戊四硝酯溶解,放冷,用冰醋酸稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于戊四硝酯 25mg),置 100ml 量瓶中,加冰醋酸约 75ml,置水浴上加热 20 分钟,放冷,用冰醋酸稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液与测定法 见戊四硝酯粉含量测定项下。

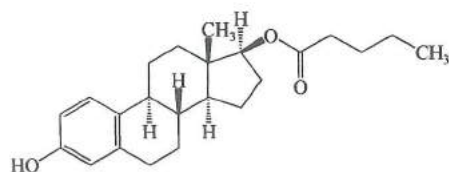
【类别】 【贮藏】 同戊四硝酯粉。

【规格】 10mg

戊酸雌二醇

Wusuan Ci'er chun

Estradiol Valerate



$C_{23}H_{32}O_3$ 356.51

本品为 3-羟基雌甾-1,3,5(10)-三烯-17 β -醇-17-戊酸酯。按干燥品计算,含 $C_{23}H_{32}O_3$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇、丙酮或三氯甲烷中易溶,在甲醇中溶解,在植物油中微溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 145~150℃。

比旋度 取本品,精密称定,加二氧六环溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,在 25℃ 时,依法测定(通则 0621),比旋度为 +41° 至 +47°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 30 图)一致。

【检查】 甲醇溶液的澄清度与颜色 取本品 0.5g,加甲醇 20ml,振摇使溶解,溶液应澄清无色。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中含 4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取戊酸雌二醇 10mg,在 160℃ 加热 2 小时后,放冷至室温,加乙腈溶解并稀释至 25ml,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(80:20)为流动相 A,乙腈为流动相 B,按下表程序进行线性梯度洗脱;检测波长为 220nm;进样体积 10 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~11	100	0
11~25	100→0	0→100
25~35	0	100
35~45	0→100	100→0
45~55	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,调节流速使戊酸雌二醇峰的保留时间约为 10 分钟,戊酸雌二醇峰与降解产物峰(相对保留时间约为 0.92)之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,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%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

对照品溶液 取戊酸雌二醇对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(85:15)为流动相;检测波长为 281nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按戊酸雌二醇峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 雌激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 戊酸雌二醇注射液

戊酸雌二醇注射液

Wusuan Ci'erchun Zhushaye

Estradiol Valerate Injection

本品为戊酸雌二醇的灭菌油溶液。含戊酸雌二醇($C_{23}H_{32}O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色的澄明油状液体。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取含量测定项下制备的供试品溶液 12ml,置水浴上蒸干,加甲醇 0.5ml 使溶解。

对照品溶液 取含量测定项下制备的对照品溶液 12ml,置水浴上蒸干,加甲醇 0.5ml 使溶解。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以苯-乙醚-冰醋酸(50:

30:0.5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,在 105℃干燥 10 分钟,放冷,喷以硫酸-无水乙醇(1:1),在 105℃加热 10 分钟,放冷,立即检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 用内容量移液管精密量取本品适量(约相当于戊酸雌二醇 10mg),置具塞离心管中,用少量乙醚分数次洗涤移液管内壁,洗液并入离心管中,置温水浴中使乙醚挥发,用甲醇振摇提取 4 次(第 1~3 次每次 5ml,第 4 次 3ml),每次振摇 10 分钟后离心 15 分钟,用滴管将甲醇液移置 25ml 量瓶中,合并提取液,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见戊酸雌二醇含量测定项下。进样体积 20μl。

对照品溶液、系统适用性要求与测定法 见戊酸雌二醇含量测定项下。

【类别】 同戊酸雌二醇。

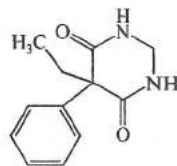
【规格】 (1)1ml:5mg (2)1ml:10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

扑米酮

Pumitong

Primidone



$C_{12}H_{14}N_2O_2$ 218.26

本品为 5-乙基-5-苯基-二氢-4,6(1H,5H)嘧啶二酮。按干燥品计算,含 $C_{12}H_{14}N_2O_2$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇中微溶,在水或丙酮中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 280~284℃。

【鉴别】 (1)取本品 0.1g,加变色酸试液 5ml,置水浴上加热 30 分钟,应显紫色。

(2)取本品 0.1g,加无水碳酸钠 0.1g 混合后,加热灼烧,即有氨气发生,能使湿润的红色石蕊试纸变为蓝色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 62 图)一致。

【检查】 二甲基甲酰胺溶液的澄清度与颜色 取本品

0.10g,加二甲基甲酰胺 10ml 溶解后,溶液应澄清无色。

氯化物 取本品 1.0g,加水 50ml,振摇 5 分钟,滤过,取滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.014%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 2.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,加硝酸 1ml,蒸干至氧化氮蒸气除尽,加盐酸 2ml,置水浴上蒸干,再加水 5ml 蒸干,加水 15ml 与醋酸盐缓冲液(pH 3.5)4ml,微温使溶解,加水使成 50ml,摇匀;分取 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

锌盐 取上述重金属项下剩余的溶液 25ml,置 50ml 比色管中,加盐酸溶液(1→2)4ml 与亚铁氰化钾试液 3ml,加水至刻度,摇匀,如发生浑浊,与标准锌溶液[精密称取硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)44mg,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置另一 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。每 1ml 相当于 10 μg 的 Zn] 2ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更浓(0.002%)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,照氮测定法(通则 0704 第一法)测定。每 1ml 硫酸滴定液(0.05mol/L)相当于 10.91mg 的 $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2$ 。

【类别】 抗癫痫药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 扑米酮片

扑米酮片

Pumitong Pian

Primidone Tablets

本品含扑米酮($\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于扑米酮 0.25g),加乙醇 30ml,微温使扑米酮溶解,滤过。滤液置水浴上蒸干,残渣照扑米酮项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取扑米酮对照品约 5mg(50mg 规格)或 10mg(100mg 规格)或 25mg(250mg 规格),精密称定,置 100ml 量瓶中,加水适量,超声使溶解,放冷,用水稀释至刻

度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 257nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照气相色谱法(通则 0521)测定。

内标溶液 取 N-苯基咪唑适量,加甲醇溶解并制成每 1ml 中含 2.4mg 的溶液。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(相当于扑米酮 0.15g),置 50ml 量瓶中,精密加入内标溶液 25ml 与甲醇 10ml,水浴上加热 5 分钟,并时时振摇,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取扑米酮对照品约 0.15g,精密称定,置 50ml 量瓶中,精密加入内标溶液 25ml,振摇使扑米酮溶解(必要时加热使溶解),用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以硅酮(或极性相近)为固定相;涂布浓度为 3%;柱温为 260℃;进样体积 1 μl 。

系统适用性要求 扑米酮峰与内标物质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。计算校正因子,按内标法以峰面积计算。

【类别】 同扑米酮。

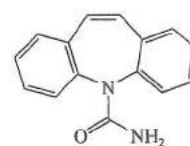
【规格】 (1)50mg (2)100mg (3)250mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

卡马西平

Kamaxiping

Carbamazepine



$\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$ 236.27

本品为 5H-二苯并[b,f]氮杂卓-5-甲酰胺。按干燥品计算,含 $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末,几乎无臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在乙醇中略溶,在水或乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 189~193℃。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加硝酸 2ml,置水浴上加热,即显橙红色。

(2)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 238nm 与 285nm 的波长处有最大吸收,在 285nm 波长处的吸光度为

0.47~0.51。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 94 图)一致。

【检查】 酸碱度 取本品 1.0g,加水 20ml,搅拌 15 分钟,滤过,取续滤液 10ml,加酚酞指示液 1 滴,用氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)滴定,消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)不得过 0.50ml;再加甲基红指示液 3 滴,用盐酸滴定液(0.01mol/L)滴定,消耗盐酸滴定液(0.01mol/L)不得过 1.0ml。

氯化物 取本品 1.0g,加水 100ml,煮沸,放冷,滤过,取续滤液 50ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.014%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取卡马西平约 25mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇-水(1:1)溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用氰丙基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-四氢呋喃-水(120:30:850)为流动相(1000ml 中含甲酸 0.2ml 与三乙胺 0.5ml);检测波长为 230nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按卡马西平峰计算不低于 5000,卡马西平峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 6 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥 2 小时,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下的遗留残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取卡马西平对照品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)溶液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关

物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗癫痫药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)卡马西平片 (2)卡马西平胶囊

卡马西平片

Kamaxiping Pian

Carbamazepine Tablets

本品含卡马西平($C_{15}H_{12}N_2O$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量,照卡马西平项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于卡马西平 50mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇约 25ml,振摇使卡马西平溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见卡马西平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以稀盐酸 24ml 加水至 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转(0.1g 规格)或 150 转(0.2g 规格),依法操作,经 60 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含 6~15 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 285nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{15}H_{12}N_2O$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 518 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适

量(约相当于卡马西平 50mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇约 25ml,振摇使卡马西平溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见卡马西平含量测定项下。

【类别】 **【贮藏】** 同卡马西平。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

卡马西平胶囊

Kamaxiping Jiaonang

Carbamazepine Capsules

本品含卡马西平($C_{15}H_{12}N_2O$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量,照卡马西平项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下混匀的内容物适量(约相当于卡马西平 50mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇约 25ml,振摇使卡马西平溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见卡马西平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以稀盐酸 24ml 加水至 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含 6~15 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 285nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{15}H_{12}N_2O$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 518 计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密

称取适量(约相当于卡马西平 50mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇约 25ml,振摇使卡马西平溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用甲醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见卡马西平含量测定项下。

【类别】 同卡马西平。

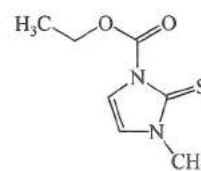
【规格】 0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

卡比马唑

Kabimazuo

Carbimazole



$C_7H_{10}N_2O_2S$ 186.23

本品为 3-甲基-2-硫代咪唑啉-1-羧酸乙酯。按干燥品计算,含 $C_7H_{10}N_2O_2S$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;有特臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在乙醇中略溶,在水或乙醚中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 122~125℃。

【鉴别】 (1)取本品 10mg,加水 5ml,加热使溶解,放冷,加稀碘化铋钾试液 1ml,即生成猩红色沉淀。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 227nm 与 292nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 95 图)一致。

【检查】 甲硫咪唑 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

对照品溶液 取甲硫咪唑对照品适量,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-丙酮(4:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以稀碘化铋钾试液使显色。

限度 供试品溶液如显与对照品溶液相应的杂质斑点,其颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 80℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,精密称定,置 500ml 量瓶中,加水使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→100)10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 292nm 的波长处测定吸光度,按 $C_7H_{10}N_2O_2S$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 557 计算。

【类别】 抗甲状腺药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 卡比马唑片

卡比马唑片

Kabimazuo Pian

Carbimazole Tablets

本品含卡比马唑($C_7H_{10}N_2O_2S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于卡比马唑 10mg),照卡比马唑项下的鉴别(1)项试验,显相同反应。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 227nm 与 292nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 甲巯咪唑 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 20 片,研细,加三氯甲烷适量,研磨使卡比马唑溶解,滤过,用三氯甲烷洗涤滤器,合并滤液与洗液,置 10ml 量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲巯咪唑对照品适量,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 100 μ g 的溶液。

色谱条件与测定法 见卡比马唑甲巯咪唑项下。

限度 供试品溶液如显与对照品溶液相应的杂质斑点,其颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置乳钵中研细,加水适量,研磨,并用水 80ml 分次转移至 100ml 量瓶中,在约 35℃ 水浴中不断振摇 5 分钟,使卡比马唑溶解,放冷至室温,加水至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 20ml,照含量测定项下的方法,自“置 100ml 量瓶中”起,依法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸(9→1000)600ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

测定法 取溶出液 5ml,以滤纸滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 292nm 的波长处测定吸光度,按 $C_7H_{10}N_2O_2S$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 557 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于卡比马唑 25mg),置 250ml 量瓶中,加水约 100ml,在约 35℃ 的水浴中不断振摇 5 分钟,使卡比马唑溶解,放冷至室温,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→100)10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 292nm 的波长处测定吸光度,按 $C_7H_{10}N_2O_2S$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 557 计算。

【类别】 同卡比马唑。

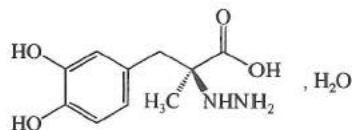
【规格】 5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

卡比多巴

Kabiduoba

Carbidopa



$C_{10}H_{14}N_2O_4 \cdot H_2O$ 244.25

本品为(S)- α -甲基- α -胍基-3,4-二羟基苯丙酸一水合物。按无水物计算,含 $C_{10}H_{14}N_2O_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色绒毛状结晶,几乎无臭。

本品在水或甲醇中微溶,在乙醇或三氯甲烷中几乎不溶;在稀盐酸中易溶。

比旋度 取本品,精密称定,加三氯化铝溶液(取六水合三氯化铝 40g,加水适量,加热使溶解,用水稀释至 60ml,摇匀,如显色,加活性炭 0.5g,搅拌 10 分钟,滤过,滤液用 1%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 1.5,即得)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -22.5° 至 -26.5° 。

吸收系数 取本品,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 281nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 117~129。

【鉴别】 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 97 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 临用新制。取本品,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

对照溶液 取甲基多巴对照品约 5mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,精密加供试品溶液 1ml,用 0.1mol/L 盐酸溶液使甲基多巴溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.7)-乙醇(95:5)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按卡比多巴峰计算不低于 5000,甲基多巴峰与卡比多巴峰的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 8 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如显甲基多巴峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%,其他单个杂质的峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%);杂质总量不得过 1.0%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量应为 6.9%~7.9%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.25g,精密称定,精密加高氯酸滴定液(0.1mol/L)15ml 溶解后,加醋酐 15ml 与结晶紫指示液 2 滴,用醋酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 22.62mg 的 $C_{10}H_{14}N_2O_4$ 。

【类别】 脱羧酶抑制药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 卡比多巴片

卡比多巴片

Kabiduoba Pian

Carbidopa Tablets

本品含无水卡比多巴($C_{10}H_{14}N_2O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于卡比多巴 10mg),加甲醇 10ml,振摇使卡比多巴溶解,滤过,滤液分为两份,一份中加临用新制的 0.2%硫酸亚铁溶液与 1%酒石酸钾钠溶液各 1ml,加醋酸铵约 20~40mg,即显蓝紫色,加浓氨溶液 1 滴,振摇,紫色即变深;另一份中加对二甲氨基苯甲醛溶液(取对二甲氨基苯甲醛 0.4g,加 0.1mol/L 硫酸溶液至 10ml)0.5ml,即显橙黄色。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 281nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 **溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 750ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液,滤过,取续滤液。照紫外-可见分光

光度法(通则 0401),在 281nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{14}N_2O_4$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 123 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于卡比多巴 50mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,振摇使卡比多巴溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 281nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{14}N_2O_4$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 123 计算。

【类别】 同卡比多巴。

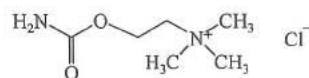
【规格】 25mg(按 $C_{10}H_{14}N_2O_4$ 计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

卡巴胆碱

Kabdanjian

Carbachol



$C_6H_{15}ClN_2O_2$ 182.65

本品为氯化 2-氨甲酰氧基-N,N,N-三甲基乙铵。按干燥品计算,含 $C_6H_{15}ClN_2O_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶;有引湿性。

本品在水中极易溶解,在乙醇中略溶,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 200~204℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加乙醇制氢氧化钾试液 10ml,缓缓加热煮沸 1~2 分钟,生成白色沉淀,并可嗅到氨味。将上清液倾出,沉淀加 3mol/L 盐酸溶液数滴,有气泡产生。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1117 图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 **干燥失重** 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加冰醋酸 10ml 与醋酐 40ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 18.27mg 的 $C_6H_{15}ClN_2O_2$ 。

【类别】 M 胆碱受体激动药。

【贮藏】 密闭保存。

【制剂】 卡巴胆碱注射液

卡巴胆碱注射液

Kabadanjian Zhushaye

Carbachol Injection

本品为卡巴胆碱的灭菌水溶液。含卡巴胆碱($C_6H_{15}ClN_2O_2$)应为标示量的 90.0%~115.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 取本品 5ml,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml 与 0.2% 的六硝基二苯胺溶液 2ml,摇匀,加二氯甲烷 15ml,振摇 1 分钟,放置分层,二氯甲烷层显深琥珀色。

【检查】 pH 值 应为 5.5~7.5(通则 0631)。

渗透压摩尔浓度 照渗透压摩尔浓度测定法(通则 0632)测定,渗透压摩尔浓度比应为 0.9~1.1。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照品溶液 取卡巴胆碱对照品,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 2ml,分别置 50ml 碘瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 1.0ml,混匀,加次氯酸钠试液(取 1 体积次氯酸钠溶液,用水稀释至 15 体积,放置 30 分钟,与等体积的 1mol/L 氢氧化钠溶液混合。临用新制)4.0ml,用少量水冲洗瓶壁,混匀,放置 15 分钟(准确计时),加 0.5% 苯酚溶液 2.0ml,用少量水冲洗瓶壁,混匀,放置 5 分钟,加 3.5mol/L 盐酸溶液 2.0ml,用 0.1mol/L 盐酸溶液冲洗瓶壁,使溶液成明显酸性,混匀,加 0.3% 碘化钾溶液 1.0ml,混匀,放置 5 分钟,加淀粉指示液 3.0ml,混匀。将上述溶液移至 50ml 量瓶中,用少量水冲洗碘瓶,洗液合并到量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,在 590nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同卡巴胆碱。

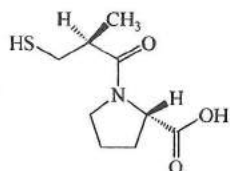
【规格】 1ml : 0.1mg

【贮藏】 密闭保存。

卡托普利

Katuopuli

Captopril

 $C_9H_{15}NO_3S$ 217.29

本品为 1-[(2S)-2-甲基-3-巯基-丙酰基]-L-脯氨酸。按干燥品计算,含 $C_9H_{15}NO_3S$ 不得少于 97.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;有类似蒜的特臭。

本品在甲醇、乙醇或三氯甲烷中易溶,在水中溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 104~110℃。

比旋度 取本品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -126°至 -132°。

【鉴别】 (1)取本品约 25mg,加乙醇 2ml 溶解后,加亚硝酸钠结晶少许与稀硫酸 10 滴,振摇,溶液显红色。

(2)取卡托普利二硫化物项下的供试品溶液,用流动相稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液,作为供试品溶液;另取卡托普利对照品,加甲醇适量溶解,再用流动相稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,作为对照品溶液。照卡托普利二硫化物项下的色谱条件,取供试品溶液与对照品溶液各 20 μ l,分别注入液相色谱仪,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 96 图)一致。

【检查】 卡托普利二硫化物(杂质 I) 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 临用新制。取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加甲醇适量溶解,再用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取卡托普利与杂质 I 对照品,加甲醇适量溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 与 15 μ g 的混合溶液。

色谱条件 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;0.01mol/L 磷酸二氢钠溶液-甲醇-乙腈(70:25:5)(用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相;检测波长为 215nm;柱温 40℃;进样体积 50 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,卡托普利峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 1.0%。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.05%)。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 2.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,加硝酸 1ml,蒸干至氧化氮蒸气除尽,加盐酸 2ml,置水浴上蒸干,再加水 5ml,蒸干,加水 15ml 与醋酸盐缓冲液(pH 3.5)4ml,微温使溶解,加水使成 50ml,摇匀,分取 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二十。

锌盐 取上述重金属项下剩余的溶液 25ml,置 50ml 纳氏比色管中,加盐酸溶液(1→2)4ml 与亚铁氰化钾试液 3ml,加水至刻度,摇匀,如发生浑浊,与标准锌溶液[精密称取硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)44mg,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置另一 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。每 1ml 相当于 $10\mu\text{g}$ 的 Zn]3.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.003%)。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,加水 100ml,振摇使溶解,加稀硫酸 10ml,再加碘化钾 1.0g 与淀粉指示液 2ml,用碘酸钾滴定液(0.016 67mol/L)滴定,至溶液显微蓝色(保持 30 秒不褪色),并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 碘酸钾滴定液(0.016 67mol/L)相当于 21.73mg 的 $\text{C}_9\text{H}_{15}\text{NO}_3\text{S}$ 。

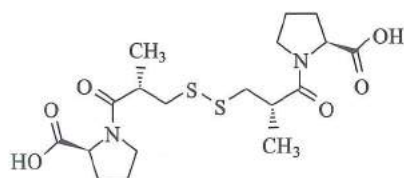
【类别】 血管紧张素转移酶抑制剂。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)卡托普利片 (2)复方卡托普利片

附:

杂质 I (卡托普利二硫化物)



(2S,2'S)-1,1'-[二硫烷二基双[(2S)-2-甲基-1-氧代丙烷-3,1-二基]-双[吡咯烷-2-羧酸]]

卡托普利片

Katuopuli Pian

Captopril Tablets

本品含卡托普利($\text{C}_9\text{H}_{15}\text{NO}_3\text{S}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片,或糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于卡托普利 50mg),加乙醇 4ml 振摇使卡托普利溶解,滤过,滤液照卡托

普利项下的鉴别(1)试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 卡托普利二硫化物(杂质 I) 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于卡托普利 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使卡托普利溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液(8 小时内使用)。

对照品溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加甲醇适量溶解,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 $15\mu\text{g}$ 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见卡托普利卡托普利二硫化物(杂质 I)项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过卡托普利标示量的 3.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 20 分钟时(如为糖衣片,经 45 分钟时)取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取卡托普利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 $14\mu\text{g}$ (12.5mg 规格), $28\mu\text{g}$ (25mg 规格)或 $56\mu\text{g}$ (50mg 规格)的溶液。

色谱条件与测定法 见含量测定项下。计算出每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片(糖衣片除去包衣),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于卡托普利 10mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使卡托普利溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取卡托普利对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.01mol/L 磷酸二氢钠溶液-甲醇-乙腈(70:25:5)(用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相;检测波长为 215nm;柱温为 40℃;进样体积 20μl。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同卡托普利。

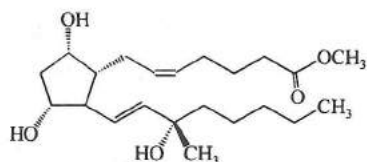
【规格】 (1)12.5mg (2)25mg (3)50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

卡前列甲酯

Kaqianliejiazhi

Carboprost Methylate

 $C_{22}H_{38}O_5$ 382.54

本品为(Z)-7-[(1R,2R,3R,5S)-3,5-二羟基-2-[(E)-(3S)-3-甲基-1-辛烯-3-基]环戊基]-5-庚酸甲酯。按无水物计算,含 $C_{22}H_{38}O_5$ 不得少于91.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色固体物。

本品在乙醚或乙醇中易溶,在水中微溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 98 图)一致。

【检查】 15-差向异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取卡前列甲酯与 15-差向异构体对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 15-差向异构体与卡前列甲酯各 0.2mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(70:30)为流动相;检测波长为 202nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按卡前列甲酯峰计算不低于 2000,15-差向异构体峰与卡前列甲酯峰之间的分离度应大于 1.2。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与系统适用性溶液中 15-差向异构体保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(4.0%)。

水分 取本品约 20mg,精密称定,照水分测定法(通则 0832 第一法 2)测定,含水分不得过 3.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取卡前列甲酯对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见 15-差

向异构体项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 前列腺素类药。

【贮藏】 遮光,密封,低温(低于-5℃)保存。

【制剂】 卡前列甲酯栓

卡前列甲酯栓

Kaqianliejiazhi Shuan

Carboprost Methylate Suppositories

本品含卡前列甲酯($C_{22}H_{38}O_5$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为乳白色至淡黄色栓。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 应符合栓剂项下有关的各项规定(通则 0107)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 粒,精密称定,置玛瑙乳钵中研细,精密称取适量(约相当于卡前列甲酯 2mg),置具塞锥形瓶中,精密加甲醇 10ml,密塞,置 45℃ 水浴中,超声约 3 分钟使卡前列甲酯溶解,取出,置冰浴中,待基质凝固后,取甲醇层离心,放至室温,取上清液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见卡前列甲酯含量测定项下。

【类别】 同卡前列甲酯。

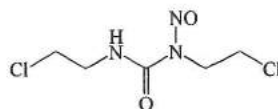
【规格】 (1)0.5mg (2)1mg

【贮藏】 遮光,密封,低温(低于-5℃)保存。

卡莫司汀

Kamositing

Carmustine

 $C_5H_9Cl_2N_3O_2$ 214.05

本品为 1,3-双(2-氯乙基)-1-亚硝基脲。按干燥品计算,含 $C_5H_9Cl_2N_3O_2$ 应为 96.0%~101.0%。

【性状】 本品为无色至微黄或微黄绿色的结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇或乙醇中溶解,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 30~32℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加 0.5mol/L 氢氧化钠溶液

5ml,置水浴上加热 5 分钟,并不断振摇使溶解,加酚酞指示液 1 滴,用硝酸溶液(1→2)滴加至无色,加 0.1mol/L 硝酸银溶液 1ml,应生成白色沉淀。

(2)取本品,加水制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,取此溶液 2ml,加磺胺溶液 1ml(取磺胺 50mg,加 2mol/L 盐酸溶液 10ml 溶解,即得),在 50℃水浴上恒温 45 分钟后,在冰浴中冷却,加 1% *N*-(甲萘基)盐酸二氨基乙烯溶液 0.2ml,10 分钟后应显红色。

(3)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 230nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中,减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 230nm 的波长处测定吸光度,按 $C_5H_9Cl_2N_3O_2$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 270 计算(测定应在 20℃以下,30 分钟内完成)。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光,严封,在冷处保存。

【制剂】 卡莫司汀注射液

卡莫司汀注射液

Kamositing Zhushuye

Carmustine Injection

本品为卡莫司汀的聚乙二醇灭菌溶液。含卡莫司汀($C_5H_9Cl_2N_3O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色的澄明液体。

【鉴别】 取本品,照卡莫司汀项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 装量 取本品 5 支,照最低装量检查法(通则 0942 重量法)依法检查,每支装量均应不少于 2g。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 卡莫司汀中含内毒素的量应小于 0.70EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取适量,加无水乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含卡莫司汀 20 μ g 的溶液。

测定法 见卡莫司汀含量测定项下。

【类别】 同卡莫司汀。

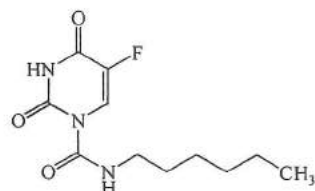
【规格】 2g:125mg

【贮藏】 遮光,密闭,在冷处保存。

卡莫氟

Kamofu

Carmofur



$C_{11}H_{16}FN_3O_3$ 257.26

本品为 *N*-己基-5-氟-3,4-二氢-2,4-二氧代-1(2*H*)-嘧啶甲酰胺。按干燥品计算,含 $C_{11}H_{16}FN_3O_3$ 应为 98.5%~101.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在 *N,N*-二甲基甲酰胺中极易溶解,在三氯甲烷中易溶,在甲醇或乙醇中微溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 110~114℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取三氧化铬的饱和硫酸溶液约 1ml,置小试管中,转动试管,溶液应能均匀涂于管壁,加本品约 2mg,微热,转动试管,溶液应不能再均匀涂于管壁,而类似油垢存在于管壁。

(2)取本品,加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 258nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 713 图)一致。

【检查】 氯化物 取本品 2.0g,加水 100ml,振摇 15 分钟,滤过,取滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

硫酸盐 取上述氯化物项下剩余的滤液 50ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

含氟量 取本品约 30mg,精密称定,照氟检查法(通则 0805)测定,含氟量应为 6.6%~7.4%。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇-冰醋酸(99:1)定量溶解并制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇-冰醋酸(99:1)定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以甲苯-丙酮(5:3)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 15 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液的主斑点比较,不得更深。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中,60℃减压干燥至恒重,减失重量不得超过 0.3%(通则 0831)。

重金属 取本品 0.50g,加水 20ml,振摇 15 分钟,滤过,滤液加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,加水至 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺 10ml 使溶解,加 0.3%麝香草酚蓝的无水甲醇溶液 5 滴,用氢氧化四丁基铵滴定液(0.1mol/L)滴定至蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化四丁基铵滴定液(0.1mol/L)相当于 25.73mg 的 $C_{11}H_{16}FN_3O_3$ 。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 卡莫氟片

卡莫氟片

Kamofu Pian

Carmofur Tablets

本品含卡莫氟($C_{11}H_{16}FN_3O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于卡莫氟 10mg),照卡莫氟项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以稀盐酸 24ml 与乙醇 210ml 加水至 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取卡莫氟对照品,精密称定,加少量乙醇使溶解并用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含 50μg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 10μl。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于卡莫氟 30mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使卡莫氟溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取卡莫氟对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 30μg 的溶液。

系统适用性溶液 分别取卡莫氟与氟尿嘧啶,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各含 30μg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.25%醋酸(80:20)为流动相;检测波长为 258nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,卡莫氟峰与氟尿嘧啶峰的分离度应大于 10.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同卡莫氟。

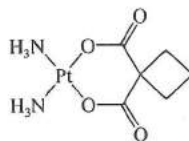
【规格】 50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

卡铂

Kabo

Carboplatin



$C_6H_{12}N_2O_4Pt$ 371.26

本品为顺式-1,1-环丁烷二羧酸二氨铂。按干燥品计算,含 $C_6H_{12}N_2O_4Pt$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色粉末或结晶性粉末;无臭。

本品在水中略溶,在乙醇、丙酮、三氯甲烷或乙醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加硫脲少许,加水适量,加热,溶液显黄色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 593 图)一致。

【检查】 **含铂量** 取本品约 0.5g,精密称定,照炽灼残渣检查法(通则 0841,但不加硫酸),在 400℃炽灼至恒重,所得残渣重量即为供试量中含有铂的重量。按干燥品计算,本品含铂量应为 52.0%~53.0%。

酸碱度 取本品 80mg,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~7.5。

溶液的澄清度 取本品 80mg,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清。

1,1-环丁烷二羧酸 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照溶液 取 1,1-环丁烷二羧酸 2mg, 置 200ml 量瓶中, 精密加供试品溶液 1ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 以硫酸四丁基氢铵缓冲液(取硫酸四丁基氢铵 8.5g, 加水 80ml 使溶解, 加磷酸 3.4ml, 用 10mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.55)-水-乙腈(20 : 880 : 100)为流动相; 检测波长为 220nm; 进样体积 100 μ l。

系统适用性要求 理论板数按卡铂峰计算不低于 5000, 1,1-环丁烷二羧酸峰与卡铂峰之间的分离度应大于 2.5。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有 1,1-环丁烷二羧酸峰, 其峰面积乘以 7.96 后不得大于对照溶液卡铂峰面积(0.5%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以水为流动相; 检测波长为 229nm; 进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按卡铂峰计算不低于 3000, 卡铂峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰, 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%)。

酸溶性钡盐 取本品 80mg, 加水 10ml 溶解后, 加稀盐酸 2ml, 煮沸 5 分钟, 补充蒸发的水分后, 放冷, 用盐酸溶液(1 \rightarrow 40)洗过的滤纸滤过, 滤渣及漏斗用少量水(约 2ml)洗涤, 合并洗液与滤液, 加稀硫酸 0.5ml, 放置 30 分钟, 不得发生浑浊。

干燥失重 取本品, 在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重, 减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取卡铂对照品, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光, 严封, 在凉暗处保存。

【制剂】 卡铂注射液

卡铂注射液

Kabo Zhusheye

Carboplatin Injection

本品为卡铂的无菌水溶液, 含卡铂($C_6H_{12}N_2O_4Pt$)应为标示量的 90.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于卡铂 5mg), 加硫脲少许, 加热, 溶液显黄色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.5~7.0(通则 0631)。

颜色 取本品, 与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 不得更深。

1,1-环丁烷二羧酸 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 精密量取本品适量, 用流动相稀释制成每 1ml 中含卡铂 1mg 的溶液。

对照溶液 取 1,1-环丁烷二羧酸 1mg, 置 100ml 量瓶中, 精密加入供试品溶液 1ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件与系统适用性要求 见卡铂 1,1-环丁烷二羧酸项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有 1,1-环丁烷二羧酸峰, 其峰面积乘以 7.96 后不得大于对照溶液卡铂峰面积(1.0%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品, 用水稀释制成每 1ml 中约含卡铂 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 50ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 见卡铂有关物质项下。进样体积 20 μ l。

系统适用性要求与测定法 见卡铂有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰, 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.0%)。

细菌内毒素 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1mg 卡铂中含内毒素的量应小于 0.50 EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 精密量取本品适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中约含卡铂 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取卡铂对照品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见卡铂含量测定项下。

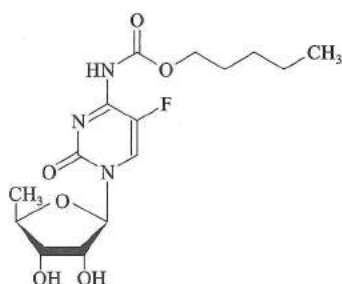
【类别】 同卡铂。

【规格】 (1)10ml : 50mg (2)10ml : 100mg

卡培他滨

Kapeitabin

Capecitabine



$C_{15}H_{22}FN_3O_5$ 359.35

本品为[1-(5-脱氧-β-D-呋喃核糖基)-5-氟-2-氧代-1,2-二氢嘧啶-4-基]氨基甲酸酯。按无水与无溶剂物计算,含 $C_{15}H_{22}FN_3O_5$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶性粉末。

本品在甲醇中极易溶解,在乙腈或乙醇中易溶,在水中略溶。

比旋度 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +96.0°至 +100.0°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 氯化物 取本品 0.25g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品 0.50g,加水 40ml 使溶解,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 水-甲醇-乙腈(60 : 35 : 5)。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.6mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 1.2μg 的溶液。

系统适用性溶液 取卡培他滨系统适用性对照品(含杂质 I、杂质 II、杂质 III 及卡培他滨)适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含卡培他滨 0.6μg 的混合溶液。

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 中约含 0.18μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶(MN nucleodur C18 色谱柱,4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱)为填充剂,以 0.1%冰醋酸溶液-甲醇-乙腈(60 : 35 : 5)为流动相 A,0.1%冰醋酸溶液-甲醇-乙腈(15 : 80 : 5)为流动相 B,照下表进行梯度洗脱,流速为每分钟 1.0ml,柱温 40℃,进样温度 5℃,检测波长为 250nm;进样体积 10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
5	100	0
20	49	51
30	49	51
31	100	0
40	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,卡培他滨峰的保留时间约为 17.5 分钟,按杂质 I、杂质 II、卡培他滨与杂质 III 顺序出峰(相对保留时间依次 0.18、0.19、1.0 与 1.11),杂质 I 峰与杂质 II 峰之间的分离度应不小于 1.0;卡培他滨峰与杂质 III 峰之间的分离度应符合要求;卡培他滨峰的拖尾因子应不大于 1.5。灵敏度溶液色谱图中,主成分色谱峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液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 1.5 倍(0.3%)、杂质 II 校正后的峰面积(乘以校正因子 1.2)不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(0.3%),相对保留时间约为 0.95 的杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),杂质 III 及其他单个未知杂质峰面积均不得大于对照溶液主峰面积的 1/4(0.05%),各杂质校正后的峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%)。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计(0.03%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定,应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 0.3%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,置铂坩埚中,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取卡培他滨对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.6mg 的溶液。

溶剂、供试品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

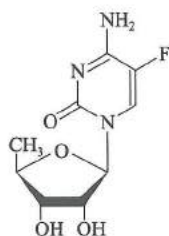
【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 避光,密封保存。

【制剂】 卡培他滨片

附:

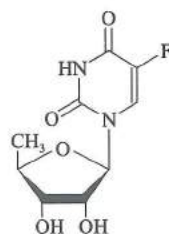
杂质 I



$C_9H_{12}FN_3O_4$ 245.21

5'-脱氧-5-氟胞苷

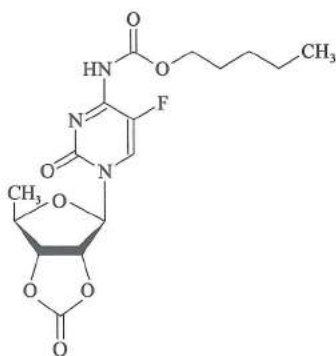
杂质 II



$C_9H_{11}FN_2O_5$ 246.19

5'-脱氧-5-氟尿苷

杂质 III



$C_{16}H_{20}FN_3O_7$ 385.35

[5-氟-1-[(3aR,4R,6R,6aR)-6-甲基-2-氧代-四氢呋喃并[3,4-d][1,3]二氧戊环-4-基]-2-氧代-1,2-二氢嘧啶-4-基]氨基甲酸戊酯

卡培他滨片

Kapeitabin Pian

Capecitabine Tablets

本品含卡培他滨($C_{15}H_{22}FN_3O_6$)应为标示量的 93.0%~105.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品在 $1500\sim 1760\text{cm}^{-1}$ 波数范围内的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于卡培他滨 60mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂适量,超声使卡培他滨溶解,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 $3\mu\text{g}$ 的溶液。

溶剂、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见卡培他滨有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 峰与杂质 III 峰面积均不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%);杂质 II 校正后的峰面积(乘以校正因子 1.2)不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%);其他单个未知杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),各杂质校正后的峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计(0.03%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 3ml (0.5g 规格)置 100ml 量瓶中或 1ml (0.15g 规格)置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取卡培他滨对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 $17\mu\text{g}$ 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 304nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见有关物质项下。

溶剂、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见卡培他滨含量测定项下。

【类别】 同卡培他滨。

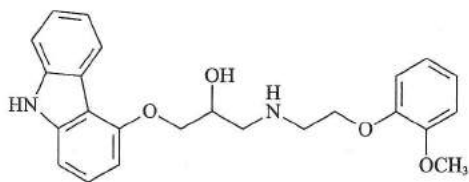
【规格】 (1)0.15g (2)0.5g

【贮藏】 密封保存。

卡维地洛

Kaweidiluo

Carvedilol

 $C_{24}H_{26}N_2O_4$ 406.48

本品为(±)-1-(9H-4-咔唑基氧基)-3-[2-(2-甲氧基苯氧基)乙氨基]-2-丙醇。按干燥品计算,含 $C_{24}H_{26}N_2O_4$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中溶解,在甲醇或乙酸乙酯中略溶,在水中不溶;在冰醋酸中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 114~118℃。

【鉴别】 (1)取本品适量,加 0.06mol/L 醋酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含约 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 285nm、319nm 与 331nm 的波长处有最大吸收,在 331nm 与 285nm 波长处的吸光度比值应为 0.40~0.44。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 714 图)一致。

【检查】 醋酸溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g,加 6mol/L 醋酸溶液 10ml 溶解后,溶液应澄清无色。如显色,与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含约 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含约 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取卡维地洛约 12.5mg,置锥形瓶中,加 5mol/L 盐酸溶液 5ml,于 95℃ 水浴中加热 3 小时,放冷,加 5mol/L 氢氧化钠溶液 5ml、流动相 15ml,超声 10 分钟,摇匀,滤过。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.5)-乙腈(65:35)为流动相;检测波长为 241nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按卡维地洛峰计算不低于 2000,卡维地洛峰与之后的最大降解物峰的分离度应大于 6.5。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面

积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入 20%冰醋酸溶液 2ml 使溶解,密封。

贮备液(1) 分别取甲醇、丙酮、四氢呋喃与 1,4-二氧六环,精密称定,用 20%冰醋酸溶液定量稀释制成每 1ml 中各约含 3mg、5mg、0.72mg 与 0.38mg 的溶液。

贮备液(2) 分别取 1,2-二氯乙烷、苯、三氯甲烷、甲苯、乙醚与乙酸乙酯,精密称定,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中各约含 50 μ g、20 μ g、0.6mg、8.9mg、50mg 与 50mg 的溶液。

对照品溶液 精密量取贮备液(1)10ml 和贮备液(2)1ml,置 100ml 量瓶中,用 20%冰醋酸溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以聚乙二醇(或极性相近)为固定液;起始温度为 40℃,维持 12 分钟,以每分钟 40℃ 的速率升温至 180℃,维持 5 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 230℃;顶空瓶平衡温度为 90℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、丙酮、四氢呋喃、1,4-二氧六环、1,2-二氯乙烷、苯、三氯甲烷、甲苯、乙醚与乙酸乙酯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,加冰醋酸 30ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 40.65mg 的 $C_{24}H_{26}N_2O_4$ 。

【类别】 血管舒张药, β 肾上腺素受体拮抗药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)卡维地洛片 (2)卡维地洛胶囊

卡维地洛片

Kaweidiluo Pian

Carvedilol Tablets

本品含卡维地洛($C_{24}H_{26}N_2O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量，加 0.06mol/L 醋酸溶液使卡维地洛溶解并稀释制成每 1ml 中约含卡维地洛 20 μ g 的溶液，滤过，取滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 285nm、319nm、331nm 的波长处有最大吸收，在 331nm 与 285nm 波长处的吸光度比值应为 0.40~0.44。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于卡维地洛 12.5mg)，置 25ml 量瓶中，加流动相适量，超声使卡维地洛溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见卡维地洛有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，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的主峰面积(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片，置 50ml 量瓶(6.25mg 规格)或 100ml 量瓶(10mg 规格、12.5mg 规格)或 200ml 量瓶(20mg 规格)中，加流动相适量，超声使卡维地洛溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液，照含量测定项下方法测定含量，应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作，经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含卡维地洛 5 μ g 的溶液。

对照品溶液 精密称取卡维地洛对照品约 10mg，置 100ml 量瓶中，加甲醇 10ml，振摇使溶解，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 100ml 量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 240nm 的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于卡维地洛 10mg)，置 100ml 量瓶中，加流动相适量，超声使卡维地洛溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取卡维地洛对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同卡维地洛。

【规格】 (1)6.25mg (2)10mg (3)12.5mg (4)20mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

卡维地洛胶囊

Kaweidiluo Jiaonang

Carvedilol Capsules

本品含卡维地洛($C_{24}H_{26}N_2O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量，加 0.06mol/L 醋酸溶液使卡维地洛溶解并制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液，滤过，取滤液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 285nm、319nm 与 331nm 的波长处有最大吸收，在 331nm 与 285nm 波长处的吸光度比值应为 0.40~0.44。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于卡维地洛 12.5mg)，置 25ml 量瓶中，加流动相适量，超声使卡维地洛溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见卡维地洛有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，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的主峰面积(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 粒，将内容物倾入 100ml 量瓶中，囊壳用流动相洗净，洗液并入量瓶中，加流动相约 80ml，超声使卡维地洛溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液，照含量测定项下方法测定含量，应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作，经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml, 滤过, 精密量取续滤液适量, 用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含卡维地洛 5 μ g 的溶液。

对照品溶液 取卡维地洛对照品约 10mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加甲醇 10ml, 振摇使溶解, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀, 精密量取适量, 用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液, 摇匀。

空白溶液 取空心胶囊, 照供试品溶液制备方法制备。

测定法 取供试品溶液、对照品溶液与空白溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 240nm 的波长处分别测定吸光度, 计算出每粒的溶出量。

限度 标示量的 70%, 应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 粒, 精密称定, 计算平均装量, 取内容物混匀, 精密称取适量(约相当于卡维地洛 10mg), 置 100ml 量瓶中, 加流动相适量, 超声使卡维地洛溶解, 并用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取卡维地洛对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同卡维地洛。

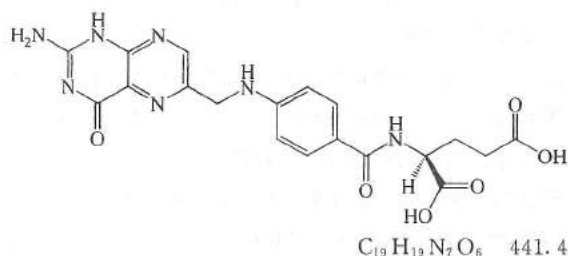
【规格】 10mg

【贮藏】 密封, 干燥处保存。

叶 酸

Yesuan

Folic Acid



本品为 *N*-[4-[(2-氨基-4-氧代-1,4-二氢-6-蝶啶)甲氨基]苯甲酰基]-L-谷氨酸。按无水物计算, 含 $C_{19}H_{19}N_7O_6$ 应为 95.0%~102.0%。

【性状】 本品为黄色至橙黄色结晶性粉末; 无臭。

本品在水、乙醇、丙酮、三氯甲烷或乙醚中不溶; 在氢氧化钠试液或 10% 碳酸钠溶液中易溶。

比旋度 取本品, 精密称定, 加 0.1mol/L 的氢氧化钠溶

液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液, 依法测定(通则 0621), 比旋度为 +18°至 +22°。

【鉴别】 (1) 取本品约 0.2mg, 加 0.4% 氢氧化钠溶液 10ml, 振摇使溶解, 加高锰酸钾试液 1 滴, 振摇混匀后, 溶液显蓝绿色; 在紫外光灯下, 显蓝绿色荧光。

(2) 取本品, 加 0.4% 氢氧化钠溶液制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 256nm、283nm 与 365nm \pm 4nm 的波长处有最大吸收, 在 256nm 与 365nm 波长处的吸光度比值应为 2.8~3.0。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 93 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品约 100mg, 置 100ml 量瓶中, 加氨试液约 1ml 使溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液 取蝶酸 10mg, 置 100ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 碳酸钠溶液 5ml 与供试品溶液 10ml, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以磷酸盐缓冲液(pH 5.0)(取磷酸二氢钾 2.0g, 加水约 650ml 溶解, 加 0.5mol/L 四丁基氢氧化铵的甲醇溶液 15ml、1mol/L 磷酸溶液 7ml 与甲醇 270ml, 放冷, 用 1mol/L 磷酸溶液或氨试液调节 pH 值至 5.0, 用水稀释至 1000ml) 为流动相; 检测波长为 280nm; 流速为每分钟 1.2ml; 进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 蝶酸峰与叶酸峰之间的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液的色谱图中, 蝶酸与其他单个杂质峰面积均不得大于对照溶液主峰面积的 0.6 倍(0.6%), 除蝶酸峰外各杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%), 小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品约 0.1g, 精密称定, 加三氯甲烷-无水甲醇(4:1)5ml, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 含水量不得过 8.5%。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品约 10mg, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加 0.5% 氨溶液约 30ml 溶解后, 用水稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取叶酸对照品约 10mg, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加 0.5% 氨溶液约 30ml 溶解后, 用水稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关

物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 维生素类药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 叶酸片

叶 酸 片

Yesuan Pian

Folic Acid Tablets

本品含叶酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为黄色或橙黄色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于叶酸 0.4mg),加 0.4%氢氧化钠溶液 20ml,振摇使叶酸溶解,滤过;取滤液 10ml,照叶酸项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取上述剩余的滤液,加等量的 0.4%氢氧化钠溶液稀释后,照叶酸项下的鉴别(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于叶酸 10mg),置具塞试管中,加入 0.5%氨溶液 10ml,置热水浴中加热 20 分钟,时时振摇使叶酸溶解,离心(每分钟 4000 转)15 分钟,取上清液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见叶酸有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中,蝶酸峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.6 倍(0.6%),单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.0%,除蝶酸峰外各杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

含量均匀度 5mg 规格 取本品 1 片,照含量测定项下的方法,自“置 25ml 量瓶中”起,依法测定,计算含量,应符合规定(通则 0941)。

0.4mg 规格 取本品 1 片,置 10ml 量瓶中,加 0.5%氨溶液约 5ml,置热水浴中加热 20 分钟,时时振摇使叶酸溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取叶酸对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.5%氨溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照叶酸含量测定项下色谱条件,精密量取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,

分别注入液相色谱仪,依法测定,计算含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 5mg 规格 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取叶酸对照品,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 6 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 281nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

0.4mg 规格 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)100ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取叶酸对照品,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 281nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 5mg 规格 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于叶酸 5mg),置 25ml 量瓶中,加 0.5%氨溶液约 15ml,置热水浴中加热 20 分钟,时时振摇使叶酸溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见叶酸含量测定项下。

0.4mg 规格 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 50 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于叶酸 4mg),置 100ml 量瓶中,加 0.5%氨溶液约 15ml,置热水浴中加热 20 分钟,时时振摇使叶酸溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取叶酸对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.5%氨溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见叶酸含量测定项下。

【类别】 同叶酸。

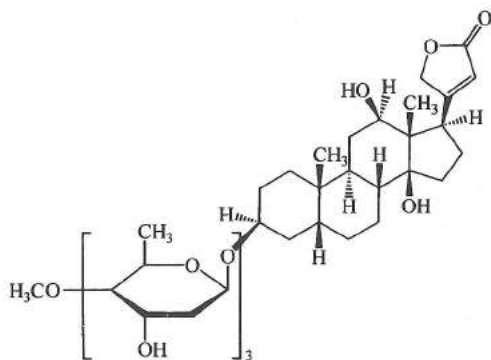
【规格】 (1)0.4mg (2)5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲地高辛

Jiadigaoxin

Metildigoxin

 $C_{42}H_{66}O_{14}$ 794.98

本品为 3β -[[O -2,6-二脱氧-4- O -甲基- β -D-核-己吡喃糖基-(1 \rightarrow 4)- O -2,6-二脱氧- β -D-核-己吡喃糖基-(1 \rightarrow 4)-2,6-二脱氧- β -D-核-己吡喃糖基]氧代]-12 β ,14-二羟基-5 β ,14 β -心甾-20(22)烯内酯。按干燥品计算,含 $C_{42}H_{66}O_{14}$ 不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中略溶,在甲醇、乙醇中极微溶解,在水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 1mg,置小试管中,加含三氯化铁的冰醋酸溶液(取冰醋酸 10ml,加三氯化铁试液 1 滴制成)1ml 溶解后,沿管壁缓缓加硫酸 1ml,使成两液层,交界处显紫色;放置后,冰醋酸层显蓝色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 728 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加溶剂[乙腈-水(34:66)]溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含 12.5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(34:66)为流动相;检测波长为 218nm;进样体积 20 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(5.0%)。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,减压干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

内标溶液 取洋地黄毒苷对照品适量,精密称定,加流动

相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液,摇匀。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含甲地高辛 0.1mg 的溶液,精密量取 2ml 与内标溶液 2ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲地高辛对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含甲地高辛 0.1mg 的溶液,精密量取 2ml 与内标溶液 2ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见有关物质项下。以乙腈-水(40:60)为流动相。

系统适用性要求 理论板数按甲地高辛峰计算不低于 1000,甲地高辛峰与内标物质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

【类别】 强心药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 甲地高辛片

甲地高辛片

Jiadigaoxin Pian

Metildigoxin Tablets

本品含甲地高辛($C_{42}H_{66}O_{14}$)应为标示量的 85.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于甲地高辛 1mg),加乙醇-三氯甲烷(1:1)5ml,强力振摇数分钟,使甲地高辛溶解,离心,取上清液于水浴上 60~70℃ 蒸干,残渣照甲地高辛鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 5ml 量瓶中,照含量测定项下的方法,自“精密加内标溶液 1ml”起,依法测定,并计算每片的含量,含量均匀度的限度为 $\pm 20\%$,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 100ml 为溶出介质,转速为每分钟 60 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液经滤膜(孔径小于 0.45 μ m)滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲地高辛对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 1 μ g 的溶液。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml, 分别置 10ml 量瓶中, 各加 0.1% 抗坏血酸的甲醇溶液 3.0ml 与 0.009mol/L 过氧化氢溶液 0.2ml, 摇匀, 用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 在 30℃ 下放置 90 分钟, 取出, 放至室温, 照荧光分析法(通则 0405), 在激发波长 356nm 与发射波长 485nm 处分别测定荧光强度, 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 65%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于甲地高辛 0.1mg), 置 5ml 量瓶中, 精密加内标溶液 1ml, 加流动相适量, 超声使甲地高辛溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

内标溶液、对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲地高辛含量测定项下。

【类别】 同甲地高辛。

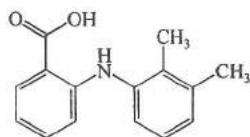
【规格】 0.1mg

【贮藏】 密封保存。

甲 芬 那 酸

Jiafennasuan

Mefenamic Acid



$C_{15}H_{15}NO_2$ 241.29

本品为 N-2,3-二甲基苯基邻氨基苯甲酸。按干燥品计算, 含 $C_{15}H_{15}NO_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色微细结晶性粉末; 无臭。

本品在乙醚中略溶, 在乙醇或三氯甲烷中微溶, 在水中不溶。

【鉴别】 (1) 取本品约 25mg, 加三氯甲烷 15ml 溶解后, 置紫外光灯(254nm)下检视, 显绿色荧光。

(2) 取本品约 5mg, 加硫酸 2ml 使溶解, 加 0.5% 重铬酸钾溶液 0.05ml, 即显深蓝色, 随即变为棕绿色。

(3) 取本品, 加 1mol/L 盐酸溶液-甲醇(1:99)混合液溶解并稀释制成每 1ml 中含 20μg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 279nm 与 350nm 的波长处有最大吸收, 其吸光度分别为 0.69~0.74 与 0.56~0.60。

(4) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 730 图)一致。

【检查】 铜 取本品 1.0g, 置石英坩埚中, 加硫酸湿润, 炽灼俟灰化完全后, 残渣用 0.1mol/L 硝酸溶液溶解并定量转移至 25ml 量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液; 精

密量取标准铜溶液(精密称取硫酸铜 0.393g, 置 1000ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 硝酸溶液溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 10ml, 置 100ml 量瓶中, 用 0.1mol/L 硝酸溶液稀释至刻度, 摇匀), 1.0ml, 置 25ml 量瓶中, 用 0.1mol/L 硝酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。取上述两种溶液, 照原子吸收分光光度法(通则 0406), 在 324.8nm 的波长处分别测定。供试品溶液的吸光度不得大于对照品溶液的吸光度(0.001%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂; 以 0.05mol/L 磷酸二氢铵溶液(用氨试液调节 pH 值至 5.0)-乙腈-四氢呋喃(40:46:14)为流动相; 检测波长为 254nm; 进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按甲芬那酸峰计算不低于 5000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

2,3-二甲基苯胺 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品溶液 取本品适量, 精密称定, 加二氯甲烷-甲醇(3:1)溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25mg 的溶液。

对照品溶液 取 2,3-二甲基苯胺适量, 精密称定, 加二氯甲烷-甲醇(3:1)溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.5μg 的溶液。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)为固定液的毛细管柱为色谱柱; 对照品溶液采用恒温 150℃, 供试品溶液采用程序升温, 起始温度为 150℃, 维持至 2,3-二甲基苯胺峰出峰后, 以每分钟 70℃ 的速率升温至 220℃, 维持 20 分钟; 进样口温度为 250℃; 检测器温度为 260℃; 进样体积 1μl。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入气相色谱仪, 记录色谱图。

限度 供试品溶液中如有与 2,3-二甲基苯胺保留时间一致的色谱峰, 其峰面积不得大于对照品溶液主峰面积(0.01%)。

干燥失重 取本品, 在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查(通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.5g, 精密称定, 加微温的无水中性乙醇(对酚磺酞指示液呈中性)100ml, 振摇使溶解, 加酚磺

酞指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 24.13mg 的 $C_{15}H_{15}NO_2$ 。

【类别】解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】密封,在干燥处保存。

【制剂】(1)甲芬那酸片 (2)甲芬那酸胶囊

甲芬那酸片

Jiafennasuan Pian

Mefenamic Acid Tablets

本品含甲芬那酸($C_{15}H_{15}NO_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】本品为白色或类白色片。

【鉴别】(1)取本品的细粉适量(约相当于甲芬那酸 25mg),加三氯甲烷 15ml,振摇使甲芬那酸溶解,溶液照甲芬那酸项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的细粉适量(约相当于甲芬那酸 20mg),加 1mol/L 盐酸溶液-甲醇(1:99)混合液 100ml,超声使甲芬那酸溶解,滤过,取续滤液适量,用上述混合液稀释制成每 1ml 中含甲芬那酸 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定;在 279nm 与 350nm 的波长处有最大吸收。

【检查】溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以乙醇 40ml,加磷酸盐缓冲液(pH 8.0)至 800ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液 3ml,置 100ml 量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 8.0)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲芬那酸对照品 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 5ml 使溶解,用磷酸盐缓冲液(pH 8.0)稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用磷酸盐缓冲液(pH 8.0)定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 286nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 60%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲芬那酸 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲芬那酸对照品适量,精密称定,加流动

相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢铵溶液(用氨试液调节 pH 值至 5.0)-乙腈-四氢呋喃(40:46:14)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲芬那酸峰计算不低于 5000,拖尾因子应不大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】同甲芬那酸。

【规格】0.25g

【贮藏】密封,在干燥处保存。

甲芬那酸胶囊

Jiafennasuan Jiaonang

Mefenamic Acid Capsules

本品含甲芬那酸($C_{15}H_{15}NO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】(1)取本品内容物适量,照甲芬那酸项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的细粉适量(约相当于甲芬那酸 20mg),加 1mol/L 盐酸溶液-甲醇(1:99)混合液 100ml,超声使甲芬那酸溶解,滤过,取续滤液适量,用上述混合液稀释制成每 1ml 中含甲芬那酸 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定;在 279nm 与 350nm 的波长处有最大吸收。

【检查】溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以乙醇 40ml,加磷酸盐缓冲液(pH 8.0)至 800ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液 3ml,置 100ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲芬那酸对照品 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 5ml 使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 286nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,研细,精密称取适量(约相当于甲芬那酸 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲芬那酸对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢铵溶液(用氨试液调节 pH 值至 5.0)-乙腈-四氢呋喃(40:46:14)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲芬那酸峰计算不低于 5000,拖尾因子应不大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甲芬那酸。

【规格】 0.25g

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

甲状腺粉

Jiazhuangxian Fen

Powdered Thyroid

本品系取猪、牛、羊等食用动物的甲状腺体,除去结缔组织与脂肪,绞碎、脱水、脱脂,在 60℃ 以下的温度干燥,研细制成,必要时(如左甲状腺素与碘塞罗宁含量较高)可加乳糖、蔗糖、氯化钠或淀粉均匀稀释。按干燥品计算,每 1g 含左甲状腺素($C_{15}H_{11}I_4NO_4$, T_4)与碘塞罗宁($C_{15}H_{12}I_3NO_4$, T_3)应分别为 0.52~0.64mg 和 0.13~0.15mg。

【制法要求】 本品应自检疫合格的猪、牛、羊等食用动物的甲状腺体制成,所用动物的种属应明确,生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》的要求。本品为动物来源,工艺中应有病毒的安全性控制。

【性状】 本品为淡黄色至淡棕色粉末;微有特臭。

【鉴别】 (1)取本品约 0.5g,加水 20ml,振摇后滤过,取滤渣,加氢氧化钠试液 5ml,煮沸 5 分钟,放冷,加稀硫酸适量使 pH 值约为 4.0,即析出沉淀;滤过,分取沉淀约 1/5,加稀乙醇 2ml 与盐酸 1 滴,振摇使溶解,加 10%亚硝酸钠溶液 2 滴,煮沸,黄色加深;放冷,加过量的浓氨溶液,黄色即变成橙红色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液中相应两个主峰的保留时间一致。

【检查】 **无机碘化物** 取本品 1.0g,置干燥试管中,加硫酸锌的饱和溶液 10ml,振摇 5 分钟,滤过;分取滤液 5ml,依次加淀粉指示液 0.5ml、10%亚硝酸钠溶液 4 滴与稀硫酸 4 滴,每次加入后,均随即摇匀,溶液不得显蓝色。

脂肪 取本品 1.0g,置具塞锥形瓶中,加石油醚(沸程 40~60℃)20ml,密塞,时时旋动,放置 2 小时后,滤过,滤渣再以石油醚洗涤 2 次,每次 10ml,滤过,合并滤液,置 105℃恒重的蒸发皿中,挥发至干,在 105℃干燥 1 小时,精密称定。遗留残渣不得过 3.0%。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 6.0%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品适量(约相当于左甲状腺素 38 μ g),精密称定,置预先充有氮气的带螺帽试管中,尽量减少在空气中暴露的时间,精密加入蛋白水解酶溶液[称取氯化钠 6.435g、三羟甲基氨基甲烷 4.846g 和他巴唑 5.708g,置 1000ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,必要时用 6mol/L 盐酸溶液或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 8.4 \pm 0.05,作为还原性缓冲溶液。临用前,取链霉蛋白酶(P5147)适量,加还原性缓冲溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含链霉蛋白酶 1mg 的溶液]5ml。缓缓通入氮气流 5 分钟,盖上螺帽,摇匀,置带盖的水浴中,于 37℃ \pm 1℃水解 28 小时,期间不时检查混合物分散情况,必要时摇匀。精密加入 1%磷酸乙腈溶液 2ml,振荡,以每分钟 2000 转离心 5 分钟。取上清液滤过,取续滤液。

对照品溶液 取左甲状腺素对照品 38mg 和碘塞罗宁对照品 9mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水-乙腈-浓氨溶液(500:500:1)混合溶液 50ml,涡旋使溶解,用 50%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 250ml 量瓶中,用还原性缓冲溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置带螺帽试管中,精密加入 1%磷酸乙腈溶液 2ml,振荡。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-乙腈-磷酸(650:350:5)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按左甲状腺素峰计算不低于 3000,左甲状腺素峰、碘塞罗宁峰与相邻峰的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 甲状腺激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 甲状腺片

甲状腺片

Jiazhuangxian Pian

Thyroid Tablets

本品按甲状腺粉的标示量计算,每 1mg 中含左甲状腺素

($C_{15}H_{11}I_4NO_4$, T_4) 与碘塞罗宁($C_{15}H_{12}I_3NO_4$, T_3) 应分别为 0.52~0.64 μ g 和 0.13~0.15 μ g。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显淡黄色至淡棕色。

【鉴别】 (1)取本品适量,除去包衣后,研细,称取适量(约相当于甲状腺粉 0.2g),加水 20ml,振摇,置离心管中,每分钟 3000 转,离心 3~5 分钟,弃去上清液,加氢氧化钠试液 5ml,在水浴中加热 10 分钟,放冷,加稀硫酸适量使溶液析出沉淀(pH 值约为 4);以每分钟 3500 转,离心 10 分钟,分取沉淀约 1/3,加稀乙醇 2ml 与盐酸 1 滴,摇匀,加 10%亚硝酸钠溶液 2~3 滴,煮沸,黄色加深;放冷,加过量的浓氨溶液,黄色即变成橙红色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液中相应两个主峰的保留时间一致。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,研细,照甲状腺粉含量测定项下的方法,自“置预先充有氮气的带螺帽试管中”起,依法测定左甲状腺素和碘塞罗宁含量,除限度为 $\pm 20\%$ 外,应符合规定(通则 0941)。

微生物限度 取本品,照非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法(通则 1105)和控制菌检查法(通则 1106)检查。1g 供试品中需氧菌总数不得过 10^4 cfu,霉菌和酵母菌总数不得过 10^3 cfu,不得检出大肠埃希菌。10g 供试品中不得检出沙门菌。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲状腺粉 65mg,约含左甲状腺素 38 μ g),置预先充有氮气的带螺帽试管中,尽量减少在空气中暴露的时间,精密加入蛋白水解酶溶液[称取氯化钠 6.435g、三羟甲基氨基甲烷 4.846g 和他巴唑 5.708g,置 1000ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,必要时用 6mol/L 盐酸溶液或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 8.4 ± 0.05 ,作为还原性缓冲溶液。临用前,取链霉蛋白酶(P5147)适量,加还原性缓冲溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含链霉蛋白酶 1mg 的溶液]5ml。缓缓通入氮气流 5 分钟,盖上螺帽,摇匀,置带盖的水浴中,于 $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 水解 28 小时,期间不时检查混合物分散情况,必要时摇匀。精密加入 1%磷酸乙腈溶液 2ml,振荡,以每分钟 2000 转离心 5 分钟。取上清液滤过,取续滤液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲状腺粉含量测定项下。

【类别】 同甲状腺粉。

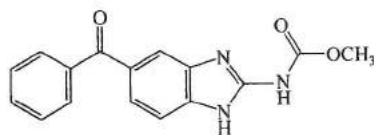
【规格】 (1)10mg (2)40mg (3)60mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲苯咪唑

Jiabenzimiao

Mebendazole



$C_{16}H_{13}N_3O_3$ 295.30

本品为 5-苯甲酰基-2-苯并咪唑氨基甲酸甲酯。按干燥品计算,含 $C_{16}H_{13}N_3O_3$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色、类白色或微黄色结晶性粉末;无臭。

本品在丙酮或三氯甲烷中极微溶解,在水中不溶;在甲酸中易溶,在冰醋酸中略溶。

吸收系数 取本品约 50mg,精密称定,加甲酸 5ml 使溶解,用异丙醇定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 312nm 的波长处测定吸光度,按干燥品计算吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)为 485~505。

【鉴别】 (1)取吸收系数测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 312nm 的波长处有最大吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 101 图)一致。

【检查】 A 晶型 取本品与含 A 晶型为 10%的甲苯咪唑对照品各约 25mg,分别加液体石蜡 0.3ml,研磨均匀,制成厚度约 0.15mm 的石蜡糊片,同时制作厚度相同的空白液体石蜡糊片作参比,照红外分光光度法(通则 0402)测定,并调节供试品与对照品在 803cm^{-1} 波数处的透光率为 90%~95%,分别记录 $620 \sim 803\text{cm}^{-1}$ 波数处的红外光吸收图谱。在约 620cm^{-1} 和 803cm^{-1} 波数处的最小吸收峰间连接一基线,再在约 640cm^{-1} 和 662cm^{-1} 波数处的最大吸收峰之顶处作垂线与基线相交,用基线吸光度法求出相应吸收峰的吸光度值,供试品在约 640cm^{-1} 与 662cm^{-1} 波数处吸光度之比,不得大于含 A 晶型为 10%的甲苯咪唑对照品在该波数处的吸光度之比。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 50mg,置 10ml 量瓶中,加甲酸 2ml 溶解后,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

对照溶液(1) 精密量取供试品溶液适量,用丙酮定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

对照溶液(2) 精密量取供试品溶液适量,用丙酮定量稀释制成每 1ml 中约含 12.5 μ g 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-甲酸(90:5:5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液、对照溶液(1)与对照溶液(2)各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯

(254nm)下检视。

系统适用性要求 对照溶液(2)应显一个明显斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液(1)的主斑点比较,不得更深。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.25g,精密称定,加甲酸 8ml 溶解后,加冰醋酸 40ml 与醋酐 5ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 29.58mg 的 $C_{16}H_{13}N_3O_3$ 。

【类别】 驱肠虫药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)甲苯咪唑片 (2)复方甲苯咪唑片

甲苯咪唑片

Jiabenmizuo Pian

Mebendazole Tablets

本品含甲苯咪唑($C_{16}H_{13}N_3O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或着色片。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于甲苯咪唑 20mg),加甲酸 2ml,振摇使甲苯咪唑溶解,加丙酮 18ml,摇匀,滤过,取滤液。

对照品溶液 取甲苯咪唑对照品 20mg,加甲酸 2ml 使溶解,加丙酮 18ml,摇匀。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-甲酸(90:5:5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 312nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 1%十二烷基硫酸钠的 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 120 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液(0.1g 规格);或精密量取续滤液 5ml,置 10ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀(0.2g 规格)。

对照品溶液 取甲苯咪唑对照品 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲酸 10ml 使溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用氨基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.15%十二烷基硫酸钠溶液(取十二烷基硫酸钠 3.0g 和氢氧化钠 8g,加水溶解并稀释至 2000ml,加磷酸 20ml,并调节 pH 值至 2.5)(30:70)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,照高效液相色谱法(通则 0512),分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲苯咪唑 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲酸 5ml,置 60℃热水浴中,加热 15 分钟使甲苯咪唑溶解,放冷,用异丙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 100ml 量瓶中,用异丙醇稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 312nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{16}H_{13}N_3O_3$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 495 计算。

【类别】 同甲苯咪唑。

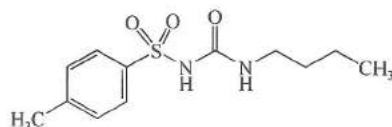
【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 密封保存。

甲苯磺丁脲

Jiaben Huangdingniao

Tolbutamide



$C_{12}H_{18}N_2O_3S$ 270.35

本品为 1-丁基-3-(对甲基苯磺酰基)脲素。按干燥品计算,含 $C_{12}H_{18}N_2O_3S$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在丙酮或三氯甲烷中易溶,在乙醇中溶解,在水中几乎不溶;在氢氧化钠试液中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 126~130℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则

0401),在 229nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 475~500。

【鉴别】 (1)取本品约 0.3g,加硫酸溶液(1→3)12ml,加热回流 30 分钟,放冷,即析出白色沉淀,滤过,沉淀用少量水重结晶后,依法测定(通则 0612),熔点约为 138℃。

(2)取上述滤液,加 20%氢氧化钠溶液使成碱性后,加热,即发生正丁胺的特臭。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 102 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 50ml,加热至沸,置冰浴中冷却至 5℃以下,滤过;滤液加酚酞指示液数滴与氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)0.20ml,应显红色。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

磷酸二氢铵溶液 取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5±0.05。

供试品溶液 取本品约 37.5mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲醇 15ml,振摇使溶解,用磷酸二氢铵溶液稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液-甲醇(375:625)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按甲苯磺丁脲峰计算不低于 4000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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(1.0%)。

碱中不溶物 取本品 1.0g,加氢氧化钠试液 5.0ml,应完全溶解。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥 3 小时,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第三法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品 0.5g,精密称定,加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)20ml 溶解后,加酚酞指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 27.04mg 的 $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$ 。

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 甲苯磺丁脲片

甲苯磺丁脲片

Jiaběn Huangdīngniào Piàn

Tolbutamide Tablets

本品含甲苯磺丁脲($\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于甲苯磺丁脲 0.5g),加丙酮 8ml,振摇使甲苯磺丁脲溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干;取残渣 0.2g,加硫酸溶液(1→3)12ml,加热回流 30 分钟,放冷,即析出白色沉淀,滤过,滤液加 20%氢氧化钠溶液使成碱性后,加热,即发生正丁胺的特臭。

(2)上述残渣的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 102 图)一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml 滤过,精密量取续滤液 2ml,置 100ml 量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 227nm 的波长处测定吸光度,按 $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$ 的吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 429 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲苯磺丁脲 0.5g),加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)25ml,微热使甲苯磺丁脲溶解,放冷,加酚酞指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 27.04mg 的 $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$ 。

【类别】 同甲苯磺丁脲。

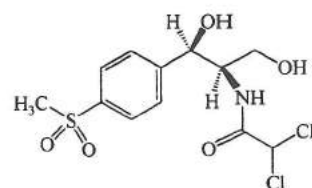
【规格】 0.5g

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲磺霉素

Jiǎfēngméisù

Thiamphenicol



$\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{Cl}_2\text{NO}_5\text{S}$ 356.23

本品为 $[R-(R^+, R^+)]N-[1-(\text{羟基甲基})-2\text{-羟基}-2-[4-(\text{甲基磺酰基})\text{苯基}]\text{乙基}]-2,2\text{-二氯乙酰胺}$ 。按干燥品计算,含 $C_{12}H_{15}Cl_2NO_5S$ 不得少于98.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在 N,N -二甲基甲酰胺中易溶,在无水乙醇中略溶,在水中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 $163\sim 167^\circ\text{C}$ 。

比旋度 取本品,精密称定,加 N,N -二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每1ml中约含50mg的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -21° 至 -24° 。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解(约 40°C 加热助溶)并定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),分别在266nm和273nm的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)分别为25~28和21.5~23.5;精密量取上述供试品溶液适量,用水定量稀释制成每1ml中约含 $10\mu\text{g}$ 的溶液,在224nm的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为370~400。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含10mg的溶液。

对照品溶液 取甲砒霉素对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含10mg的溶液。

色谱条件 采用硅胶GF₂₅₄薄层板,以乙酸乙酯-甲醇(97:3)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各5 μl ,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 594图)一致。

(4)取0.1%的本品溶液5ml,加0.1mol/L硝酸银溶液2ml,不得有沉淀生成。取本品50mg,加乙醇制氢氧化钾试液2ml使溶解,防止乙醇挥散,在水浴中加热15分钟,溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 酸碱度 取本品0.10g,加水20ml溶解后,加溴麝香草酚蓝指示液0.1ml;如显蓝色,加盐酸滴定液(0.02mol/L)0.10ml,应变为黄色;如显黄色,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.10ml,应变为蓝色。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含1mg的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甲砒霉素25mg,置25ml量瓶中,加

1mol/L氢氧化钠溶液2ml使溶解,室温放置10分钟,加1mol/L盐酸溶液2ml,用流动相稀释至刻度,摇匀,取5ml,置50ml量瓶中,加入甲砒霉素对照品5mg,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-乙腈(4:1)为流动相;检测波长为225nm;进样体积 $10\mu\text{l}$ 。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,甲砒霉素碱性降解物峰与甲砒霉素峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3.5倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%);各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

氯化物 取本品0.5g,加水30ml,振摇5分钟,滤过,取滤液15ml,加稀硝酸1.5ml,并立即加入0.1mol/L硝酸银溶液1ml,在暗处放置2分钟,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液5.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

干燥失重 取本品,在 105°C 干燥至恒重,减失重量不得过1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约0.1g,精密称定,置100ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置50ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲砒霉素对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 酰胺醇类抗生素。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)甲砒霉素肠溶片 (2)甲砒霉素胶囊

甲砒霉素肠溶片

Jiafengmeisu Changrongpian

Thiamphenicol Enteric-coated Tablets

本品含甲砒霉素($C_{12}H_{15}Cl_2NO_5S$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为肠溶片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉,加甲醇制成每 1ml 中含甲砒霉素 10mg 的溶液,滤过,滤液照甲砒霉素项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的细粉适量(约相当于甲砒霉素 50mg),加乙醇制氢氧化钾试液 2ml 使甲砒霉素溶解,防止乙醇挥散,在水浴中加热 15 分钟,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含甲砒霉素 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲砒霉素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%);各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲砒霉素 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使甲砒霉素溶解并用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲砒霉素含量测定项下。

【类别】 同甲砒霉素。

【规格】 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

甲砒霉素胶囊

Jiafengmeisu Jiaonang

Thiamphenicol Capsules

本品含甲砒霉素($C_{12}H_{15}Cl_2NO_5S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)取本品的内容物,加甲醇制成每 1ml 中含甲砒霉素 10mg 的溶液,滤过,滤液照甲砒霉素项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的内容物适量(约相当于甲砒霉素 50mg),加乙醇制氢氧化钾试液 2ml 使甲砒霉素溶解,防止乙醇挥散,在水浴中加热 15 分钟,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的内容物适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含甲砒霉素 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲砒霉素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%);各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%)。

干燥失重 取本品的内容物,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%(通则 0831)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质(规格 0.125g,溶出介质量为 600ml),转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲砒霉素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.28mg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 266nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于甲砒霉素 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲砒霉素含量测定项下。

【类别】 同甲砒霉素。

【规格】 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

波长范围内的吸收光谱应与对照品溶液基本一致,在 266nm、342nm 与 522nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品适量,除去包衣后,研细,精密称取适量(约相当于甲钴胺 5mg),精密加入流动相 10ml,超声使甲钴胺溶解,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲钴胺有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每片含量计算,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。避光操作。

溶出条件 以水 500ml(薄膜衣片)或 900ml(糖衣片)为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作。经 30 分钟(薄膜衣片)或 45 分钟(糖衣片)时取样。

供试品溶液 取溶液 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲钴胺对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g(薄膜衣片)或 0.5 μ g(糖衣片)的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 100 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%(薄膜衣片)或 70%(糖衣片),应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 10 片,必要时可除去包衣,分别置 10ml 量瓶中,加流动相适量,超声使甲钴胺溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见甲钴胺含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算每片的含量,并计算 10 片的平均含量。

【类别】 同甲钴胺。

【规格】 0.5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

备注:避光要求不大于 5lx。

甲钴胺注射液

Jiagu'an Zhushēyē

Mecobalamin Injection

本品为甲钴胺的灭菌水溶液。含甲钴胺($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为红色澄明液体;见光易分解。

【鉴别】 (1)避光操作。取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含甲钴胺 50 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定;另取甲钴胺对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含甲钴胺 50 μ g 的溶液,同法测定。供试品溶液在 220~550nm 的波长范围内的吸收光谱应与对照品溶液基本一致,在 266nm、342nm 与 522nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 5.3~7.3(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品,即得。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甲钴胺对照品约 5mg,加 1mol/L 盐酸溶液 5.0ml,避光放置 1 小时,立即加入 1mol/L 氢氧化钠溶液 5.0ml,摇匀,自然光下放置 5~10 分钟。

色谱条件 见甲钴胺有关物质项下。进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,甲钴胺峰的保留时间约为 13 分钟,羟钴胺峰的相对保留时间约为 0.25,甲钴胺峰与相对保留时间约为 1.16 的杂质峰之间的分离度应不小于 3.0。

测定法 见甲钴胺有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中除甘露醇峰外,如有杂质峰,羟钴胺峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 甲钴胺中含内毒素的量应小于 140EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含甲钴胺 50 μ g 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲钴胺含量测定项下。

【类别】 同甲钴胺。

【规格】 1ml : 0.5mg

【贮藏】 遮光, 密闭保存。

备注: 避光要求不大于 5lx。

甲钴胺胶囊

Jiagu'an Jiaonang

Mecobalamin Capsules

本品含甲钴胺($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为类白色至粉红色的颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)避光操作。取本品内容物适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含甲钴胺 50 μ g 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定;另取甲钴胺对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液,同法测定。供试品溶液在 220~550nm 的波长范围内的吸收光谱应与对照品溶液基本一致,在 266nm、342nm 与 522nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于甲钴胺 5mg),精密加流动相 10ml,超声使甲钴胺溶解,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲钴胺有关物质项下。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%)。

含量均匀度 避光操作。取本品 1 粒,将内容物倾入 10ml 量瓶中,囊壳用流动相分次洗涤,洗液并入同一量瓶中,加流动相适量,超声使甲钴胺溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。避光操作。

溶出条件 以水 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲钴胺对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 100 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各种规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 25 粒,精密称定,倾出内容物,称取空囊壳,计算平均装量。取内容物,研细,精密称取适量(约相当于甲钴胺 5mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使甲钴胺溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲钴胺含量测定项下。

【类别】 同甲钴胺。

【规格】 0.5mg

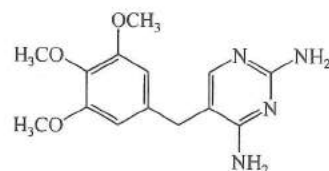
【贮藏】 遮光,密封保存。

备注: 避光要求不大于 5lx。

甲氧苄啶

Jiayang Bianding

Trimethoprim



$C_{14}H_{18}N_4O_3$ 290.32

本品为 5-[(3,4,5-三甲氧基苯基)甲基]-2,4-嘧啶二胺。按干燥品计算,含 $C_{14}H_{18}N_4O_3$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇或丙酮中微溶,在水中几乎不溶;在冰醋酸中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 199~203℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加稀醋酸溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 100 μ g 的溶液,再加水定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 271nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 198~210。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加稀硫酸 2ml 溶解后,加碘试液 2 滴,即生成棕褐色沉淀。

(2)取本品 20mg,精密称定,加乙醇 5ml 溶解,再加 0.4%氢氧化钠溶液制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 287nm 的波长处有最大吸收,其吸光度约为 0.49。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 103

图)一致。

【检查】 碱度 取本品 0.50g,加水 50ml,振摇,滤过。取滤液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.5~8.5。

酸性溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加醋酸 25ml 溶解,溶液应澄清无色;如显色,与黄色 0.5 号标准比色液比较(通则 0901 第一法),不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取甲氧苄啶对照品和二甲氧苄啶对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含甲氧苄啶 2 μ g 和二甲氧苄啶 1 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-三乙胺(200:799:1)(用氢氧化钠试液或冰醋酸调节 pH 值至 6.4)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按甲氧苄啶峰计算不低于 5000,甲氧苄啶峰与二甲氧苄啶峰之间的分离度应大于 2.5。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(0.4%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 20ml,温热使溶解,放冷,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 29.03mg 的 $C_{14}H_{18}N_4O_3$ 。

【类别】 抗菌药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)甲氧苄啶片 (2)甲氧苄啶注射液

甲氧苄啶片

Jiayang Bianding Pian

Trimethoprim Tablets

本品含甲氧苄啶($C_{14}H_{18}N_4O_3$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于甲氧苄啶 0.1g),加乙醇 10ml,振摇,滤过,蒸去乙醇,残渣在 105℃干燥后,依法测定(通则 0612),熔点为 198~203℃;剩余的残渣照甲氧苄啶项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.01mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 10ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲氧苄啶对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至刻度(必要时超声处理),摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 271nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲氧苄啶 50mg),置 250ml 量瓶中,加稀醋酸约 150ml,充分振摇使甲氧苄啶溶解,用稀醋酸稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 100ml 量瓶中,加稀醋酸 10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲氧苄啶对照品适量,精密称定,加稀醋酸溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 271nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同甲氧苄啶。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲氧苄啶注射液

Jiayang Bianding Zhusheye

Trimethoprim Injection

本品为甲氧苄啶的灭菌水溶液。含甲氧苄啶($C_{14}H_{18}N_4O_3$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1~2 滴,加硝酸溶液(1→2)1ml,即显红色,渐变为棕黄色。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通

则 0401) 测定, 在 271nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 pH 值 应为 3.5~5.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 1ml, 置 50ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含甲氧氯普胺 2μg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲氧氯普胺有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%), 小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

细菌内毒素 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1mg 甲氧氯普胺中含内毒素的量应小于 3.0 EU。

其他 应符合注射剂项下有关各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品 1ml, 置 25ml 量瓶中, 用稀醋酸稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用稀醋酸稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取甲氧氯普胺对照品适量, 精密称定, 加稀醋酸溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 在 271nm 的波长处分别测定吸光度, 计算。

【类别】 同甲氧氯普胺。

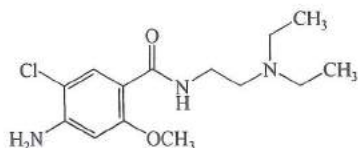
【规格】 2ml : 0.1g

【贮藏】 遮光, 密闭保存。

甲氧氯普胺

Jiayang Lüpu'an

Metoclopramide



$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ 299.80

本品为 N-[(2-二乙氨基)乙基]-4-氨基-2-甲氧基-5-氯-苯甲酰胺。按干燥品计算, 含 $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末; 无臭。

本品在三氯甲烷中溶解, 在乙醇或丙酮中略溶, 在乙醚中极微溶解, 在水中几乎不溶; 在酸性溶液中溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 147~151℃。

【鉴别】 (1) 取本品约 5mg, 置试管中, 加硫酸 1ml, 小火加热至溶液显紫黑色, 取出数滴加入 5ml 的水中, 摇匀, 即显绿色荧光; 碱化后荧光消失。

(2) 取本品 15mg, 加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至 50ml, 摇匀, 取 2ml, 用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至 50ml, 摇匀, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 308nm 的波长处有最大吸收, 在 290nm 的波长处有最小吸收。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 107 图)一致。

【检查】 酸性溶液的澄清度 取本品 0.20g, 加盐酸溶液(9→100)1.5ml 使溶解, 加水至 20ml, 溶液应澄清。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 25mg, 置 100ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml 使溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 200ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂; 以 0.02mol/L 磷酸溶液(用三乙胺调节 pH 值至 4.0)-乙腈(81 : 19)为流动相; 检测波长为 275nm; 进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按甲氧氯普胺峰计算不低于 4000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

干燥失重 取本品, 在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.25g, 精密称定, 照永停滴定法(通则 0701), 用亚硝酸钠滴定液(0.05mol/L)滴定。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.05mol/L)相当于 14.99mg 的 $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ 。

【类别】 镇吐药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1) 甲氧氯普胺片 (2) 盐酸甲氧氯普胺注射液

甲氧氯普胺片

Jiayang Lüpu'an Pian

Metoclopramide Tablets

本品含甲氧氯普胺($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1) 取本品的细粉适量(约相当于甲氧氯普胺 15mg), 加三氯甲烷 5ml 提取, 滤过, 滤液蒸干后, 残渣照甲氧氯普胺项下的鉴别(1)项试验, 显相同的反应。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的

保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的细粉适量(约相当于甲氧氯普胺 15mg),置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量使甲氧氯普胺溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液 2ml,至 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 308nm 的波长处有最大吸收,在 290nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml,充分振摇使甲氧氯普胺溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 3ml,置 10ml (5mg 规格)或 20ml(10mg 规格)量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)500ml(5mg 规格)或 900ml(10mg 规格)为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲氧氯普胺对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 308nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲氧氯普胺 15mg),置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml,充分振摇使甲氧氯普胺溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲氧氯普胺对照品约 15mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml,振摇使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 磷酸溶液(用三乙胺调节 pH 值至 4.0)-乙腈(81:19)为流动相;检测波长为 275nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲氧氯普胺峰计算不低于 4000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甲氧氯普胺。

【规格】 (1)5mg (2)10mg

【贮藏】 密封保存。

盐酸甲氧氯普胺注射液

Yansuan Jiayang Lǔpǔ'an Zhushēyē

Metoclopramide Dihydrochloride Injection

本品为甲氧氯普胺加盐酸适量制成的灭菌水溶液。含盐酸甲氧氯普胺($C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,蒸干,残渣照甲氧氯普胺项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 309nm 的波长处有最大吸收,在 290nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 pH 值 应为 2.5~4.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 3ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲氧氯普胺有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 甲氧氯普胺中含内毒素的量应小于 10EU。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 2ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲氧氯普胺对照品约 15mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml,振摇使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,结果乘以 1.303。

【类别】 同甲氧氯普胺。

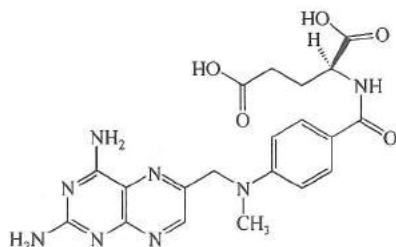
【规格】 (1)1ml:10mg (2)2ml:10mg

【贮藏】 密闭保存。

甲氨蝶呤

Jia'an Dieling

Methotrexate

 $C_{20}H_{22}N_8O_5$ 454.45

本品为 4-氨基-10-甲基叶酸及结构相似物的混合物，主要成分为 L-(+)-N-[4-[(2,4-二氨基-6-蝶啶基)甲基]甲氨基]苯甲酰基]谷氨酸。按无水物计算，含 $C_{20}H_{22}N_8O_5$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为橙黄色结晶性粉末。

本品在水、乙醇、三氯甲烷或乙醚中几乎不溶；在稀碱溶液中易溶，在稀盐酸中溶解。

比旋度 取本品，精密称定，加 0.05mol/L 碳酸钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，用 2dm 的测定管依法测定（通则 0621），比旋度为 +19°至 +24°。

【鉴别】（1）取本品约 5mg，加 0.5% 碳酸铵溶液 1ml 溶解后，用盐酸溶液（9→1000）稀释制成每 1ml 中含 10μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（通则 0401）测定，在 244nm 与 306nm 的波长处有最大吸收，在 234nm 与 262nm 的波长处有最小吸收。

（2）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集 108 图）一致。

【检查】（R）-甲氨蝶呤 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液 取消旋甲氨蝶呤，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液。

色谱条件 用牛血清白蛋白键合硅胶为填充剂；以正丙醇-磷酸盐缓冲液（pH 6.9）（取 0.71% 无水磷酸氢二钠溶液 500ml，加 0.69% 磷酸二氢钠溶液 600ml，摇匀，用 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.9）（8：92）为流动相；检测波长为 302nm；进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，出峰顺序依次为（S）-甲氨蝶呤峰与（R）-甲氨蝶呤峰，其分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液

相色谱仪，记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有（R）-甲氨蝶呤峰，其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍（3.0%）。

有关物质 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 200ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液 分别取甲氨蝶呤与叶酸，用流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-7.0% 枸橼酸溶液-2.0% 无水磷酸氢二钠溶液（8.5：10：80）（用 7.0% 枸橼酸溶液或 2.0% 无水磷酸氢二钠溶液调节 pH 值至 6.0）为流动相；检测波长为 302nm；系统适用性溶液进样体积 10μl，其他溶液进样体积 50μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，理论板数按甲氨蝶呤峰计算不低于 1000，甲氨蝶呤峰与叶酸峰之间的分离度应大于 8.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质的峰面积不得大于对照溶液的主峰面积（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍（2.0%）。

水分 取本品，照水分测定法（通则 0832 第一法 1）测定，含水分不得过 12.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（通则 0841），遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取本品 0.50g，加 25% 硫酸镁的硫酸溶液（取硫酸镁 25g，加 1mol/L 硫酸溶液 100ml 使溶解）4ml，摇匀，置水浴上蒸发至干，于 800℃ 缓缓炽灼至完全炭化，炽灼时间不超过 2 小时，放冷，依法检查（通则 0821 第二法），含重金属不得过百万分之五十。

【含量测定】 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取甲氨蝶呤对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。进样体积 10μl。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

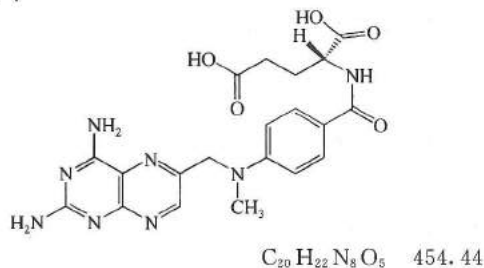
【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

【制剂】 （1）甲氨蝶呤片 （2）注射用甲氨蝶呤

附:

(R)-甲氨蝶呤



(R)-2-[4-[N-[(2,4-二氨基-6-蝶啶基)甲基]氨基]苯基]氨基]戊二酸

甲氨蝶呤片

Jia'an Dieling Pian

Methotrexate Tablets

本品含甲氨蝶呤($C_{20}H_{22}N_8O_5$)应为标示量的 95.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡橙黄色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量,照甲氨蝶呤项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于甲氨蝶呤 10mg),精密称定,置 10ml 量瓶中,加流动相适量,超声 10 分钟,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲氨蝶呤有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质的峰面积不得大于对照溶液的主峰面积的 2 倍(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 6 倍(3.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,照含量测定项下的方法,自“加流动相 20ml”起,依法测定,计算含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲氨蝶呤对照品适量,精密称定,加溶出

介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 3μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 306nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲氨蝶呤 2.5mg),置 25ml 量瓶中,加流动相 20ml,超声使甲氨蝶呤溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲氨蝶呤含量测定项下。

【类别】 同甲氨蝶呤。

【规格】 2.5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

注射用甲氨蝶呤

Zhushayang Jia'an Dieling

Methotrexate for Injection

本品为甲氨蝶呤的钠盐与氯化钠适量的无菌冻干品。按平均装量计算,含甲氨蝶呤($C_{20}H_{22}N_8O_5$)应为标示量的 95.0%~110.0%。

【性状】 本品为黄色或棕黄色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品,照甲氨蝶呤项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 碱度 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.0~9.0。

溶液的澄清度 取本品 1 瓶,加水 2ml(5mg 规格或 0.1g 规格)或 10ml(1g 规格)使溶解,溶液应澄清;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(5mg 规格)或 2 号浊度标准液(0.1g 规格或 1g 规格)(通则 0902 第一法)比较,不得更浓。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含甲氨蝶呤 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲氨蝶呤有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质的峰面积不得大于对照溶液的主峰面积的 2 倍(1.0%),各杂质峰

面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 6 倍(3.0%)。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 100℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

含量均匀度 取本品(5mg 规格)1 瓶,用流动相将内容物溶解并转移至 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法,依法测定,计算含量,应符合规定(通则 0941)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 甲氨蝶呤中含内毒素的量应小于 0.20EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于甲氨蝶呤 10mg),加流动相溶解并定量稀释成每 1ml 中约含甲氨蝶呤 0.1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见甲氨蝶呤含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。(5mg 规格以含量均匀度的均值计)

【类别】 同甲氨蝶呤。

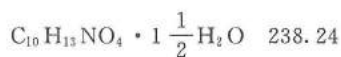
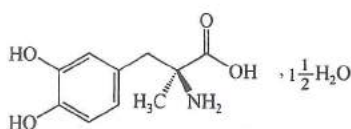
【规格】 (1)5mg (2)0.1g (3)1g

【贮藏】 遮光,密闭,在阴凉处保存。

甲基多巴

Jiajiduoba

Methyldopa



本品为 L-3-(3,4-二羟基苯基)-2-甲基丙氨酸倍半水合物。按干燥品计算,含 $\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{NO}_4$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中略溶,在乙醇中微溶,在乙醚中极微溶解,在稀盐酸中易溶。

比旋度 取本品,精密称定,加三氯化铝溶液(取六水合三氯化铝 65g,加水至 100ml,加活性炭 0.5g,振摇 10 分钟,滤过,滤液用 1% 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 1.5)溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 44mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -25° 至 -30° 。

【鉴别】 (1)取本品,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.04mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 280nm 的波长处有最大吸收,其吸光度

约为 0.48。

(2)取本品 10mg,加茚三酮试液 3 滴,放置后显深紫色。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加新沸过的冷水 100ml 溶解后,加甲基红指示液 1 滴,如显红色,加氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)0.5ml,应显黄色。

氯化物 取本品 0.25g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.028%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 2g 和磷酸 1g,加水 900ml 溶解)(5 : 95)为流动相;检测波长为 278nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲基多巴峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 8 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如显杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 125℃ 干燥至恒重,减失重量应为 10.0%~13.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加冰醋酸 20ml 溶解后,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 21.12mg 的 $\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{NO}_4$ 。

【类别】 抗高血压药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 甲基多巴片

甲基多巴片

Jiajiduoba Pian

Methyldopa Tablets

本品含甲基多巴($\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{NO}_4$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为糖衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含甲基多巴 0.04mg 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 280nm 的波长处有最大吸收。

(2)取本品的细粉适量(约相当于甲基多巴 10mg),加茚三酮试液数滴,加热渐显深紫色。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液 2ml,置 10ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲基多巴对照品适量,精密称定,加盐酸溶液(9→1000)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.04mg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 280nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲基多巴 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.05mol/L 硫酸溶液适量,振摇使甲基多巴溶解,加 0.05mol/L 硫酸溶液至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,加枸橼酸硫酸亚铁溶液[取焦亚硫酸钠 1g,加水 200ml 溶解,再加盐酸滴定液(1mol/L)1ml,硫酸亚铁 1.5g 与枸橼酸钠 10g,混匀。本液须新鲜配制]2ml 与氨基醋酸盐缓冲液(取碳酸氢钠 42g、碳酸氢钾 50g 与水 180ml 混合;另取氨基醋酸 37.5g、浓氨试液 15ml,加水至 180ml 溶解。将二液混合,并加水至 500ml)8ml,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲基多巴对照品 0.1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.05mol/L 硫酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,自“加枸橼酸硫酸亚铁溶液”起制备方法同供试品溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 550nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同甲基多巴。

【规格】 0.25g(按 $C_{10}H_{13}NO_4$ 计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲 酚

Jiafen

Cresol

C_7H_8O 108.14

本品为煤焦油中分馏得到的各种甲酚异构体的混合物。

【性状】 本品为几乎无色、淡紫红色或淡棕黄色的澄清液体;有类似苯酚的臭气,并微带焦臭;久贮或在日光下,色渐变深;饱和水溶液显中性或弱酸性反应。

本品与乙醇、乙醚、甘油、脂肪油或挥发油能任意混合,在水中略溶而生成带浑浊的溶液;在氢氧化钠溶液中溶解。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)为 1.030~1.050。

馏程 取本品,照馏程测定法(通则 0611)测定,在 190~205℃馏出的量应不少于 85%(ml/ml)。

【鉴别】 (1)取本品的饱和水溶液,加三氯化铁试液,即显易消失的紫蓝色。

(2)取本品的饱和水溶液,加溴试液,即析出淡黄色的絮状沉淀。

【检查】 烃类 取本品 1.0ml,加水 60ml 溶解后,如显浑浊,与对照液[取水 57ml,加硫酸滴定液(0.01mol/L)1.5ml 与氯化钡试液 2ml,摇匀,放置 5 分钟]比较,不得更浓。

不挥发物 取本品,置水浴上蒸干,在 105℃干燥至恒重,遗留残渣不得过 0.1%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 0.8%。

【类别】 消毒防腐药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 甲酚皂溶液

甲 酚 皂 溶 液

Jiafen Zao Rongye

Saponated Cresol Solution

本品含甲酚(C_7H_8O)应为标示量的 85.0%~110.0%。

【处方】

甲酚	520g(500ml)
植物油	173g
氢氧化钠	适量(约 27g)
水	适量
制成	1000ml

【制法】 取氢氧化钠,加水 100ml 溶解后,放冷,不断搅拌下加入植物油中,使均匀乳化,放置 30 分钟,慢慢加热(间接蒸汽或水浴),当皂体颜色加深,呈透明状时再进行搅拌;并

可按比例配成小样,检查未皂化物,如合格,则认为皂化完成;趁热加甲酚搅拌至皂块全溶,放冷,再添加水适量,使总量成 1000ml,即得。

处方中的植物油可用低、中碳脂肪酸代替。

【性状】 本品为黄棕色至红棕色的黏稠液体;带甲酚的臭气。

本品能与乙醇混合成澄清液体。

【检查】 碱度 取本品 1.0ml,加中性乙醇 20ml 稀释后,加酚酞指示液 1ml,如显红色,用硫酸滴定液(0.05mol/L)滴定,消耗硫酸滴定液(0.05mol/L)不得过 1.0ml。

未皂化物 取本品 5.0ml,加水 95ml,混匀,溶液应澄清;如显浑浊,与对照液(取标准硫酸钾溶液 6.0ml,加水 80ml 与稀盐酸 1ml,用比色用氯化钴液和浓焦糖液调色,俟色调与供试品溶液近似后,加 25%氯化钡溶液 3ml,并加水至 100ml,摇匀,放置 10 分钟)比较,不得更浓。

装量 取本品,照最低装量检查法(通则 0942)检查,应符合规定。

微生物限度 取本品,照非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法(通则 1105)和控制菌检查法(通则 1106)及非无菌药品微生物限度标准(通则 1107)检查,应符合规定。

【含量测定】 照气相色谱法(通则 0521)测定。

内标溶液 取苯甲醛适量,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液。

供试品溶液 精密量取本品 2ml,置分液漏斗中,加盐酸 0.1ml,摇匀,加水 3ml,摇匀,精密加乙醚 20ml,轻轻振摇提取,静置分层,弃去水层。精密量取乙醚提取液 5ml,置 25ml 量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀。精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,精密加内标溶液 2ml,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取邻甲酚对照品约 25mg、对甲酚对照品约 25mg 与间甲酚对照品约 40mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,精密加内标溶液 2ml,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以 50%氰丙基苯基二甲基聚硅氧烷为固定液;柱温为 110℃;进样体积 1μl。

系统适用性要求 理论板数按邻甲酚峰计算不低于 5000,内标物质、邻甲酚、对甲酚与间甲酚各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积分别计算邻甲酚、对甲酚与间甲酚的含量,并计算总和。

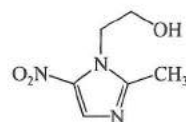
【类别】 同甲酚。

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲硝唑

Jiaxiaozuo

Metronidazole



$C_6H_9N_3O_3$ 171.16

本品为 2-甲基-5-硝基咪唑-1-乙醇。按干燥品计算,含 $C_6H_9N_3O_3$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色的结晶或结晶性粉末;有微臭。

本品在乙醇中略溶,在水中微溶,在乙醚中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 159~163℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加盐酸溶液(9→1000)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 13μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 277nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 365~389。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加氢氧化钠试液 2ml 微温,即得紫红色溶液;滴加稀盐酸使成酸性即变成黄色,再滴加过量氢氧化钠试液则变成橙红色。

(2)取本品约 0.1g,加硫酸溶液(3→100)4ml,应能溶解;加三硝基苯酚试液 10ml,放置后即生成黄色沉淀。

(3)取吸收系数项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 277nm 的波长处有最大吸收,在 241nm 的波长处有最小吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 112 图)一致。

【检查】 乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更深;如显色,与黄色或黄绿色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品约 100mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品约 20mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 分别精密量取供试品溶液 2ml 与对照品溶液 1ml,置同一 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-水(20 : 80) 为流动相; 检测波长为 315nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中, 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000, 甲硝唑峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 2.0。灵敏度溶液色谱图中, 主成分峰高的信噪比应不低于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰, 其峰面积不得大于对照溶液中甲硝唑峰面积的 0.5 倍(0.1%); 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中甲硝唑峰面积(0.2%), 小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

干燥失重 取本品, 在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查(通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.13g, 精密称定, 加冰醋酸 10ml 溶解后, 加萘酚苯甲醇指示液 2 滴, 用高氯酸滴定液(0.1mol/L) 滴定至溶液显绿色, 并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L) 相当于 17.12mg 的 $C_6H_9N_3O_3$ 。

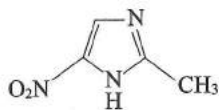
【类别】 抗厌氧菌药、抗滴虫药。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

【制剂】 (1) 甲硝唑片 (2) 甲硝唑阴道泡腾片 (3) 甲硝唑注射液 (4) 甲硝唑栓 (5) 甲硝唑胶囊 (6) 甲硝唑葡萄糖注射液 (7) 甲硝唑氯化钠注射液 (8) 甲硝唑凝胶

附:

杂质 I



$C_4H_5N_3O_2$ 127.10

2-甲基-5-硝基咪唑

甲硝唑片

Jiaxiaozuo Pian

Metronidazole Tablets

本品含甲硝唑($C_6H_9N_3O_3$) 应为标示量的 93.0% ~ 107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1) 取本品的细粉适量(约相当于甲硝唑 10mg), 照甲硝唑项下的鉴别(1) 项试验, 显相同的反应。

(2) 取本品的细粉适量(约相当于甲硝唑 0.2g), 加硫酸溶液(3→100) 4ml, 振摇使甲硝唑溶解, 滤过, 滤液中加三硝基苯酚试液 10ml, 放置后即生成黄色沉淀。

(3) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法) 测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000) 900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 100 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液适量, 滤过, 精密量取续滤液 3ml, 置 50ml 量瓶中, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 277nm 的波长处测定吸光度, 按 $C_6H_9N_3O_3$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$) 为 377 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512) 测定。

供试品溶液 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取细粉适量(约相当于甲硝唑 0.25g), 置 50ml 量瓶中, 加 50% 甲醇溶液适量, 振摇使甲硝唑溶解, 用 50% 甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-水(20 : 80) 为流动相; 检测波长为 320nm; 进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甲硝唑。

【规格】 (1) 0.1g (2) 0.2g (3) 0.25g

【贮藏】 遮光, 密封保存。

甲硝唑阴道泡腾片

Ji Xiaozuo Yindao Pao teng pian

Metronidazole Vaginal Effervescent Tablets

本品含甲硝唑($C_5H_9N_3O_3$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片,表面有轻微的隐斑。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于甲硝唑 10mg),照甲硝唑项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品 5 片,研细,置 50ml 水中,搅拌使甲硝唑溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.5。

其他 除崩解时限不检查外,应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于甲硝唑 0.25g),置 50ml 量瓶中,加 50%甲醇溶液适量,振摇使甲硝唑溶解,用 50%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(20:80)为流动相;检测波长为 320nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甲硝唑。

【规格】 0.2g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

甲硝唑注射液

Ji Xiaozuo Zhushuye

Metronidazole Injection

本品为甲硝唑加氯化钠适量使成等渗的灭菌水溶液。含甲硝唑($C_5H_9N_3O_3$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取含量测定项下供试品溶液和对照品溶液各适量,分别用甲醇-水(20:80)稀释制成每 1ml 中约含甲硝唑 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,供试品溶液的紫外吸收光谱图应与对照品溶液的紫外吸收光谱图一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品显钠盐鉴别(1)与氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 4.5~7.0(通则 0631)。

亚硝酸盐 照离子色谱法(通则 0513)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照品溶液 取亚硝酸钠对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含亚硝酸根 40 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取亚硝酸钠对照品适量,加 0.9%氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含亚硝酸根 40 μ g 的溶液。

色谱条件 用阴离子交换色谱柱(IonPac AS18 柱,或效能相当的色谱柱);检测器为电导检测器;检测方式为抑制电导检测;柱温 30℃;以 5mmol/L 氢氧化钾溶液为淋洗液,流速为每分钟 1.0ml;进样体积 25 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,亚硝酸根峰与氯离子峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入离子色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如显亚硝酸根峰,按外标法以峰面积计算,不得过甲硝唑标示量的 0.8%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含甲硝唑 0.2mg 的溶液。

对照溶液 分别精密量取供试品溶液 1ml 与对照品溶液 1ml,置同一 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲硝唑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液中甲硝唑峰面积的 1.5 倍(0.15%);其他杂质峰面积之和不得大于对照溶液中甲硝唑峰面积的 5 倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

氯化物 精密量取本品 10ml,加水至 50ml,加 2%糊精溶液 5ml、碳酸钙 0.1g 与荧光黄指示液 5~8 滴,摇匀,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至浑浊液由黄绿色变为微红色。消耗硝酸银滴定液(0.1mol/L)应为 13.2~14.6ml。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 甲硝唑中含内毒素的量应小于 0.35EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含甲硝唑 0.25mg 的溶液,摇匀。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为 320nm;进样

体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甲硝唑。

【规格】 (1)10ml : 50mg (2)20ml : 100mg

【贮藏】 遮光，密闭保存。

甲硝唑栓

Ji Xiaozuo Shuan

Metronidazole Suppositories

本品含甲硝唑($C_6H_9N_3O_3$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为乳白色至淡黄色脂溶性栓。

【鉴别】 (1)取本品 1 粒，加乙醇 20ml，置水浴上加热使熔化，放冷，使基质凝固，滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣照甲硝唑项下的鉴别(1)项试验，显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 应符合栓剂项下有关的各项规定(通则 0107)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 粒，精密称定，切成碎末，精密称取适量(约相当于甲硝唑 25mg)，置 100ml 量瓶中，加流动相适量，热水浴加热使甲硝唑溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，置冰浴中冷却 1 小时，取出后立即滤过，取续滤液放至室温。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(20 : 80)为流动相；检测波长为 320nm；进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甲硝唑。

【规格】 (1)0.5g (2)1g

【贮藏】 遮光，密封，在 30℃ 以下保存。

甲硝唑胶囊

Ji Xiaozuo Jiaonang

Metronidazole Capsules

本品含甲硝唑($C_6H_9N_3O_3$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为白色至微黄色的粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于甲硝唑 10mg)，加氢氧化钠试液 2ml，微温，即得紫红色溶液，滴加稀

盐酸使成酸性后即变成黄色，加过量氢氧化钠试液后则变成橙红色。

(2)取本品的内容物适量(约相当于甲硝唑 0.1g)，加 0.5mol/L 硫酸溶液 4ml，振摇使甲硝唑溶解，滤过，滤液加三硝基苯酚试液 10ml，放置后即生成黄色沉淀。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作，经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液适量，滤过，精密量取续滤液 3ml，置 50ml 量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 277nm 的波长处测定吸光度，按 $C_6H_9N_3O_3$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 377 计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量(约相当于甲硝唑 0.25g)，置 50ml 量瓶中，加 50% 甲醇溶液适量，振摇使甲硝唑溶解，用 50% 甲醇溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(20 : 80)为流动相；检测波长为 320nm；进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甲硝唑。

【规格】 (1)0.2g (2)0.4g

【贮藏】 遮光，密封保存。

甲硝唑葡萄糖注射液

Ji Xiaozuo Putaotang Zhusheye

Metronidazole and Glucose Injection

本品为甲硝唑与葡萄糖的灭菌水溶液。含甲硝唑($C_6H_9N_3O_3$)与葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)均应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取含量测定项下供试品溶液和对照品溶液各适量，分别用甲醇-水(20 : 80)稀释制成每 1ml 中约含甲硝唑 20 μ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，供

试品溶液的紫外吸收光谱图应与对照品溶液的紫外吸收光谱图一致。

(2)取本品 5ml,缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中,即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.5~6.0(通则 0631)。

亚硝酸盐 照离子色谱法(通则 0513)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照品溶液 取亚硝酸钠对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含亚硝酸根 16μg 的溶液。

色谱条件 用阴离子交换色谱柱(IonPac AS18 柱,或效能相当的色谱柱);检测器为电导检测器;检测方式为抑制电导检测;柱温 30℃;以 5mmol/L 氢氧化钾溶液为淋洗液,流速为每分钟 1.0ml;进样体积 25μl。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入离子色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如显亚硝酸根峰,按外标法以峰面积计算,不得过甲硝唑标示量的 0.8%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含甲硝唑 0.2mg 的溶液。

对照溶液 分别精密量取供试品溶液 1ml 与对照品溶液 1ml,置同一 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 见 5-羟甲基糠醛项下。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(10:90)为流动相;检测波长为 315nm;进样体积 20μl。

对照品溶液与测定法 见甲硝唑有关物质项下。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,5-羟甲基糠醛峰与杂质 I 峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应不低于 10。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液中甲硝唑峰面积的 1.5 倍(0.15%);除 5-羟甲基糠醛峰外,其他杂质峰面积之和不得大于对照溶液中甲硝唑峰面积的 5 倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

5-羟甲基糠醛 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照品溶液 取 5-羟甲基糠醛对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

系统适用性溶液 取杂质 I 对照品与 5-羟甲基糠醛对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 10μg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。检测波长为 284nm。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,5-羟甲基糠醛峰与杂质 I 峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 5-羟甲基糠醛保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过葡萄糖标示量的 0.02%。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(通则 0632),渗透压摩尔浓度比应为 0.9~1.1。

重金属 取本品适量(约相当于葡萄糖 3g),置水浴上蒸发至约 20ml,放冷,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过葡萄糖标示量的百万分之五。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1ml 中含内毒素的量应小于 0.50EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 甲硝唑 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含甲硝唑 0.25mg 的溶液。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(20:80)为流动相;检测波长为 320nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

葡萄糖 取本品,在 25℃ 时依法测定旋光度(通则 0621),与 2.0852 相乘,即得供试量中含有 $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ 的重量(g)。

【类别】 同甲硝唑。

【规格】 (1)100ml:甲硝唑 0.2g 与葡萄糖 5g
(2)250ml:甲硝唑 0.5g 与葡萄糖 12.5g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

甲硝唑氯化钠注射液

Jiǎxiāozuò Lúhuānà Zhùshèyè

Metronidazole and Sodium Chloride Injection

本品为甲硝唑与氯化钠的灭菌水溶液。含甲硝唑($C_6H_9N_3O_3$)和氯化钠(NaCl)均应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取含量测定项下供试品溶液和对照品溶液各适量,分别用甲醇-水(20:80)稀释制成每1ml中含甲硝唑20 μ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,供试品溶液的紫外吸收光谱图应与对照品溶液的紫外吸收光谱图一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品显钠盐鉴别(1)的反应与氯化物鉴别(1)的反应(通则0301)。

【检查】 pH值 应为4.5~7.0(通则0631)。

亚硝酸盐 照离子色谱法(通则0513)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照品溶液 取亚硝酸钠对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中含亚硝酸根40 μ g(规格为100ml:甲硝唑0.5g与氯化钠0.8g;100ml:甲硝唑0.5g与氯化钠0.9g;250ml:甲硝唑1.25g与氯化钠2.0g)或16 μ g(规格为250ml:甲硝唑0.5g与氯化钠2.25g)的溶液。

系统适用性溶液 取亚硝酸钠对照品适量,加0.9%氯化钠溶液溶解并定量稀释制成每1ml中含亚硝酸根40 μ g的溶液。

色谱条件 用阴离子交换谱柱(IonPac AS18柱,或效能相当的色谱柱);检测器为电导检测器;检测方式为抑制电导检测;柱温30℃;以5mmol/L氢氧化钾溶液为淋洗液,流速为每分钟1.0ml;进样体积25 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,亚硝酸根峰与氯离子峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入离子色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如显亚硝酸根峰,按外标法以峰面积计算,不得过甲硝唑标示量的0.8%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品适量,用水稀释制成每1ml中含甲硝唑0.2mg的溶液。

对照溶液 分别精密量取供试品溶液1ml与对照品溶液1ml,置同一100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置50ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲硝唑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中杂质I峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液中甲硝唑峰面积的1.5倍(0.15%);其他杂质峰面积之和不得大于对照溶液中甲硝唑峰面积的5倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(通则0632),渗透压

摩尔浓度应为260~340mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则1143),每1ml中含内毒素的量应小于0.50EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则0102)。

【含量测定】 甲硝唑 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每1ml中含甲硝唑0.25mg的溶液。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.25mg的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为320nm;进样体积10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

氯化钠 精密量取本品10ml,加水至50ml,加2%糊精溶液5ml、碳酸钙0.1g与荧光黄指示液5~8滴,摇匀,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至浑浊液由黄绿色变为微红色。每1ml硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于5.844mg的NaCl。

【类别】 同甲硝唑。

【规格】 (1)100ml:甲硝唑0.5g与氯化钠0.8g

(2)100ml:甲硝唑0.5g与氯化钠0.9g

(3)250ml:甲硝唑0.5g与氯化钠2.25g

(4)250ml:甲硝唑1.25g与氯化钠2.0g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

甲硝唑凝胶

Ji Xiaozuo Ningjiao

Metronidazole Gel

本品含甲硝唑($C_5H_9N_3O_3$)应为标示量的93.0%~107.0%。

【性状】 本品为淡黄色的透明凝胶。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品5.0g,加水40ml,搅拌30分钟,依法测定(通则0631),pH值应为4.0~6.5。

微生物限度 取本品,照非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法(通则1105)和控制菌检查法(通则1106)及非无菌药品微生物限度标准(通则1107)检查,应符合规定。

其他 应符合凝胶剂项下有关的各项规定(通则0114)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

溶剂 甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾4.28g与磷酸氢二钠3.17g,加水使溶解成1000ml)(65:35)。

供试品溶液 取本品适量(约相当于甲硝唑 25mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加溶剂适量,超声使甲硝唑溶解,并用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲硝唑对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(20:80)为流动相;检测波长为 320nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甲硝唑。

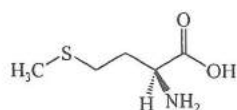
【规格】 (1)10g:75mg (2)20g:150mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲 硫 氨 酸

Jialiu'ansuan

Methionine



$C_5H_{11}NO_2S$ 149.21

本品为 L-2-氨基-4-(甲硫基)丁酸。按干燥品计算,含 $C_5H_{11}NO_2S$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末;有特臭。

本品在水中溶解,在乙醇中几乎不溶,在乙醚中不溶;在稀盐酸或氢氧化钠溶液中易溶。

比旋度 取本品,精密称定,加 6mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +21.0°至 +25.0°。

【鉴别】 (1)取本品 50mg,加水 2ml 使溶解,加氢氧化钠试液 1ml,摇匀,滴加新制的亚硝基铁氰化钠试液 0.6ml,边滴边摇,40℃ 放置 10 分钟后,冰浴冷却 2 分钟,加稀盐酸 2ml,摇匀,溶液显红色。

(2)取本品与甲硫氨酸对照品各适量,分别加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的供试品溶液与对照品溶液。照其他氨基酸项下的方法试验,供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1045 图)一致。

【检查】 **酸度** 取本品 0.50g,加水 50ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.6~6.1。

溶液的透光率 取本品 0.50g,加水 20ml 溶解后,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 98.0%。

氯化物 取本品 0.30g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

铵盐 取本品 0.10g,依法检查(通则 0808),与标准氯化铵溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

其他氨基酸 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甲硫氨酸对照品与丝氨酸对照品各适量,置同一量瓶中,加水溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含甲硫氨酸 10mg 和丝氨酸 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,在 90℃ 干燥 10 分钟,喷以茚三酮的丙酮溶液(0.5→100),在 90℃ 加热至斑点出现,立即检视。

系统适用性要求 对照溶液应显一个清晰的斑点,系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,不得超过 1 个,其颜色与对照溶液的主斑点比较,不得更深(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥 3 小时,减失重量不得超过 0.2%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

铁盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.5ml 制成的对照液比较,不得更深(0.0015%)。

重金属 取本品 0.50g,加水 23ml 溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1g 甲硫氨酸中含内毒素的量应小于 25EU。(供注射用)

【含量测定】 取本品约 0.13g,精密称定,加无水甲酸 3ml 使溶解后,加冰醋酸 50ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 14.92mg 的 $C_5H_{11}NO_2S$ 。

【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 甲硫氨酸片

甲硫氨酸片

Jialiu'ansuan Pian

Methionine Tablets

本品含甲硫氨酸($C_5H_{11}NO_2S$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片或糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于甲硫氨酸 4mg),加水 5ml,振摇使甲硫氨酸溶解,滤过,取滤液加茚三酮约 2mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 其他氨基酸 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的细粉适量,加 0.3mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含甲硫氨酸 10mg 的溶液,滤过,取续滤液,即得。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用 0.3mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正丁醇-冰醋酸-水(50:5:5)为展开剂。

系统适用性溶液与测定法 见甲硫氨酸其他氨基酸项下。

系统适用性要求 系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,不得超过 1 个,其颜色与对照溶液的主斑点比较,不得更深(1.0%)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,除去包衣(糖衣片或薄膜衣片)后,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于甲硫氨酸 50mg),置 100ml 量瓶中,加水约 70ml 超声振摇使甲硫氨酸溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲硫氨酸对照品,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(含 0.005mol/L 庚烷磺酸钠,用磷酸调节 pH 值至 2.8)-甲醇(85:15)为流动相;检测波长为 201nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按甲硫氨酸峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同甲硫氨酸。

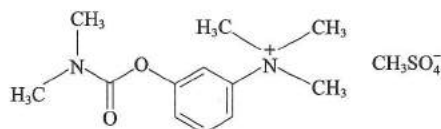
【规格】 0.25g

【类别】 密封保存。

甲硫酸新斯的明

Jialiusuan Xinsidiming

Neostigmine Methylsulfate


 $C_{13}H_{22}N_2O_6S$ 334.39

本品为 *N,N,N*-三甲基-3-[(*N,N*-二甲氨基)甲酰氧基]苯铵硫酸单甲酯盐。按干燥品计算,含 $C_{13}H_{22}N_2O_6S$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在水中极易溶解,在乙醇中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 143~149℃。

【鉴别】 (1)取本品约 1mg,置蒸发皿中,加 20%氢氧化钠溶液 1ml 与水 2ml,置水浴上蒸发至干,再在 250℃加热约半分钟,加水 1ml,溶解后,放冷,加重氮苯磺酸试液 1ml,即显红色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 110 图)一致。

(3)取本品约 20mg,加 20%氢氧化钠溶液 1ml 与浓过氧化氢溶液 10 滴,煮沸,冷却,加稀盐酸使成酸性,加氯化钡试液,即生成白色沉淀。

【检查】 酸碱度 取本品 0.10g,加水 10ml 使溶解,加酚酞指示液 2 滴,不应显粉红色;再加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.20ml,应显粉红色。

氯化物 取本品 0.20g,加水 10ml 使溶解,加稀硝酸 1ml 与硝酸银试液 3ml,不得立即显浑浊。

硫酸盐 取本品 0.50g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.06%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 临用新制。取供试品溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,加 5mol/L 氢氧化钠溶液 50 μ l,放置 5 分钟,加 5mol/L 盐酸溶液 50 μ l,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈(87:13)(含 0.0015mol/L 庚烷磺酸钠)为流动相;检测波长为 215nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,杂质 I 的相对保留时间约为 0.45。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

杂质吸光度 取本品,加 1.0% 碳酸钠溶液制成每 1ml 中含 5.0mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 294nm 波长处的吸光度不得过 0.15。

易氧化物 取本品 0.10g,加水 1.0ml 使溶解,加高锰酸钾滴定液(0.001mol/L)0.5ml,30 秒钟内不得褪色。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,置凯氏烧瓶中,加水 90ml 溶解后,加氢氧化钠试液 100ml,加热蒸馏,馏出液导入 2% 硼酸溶液 50ml 中,至体积约达 150ml 停止蒸馏,馏出液加甲基红-溴甲酚绿混合指示液 6 滴,用硫酸滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液由蓝绿色变为灰紫色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫酸滴定液(0.01mol/L)相当于 6.688mg 的 $C_{13}H_{22}N_2O_6S$ 。

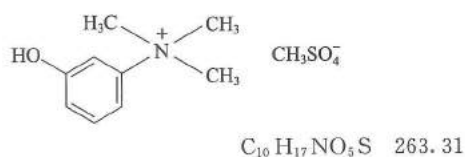
【类别】 抗胆碱酯酶药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 甲硫酸新斯的明注射液

附:

杂质 I



3-羟基-N,N,N-三甲基苯铵硫酸单甲酯盐

甲硫酸新斯的明注射液

Jialiusuan Xinsidiming Zhushuye

Neostigmine Methylsulfate Injection

本品为甲硫酸新斯的明的灭菌水溶液。含甲硫酸新斯的明($C_{13}H_{22}N_2O_6S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 2ml,照甲硫酸新斯的明项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品 20ml,蒸发至近干,照甲硫酸新斯的明项下的鉴别(3)项试验,显相同的反应。

【检查】 pH 值 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 临用新制。取供试品溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,加 5mol/L 氢氧化钠溶液 50μl,放置 5 分钟,加 5mol/L 盐酸溶液 50μl,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲硫酸新斯的明有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 甲硫酸新斯的明中含内毒素的量应小于 50EU。

其他 应符合注射剂项下有关各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 精密量取本品适量(约相当于甲硫酸新斯的明 10mg),照氮测定法测定(通则 0704 第二法),置半微量氮测定仪中,加入 40% 氢氧化钠溶液 5ml,缓缓加热蒸馏,馏出液导入 2% 硼酸溶液 5ml 中,至馏出液约达 70ml 停止蒸馏。馏出液加甲基红-溴甲酚绿混合指示液 6 滴,用硫酸滴定液(0.005mol/L)滴定至溶液由蓝绿色变为灰紫色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫酸滴定液(0.005mol/L)相当于 3.344mg 的 $C_{13}H_{22}N_2O_6S$ 。

【类别】 同甲硫酸新斯的明。

【规格】 (1)1ml : 0.5mg (2)2ml : 1mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

甲 紫

Jiazai

Methylrosanilinium Chloride

本品为氯化四甲基副玫瑰苯胺、氯化五甲基副玫瑰苯胺与氯化六甲基副玫瑰苯胺的混合物。

【性状】 本品为深绿紫色的颗粒性粉末或绿紫色有金属光泽的碎片;臭极微。

本品在乙醇中溶解,在水中略溶,在乙醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 1mg,撒于硫酸 1ml 的液面上,即溶解成橙黄色或棕红色的溶液,注意加水稀释,即变成棕色,渐转为绿色,最后变成蓝色。

(2)取本品约 20mg,加水 10ml 溶解后,加盐酸 5 滴,摇匀;分取溶液 5ml,滴加鞣酸试液,即生成深蓝色的沉淀。

(3)取鉴别(2)项下剩余的溶液,加锌粉约 0.5g,加热,即褪色;分取 1 滴,置已滴有氨试液 1 滴的滤纸上,俟两液滴扩散接触,接界面即显蓝色。

【检查】 乙醇中不溶物 取本品 1.0g,置烧瓶中,加乙醇 50ml,加热回流 15 分钟后,用 105℃ 恒重的垂熔玻璃坩埚过滤,滤渣用热乙醇洗涤,至洗液不再显紫堇色,在 105℃ 干燥至恒重,遗留残渣不得过 0.5%。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 7.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 0.5g,依法检查(通则 0841),遗留残

渣不得过 1.5%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之五十。

砷盐 取本品 0.20g,加氢氧化钙 0.5g,混合,加水少量,搅拌均匀,干燥后,先用小火烧灼使炭化,再在 500~600℃ 炽灼使完全灰化,放冷,加盐酸 5ml 与水 23ml 使溶解,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.001%)。

【类别】 消毒防腐药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 甲紫溶液

甲紫溶液

Jiazhi Rongye

Methyrosanilinium Chloride Solution

本品含甲紫应为 0.85%~1.05%(g/ml)。

【处方】

甲紫	10g
乙醇	适量
水	适量

制成 1000ml

【制法】 取甲紫,加乙醇适量使溶解,再加水适量使成 1000ml,滤过,即得。

【性状】 本品为紫色液体。

【鉴别】 (1)取本品 5ml,加盐酸 2 滴,滴加鞣酸试液,即生成深蓝色的沉淀。

(2)取本品 2ml,置水浴上蒸干后,取残渣少许,撒于硫酸 1ml 的液面上,即溶解成橙黄色或棕红色的溶液,注意加水稀释,即变成棕色,渐转为绿色,最后变成蓝色。

【检查】 装量 取本品,依法检查(通则 0942),应符合规定。

【含量测定】 精密量取本品 10ml,置 105℃ 恒重的蒸发皿中,置水浴上蒸干,在 105℃ 干燥至恒重,计算,即得。

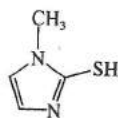
【类别】 同甲紫。

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲硫咪唑

Jiaqiumizuo

Thiamazole



$C_4H_5N_2S$ 114.16

本品为 1-甲基咪唑-2-硫醇。按干燥品计算,含 $C_4H_5N_2S$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶性粉末;微有特臭。

本品在水、乙醇或三氯甲烷中易溶,在乙醚中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 144~147℃。

【鉴别】 (1)取本品约 2mg,加水 1ml 溶解后,加氢氧化钠试液 1ml,摇匀,滴加亚硝基铁氰化钠试液 3 滴,即显黄色;数分钟后,转为黄绿色或绿色;再加醋酸 1ml,即呈蓝色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 117 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.50g,加水 25ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.0。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加乙酸乙酯溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

对照溶液(1) 精密量取供试品溶液适量,用乙酸乙酯定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液(2) 精密量取供试品溶液适量,用乙酸乙酯定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照溶液(3) 精密量取供试品溶液适量,用乙酸乙酯定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

对照溶液(4) 精密量取供试品溶液适量,用乙酸乙酯定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以甲苯-异丙醇-浓氨溶液(70:29:1)为展开剂。

测定法 吸取上述五种溶液各 20μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以碘铂酸钾溶液(取氯铂酸 0.30g,加水 97ml 使溶解,临用前,加碘化钾试液 3.5ml)使显色。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液(1)、(2)、(3)与(4)所显的主斑点比较,杂质总量不得过 2.0%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取苯适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4μg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液;起始温度为 70℃,维持 8 分钟,以每分钟 30℃ 的速率升温至 200℃,维持 3 分钟;进样口温度为 220℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 85℃,平衡时间为 30 分钟。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,苯的残留量应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,加水 35ml 溶解后,先自滴定管中加入氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)4ml,摇匀

后,滴加 0.1mol/L 硝酸银溶液 15ml,随加随振摇,再加溴麝香草酚蓝指示液 0.5ml,继续用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝绿色。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 11.42mg 的 $C_4H_6N_2S$ 。

【类别】 抗甲状腺药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)甲巯咪唑片 (2)甲巯咪唑肠溶片

甲巯咪唑片

Jiaqiumizuo Pian

Thiamazole Tablets

本品含甲巯咪唑($C_4H_6N_2S$)应为标示量的 94.0%~106.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品 2 片,研细,加热乙醇 10ml,研磨 10 分钟,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照甲巯咪唑项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取含量均匀度项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,研细,置 100ml 量瓶中,加水 50ml,振摇 30 分钟使甲巯咪唑溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取甲巯咪唑对照品约 25mg,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 252nm 的波长处分别测定吸光度,并计算每片的含量,应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 50 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲巯咪唑 0.12g),置 100ml 量瓶中,加水 80ml,振摇 30 分钟使甲巯咪唑溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 50ml,照甲巯咪唑项下的方法,自“先自滴定管中加入氢氧化钠滴定液”起,依法测定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 11.42mg 的 $C_4H_6N_2S$ 。

【类别】 同甲巯咪唑。

【规格】 5mg

【贮藏】 密封保存。

甲巯咪唑肠溶片

Jiaqiumizuo Changrongpian

Thiamazole Enteric-coated Tablets

本品含甲巯咪唑($C_4H_6N_2S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为肠溶衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品 2 片,研细,加热乙醇 20ml,研磨 10 分钟,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣加水 20ml 溶解,滤过,取滤液 1ml,照甲巯咪唑项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,研细,用水分次转移至 100ml 量瓶中,超声使甲巯咪唑溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取甲巯咪唑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 252nm 的波长处分别测定吸光度,并计算每片的含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一方法 2)测定。

酸中溶出量 溶出条件 以 0.1mol/L 的盐酸溶液 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 2 小时,立即将转篮升起液面。

限度 供试片均不得有裂缝或崩解现象。

缓冲液中溶出量 溶出条件 取酸中溶出量项下 2 小时后的转篮,随即浸入磷酸盐缓冲液(pH 6.8)1000ml 的溶出介质中,转速不变,继续依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液 5ml,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取对甲巯咪唑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液和对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 252nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲巯咪唑 50mg),置 250ml 量瓶中,加水 200ml,超声使甲巯咪唑溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液 5ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲巯咪唑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 252nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同甲巯咪唑。

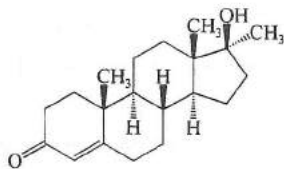
【规格】 10mg

【贮藏】 密封,在阴凉处保存。

甲 睾 酮

Jia Gaotong

Methyltestosterone

 $C_{20}H_{30}O_2$ 302.46

本品为 17 α -甲基-17 β -羟基雄甾-4-烯-3-酮。按干燥品计算,含 $C_{20}H_{30}O_2$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,无味;微有引湿性。

本品在乙醇、丙酮或三氯甲烷中易溶,在乙醚中略溶,在植物油中微溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 163~167℃。

比旋度 取本品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +79°至 +85°。

【鉴别】 (1)取本品 5mg,加硫酸-乙醇(2:1)1ml 使溶解,即显黄色并带有黄绿色荧光。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 120 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.6mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甲睾酮与睾酮适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(72:28)为流动相;检测波长为 241nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按甲睾酮峰计算不低于 1500,甲睾酮峰与睾酮峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,不得多于 3 个,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.75 倍(1.5%),小于对照溶液主峰面积 0.025 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥 2 小时,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲睾酮对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 雄激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 甲睾酮片

甲 睾 酮 片

Jia Gaotong Pian

Methyltestosterone Tablets

本品含甲睾酮($C_{20}H_{30}O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取本品细粉适量(约相当于甲睾酮 10mg),加乙醇或三氯甲烷 10ml,搅拌使甲睾酮溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照甲睾酮项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的结果。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使甲睾酮溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以乙醇溶液(5→100)500ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲睾酮对照品适量,精密称定,加乙醇溶液(5→100)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 249nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于甲睾酮 10mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使甲睾酮溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续

滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲睾酮含量测定项下。

【类别】 同甲睾酮。

【规格】 5mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

甲醛溶液

Jiaquan Rongye

Formaldehyde Solution

本品含甲醛(CH_2O)应为 36.0%~38.0%(g/g)。

本品中含有 10%~12%的甲醇，以防止聚合。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体，有刺激性特臭、能刺激鼻咽喉黏膜；在冷处久置易发生浑浊。

本品能与水或乙醇任意混合。

【鉴别】 (1)取本品 5 滴，置试管中，加水 1ml 稀释后，加氨制硝酸银试液 3 滴，即析出银，成细微的灰色沉淀，或在管壁生成光亮的银镜。

(2)取本品少量，加品红亚硫酸试液与稀盐酸数滴，即显红色。

【检查】 酸度 取本品 5.0ml，加水 5ml 与酚酞指示液 2 滴，用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显粉红色，消耗氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)不得过 1.0ml。

【含量测定】 取本品约 1.5ml，精密称定，置锥形瓶中，加水 10ml、过氧化氢试液 25ml 与溴麝香草酚蓝指示液 2 滴，滴加氢氧化钠滴定液(1mol/L)至溶液显蓝色；再精密加氢氧化钠滴定液(1mol/L)25ml，瓶口置一玻璃小漏斗，置水浴上加热 15 分钟，不时振摇，放冷，用水洗涤漏斗，加溴麝香草酚蓝指示液 2 滴，用盐酸滴定液(1mol/L)滴定至溶液显黄色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化钠滴定液(1mol/L)相当于 30.03mg 的 CH_2O 。

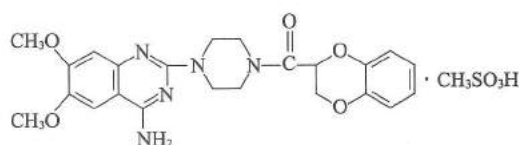
【类别】 消毒防腐药。

【贮藏】 密封，防冻保存。

甲磺酸多沙唑嗪

Jiahuangsuan Duoshazuoqin

Doxazosin Mesylate



$\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_5 \cdot \text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}$ 547.59

本品为 1-(4-氨基-6,7-二甲氧基-2-喹唑啉基)-4-(1,4-苯

并二噁烷-2-甲酰基)哌嗪甲磺酸盐。按干燥品计算，含 $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_5 \cdot \text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}$ 应为 98.0%~102.0%。

【生产要求】 应对生产工艺进行评估以确定形成遗传毒性杂质甲磺酸烷基酯的可能性。必要时，应采用适宜的分析方法对产品进行分析，以确认甲磺酸烷基酯的含量符合我国药品监管部门相关指导原则或 ICH M7 指导原则的要求。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭，无味。

本品在二甲基亚砜中溶解，在水、甲醇或乙醇中微溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 733 图)一致。

【检查】 氯化物 取本品 0.1g，加水 40ml，置水浴中加热使溶解，放冷，加稀硝酸 20ml，摇匀，使甲磺酸析出，滤过，取滤液 30ml，依法检查(通则 0801)，与标准氯化钠溶液 3.0ml 制成的对照液比较，不得更浓(0.06%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 水-2%磷酸乙腈溶液(9:1)。

供试品溶液 取本品约 60mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加 2%磷酸乙腈溶液 10ml 使溶解(必要时超声助溶)，用水稀释至刻度，摇匀。

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，精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用溶剂稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液 取甲磺酸多沙唑嗪约 60mg，加 2%磷酸乙腈溶液 2ml 溶解，加盐酸 1ml，置 90℃ 水浴加热 10 分钟，放冷，加 2%磷酸乙腈溶液 8ml，混匀，用 2mol/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 值至约 1.9，用水稀释制成每 1ml 中约含 0.6mg 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml，置 10ml 量瓶中，用溶剂稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂(Zorbax SB-C8 柱，4.6mm×250mm，5μm，或效能相当的色谱柱)；以 5%磷酸溶液为流动相 A，乙腈为流动相 B，水为流动相 C；按下表进行线性梯度洗脱；流速为每分钟 0.8ml；检测波长为 210nm；柱温 35℃；进样体积 10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)	流动相 C(%)
0	20	10	70
10	20	22	58
35	20	50	30
48	20	50	30
49	20	10	70
55	20	10	70

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，多沙唑嗪峰保留时间约为 27 分钟，多沙唑嗪峰与杂质 I 峰(相对保留时间约为 0.9)之间的分离度应大于 2.0。灵敏度溶液色谱图

中,多沙唑嗪峰的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 峰面积乘以校正因子 1.3 后不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),杂质 I 峰面积乘以校正因子 1.3 后与其他单个杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(0.3%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 1.0g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入二甲基亚砜 4ml 使溶解,摇匀,密封。

对照品溶液 取甲醇、二氯甲烷、三氯甲烷、苯与 *N,N*-二甲基甲酰胺各适量,精密称定,用二甲基亚砜溶解并定量稀释制成每 1ml 中含甲醇、二氯甲烷、三氯甲烷、苯与 *N,N*-二甲基甲酰胺分别约为 750 μ g、150 μ g、15 μ g、0.5 μ g 与 220 μ g 的混合溶液,精密量取 4ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 14% 氰丙基苯基-86% 二甲基聚硅氧烷为固定液(或极性相似)的毛细管柱;起始温度 30℃,维持 11 分钟,以每分钟 10℃ 的速率升温至 100℃,维持 4 分钟,再以每分钟 40℃ 的速率升温至 200℃,维持 1 分钟;进样口温度为 230℃,检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 130℃,平衡时间为 40 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、二氯甲烷、三氯甲烷、苯与 *N,N*-二甲基甲酰胺的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 40mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲磺酸多沙唑嗪对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 3.4g,加水 800ml 和三乙胺 4.0ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 4.5,用水稀释至 1000ml)(55:45)为流动相;检测波长为 245nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按多沙唑嗪峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

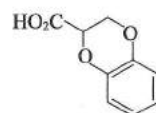
【类别】 抗高血压药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)甲磺酸多沙唑嗪片 (2)甲磺酸多沙唑嗪胶囊

附:

杂质 I



$C_9H_8O_4$ 180.16

2,3-二氢苯并[b][1,4]二噁英-2-羧酸

甲磺酸多沙唑嗪片

Jiahuangsuan Duoshazuoqin Pian

Doxazosin Mesylate Tablets

本品含甲磺酸多沙唑嗪按多沙唑嗪($C_{23}H_{25}O_5N_5$)计算,应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的细粉适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含多沙唑嗪 5 μ g 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 245nm 的波长处有最大吸收,在 225nm 与 295nm 波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于多沙唑嗪 10mg),置 20ml 量瓶中,加 2% 磷酸乙腈溶液 5ml,超声使甲磺酸多沙唑嗪溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml,置 20ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸多沙唑嗪有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 峰面积乘以校正因子 1.3 后不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),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(0.1%),杂质 I 峰面积乘以校正因子 1.3 后与其他单个杂质

峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每片含量计算,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 的盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 15 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,用 0.45 μ m 滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲磺酸多沙唑啉对照品 10mg,精密称定,置 500ml 量瓶中,加溶出介质 300ml,超声使溶解,放冷,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含多沙唑啉 1 μ g(1mg 规格)或 2 μ g(2mg 规格)或 4 μ g(4mg 规格)的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,分别置 25ml(1mg 规格)或 50ml(2mg 规格)或 100ml(4mg 规格)量瓶中,加流动相适量,超声使甲磺酸多沙唑啉溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲磺酸多沙唑啉对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含多沙唑啉 40 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见甲磺酸多沙唑啉含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的含量,并求得 10 片的平均含量。每 1mg $C_{23}H_{25}O_5N_5 \cdot CH_3SO_3$ 相当于 0.8245mg 的 $C_{23}H_{25}O_5N_5$ 。

【类别】 同甲磺酸多沙唑啉。

【规格】 按 $C_{23}H_{25}O_5N_5$ 计 (1)1mg (2)2mg (3)4mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲磺酸多沙唑啉胶囊

Jiahuangsuan Duoshazuoqin Jiaonang

Doxazosin Mesylate Capsules

本品含甲磺酸多沙唑啉按多沙唑啉($C_{23}H_{25}O_5N_5$)计算,应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的内容物适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含多沙唑啉 5 μ g 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 245nm 的波长处有最大吸收,在 225nm 与 295nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒内容物,混匀,称取适量(约相当于多沙唑啉 10mg),置 20ml 量瓶中,加 2%磷酸乙腈溶液 5ml,超声使甲磺酸多沙唑啉溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml,置 20ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸多沙唑啉有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 峰面积乘以校正因子 1.3 后不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),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(0.1%),杂质 I 峰面积乘以校正因子 1.3 后与其他单个杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每粒含量计算,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 的盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,用 0.45 μ m 滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲磺酸多沙唑啉对照品 10mg,精密称定,置 500ml 量瓶中,加溶出介质 300ml,超声使溶解,放冷,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含多沙唑啉 1 μ g(1mg 规格)或 2 μ g(2mg 规格)的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 粒,分别将内容物倾入 25ml

(1mg 规格)或 50ml(2mg 规格)量瓶中,囊壳用流动相适量清洗,洗液并入量瓶中,加流动相适量,超声使甲磺酸多沙唑嗪溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲磺酸多沙唑嗪对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含多沙唑嗪 40 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见甲磺酸多沙唑嗪含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每粒的含量,并求得 10 粒的平均含量。每 1mg $C_{23}H_{25}N_5O_5 \cdot CH_4SO_3$ 相当于 0.8245mg 的 $C_{23}H_{25}N_5O_5$ 。

【类别】 同甲磺酸多沙唑嗪。

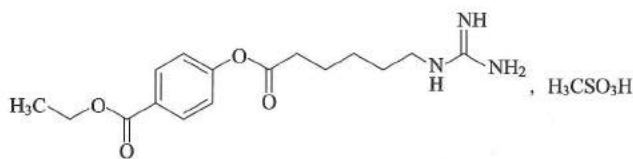
【规格】 按 $C_{23}H_{25}N_5O_5$ 计 (1)1mg (2)2mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲磺酸加贝酯

Jiahuangsuan Jiabeizhi

Gabexate Mesylate



本品为 4-(6-胍基氧基)苯甲酸乙酯的甲磺酸盐。按干燥品计算,含 $C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水或乙醇中易溶,在乙酸乙酯或乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 90~93℃。

【鉴别】 (1)取本品 20mg,照氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏,以 1%过氧化氢溶液 10ml 作为吸收液,待吸收完全后,加氯化钡试液 2 滴,即产生白色沉淀,分离,沉淀在盐酸中不溶。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 12 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 236nm 的波长处有最大吸收,在 212nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 **酸度** 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.0。

溶液的澄清度 取本品 1.0g,加水 5ml 溶解后,溶液应澄清;如显浑浊,与 2 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓。

对羟基苯甲酸乙酯 照高效液相色谱法(通则 0512)

测定。

溶剂 取 0.48% 甲磺酸溶液 2ml,用甲醇稀释至 1000ml。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照品溶液 取对羟基苯甲酸乙酯对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-醋酸钠缓冲溶液[取醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 3.6)4ml,用水稀释至 100ml]-十二烷基硫酸钠溶液(取十二烷基硫酸钠 5g,加 50% 甲醇溶液溶解并稀释至 100ml)-庚烷磺酸钠溶液(取庚烷磺酸钠 5g,加 50% 甲醇溶液溶解并稀释至 100ml)-异丙醇(300:150:2:2:8)为流动相;检测波长为 258nm;进样体积 10 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有对羟基苯甲酸乙酯峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

供试品溶液 取本品约 1g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 1ml,置顶空瓶中,精密加水 1ml,摇匀,密封。

对照品溶液 取丙酮约 0.25g,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。精密量取 1ml,置顶空瓶中,精密加水 1ml,摇匀,密封。

色谱条件 以 100% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 40℃,维持 12 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 70℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 取对照品溶液连续顶空进样 5 次,其峰面积相对标准偏差不得过 5.0%。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,丙酮的残留量应符合规定。

氯化物 取本品 1.0g,加水 50ml 使溶解,加硝酸 2ml,摇匀,放置 5 分钟,滤过,取滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

硫酸盐 取本品 0.50g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.5ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.05%)。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥 4 小时,减失重量不得过 0.3%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 0.50g,加水 10ml 使溶解,加氢氧化钠试液 5ml,加水至 25ml,摇匀,滤过,取滤液,依法检查(通则 0821 第三法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂 见对羟基苯甲酸乙酯项下。

供试品溶液 取本品约 15mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。在 25℃ 以下存放。

对照品溶液 取甲磺酸加贝酯对照品约 15mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。在 25℃ 以下存放。

色谱条件 见对羟基苯甲酸乙酯项下。检测波长为 236nm。

系统适用性要求 理论板数按加贝酯峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 蛋白酶抑制药。

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

【制剂】 注射用甲磺酸加贝酯

注射用甲磺酸加贝酯

Zhusheyong Jiahuangsuan Jiabeizhi

Gabexate Mesylate for Injection

本品为甲磺酸加贝酯与甘露醇适量制成的无菌冻干品。按平均装量计算,含甲磺酸加贝酯($C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色冻干块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 236nm 的波长处有最大吸收,在 212nm 的波长处有最小吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品 1 瓶,加注射用水 10ml 溶解,摇匀,依法检查(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.0。

对羟基苯甲酸乙酯 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

溶剂、对照品溶液、色谱条件与测定法 见甲磺酸加贝酯对羟基苯甲酸乙酯项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有对羟基苯甲酸乙酯峰,按外标法以峰面积计算,不得过甲磺酸加贝酯标示量的 0.5%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂 见对羟基苯甲酸乙酯项下。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。在 25℃ 以下存放。

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。在 25℃ 以下存放。

色谱条件 见对羟基苯甲酸乙酯项下。检测波长为 236nm。

系统适用性要求 理论板数按加贝酯峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积(除对羟基苯甲酸乙酯峰外)的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥 6 小时,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

热原 取本品,加灭菌注射用水制成每 1ml 中含甲磺酸加贝酯 10mg 的溶液,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 缓慢注射 1ml,应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于甲磺酸加贝酯 15mg),置 50ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。在 25℃ 以下存放。

溶剂、对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲磺酸加贝酯含量测定项下。

【类别】 同甲磺酸加贝酯。

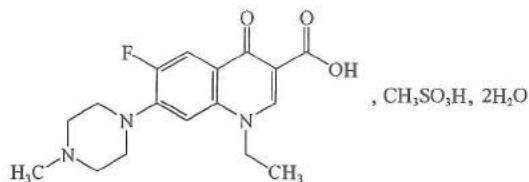
【规格】 0.1g

【贮藏】 密闭,在凉暗处保存。

甲磺酸培氟沙星

Jiahuangsuan Peifushaxing

Pefloxacin Mesylate



$C_{17}H_{20}FN_3O_3 \cdot CH_4O_3S \cdot 2H_2O$ 465.49

本品为 1-乙基-6-氟-7-[4-甲基哌嗪-1-基]-4-氧代-1,4-二氢喹啉-3-羧酸甲磺酸二水合物。按无水物计算,含培氟沙星($C_{17}H_{20}FN_3O_3$)不得少于 76.4%。

【生产要求】 应对生产工艺进行评估以确定形成遗传毒

性杂质甲磺酸烷基酯的可能性。必要时,应采用适宜的分析方法对产品进行分析,以确认甲磺酸烷基酯的含量符合我国药品监管部门相关指导原则或 ICH M7 指导原则的要求。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在二氯甲烷中极微溶解。

【鉴别】 (1)取本品约 30mg,加氢氧化钠 0.2g,加水数滴,溶解后置酒精灯上小火蒸干至炭化,加水数滴与 2mol/L 盐酸溶液 3~4ml,缓缓加热,即产生二氧化硫气体,能使湿润的碘酸钾淀粉试纸(取滤纸条浸入含有 5% 碘酸钾溶液与淀粉指示液的等体积混合液中湿透后,取出干燥,即得)显蓝色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加无水乙醇制成每 1ml 中约含培氟沙星 5mg 的溶液,静置,取上清液。

对照品溶液 取培氟沙星对照品适量,加无水乙醇制成每 1ml 中约含培氟沙星 5mg 的溶液,静置,取上清液。

系统适用性溶液 取培氟沙星对照品与氧氟沙星对照品各适量,加 0.1mol/L 盐酸使溶解,加无水乙醇制成每 1ml 中约含培氟沙星 0.5mg 和氧氟沙星 0.5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(5:6:2.5)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 2 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,在紫外光灯(365nm)下检视。

系统适用性要求 系统适用性溶液应显示两个颜色清晰的蓝紫色斑点(主斑点)和淡蓝绿色斑点。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 933 图)一致。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~4.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.58g,分别加水 10ml 使溶解,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄绿色 5 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。(供注射用)

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含培氟沙星 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取培氟沙星对照品与诺氟沙星对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含培氟沙星与诺氟沙星各约 20 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.04mol/L 磷酸二氢钾溶液-0.05mol/L 四丁基溴化铵溶液-

乙腈(80:8:9)(用磷酸调节 pH 值至 4.0)为流动相;柱温为 40℃;检测波长为 273nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为诺氟沙星、培氟沙星,培氟沙星峰的保留时间约为 15 分钟,诺氟沙星峰与培氟沙星峰之间的分离度应大于 6.0,培氟沙星峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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(1.0%)。

水分 取本品,加甲醇-二氯甲烷(1:5)混合溶液溶解,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分应为 7.0%~8.5%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,置铂坩埚中,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 培氟沙星中含内毒素的量应小于 0.75EU。(供注射用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含培氟沙星 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取培氟沙星对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含培氟沙星 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 C₁₇H₂₀FN₃O₃ 的含量。

【类别】 喹诺酮类抗菌药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)甲磺酸培氟沙星片 (2)甲磺酸培氟沙星注射液 (3)甲磺酸培氟沙星胶囊

甲磺酸培氟沙星片

Jiahuangsuan Peifushaxing Pian

Pefloxacin Mesylate Tablets

本品含甲磺酸培氟沙星按培氟沙星(C₁₇H₂₀FN₃O₃)计算,应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显类白色或微黄色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于培氟沙星 50mg),加水 10ml 使溶解,滤过,取续滤液适量,在水浴上蒸

干,取残渣约 30mg,照甲磺酸培氟沙星项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量,加无水乙醇制成每 1ml 中含培氟沙星 5mg 的溶液,静置,取上清液,作为供试品溶液,照甲磺酸培氟沙星项下的鉴别(2)项试验,显相同的结果。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,除去包衣后,精密称定,研细,称取适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含培氟沙星 0.2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见甲磺酸培氟沙星有关物质项下。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 的盐酸溶液 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含培氟沙星 4μg 的溶液。

对照品溶液 取培氟沙星对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 277nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于培氟沙星 0.1g),置 200ml 量瓶中,加水振摇溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含培氟沙星 20μg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸培氟沙星含量测定项下。

【类别】 同甲磺酸培氟沙星。

【规格】 按 $C_{17}H_{20}FN_3O_3$ 计 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲磺酸培氟沙星注射液

Jiahuangsuan Peifushaxing Zhushuye

Pefloxacin Mesylate Injection

本品为甲磺酸培氟沙星的灭菌水溶液,含培氟沙星

($C_{17}H_{20}FN_3O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色或微黄绿色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,置水浴上蒸干,取残渣约 30mg 照甲磺酸培氟沙星项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品,加无水乙醇制成每 1ml 中含培氟沙星 5mg 的溶液,静置,取上清液,作为供试品溶液,照甲磺酸培氟沙星项下的鉴别(2)项试验,显相同的结果。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【检查】 pH 值 应为 3.0~5.0(通则 0631)。

颜色 取本品,用水定量稀释制成每 1ml 中含培氟沙星 40mg 的溶液,与黄色或黄绿色 5 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含培氟沙星 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见甲磺酸培氟沙星有关物质项下。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 培氟沙星中含内毒素的量应小于 0.75EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含培氟沙星 20μg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸培氟沙星含量测定项下。

【类别】 同甲磺酸培氟沙星。

【规格】 按 $C_{17}H_{20}FN_3O_3$ 计 (1)2ml : 0.2g (2)5ml : 0.4g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

甲磺酸培氟沙星胶囊

Jiahuangsuan Peifushaxing Jiaonang

Pefloxacin Mesylate Capsules

本品含甲磺酸培氟沙星按培氟沙星($C_{17}H_{20}FN_3O_3$)计算,应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为白色至微黄色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于培氟沙星 50mg),加水 10ml 使溶解,滤过,取续滤液适量,在水浴上蒸干,取残渣约 30mg 照甲磺酸培氟沙星项下的鉴别(1)项试

验,显相同的反应。

(2)取本品内容物适量,加无水乙醇制成每 1ml 中含培氟沙星 5mg 的溶液,静置,取上清液,作为供试品溶液,照甲磺酸培氟沙星项下的鉴别(2)项试验,显相同的结果。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,称取适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含培氟沙星 0.2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见甲磺酸培氟沙星有关物质项下。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 的盐酸溶液 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含培氟沙星 4μg 的溶液。

对照品溶液 取培氟沙星对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 4μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 277nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于培氟沙星 0.1g),置 200ml 量瓶中,加水振摇溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含培氟沙星 20μg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸培氟沙星含量测定项下。

【类别】 同甲磺酸培氟沙星。

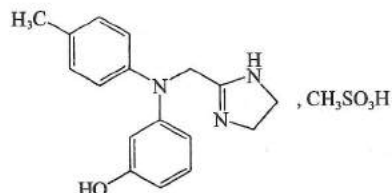
【规格】 按 $C_{17}H_{19}FN_3O_3$ 计 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

甲磺酸酚妥拉明

Jiahuangsuan Fentuolaming

Phentolamine Mesylate



$C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_4O_3S$ 377.46

本品为 3-[[4,5-二氢-1H-咪唑-2-基]甲基](4-甲基)氨基]苯酚甲磺酸盐。按干燥品计算,含 $C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_4O_3S$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在水或乙醇中易溶,在三氯甲烷中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 176~181℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品约 30mg,加水 15ml 溶解后,分成三份,分别加碘试液、碘化汞钾试液与三硝基苯酚试液,分别产生棕色沉淀、白色沉淀与黄色沉淀。

(2)取本品约 30mg,加氢氧化钠 0.2g,加水数滴溶解后,小火蒸干至炭化,加水数滴与 2mol/L 盐酸溶液 3~4ml,缓缓加热,即产生二氧化硫气体,能使湿润的碘酸钾淀粉试纸(取滤纸条浸入含有 5%碘酸钾溶液与淀粉指示液的等体积混合液中湿透后,取出干燥,即得)显蓝色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与甲磺酸酚妥拉明对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 酸碱度 取本品 0.10g,加水 10ml 溶解后,加甲基红指示液 1 滴,应显红色;再加氢氧化钠滴定液(0.1mol/L) 0.05ml,应变成黄色。

氯化物 取本品 0.10g,加水 5ml 与稀硝酸 1ml,温热至 80℃后,加硝酸银试液 1ml,不得发生白色浑浊。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 10mg,置 10ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甲磺酸酚妥拉明约 25mg,置 25ml 量瓶中,加 0.05mol/L 氢氧化钠溶液 0.5ml,放置 24 小时,使部分甲磺酸酚妥拉明降解为杂质 I,加 0.05mol/L 盐酸溶液 0.5ml 中和,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.01mol/L 庚烷磺酸钠溶液(含 0.1%三乙胺,用磷酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈(64:36)为流动相;检测波长为 278nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,酚妥拉明峰与杂质 I 峰(与酚妥拉明峰相邻的主要降解物为杂质 I)之间的分离度应符合要求。理论板数按酚妥拉明峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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的主峰面积(1.0%)。小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺适量,立即振摇使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液。

对照品溶液 取甲醇、乙醇、乙酸乙酯与二甲苯适量,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含甲醇 0.3mg、乙醇 0.5mg、乙酸乙酯 0.5mg 与二甲苯 0.217mg 的溶液。

色谱条件 以 100% 二甲基聚硅氧烷为固定液;起始温度 40℃,以每分钟 15℃ 的速率升温至 80℃,维持 5 分钟,然后以每分钟 6℃ 的速率升温至 130℃,维持 1 分钟,再以每分钟 40℃ 的速率升温至 220℃,维持 3 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;进样体积 1μl。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、乙酸乙酯与二甲苯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 25mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲磺酸酚妥拉明对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以酚妥拉明峰面积计算。

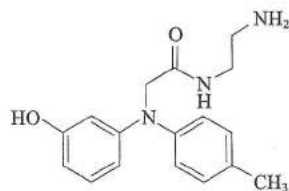
【类别】 α 肾上腺素受体阻滞药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)甲磺酸酚妥拉明片 (2)甲磺酸酚妥拉明注射液 (3)甲磺酸酚妥拉明胶囊 (4)注射用甲磺酸酚妥拉明

附:

杂质 I



$C_{17}H_{21}N_3O_2$ 299.37

N-(2-氨基乙基)-2-[(3-羟基苯基)(4-甲基苯基)氨基]乙酰胺

甲磺酸酚妥拉明片

Jiahuangsuan Fentuolaming Pian

Phentolamine Mesylate Tablets

本品含甲磺酸酚妥拉明($C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_4O_3S$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或加有着色剂的桔红色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 30mg),加水 15ml,振摇溶解后,滤过,滤液分成三份,分别加碘试液、碘化汞钾试液与三硝基苯酚试液,分别产生棕色沉淀、白色沉淀与黄色沉淀。

(2)取本品细粉适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 50mg),加水 10ml 使溶解,滤过,取续滤液适量,在水浴上蒸干,取残渣约 30mg,照甲磺酸酚妥拉明项下的鉴别(2)项试验,显相同的反应。

(3)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 278nm 的波长处有最大吸收。

(4)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 10mg),置 10ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸酚妥拉明有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 峰的峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%),其他单个杂质峰的峰面积均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 2 倍(2.0%)。小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 15 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含甲磺酸酚妥拉明 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取甲磺酸酚妥拉明对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 278nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 25mg),置 25ml 量瓶中,加水使甲磺酸酚妥拉明溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸酚妥拉明含量测定项下。

【类别】 同甲磺酸酚妥拉明。

【规格】 (1)40mg (2)50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲磺酸酚妥拉明注射液

Jiahuangsuan Fentuolaming Zhushuye

Phentolamine Mesylate Injection

本品为甲磺酸酚妥拉明加 5% 葡萄糖的灭菌水溶液。含甲磺酸酚妥拉明($C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_3O_3S$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品约 3ml,加水 12ml 稀释后,照甲磺酸酚妥拉明项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 2.5~5.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 10mg),置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸酚妥拉明有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%)。小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 甲磺酸酚妥拉明中含内毒素的量应小于 5.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 10mg),置 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸酚妥拉明含量测定项下。

【类别】 同甲磺酸酚妥拉明。

【规格】 (1)1ml:5mg (2)1ml:10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

甲磺酸酚妥拉明胶囊

Jiahuangsuan Fentuolaming Jiaonang

Phentolamine Mesylate Capsules

本品含甲磺酸酚妥拉明($C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_3O_3S$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品的内容物为类白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 30mg),加水 15ml,振摇溶解后,滤过,滤液分成三份,分别加碘试液、碘化汞钾试液与三硝基苯酚试液,分别产生棕色沉淀、白色沉淀与黄色沉淀。

(2)取本品内容物适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 50mg),加水 10ml 使溶解,滤过,取续滤液适量,在水浴上蒸干,取残渣约 30mg,照甲磺酸酚妥拉明项下的鉴别(2)项试验,显相同的反应。

(3)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 278nm 的波长处有最大吸收。

(4)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的内容物,精密称取适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 10mg),置 10ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸酚妥拉明有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 峰的峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%),其他单个杂质峰

的峰面积均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 2 倍(2.0%)。小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 15 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含甲磺酸酚妥拉明 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取甲磺酸酚妥拉明对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 278nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 25mg),置 25ml 量瓶中,加水使甲磺酸酚妥拉明溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见甲磺酸酚妥拉明含量测定项下。

【类别】 同甲磺酸酚妥拉明。

【规格】 40mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

注射用甲磺酸酚妥拉明

Zhusheyong Jiahuangsuan Fentuolaming

Phentolamine Mesylate for Injection

本品为甲磺酸酚妥拉明加适量甘露醇制成的无菌冻干品。含甲磺酸酚妥拉明($C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_4O_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至类白色的疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品约 30mg,加水 15ml 溶解后,分成三份,分别加碘试液、碘化汞钾试液与三硝基苯酚试液,分别产生棕色沉淀、白色沉淀与黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **酸度** 取本品 5 瓶,每瓶加水 1ml 溶解后,合并,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.5。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明

10mg),置 10ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲磺酸酚妥拉明有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 峰的峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%),其他单个杂质峰的峰面积均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 2 倍(2.0%)。小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每瓶含量计算,应符合规定(通则 0941)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 甲磺酸酚妥拉明中含内毒素的量应小于 5.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 瓶,分别加水使甲磺酸酚妥拉明溶解并分别定量稀释制成每 1ml 中约含甲磺酸酚妥拉明 0.1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见甲磺酸酚妥拉明含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以酚妥拉明峰面积计算每瓶的含量,并求得 10 瓶的平均含量。

【类别】 同甲磺酸酚妥拉明。

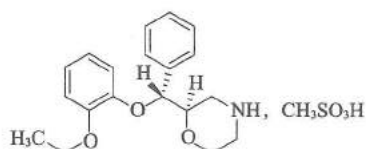
【规格】 10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

甲磺酸瑞波西汀

Jiahuangsuan Ruiboxiting

Reboxetine Mesilate



及其对映体

$C_{19}H_{23}NO_3 \cdot CH_4SO_3$ 409.50

本品为(±)-(2RS)-2-[(RS)-(2-乙氧基苯氧基)苯甲基]吗啉甲磺酸盐。按干燥品计算,含 $C_{19}H_{23}NO_3 \cdot CH_4SO_3$ 应为 98.0%~102.0%。

【生产要求】 应对生产工艺进行评估以确定形成遗传毒性杂质甲磺酸烷基酯的可能性。必要时,应采用适宜的分析方法对产品进行分析,以确认甲磺酸烷基酯的含量符合我国药品监管部门相关指导原则或 ICH M7 指导原则的要求。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在甲醇中溶解,在乙醇中略溶,在丙酮中微溶,在1,4-二氧六环中极微溶解,在乙酸乙酯中几乎不溶;在0.1mol/L盐酸溶液中易溶。

熔点 本品的熔点(通则0612)为146~149℃。

【鉴别】 (1)取本品约50mg,加氢氧化钠0.2g,加水数滴溶解,蒸干,缓缓加热至熔融,继续加热数分钟,放冷,加水0.5ml与稍过量稀盐酸,在试管口覆盖湿润的碘酸钾淀粉试纸(取滤纸浸入含有5%碘酸钾溶液与新制的淀粉指示液的等体积混合液中湿透后,取出,干燥,即得),缓缓加热,试纸即变为蓝色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则0402)。

【检查】 酸度 取本品0.25g,加水50ml溶解,依法测定(通则0631),pH值应为4.0~6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品0.25g,加水25ml溶解,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(通则0902)比较,不得更浓;如显色,与橙黄色2号标准比色液(通则0901第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品0.20g,依法检查(通则0801),与标准氯化钠溶液6.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.03%)。

硫酸盐 取本品0.25g,依法检查(通则0802),与标准硫酸钾溶液3.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.12%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相A溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.8mg的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相A定量稀释制成每1ml中约含0.8μg的溶液。

对照品溶液 取杂质I对照品适量,精密称定,加流动相A溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.8μg的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液5ml,置10ml量瓶中,用流动相A稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取甲磺酸瑞波西汀与杂质I对照品各适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中分别约含甲磺酸瑞波西汀0.8mg与杂质I4μg的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Inertsil ODS-3,150mm×4.6mm,5μm或效能相当的色谱柱);以0.01mol/L磷酸二氢钾溶液-甲醇(52:48)为流动相A,以甲醇为流动相B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为275nm;进样体积20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
20	100	0
38	10	90
41	10	90
42	100	0
55	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,调节流动相比比例,使瑞波西汀色谱峰的保留时间约为11分钟,理论板数按瑞波西汀峰计算不低于1000,瑞波西汀峰与杂质I峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质I保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算不得过0.2%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(0.2%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的5倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则0861第二法)测定。

供试品溶液 取本品约0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水5ml,密封,振摇使溶解。

对照品溶液 精密称取甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、二氧六环与甲苯各适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中分别约含甲醇0.06mg、乙醇0.2mg、丙酮0.1mg、二氯甲烷0.012mg、正己烷0.022mg、乙酸乙酯0.1mg、二氧六环0.038mg与甲苯0.0178mg的混合溶液,精密量取5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以6%-氰丙基苯基-94%-二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为40℃,维持8分钟,以每分钟20℃的速率升温至160℃;进样口温度为200℃;检测器温度为250℃;顶空瓶平衡温度为75℃,平衡时间为30分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、二氧六环与甲苯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(通则0831)。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(通则0841),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则0821第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品约20mg,精密称定,置200ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲磺酸瑞波西汀对照品约20mg,精密称定,置200ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Inertsil ODS-3,150mm×4.6mm,5μm或效能相当的色谱柱);以

0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇(52 : 48)为流动相;检测波长为 275nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

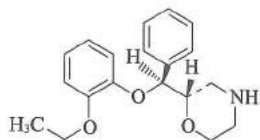
【类别】 抗抑郁药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)甲磺酸瑞波西汀片 (2)甲磺酸瑞波西汀胶囊

附:

杂质 I (苏式异构体)



及其对映体

$C_{19}H_{23}NO_2$ 313.39

(±)-(2R,S)-2-[(S,R)-(2-乙氧基苯氧基)苯甲基]吗啉

甲磺酸瑞波西汀片

Jiahuangsuan Ruiboxiting Pian

Reboxetine Mesilate Tablets

本品含甲磺酸瑞波西汀按瑞波西汀($C_{19}H_{23}NO_3$)计,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于瑞波西汀 50mg),加甲醇 20ml 使甲磺酸瑞波西汀溶解,滤过,续滤液置水浴上蒸干,放冷,加氢氧化钠 0.2g 与水数滴溶解后,蒸干,缓缓加热至熔融,继续加热数分钟,放冷,加水 0.5ml 与稍过量的稀盐酸,在试管口覆盖湿润的碘酸钾淀粉试纸(取滤纸浸入含有 5%碘酸钾溶液与新制的淀粉指示液的等体积混合液中湿透后,取出,干燥,即得),缓缓加热,试纸即变为蓝色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含瑞波西汀 80 μ g 的溶液,滤过,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 274nm 的波长处有最大吸收,在 247nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量,精密称定,加流动相 A

使甲磺酸瑞波西汀溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含瑞波西汀 0.8mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 4 μ g 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲磺酸瑞波西汀有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过甲磺酸瑞波西汀标示量的 0.5%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每片含量计算,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲磺酸瑞波西汀对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含瑞波西汀 8 μ g 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 100 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,分别置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声使甲磺酸瑞波西汀溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲磺酸瑞波西汀对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含瑞波西汀 80 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见甲磺酸瑞波西汀含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的含量,并求得 10 片的平均含量。

【类别】 同甲磺酸瑞波西汀。

【规格】 4mg

【贮藏】 密封保存。

甲磺酸瑞波西汀胶囊

Jiahuangsuān Ruiboxiting Jiāonang

Reboxetine Mesilate Capsules

本品含甲磺酸瑞波西汀按瑞波西汀($C_{19}H_{23}NO_3$)计,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于瑞波西汀 50mg),加甲醇 20ml 使甲磺酸瑞波西汀溶解,滤过,续滤液置水浴上蒸干,放冷,加氢氧化钠 0.2g 与水数滴溶解后,蒸干,缓缓加热至熔融,继续加热数分钟,放冷,加水 0.5ml 与稍过量的稀盐酸,在试管口覆盖湿润的碘酸钾淀粉试纸(取滤纸浸入含有 5%碘酸钾溶液与新制的淀粉指示液的等体积混合液中湿透后,取出,干燥,即得),缓缓加热,试纸即变为蓝色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含瑞波西汀 80 μ g 的溶液,滤过,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 274nm 的波长处有最大吸收,在 247nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量,精密称定,加流动相 A 使甲磺酸瑞波西汀溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含瑞波西汀 0.8mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 4 μ g 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见甲磺酸瑞波西汀有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过甲磺酸瑞波西汀标示量的 0.5%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积的 2 倍(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每粒含量计算,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲磺酸瑞波西汀对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含瑞波西汀约 8 μ g 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 100 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 粒,分别将内容物倾入 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声使甲磺酸瑞波西汀溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甲磺酸瑞波西汀对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含瑞波西汀 80 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见甲磺酸瑞波西汀含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每粒的含量,并求得 10 粒的平均含量。

【类别】 同甲磺酸瑞波西汀。

【规格】 4mg

【贮藏】 密封保存。

生长抑素

Shengzhangyisu

Somatostatin

$$\text{H-Ala-Gly-Cys-Lys-Asn-Phe-Phe-Trp-Lys-Thr-Phe-Thr-Ser-Cys-OH}$$

$$C_{76}H_{104}N_{18}O_{19}S_2 \quad 1637.89$$

本品为化学合成的由十四个氨基酸组成的环状多肽,与抑制人生长激素释放的下丘脑激素结构相同。按无水、无醋酸物计算,含生长抑素($C_{76}H_{104}N_{18}O_{19}S_2$)应为 95.0%~104.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末。

本品在水中易溶,在二氯甲烷中几乎不溶,在 1%醋酸溶液中易溶。

比旋度 取本品,精密称定,加 1%醋酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液,依法测定(通则 0621),按无水、无醋酸物计算,比旋度为 -37° 至 -47° 。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照品溶液 取生长抑素对照品适量,加水溶解并稀释

制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以冰醋酸-吡啶-水-正丁醇(10:15:20:45)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,用热风吹干,喷以 0.1%茚三酮乙醇溶液,在 115℃加热约 5 分钟至斑点出现。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 氨基酸比值 取本品,加 6mol/L 盐酸溶液,于 110℃水解 24 小时后,照适宜的氨基酸分析方法测定。以门冬氨酸、丙氨酸、赖氨酸、甘氨酸和苯丙氨酸摩尔数总和的八分之一作为 1,计算各氨基酸的相对比值,应符合以下规定:门冬氨酸 0.90~1.10,甘氨酸 0.90~1.10,丙氨酸 0.90~1.10,苯丙氨酸 2.7~3.3,丝氨酸 0.7~1.05,苏氨酸 1.4~2.1,半胱氨酸 1.4~2.1,赖氨酸 1.8~2.2。

酸度 取本品 10mg,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.5。

吸光度 取本品,精密称定,加 0.9%氯化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.05mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 280nm 的波长处的吸光度不得大于 0.20。

醋酸 取本品约 15mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加稀释液[流动相 A(通则 0872)-甲醇(95:5)]溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,照合成多肽中的醋酸测定法(通则 0872)测定,含醋酸应为 3.0%~15.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取生长抑素对照品约 10mg,置 20ml 量瓶中,加 30%过氧化氢溶液 1ml,放置 1 小时,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸溶液(取磷酸 11ml,加水 800ml,用三乙胺调节 pH 值至 2.3,用水稀释至 1000ml)为流动相 A,以乙腈为流动相 B;流速为每分钟 1.5ml;检测波长为 215nm;按下表进行梯度洗脱;进样体积 50 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	79	21
18	60	40
20	60	40
21	79	21
26	79	21

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按生长抑素峰计算不低于 2000,生长抑素峰与其相对保留时间约为 1.1 的氧化降解物峰之间的分离度应不小于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.0%)。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法)测定,含水分不得过 8.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 生长抑素中含内毒素的量应小于 30EU。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取生长抑素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸溶液(取磷酸 11ml,加水 800ml,用三乙胺调节 pH 值至 2.3,用水稀释至 1000ml)-乙腈(75:25)为流动相;流速为每分钟 1.5ml;检测波长为 215nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按生长抑素峰计算不低于 1500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 垂体激素释放抑制类药。

【贮藏】 遮光,密封,在冷处保存。

【制剂】 注射用生长抑素

注射用生长抑素

Zhusheyong Shengzhangyisu

Somatostatin for Injection

本品为生长抑素加适量赋形剂制成的无菌冻干品,含生长抑素($C_{76}H_{104}N_{18}O_{29}S_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,取 1ml,加碱性酒石酸铜试液 1ml,即显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液,混匀,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓;如显色,与黄

色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见生长抑素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.0%)。

含量均匀度 照含量测定项下测得的每瓶含量计算,应符合规定(通则 0941)。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法)测定,含水分不得过 4.0%。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液,依法检查(通则 1141),应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 生长抑素中含内毒素的量应小于 30EU。

无菌 取本品,用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液适量溶解后,经薄膜过滤法处理,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 瓶,分别加水适量,使内容物溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见生长抑素含量测定项下。

【类别】 同生长抑素。

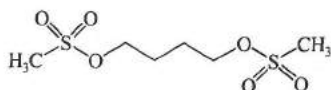
【规格】 (1)0.25mg (2)0.75mg (3)2mg (4)3mg

【贮藏】 遮光,密闭,在冷处保存。

白消安

Baixiao'an

Busulfan



$C_6H_{14}O_6S_2$ 246.29

本品为 1,4-丁二醇二甲磺酸酯。按干燥品计算,含 $C_6H_{14}O_6S_2$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;几乎无臭。

本品在丙酮中溶解,在水或乙醇中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 114~118℃。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加硝酸钾 0.1g 与氢氧化钾

0.25g,加热熔融,放冷,加水 5ml 溶解,加稀盐酸使成酸性,加氯化钡试液数滴,即生成白色沉淀。

(2)取本品约 0.1g,加水 10ml 与氢氧化钠试液 5ml,加热溶解后,即发生特殊气味;放冷,将溶液分成 2 份,1 份中加高锰酸钾试液 1 滴,溶液颜色由紫色渐变成蓝色,最后为翠绿色;另 1 份中加稀硫酸使呈酸性,加高锰酸钾试液 1 滴,溶液的紫色不变。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 935 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.20g,加无水乙醇(对甲基红指示液显中性)50ml,加热溶解后,加甲基红指示液 3 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,不得过 0.05ml。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中,60℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,置 200ml 锥形瓶中,加水 40ml,附回流冷凝管,缓缓回流 30 分钟,放冷,加酚酞指示液数滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.32mg 的 $C_6H_{14}O_6S_2$ 。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 白消安片

白消安片

Baixiao'an Pian

Busulfan Tablets

本品含白消安($C_6H_{14}O_6S_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 取本品细粉适量(约相当于白消安 5mg),加丙酮 25ml,振摇使白消安溶解,滤过,蒸干滤液,依法测定(通则 0612),熔点为 113~118℃。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 20 片(2mg 规格)或 80 片(0.5mg 规格),置乳钵中研细,注意避免损失,移置烧杯中,乳钵用丙酮 20ml 洗涤,使粉末全部洗入烧杯中,微温搅拌,俟沉淀后,上层清液经用丙酮湿润的脱脂棉滤入锥形瓶中,残渣再用丙酮搅拌提取 3 次,每次 20ml,提取液均滤入锥形瓶中,置水浴上蒸去丙酮,残渣加水 30ml,附回流冷凝管,缓缓回流 30 分钟,放冷,加酚酞指示液数滴,用氢氧化钠滴定液(0.05mol/L)滴定。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.05mol/L)相当于 6.158mg 的 $C_6H_{14}O_6S_2$ 。

【类别】 同白消安。

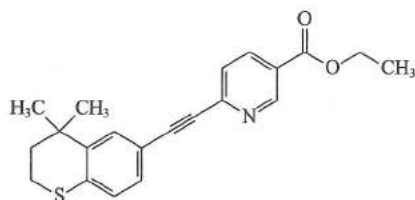
【规格】 (1)0.5mg (2)2mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

他扎罗汀

Tazhaluoting

Tazarotene

 $C_{21}H_{21}NO_2S$ 351.46

本品为 6-[(3,4-二氢-4,4-二甲基-2H-1-苯并噻喃-6-基)乙炔基]-3-吡啶羧酸乙酯。按干燥品计算,含 $C_{21}H_{21}NO_2S$ 应为 98.5%~101.5%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在苯甲醇中易溶,在乙酸乙酯中溶解,在乙腈中略溶,在乙醇中微溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 102~105℃。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加硫酸 2 滴,即显红色;加水 2ml,红色消失。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 4μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 259nm 与 351nm 的波长处有最大吸收;在紫外光灯(365nm)下检视,溶液显亮黄绿色荧光。

(4)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加乙酸乙酯溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照品溶液 取他扎罗汀对照品适量,加乙酸乙酯溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以甲醇为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10μl,分别点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(5)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1116 图)一致。

以上(2)、(4)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中约含 80μg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取他扎罗汀适量,加乙腈溶解并稀释

制成每 1ml 中约含 16μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以异丙醇-乙腈-水(38:27:35)为流动相;检测波长为 325nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液的色谱图中,理论板数按他扎罗汀峰计算不低于 5000,他扎罗汀峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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%)。

干燥失重 取本品,在 60℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 16mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取他扎罗汀对照品适量,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 16μg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 抗皮肤角化异常药。

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

【制剂】 他扎罗汀凝胶

他扎罗汀凝胶

Tazhaluoting Ningjiao

Tazarotene Gel

本品含他扎罗汀($C_{21}H_{21}NO_2S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色凝胶。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于他扎罗汀 0.2mg),加甲醇 50ml,振摇,使他扎罗汀溶解,离心,取上清液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 351nm 的波长处有最大吸收,在紫外光灯(365nm)下检视,溶液呈亮黄绿色荧光。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸碱度 取本品 2.0g,加水 30ml 溶解后,依法

测定(通则 0631), pH 值应为 6.0~8.3。

其他 应符合凝胶剂项下有关的各项规定(通则 0114)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于他唑巴坦 0.8mg), 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加乙腈适量, 充分振摇使他唑巴坦溶解, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 离心, 取上清液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见他唑巴坦含量测定项下。

【类别】 同他唑巴坦。

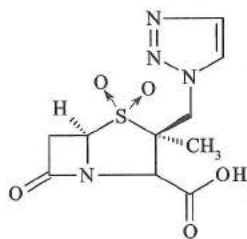
【规格】 (1)15g : 7.5mg (2)30g : 15mg (3)30g : 30mg

【贮藏】 密封, 在阴凉处保存。

他唑巴坦

Tazuobatan

Tazobactam



$C_{10}H_{12}N_4O_5S$ 300.29

本品为(2S,3S,5R)-3-甲基-7-氧代-3-(1H-1,2,3-三氮唑-1-基甲基)-4-硫杂-1-氮杂双环[3.2.0]庚烷-2-羧酸 4,4-二氧化物。按无水物计算, 含他唑巴坦($C_{10}H_{12}N_4O_5S$)应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶性粉末; 无臭; 略有引湿性。

本品在 N,N-二甲基甲酰胺中易溶, 在甲醇或丙酮中微溶, 在乙醇或水中微溶或极微溶解。

比旋度 取本品, 精密称定, 加甲醇-水(1:1)溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液, 依法测定(通则 0621), 比旋度为 +127°至 +139°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1260 图)一致。

【检查】 酸度 取本品, 加水制成每 1ml 中含 2.5mg 的溶液, 超声使溶解, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 2.0~2.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份, 分别加 5% 碳酸氢钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液, 溶液应澄清无色; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 均不得更浓; 如显色, 与黄色或黄绿色 4 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液 取他唑巴坦对照品约 25mg, 置 25ml 量瓶中, 加 0.01mol/L 氢氧化钠溶液 10ml, 30℃ 放置 30 分钟, 用 0.01mol/L 盐酸溶液中和, 加流动相至刻度, 摇匀, 用磷酸调节 pH 值至 4.0。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-0.03mol/L 磷酸二氢钾溶液-10% 四丁基氢氧化铵溶液(190:795:15)(用磷酸调节 pH 值至 4.0)为流动相; 检测波长为 230nm; 进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 他唑巴坦峰拖尾因子应不大于 1.5, 他唑巴坦峰与最大杂质峰之间的分离度应不小于 10, 他唑巴坦峰与相邻杂质峰之间、最大杂质峰与相邻杂质峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%), 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%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.1g, 精密称定, 置顶空瓶中, 精密加入 N,N-二甲基甲酰胺 2ml 使溶解, 密封。

对照品溶液 精密称取二氯甲烷约 15mg, 丙酮、乙醇、乙酸乙酯和甲基异丁基酮各约 0.125g, 置同一 50ml 量瓶中, 加 N,N-二甲基甲酰胺稀释至刻度, 摇匀, 再精密量取 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用 N,N-二甲基甲酰胺稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 2ml, 置顶空瓶中, 密封。

色谱条件 以 100% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱; 起始温度为 40℃, 维持 10 分钟, 再以每分钟 40℃ 的速率升温至 100℃, 维持 1 分钟; 进样口温度为 200℃; 检测器温度为 250℃; 顶空瓶平衡温度为 50℃, 平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中, 各成分峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样, 记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算, 二氯甲烷、丙酮、乙醇、乙酸乙酯和甲基异丁基酮的残留量均应符合规定。

水分 取本品, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 含水分不得过 1.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查(通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照品溶液 取他唑巴坦对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

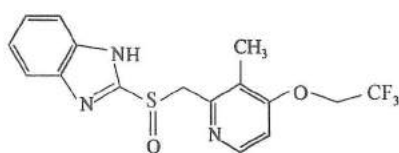
【类别】 β -内酰胺酶抑制剂。

【贮藏】 密闭,阴凉干燥处保存。

兰 索 拉 唑

Lansulazuo

Lansoprazole



$C_{16}H_{14}F_3N_3O_2S$ 369.37

本品为 2-[[[3-甲基-4-(2,2,2-三氟乙氧基)-2-吡啶基]甲基]亚磺酰基]-1H-苯并咪唑。按干燥品计算,含 $C_{16}H_{14}F_3N_3O_2S$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,遇光及空气易变质。

本品在 *N,N*-二甲基甲酰胺中易溶,在甲醇中溶解,在乙醇中略溶,在水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,加甲醇使溶解并制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 284nm 的波长处有最大吸收,在 245nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 708 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品约 50mg,置 25ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇适量,振摇使溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含兰索拉唑 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取兰索拉唑约 10mg 与间氯过氧苯甲酸约 10mg,置同一 20ml 量瓶中,加甲醇-水(60:40)溶液溶

解并稀释至刻度,摇匀,放置 10 分钟。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含兰索拉唑 1 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm \times 250mm,5 μ m 或效能相当的色谱柱);以甲醇-水-三乙胺-磷酸(600:400:5:1.5)[用磷酸溶液(1 \rightarrow 10)调节 pH 值至 7.3]为流动相,检测波长为 284nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,兰索拉唑峰的保留时间约为 16 分钟,兰索拉唑与两个主要降解产物峰(相对主峰的保留时间分别约为 0.6、0.8)之间的分离度均应大于 3.0。灵敏度溶液色谱图中,兰索拉唑峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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的主峰面积(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

干燥失重 取本品,以氢氧化钾为干燥剂,减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 15mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇-水(60:40)溶液适量,超声使溶解,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取兰索拉唑对照品约 15mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇-水(60:40)溶液适量,超声使溶解,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 质子泵抑制药。

【贮藏】 遮光,密封,在冷处保存。

【制剂】 (1)兰索拉唑肠溶片 (2)兰索拉唑肠溶胶囊 (3)注射用兰索拉唑

兰索拉唑肠溶片

Lansulazuo Changrongpian

Lansoprazole Enteric-coated Tablets

本品含兰索拉唑($C_{16}H_{14}F_3N_3O_2S$)应为标示量的 95.0%~

105.0%。

【性状】 本品为肠溶衣片,除去包衣后显白色至微黄色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含兰索拉唑 10 μ g 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 284nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于兰索拉唑 50mg),置 25ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇适量,振摇使兰索拉唑溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,用 0.5 μ m 的滤膜滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含兰索拉唑 20 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含兰索拉唑 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见兰索拉唑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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的主峰面积的 2 倍(2.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰及相对保留时间 0.25 之前的色谱峰均忽略不计。

含量均匀度 (15mg 规格)取本品 1 片,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 超声使崩散,加甲醇-水(60:40)溶液适量,超声使兰索拉唑溶解,放冷,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,滤过或离心,取续滤液或上清液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一方法 2)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9 \rightarrow 1000)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 120 分钟时,立即将转篮升出液面,将盐酸溶液弃去,立即加入预热至 37 $^{\circ}$ C 的磷酸盐缓冲液(pH 6.8)1000ml,继续依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 5ml,精密加入 0.15mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,摇匀。

对照品溶液 取兰索拉唑对照品约 15mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶(15mg 规格)或 25ml 量瓶(30mg 规格)中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,精密加入 0.15mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

耐酸力 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。如平均溶出量不小于标示量的 90%,则不再进行测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9 \rightarrow 1000)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 120 分钟时取下转篮。

供试品溶液 取转篮内供试片,用水洗净表面盐酸溶液,用滤纸吸干,置 100ml 量瓶(15mg 规格)或 200ml 量瓶(30mg 规格)中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇-水(60:40)溶液约 30ml,超声使兰索拉唑溶解,放冷,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,摇匀,滤过(或离心),取续滤液(或上清液)。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的含量。

限度 6 片中每片含量不得低于标示量的 90%;如有 1~2 片低于标示量的 90%,但不得低于标示量的 80%,其平均含量不得低于标示量的 90%;如有 1~2 片低于标示量的 90%,其中仅有 1 片低于标示量的 80%,但不得低于标示量的 70%,其平均含量不得低于标示量的 90%,应另取 6 片复试;初、复试的 12 片中有 1~3 片低于标示量的 90%,其中仅有 1 片低于标示量的 80%,但不得低于标示量的 70%,且平均含量不得低于标示量的 90%。

干燥失重 取本品细粉适量,精密称定,以氢氧化钾为干燥剂,在 60 $^{\circ}$ C 减压干燥 5 小时,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 片,除去肠溶衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于兰索拉唑 15mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇-水(60:40)溶液适量,超声使兰索拉唑溶解,放冷,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见兰索拉唑含量测定项下。

【类别】 同兰索拉唑。

【规格】 (1)15mg (2)30mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

兰索拉唑肠溶胶囊

Lansuolazuo Changrongjiaonang

Lansoprazole Enteric Capsules

本品含兰索拉唑($C_{16}H_{14}F_3N_3O_2S$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色肠溶小丸或球状颗粒。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品内容物的细粉适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含兰索拉唑 10 μ g 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 284nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品内容物,研细,精密称取适量(约相当于兰索拉唑 50mg),置 25ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇适量,振摇使兰索拉唑溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含兰索拉唑 20 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含兰索拉唑 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见兰索拉唑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

含量均匀度(15mg 规格) 取本品 1 粒,将内容物倾入 100ml 量瓶中,囊壳用甲醇-水(60:40)溶液分次洗净,洗液并入量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇-水(60:40)溶液约 30ml,超声约 25 分钟(控制水温不超过 20℃)使兰索拉唑溶解,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一方法 2)测定。

溶出条件 以氯化钠盐酸溶液(取氯化钠 2.0g,加盐酸 7.0ml,加水溶解并稀释至 1000ml)500ml 为溶出介质,转速为每分钟 150 转,依法操作,经 60 分钟时,立即将转篮升起液面,弃去上述各溶出杯中酸液,立即加入预热至 37℃ 的磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml,继续依法操作,经 60 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,取续滤液(15mg 规格);或精密量取续滤液 5ml,置 10ml 量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀(30mg 规格)。

对照品溶液 取兰索拉唑对照品约 20mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲醇溶解并定量稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 284nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

耐酸力 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。如溶出度项下的平均溶出量不小于标示量的 90%,则不再进行此项测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9 \rightarrow 1000)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 120 分钟时,取下转篮。

供试品溶液 用水洗转篮内颗粒至洗液呈中性,立即将颗粒转移至 100ml 量瓶(15mg 规格)或 200ml 量瓶(30mg 规格)中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇-水(60:40)溶液约 30ml,超声约 25 分钟(控制水温不超过 20℃)使兰索拉唑溶解,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的含量。

限度 6 粒中每粒含量均不得低于标示量的 90%;如有 1~2 粒低于标示量的 90%,但不低于标示量的 80%,其平均含量不得低于标示量的 90%;如有 1~2 粒低于标示量的 90%,其中仅有 1 粒低于标示量的 80%,但不低于标示量的 70%,其平均含量不低于标示量的 90%,应另取 6 粒复试;初、复试的 12 粒中有 1~3 粒低于标示量的 90%,其中仅有 1 粒低于标示量的 80%,但不得低于标示量的 70%,且平均含量不得低于标示量的 90%。

干燥失重 取本品内容物,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥 5 小时,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于兰索拉唑 15mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇-水(60:40)溶液约 30ml,超声约 25 分钟(控制水温不超过 20℃)使兰索拉唑溶解,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取兰索拉唑对照品约 15mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇-水(60:40)溶液约 30ml,超声约 25 分钟(控制水温不超过 20℃)使兰索拉唑溶解,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见兰索拉唑含量测定项下。

【类别】 同兰索拉唑。

【规格】 (1)15mg (2)30mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

注射用兰索拉唑

Zhusheyong Lansuolazuo

Lansoprazole for Injection

本品为兰索拉唑的无菌冻干品。按平均装量计算,含兰索拉唑($C_{16}H_{14}F_3N_3O_2S$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 碱度 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含兰索拉唑 3mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 10.5~12.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,分别加水溶解并稀释制成每 1ml 中含兰索拉唑 3mg 的溶液,溶液均应澄清无色;如显色,与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,取适量(约相当于兰索拉唑 50mg),置 25ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇适量,振摇使溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含兰索拉唑 20 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含兰索拉唑 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见兰索拉唑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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的主峰面积(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 5.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 兰索拉唑中含内毒素的量应小于 5.0EU。

无菌 取本品,加 0.1% 无菌蛋白胨水溶液溶解,经薄膜过滤法处理,用 0.1% 蛋白胨水溶液冲洗(每膜不少于 100ml),以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于兰索拉唑 15mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与甲醇-水(60:40)溶液约 30ml

使溶解,用甲醇-水(60:40)溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见兰索拉唑含量测定项下。

【类别】 同兰索拉唑。

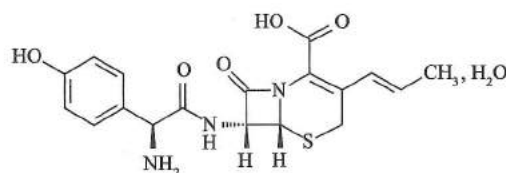
【规格】 30mg

【贮藏】 遮光,密闭,阴凉干燥处保存。

头孢丙烯

Toubaobingxi

Cefprozil

 $C_{18}H_{19}N_3O_5S \cdot H_2O$ 407.44

本品为(6R,7R)-3-丙烯基-7-[(R)-2-氨基-2-(4-羟基苯基)乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸一水合物。按无水物计算,含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)应为 90.0%~105.0%。

【性状】 本品为类白色至淡黄色结晶性粉末。

本品在水中微溶;在甲醇或 N,N-二甲基甲酰胺中极微溶;在丙酮或乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液中(Z)异构体峰和(E)异构体峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1120 图)一致。

【检查】 结晶性 取本品,依法检查(通则 0981),应符合规定。

酸度 取本品 0.50g,加水 100ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~6.5。

头孢丙烯(E)异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 30mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加水适量,充分振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢丙烯对照品适量,精密称定,加水适量,充分振摇使溶解,用水定量稀释制成每 1ml 中含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢丙烯对照品约 2.5mg,置 25ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 20.7g,加水 1800ml 使溶解,用磷

酸调节 pH 值至 4.4)-乙腈(90 : 10)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液的色谱图中,头孢丙烯(Z)异构体峰与(E)异构体峰之间的分离度应大于 2.5。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积分别计算供试品中头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(Z)异构体和头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(E)异构体的含量,头孢丙烯(E)异构体的含量与头孢丙烯(Z)、(E)异构体含量之和之比应为 0.06~0.11。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 0.23%磷酸二氢铵溶液-甲醇(94 : 6)。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 75mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。

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。

对照品溶液 取头孢羟氨苄对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 7.5 μ g 的溶液。

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 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.375 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为 0.23%磷酸二氢铵溶液,流动相 B 为甲醇;流速为每分钟 1.0ml,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 225nm;进样体积为 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	94	6
6	94	6
11	91	9
15	89	11
30	87	13
35	80	20
40	94	6
50	94	6

系统适用性要求 头孢丙烯(Z)异构体的保留时间约为 23~30 分钟,头孢丙烯(E)异构体的保留时间约为 30~40 分钟,头孢丙烯(Z)异构体峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,头孢丙烯(Z)异构体峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,头孢羟氨苄按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和的 0.3 倍(0.3%);其他各杂质峰面积之和不得大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和

(1.0%);小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

残留溶剂 丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯与乙酸丁酯 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 分别精密称取丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯与乙酸丁酯各适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含丙酮、异丙醇、乙酸乙酯与乙酸丁酯各约 50 μ g、二氯甲烷 6 μ g 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40 $^{\circ}$ C,维持 7 分钟,以每分钟 20 $^{\circ}$ C 速率升温至 100 $^{\circ}$ C,维持 7 分钟,再以每分钟 25 $^{\circ}$ C 速率升温至 220 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C;顶空瓶平衡温度为 80 $^{\circ}$ C,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,均应符合规定。

N,N-二甲基甲酰胺 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加 1,3-二甲基咪唑啉酮 2ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取 N,N-二甲基甲酰胺适量,精密称定,加 1,3-二甲基咪唑啉酮定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,精密量取 2ml,置顶空瓶中,密封。

系统适用性溶液 取 N,N-二甲基甲酰胺和 N,N-二甲基乙酰胺适量,加 1,3-二甲基咪唑啉酮稀释制成每 1ml 中各约含 0.2mg 的溶液,精密量取 2ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 100 $^{\circ}$ C,维持 8 分钟,以每分钟 20 $^{\circ}$ C 速率升至 230 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C;顶空瓶平衡温度为 90 $^{\circ}$ C,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,N,N-二甲基甲酰胺峰与 N,N-二甲基乙酰胺峰间的分离度应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量应为 3.5%~6.5%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见头孢丙烯(E)异构体项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积分别计算供试

品中头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(Z)异构体和头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(E)异构体的含量,两者之和为供试品中头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)头孢丙烯干混悬剂 (2)头孢丙烯片 (3)头孢丙烯胶囊 (4)头孢丙烯颗粒

头孢丙烯干混悬剂

Toubaobingxi Ganhunxuanji

Cefprozil for Suspension

本品含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)应为标示量的 90.0%~120.0%。

【性状】 本品为颗粒或粉末;气芳香。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液-丙酮(1:4)混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)2.5mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取头孢丙烯对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液-丙酮(1:4)混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板[经 105℃活化 1 小时后,置 5%(ml/ml)正十四烷的正己烷溶液中,展开至薄层板的顶部,晾干],以 0.1mol/L 枸橼酸溶液-0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液-丙酮(60:40:1.5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,于 105℃加热 5 分钟,取出,立即喷以用展开剂制成的 0.1%茚三酮溶液,在 105℃加热 15 分钟。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液中(Z)异构体峰和(E)异构体峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 头孢丙烯(E)异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 0.25g),置 250ml 量瓶中,加水约 150ml,振摇,超声使头孢丙烯溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯头孢丙烯(E)异构体项下。

限度 按外标法以峰面积分别计算供试品中头孢丙烯

(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(Z)异构体和头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(E)异构体的含量,头孢丙烯(E)异构体的含量与头孢丙烯(Z)、(E)异构体含量和之比应为 0.06~0.11。

酸度 取本品内容物适量,加水制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)35mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密称取装量差异项下内容物适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 75mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

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。

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 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.375 μ g 的溶液。

溶剂、对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,头孢羟氨苄按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和的 0.5 倍(0.5%);其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和的 1.5 倍(1.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 3.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取头孢丙烯对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.28mg(0.5g 规格、0.25g 规格)或 0.14mg(0.125g 规格)的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每包的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 除沉降体积比(单剂量包装)外,其他应符合口服混悬剂项下有关的各项规定(通则 0123)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见头孢丙烯(E)异构体项下。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯含量测定项下。

【类别】 同头孢丙烯。

【规格】 按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g (3)0.5g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

头孢丙烯片

Toubaobingxi Pian

Cefprozil Tablets

本品含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显类白色至淡黄色。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液-丙酮(1:4)混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)2.5mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取头孢丙烯对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液-丙酮(1:4)混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板[经 105℃ 活化 1 小时后,置 5%(ml/ml)正十四烷的正己烷溶液中,展开至薄层板的顶部,晾干],以 0.1mol/L 枸橼酸溶液-0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液-丙酮(60:40:1.5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,于 105℃ 加热 5 分钟,取出,立即喷以用展开剂制成的 0.1%茚三酮溶液,在 105℃ 加热 15 分钟。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液中(Z)异构体峰和(E)异构体峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 头孢丙烯(E)异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 0.25g),置 250ml 量瓶中,加水约 150ml,振摇,超声使头孢丙烯溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯头孢丙烯(E)异构体项下。

限度 按外标法以峰面积分别计算供试品中头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(Z)异构体和头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(E)异构体的含量,头孢丙烯(E)异构体的含量与头孢丙烯(Z)、(E)异构体含量之和之比应为 0.06~0.11。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密称取本品细粉适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 75mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

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。

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 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.375 μ g 的溶液。

溶剂、对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,头孢羟氨苄按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和的 0.5 倍(0.5%);其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和的 1.5 倍(1.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 7.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取头孢丙烯对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.28mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见头孢丙烯(E)异构体项下。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯含量测定项下。

【类别】 同头孢丙烯。

【规格】 按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

头孢丙烯胶囊

Toubaobingxi Jiaonang

Cefprozil Capsules

本品含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为类白色至淡黄色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品内容物适量,加 0.1mol/L 盐酸溶

液-丙酮(1:4)混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)2.5mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取头孢丙烯对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液-丙酮(1:4)混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板[经 105℃活化 1 小时后,置 5%(ml/ml)正十四烷的正己烷溶液中,展开至薄层板的顶部,晾干],以 0.1mol/L 枸橼酸溶液-0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液-丙酮(60:40:1.5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,于 105℃加热 5 分钟,取出,立即喷以用展开剂制成的 0.1%茚三酮溶液,在 105℃加热 15 分钟。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液中(Z)异构体峰和(E)异构体峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 头孢丙烯(E)异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 0.25g),置 250ml 量瓶中,加水约 150ml,振摇,超声使头孢丙烯溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯头孢丙烯(E)异构体项下。

限度 按外标法以峰面积分别计算供试品中头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(Z)异构体和头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(E)异构体的含量,头孢丙烯(E)异构体的含量与头孢丙烯(Z)、(E)异构体含量之和之比应为 0.06~0.11。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密称取装量差异项下内容物适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 75mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

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。

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 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.375 μ g 的溶液。

溶剂、对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,头孢羟氨苄按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和的 0.5 倍(0.5%);其他各杂质峰面积的和不得

大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和的 1.5 倍(1.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 7.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取头孢丙烯对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.28mg(0.25g 规格)或 0.14mg(0.125g 规格)的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见头孢丙烯(E)异构体项下。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯含量测定项下。

【类别】 同头孢丙烯。

【规格】 按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

头孢丙烯颗粒

Toubaobingxi Keli

Cefprozil Granules

本品含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为颗粒或粉末,气芳香。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品内容物适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液-丙酮(1:4)混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)2.5mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取头孢丙烯对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液-丙酮(1:4)混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板[经 105℃活化 1 小时后,置 5%(ml/ml)正十四烷的正己烷溶液中,展开至薄层板的顶部,晾干],以 0.1mol/L 枸橼酸溶液-0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液-丙酮(60:40:1.5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点

于同一薄层板上,展开,于 105℃ 加热 5 分钟,取出,立即喷以用展开剂制成的 0.1% 茚三酮溶液,在 105℃ 加热 15 分钟。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液中(Z)异构体峰和(E)异构体峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 头孢丙烯(E)异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 0.25g),置 250ml 量瓶中,加水约 150ml,振摇,超声使头孢丙烯溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯头孢丙烯(E)异构体项下。

限度 按外标法以峰面积分别计算供试品中头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(Z)异构体和头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)(E)异构体的含量,头孢丙烯(E)异构体的含量与头孢丙烯(Z)、(E)异构体含量之和之比应为 0.06~0.11。

酸度 取本品内容物适量,加水制成每 1ml 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)5.0mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密称取装量差异项下内容物适量(约相当于头孢丙烯,按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 75mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

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。

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 中约含头孢丙烯(按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.375μg 的溶液。

溶剂、对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,头孢羟氨苄按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和的 0.5 倍(0.5%);其他各杂质峰面积之和不得大于对照溶液中头孢丙烯(Z)异构体和(E)异构体峰面积之和的 1.5 倍(1.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 3.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)

测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取头孢丙烯对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢丙烯($C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计)0.28mg(0.25g 规格)或 0.14mg(0.125g 规格)的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每包的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合颗粒剂项下有关各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见头孢丙烯(E)异构体项下。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢丙烯含量测定项下。

【类别】 同头孢丙烯。

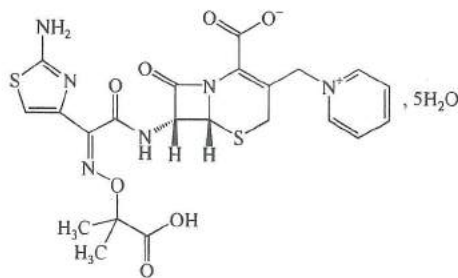
【规格】 按 $C_{18}H_{19}N_3O_5S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

头孢他啶

Toubaotading

Ceftazidime



$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2 \cdot 5H_2O$ 636.65

本品为(6R,7R)-7-[[[(2-氨基-4-噻唑基)-[(1-羧基-1-甲基乙氧基)亚氨基]乙酰基]氨基]-2-羧基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-3-甲基吡啶鎓内盐五水合物。按干燥品计算,含头孢他啶(按 $C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$ 计)不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭或微有特臭。

本品在水或甲醇中微溶,在丙酮中不溶,在磷酸盐缓冲液(pH 6.0)中略溶。

吸收系数 取本品,精密称定,加磷酸盐缓冲液(pH 6.0)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 257nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 400~430。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶

液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 718 图)一致。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 5.0mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~4.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.60g,分别加碳酸钠溶液(1→100)5ml 使溶解,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更深;如显色,与黄色或黄绿色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,加流动相 A-流动相 B(7:93)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A-流动相 B(7:93)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取头孢他啶对照品 60mg,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml 溶解,用水稀释至刻度,摇匀。在沸水浴中放置 20 分钟,取出,放冷。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为乙腈,流动相 B 为磷酸盐缓冲溶液(取磷酸二氢铵 22.6g 加水溶解并稀释至 1000ml,用 10%的磷酸溶液调节 pH 值至 3.9),按下表进行线性梯度洗脱;柱温为 35℃;检测波长为 255nm;进样体积为 20μl。

保留时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	7	93
14	7	93
29	14	86
40	14	86
41	7	93
52	7	93

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢他啶峰与其前相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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 2 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

头孢他啶聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 精密称取本品约 0.2g 与碳酸钠 20mg,置 10ml 量瓶中,加水适量使溶解后,用水稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢他啶对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖 2000 适量,加水溶

解并稀释制成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 取头孢他啶约 0.2g 与碳酸钠 20mg,置 10ml 量瓶中,加系统适用性溶液(1)溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120μm)为填充剂;玻璃柱内径 1.0~1.4cm,柱长 45cm;以含 3.5%硫酸铵的 pH 7.0 的 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液[0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(61:39)]为流动相 A,以水为流动相 B;流速为每分钟 0.8ml;检测波长为 254nm;进样体积 100~200μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖 2000 峰计算,理论板数均不低于 500,拖尾因子均应小于 2.0,蓝色葡聚糖 2000 的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)在以流动相 A 为流动相记录的色谱图中,高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于 1.5。对照溶液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

测定法 以流动相 A 为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢他啶峰面积计算,含头孢他啶聚合物的量不得过 0.3%。

吡啶 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

pH 7.0 磷酸盐缓冲液 称取无水磷酸氢二钠 5.68g、磷酸二氢钾 3.63g,加水溶解并稀释至 1000ml。

供试品溶液 取本品约 0.66g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 pH 7.0 磷酸盐缓冲液溶解并稀释至刻度(于 15℃以下贮存,1 小时内进样完毕),摇匀。

对照品溶液 取吡啶约 1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,于 15℃以下贮存。临用前精密量取 2ml,置 200ml 量瓶中,用 pH 7.0 磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.25mol/L 磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 57.515g,加水溶解并稀释至 2000ml)-水(300:100:600),用氨溶液调节 pH 值至 7.0 为流动相;流速为每分钟 1.0ml;检测波长为 254nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按吡啶峰计算不低于 3000。取对照品溶液注入液相色谱仪,计算数次进样结果,其相对标准偏差不得过 3.0%。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算出供试品中吡啶的含量,不得过 0.12%。

干燥失重 取本品,在 60℃减压干燥至恒重(通则 0831),减失重量应为 13.0%~15.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

可见异物 取本品 5 份,每份各 3.0g,分别加 1%碳酸钠溶液(经 0.45μm 滤膜滤过)溶解,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加 1%碳酸钠溶液(经 0.45μm 滤膜滤过)溶解制成每 1ml 中含 30mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 10μm 及 10μm 以上的微粒不得过 6000 个,含 25μm 及 25μm 以上的微粒不得过 600 个。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢他啶(按 $C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$ 计)中含内毒素的量应小于 0.10EU(先加 1%无菌内毒素的碳酸钠溶液将供试品溶解并稀释制成每 1ml 中含 80mg 的溶液,再用内毒素检查用水稀释至所需浓度)。(供注射用)

无菌 取本品,用适量 1%无菌碳酸钠溶液溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢他啶,按 $C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$ 计 0.25g),精密称定,置 250ml 量瓶中,加水使头孢他啶溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 15ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢他啶对照品,精密称定,加水使头孢他啶溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他啶(按 $C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$ 计)0.15mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-pH 7.0 磷酸盐缓冲液(称取无水磷酸氢二钠 42.59g、磷酸二氢钾 27.22g,加水溶解并稀释至 1000ml)-水(40:200:1760)为流动相;流速为每分钟 1.5ml;检测波长为 254nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,头孢他啶峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$ 的含量。

【类别】 β-内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

【制剂】 注射用头孢他啶

注射用头孢他啶

Zhusheyong Toubaoatading

Ceftazidime for Injection

本品为头孢他啶加适量碳酸钠或精氨酸为助溶剂制成的无菌粉末。按干燥品、无精氨酸或碳酸钠计算,含头孢他啶(按 $C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$ 计)不得少于 95.0%,按平均含量计算,含头孢他啶(按 $C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

【鉴别】 (1)在头孢他啶含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,加稀酸,即煮沸,发生二氧化碳,导入氢氧化钙试液中,即生成白色沉淀。

(3)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

(4)取本品约 25mg,加水 2.0ml 使溶解,加茚三酮约 10mg,加热,溶液显蓝紫色。

以碳酸钠为助溶剂的制剂,选做(1)、(2)、(3)项,以精氨酸为助溶剂的制剂,选做(1)、(4)项。

【检查】 酸碱度 取本品,按标示量加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,按标示量加流动相 A-流动相 B(7:93)溶解并稀释成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A-流动相 B(7:93)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢他啶有关物质项下。

吡啶 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,按标示量加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 6mg 的溶液。

对照品溶液 取吡啶约 1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,于 15℃ 以下贮存。临用前精密量取 2ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢他啶吡啶项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含吡啶的量不得过标示

量的 0.4%。

头孢他啶聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,按标示量加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20mg 的溶液。

对照溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢他啶中头孢他啶聚合物项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含头孢他啶聚合物的量不得过标示量的 1.0%。

干燥失重 取本品,在 60℃ 减压干燥至恒重(通则 0831),减失重量不得过 12.5%(含精氨酸),减失重量不得过 13.5%(含碳酸钠)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每瓶头孢他啶含量计算,应符合规定(通则 0941)。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水溶解并制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢他啶(按 C₂₂H₂₂N₆O₇S₂ 计)中含内毒素的量应小于 0.10EU。

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 头孢他啶 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

含量 1(按干燥品、无精氨酸或碳酸钠计) 供试品溶液 取本品内容物适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他啶(按 C₂₂H₂₂N₆O₇S₂ 计)0.15mg 的溶液。

对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见头孢他啶含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

含量 2(按平均含量计) 供试品溶液 取本品 10 瓶,分别加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他啶(按 C₂₂H₂₂N₆O₇S₂ 计)1mg 的溶液,精密量取 15ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见头孢他啶含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,求出 10 瓶的平均含量。

碳酸钠 精密称取经 110℃ 干燥 2 小时的氯化钠对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.8mg 的溶

液。精密量取氯化钠溶液 4.0ml、4.5ml、5.0ml、5.5ml、6.0ml,分别置 100ml 量瓶中,加硝酸 10ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液(1)、(2)、(3)、(4)、(5)。精密称取本品适量(约相当于含碳酸钠 13mg),置 100ml 量瓶中,加水适量溶解后,加硝酸 10ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。取硝酸 10ml 置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为空白溶液。取上述溶液照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法),在 330.3nm 的波长处分别测定吸光度,计算碳酸钠的含量。

精氨酸 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含精氨酸 0.05mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢他啶对照品与精氨酸对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含 0.2mg 与 0.05mg 的溶液。

色谱条件 用二羟基丙基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-pH 2.0 磷酸盐缓冲液(称取磷酸二氢铵 1.15g,加水 800ml 使溶解后,用磷酸调节 pH 值至 2.0,再用水稀释至 1000ml,混匀)(750:250)为流动相;检测波长为 206nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,头孢他啶峰与精氨酸峰之间的分离度应大于 6.0,精氨酸峰的拖尾因子应不大于 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 C₆H₁₄N₄O₂ 的含量。

【类别】 同头孢他啶。

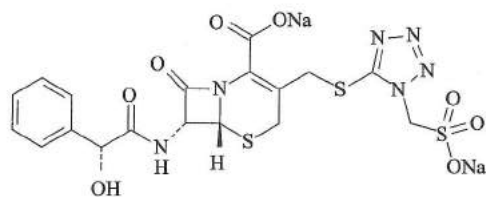
【规格】 按 C₂₂H₂₂N₆O₇S₂ 计 (1)0.5g (2)0.75g (3)1.0g (4)1.5g (5)2.0g (6)3.0g

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

头孢尼西钠

Toubaonixina

Cefonicid Sodium



C₁₈H₁₆N₆Na₂O₈S₃ 586.53

本品为(6R,7R)-7-[(R)- α -羟基苯乙酰胺基]-8-氧代-3-[[[1-磺酸甲基-1H-四氮唑-5-基]硫代]甲基]-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸二钠盐。按无水物计算,含头孢尼西(C₁₈H₁₆N₆O₈S₃)应为 83.2%~97.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶性粉末。

本品在水中极易溶解,在甲醇中易溶,在乙醇中极微溶解,在乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -37° 至 -47° 。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1121 图)一致。

(3)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~6.5。

溶液的澄清度 取本品 5 份,各 0.60g,分别加水 5ml 使溶解,立即依法检查,溶液应澄清;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓。

吸光度 取本品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢尼西 0.1g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 425nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.10。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取头孢尼西对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液,置 70℃ 水浴 40 分钟,放冷,作为降解溶液;另分别称取 7-氨基头孢烷酸(7-ACA)对照品和 5-巯基-1-磺酸甲基四唑(3-TSA)对照品各适量,加降解溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 磷酸二氢铵溶液(用氨试液调节 pH 值至 7.0)-甲醇(84:16)为流动相;检测波长为 272nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序为:5-巯基-1-磺酸甲基四唑(3-TSA)、7-氨基头孢烷酸(7-ACA)、头孢尼西、去乙酰头孢尼西。各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,7-氨基头孢烷酸(7-ACA)的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),5-巯基-1-磺酸甲基四唑(3-TSA)的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(5.0%)。

头孢尼西聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢尼西对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖 2000 适量,精密称定,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 称取头孢尼西钠约 0.2g,置 10ml 量瓶中,用系统适用性溶液(1)溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120 μ m)为填充剂;玻璃柱内径 1.0~1.4cm,柱长 30~40cm;流动相 A 为 pH 7.0 的 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液[0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(61:39)],流动相 B 为水;流速约为每分钟 1.2ml,检测波长为 254nm;进样体积 100~200 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖 2000 峰计算,理论板数均不低于 500,拖尾因子均应小于 2.0,蓝色葡聚糖 2000 的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)在以流动相 A 为流动相记录的色谱图中,高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于 2.0。对照溶液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

测定法 以流动相 A 为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢尼西峰面积计算,含头孢尼西聚合物的量不得过 0.4%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品 1.0g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取甲醇、乙醇、乙腈、丙酮、乙酸乙酯、四氢呋喃和二氯甲烷各适量,精密称定,加水定量稀释制成每 1ml 中分别含甲醇 0.6mg、乙醇 1.0mg、乙腈 0.082mg、丙酮 1.0mg、乙酸乙酯 1.0mg、四氢呋喃 0.144mg 和二氯甲烷 0.12mg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 100%的二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,起始温度为 45℃,保持 5 分钟,再以每分钟 10℃ 的速率升温至 180℃;进样口温度为 150℃;检测器温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 90℃,平衡时间为 20 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记

录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、乙腈、丙酮、乙酸乙酯、四氢呋喃与二氯甲烷的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 5.0%。

可见异物 取本品 5 份,每份各 2g,加微粒检查用水溶解,依法检查(通则 0904),均应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含 40mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢尼西中含内毒素的量应小于 0.35EU。(供注射用)

无菌 取本品,用 0.9% 无菌氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 60mg 的溶液,经薄膜过滤法处理,用 0.1% 无菌蛋白胨水溶液分次冲洗(每膜不少于 600ml),每管培养基中加入不少于 600 万单位的青霉素酶,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢尼西 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢尼西对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢尼西 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中头孢尼西($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_8\text{S}_3$)的含量。

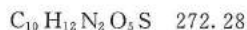
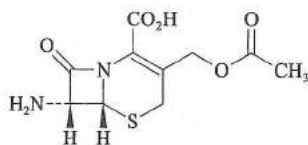
【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢尼西钠

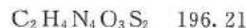
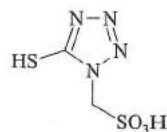
附:

7-氨基头孢烷酸



(6R,7R)-7-氨基-3-[(乙酰氧)甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸(7-ACA)

5-巯基-1-磺酸甲基四唑



5-巯基四氮唑-1-甲烷磺酸(3-TSA)

注射用头孢尼西钠

Zhusheyong Toubaonixina

Cefonicid Sodium for Injection

本品为头孢尼西钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢尼西($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_8\text{S}_3$)应为 83.2%~97.0%;按平均装量计算,含头孢尼西($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_8\text{S}_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶性粉末。

【鉴别】 照头孢尼西钠项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】溶液的澄清度 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,立即依法检查,溶液应澄清;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓。

吸光度 取本品 5 瓶,按标示量分别加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 425nm 的波长处测定,吸光度均不得过 0.10。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢尼西钠有关物质项下。

头孢尼西聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢尼西钠中头孢尼西聚合物项下。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 40mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微

粒不得过 600 粒。

酸度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢尼西钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢尼西 0.2mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢尼西钠含量测定项下。

【类别】 同头孢尼西钠。

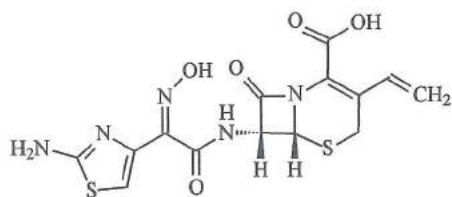
【规格】 按 $C_{18}H_{18}N_6O_5S_3$ 计 (1) 0.5g (2) 1.0g (3) 2.0g

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

头孢地尼

Toubaodini

Cefdinir



$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$ 395.42

本品为(6*R*,7*R*)-7-[(2-氨基-4-噻唑基)-(肟基)乙酰基]氨基]-3-乙烯基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸。按无水物计算,含头孢地尼($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)不得少于 94.0%。

【性状】 本品为微黄色至黄色结晶性粉末,有微臭。

本品在水、乙醇或乙醚中不溶,在 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液[0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L 磷酸二氢钾溶液(2:1)]中略溶。

比旋度 取本品,精密称定,加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -58° 至 -66° 。

吸收系数 取本品,精密称定,加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 287nm 波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 570~610。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1122 图)一致。

【检查】 **结晶性** 取本品少许,依法检查(通则 0981),应

符合规定。

酸度 取本品约 0.20g,加水 20ml,使成均匀混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.5~4.5。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品约 37.5mg,精密称定,置 25ml 棕色量瓶中,加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液 4ml 溶解后,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取头孢地尼对照品约 37.5mg,置 25ml 棕色量瓶中,加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液 4ml 溶解后,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀,在水浴中加热约 35 分钟,放冷,制得每 1ml 中约含 1.5mg 的头孢地尼与其降解杂质的混合溶液(其中杂质 I、杂质 J、杂质 K、杂质 L 的量各约 2%)。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 0.75 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为 0.25% 四甲基氢氧化铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 5.5) 1000ml,加入 0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 0.4ml,流动相 B 为 0.25% 四甲基氢氧化铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 5.5)-乙腈-甲醇(500:300:200),每 1000ml 中加入 0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 0.4ml,按表 1 进行线性梯度洗脱;柱温为 40 $^{\circ}$ C;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

表 1 梯度洗脱程序

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	95	5
2	95	5
25	75	25
42	50	50
43	95	5
60	95	5

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢地尼的保留时间约为 22 分钟,头孢地尼峰与杂质 J 峰之间的分离度应不小于 1.2,杂质 I 峰与杂质 J 峰之间、头孢地尼峰与杂质 K 峰之间及杂质 K 峰与杂质 L 峰之间的分离度均应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质峰面积与对照溶液主峰面积比较,均不得过表 2 中的限度值,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

水分 取本品,加甲酰胺与甲醇的混合溶液(2:1)使溶解,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 2.0%。

表 2 头孢地尼特定杂质的相对保留时间及限度

杂质名称	相对保留时间	限度(%)	杂质名称	相对保留时间	限度(%)
杂质 A	0.14	0.5	杂质 M	1.19	0.7
杂质 B	0.29	0.2	杂质 N	1.19	
杂质 C	0.37	0.2	杂质 O	1.31	0.2
杂质 D	0.45	0.2	杂质 P	1.51	0.5
杂质 E	0.57	0.5	杂质 Q	1.59	0.5
杂质 F	0.71	0.5	杂质 R	1.65	0.5
杂质 G	0.74	0.7	杂质 S	1.70	0.5
杂质 H	0.74		杂质 T	1.75	0.5
杂质 I	0.86	0.7	杂质 U	1.83	0.5
杂质 J	0.95		单个未知杂质		0.2
杂质 K	1.10				
杂质 L	1.14				

注：表中限度 0.2%、0.5%、0.7%，即为杂质的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍、0.5 倍、0.7 倍，其中杂质 G 与杂质 H 峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 0.7 倍，杂质 I、杂质 J、杂质 K 与杂质 L 峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 0.7 倍，杂质 M 与杂质 N 峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 0.7 倍。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(通则 0841)，遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(通则 0821 第二法)，含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 20mg，精密称定，置 100ml 棕色

量瓶中，加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液 2ml 溶解后，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取头孢地尼对照品约 20mg，精密称定，置 100ml 棕色量瓶中，加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液 2ml 溶解后，用流动相稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液 取头孢地尼对照品约 20mg，置 100ml 棕色量瓶中，加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液 2ml 溶解后，用流动相稀释至刻度，摇匀，在水浴中加热约 35 分钟，放冷，得每 1ml 中约含 0.2mg 头孢地尼与其降解杂质的混合溶液(其中相对主峰保留时间 0.9 与 1.2 处杂质的量各约为 2%)。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.25% 四甲基氢氧化铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 5.5)-乙腈-甲醇(900 : 60 : 40)，每 1000ml 中加入 0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 0.4ml 为流动相；检测波长为 254nm；进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，头孢地尼峰保留时间约为 8 分钟，E-异构体的保留时间约为头孢地尼峰保留时间的 3.5 倍，头孢地尼峰与其相对保留时间 0.9 和 1.2 处杂质峰之间的分离度均应不小于 1.2。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 β -内酰胺类抗生素，头孢菌素类。

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

【制剂】 头孢地尼胶囊

附：

1. 色谱图

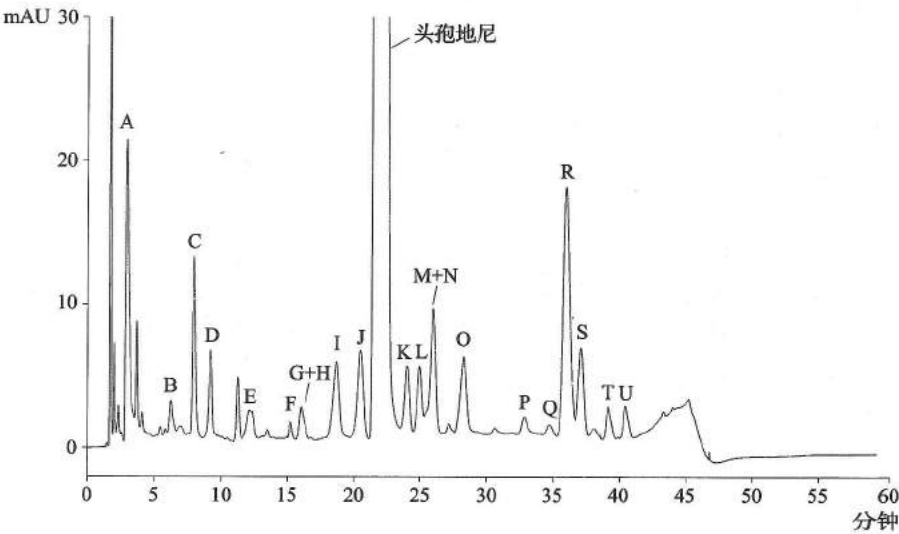
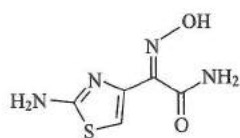


图 1 头孢地尼与相关杂质的参考色谱图
(注：A~U 为杂质 A~U)

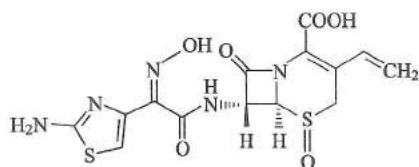
2. 杂质

杂质 A


 $C_5H_6N_4O_2S$ 186.20

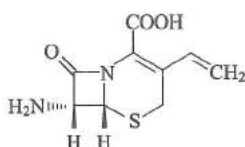
(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰胺

杂质 B


 $C_{14}H_{13}N_5O_6S_2$ 411.41

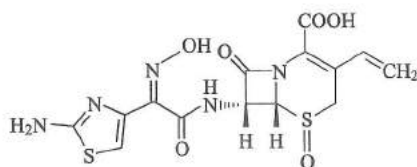
(6S,7R)-7-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-8-氧代-3-乙烯基-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸 5-氧化物

杂质 C


 $C_9H_{10}N_2O_3S$ 226.25

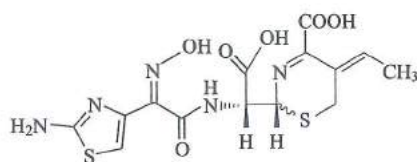
(6R,7R)-7-氨基-8-氧代-3-乙烯基-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸(7-AVCA)

杂质 D


 $C_{14}H_{13}N_5O_6S_2$ 411.41

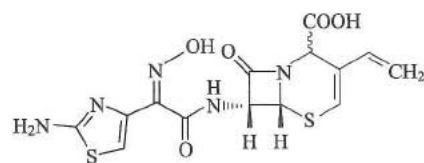
(6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-8-氧代-3-乙烯基-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸 5-氧化物

杂质 E


 $C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$ 413.43

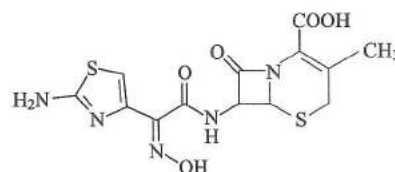
(Z)-2-[(R)-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-2-[(2R,5S)-5-甲基-7-氧代-2,4,5,7-四氢-1H-咪唑并[3,4-d][1,3]噻嗪-2-基]乙酸

杂质 F


 $C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$ 395.41

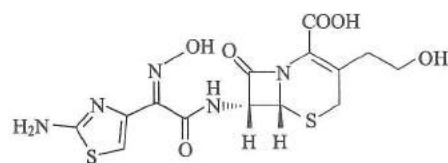
(6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-8-氧代-3-乙烯基-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

杂质 G


 $C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$ 383.40

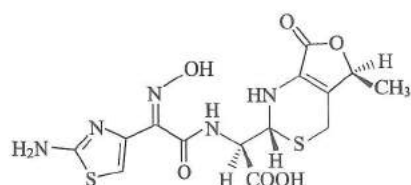
(Z)-7-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-3-甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸(3-甲基-头孢地尼)

杂质 H


 $C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$ 413.43

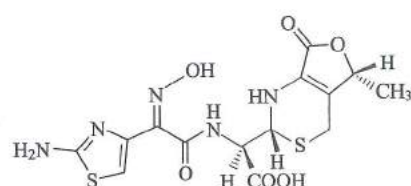
(6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-3-(2-羟基乙基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

杂质 I


 $C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$ 413.43

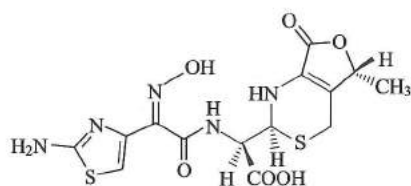
(R)-2-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-2-[(2R,5S)-5-甲基-7-氧代-2,4,5,7-四氢-1H-咪唑并[3,4-d][1,3]噻嗪-2-基]乙酸

杂质 J


 $C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$ 413.43

(R)-2-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-2-[(2R,5R)-5-甲基-7-氧代-2,4,5,7-四氢-1H-咪唑并[3,4-d][1,3]噻嗪-2-基]乙酸

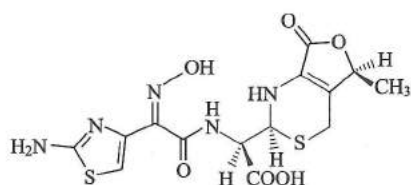
杂质 K



$C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$ 413.43

(R)-2-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-2-[(2S,5R)-5-甲基-7-氧代-2,4,5,7-四氢-1H-呋喃并[3,4-d][1,3]噻嗪-2-基]乙酸

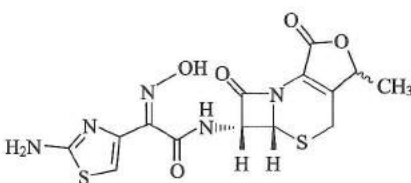
杂质 L



$C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$ 413.43

(R)-2-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-2-[(2S,5S)-5-甲基-7-氧代-2,4,5,7-四氢-1H-呋喃并[3,4-d][1,3]噻嗪-2-基]乙酸

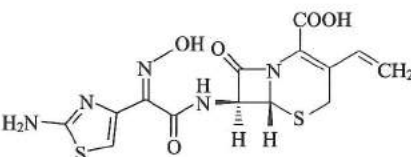
杂质 M



$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$ 395.41

(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)-N-[(5aR,6R)-3-甲基-1,7-二氧代-1,3,4,5a,6,7-六氢氮杂环丁二烯并[2,1-b]呋喃并[3,4-d][1,3]噻嗪-6-基]乙酰胺

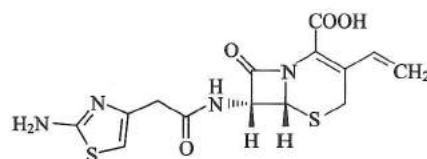
杂质 N



$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$ 395.41

(6R,7S)-7-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-8-氧代-3-乙烯基-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸(7S-头孢地尼)

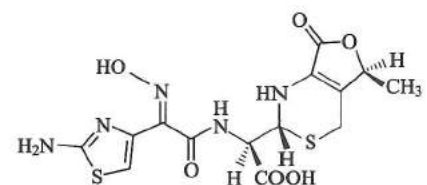
杂质 O



$C_{14}H_{14}N_4O_4S_2$ 366.42

(6R,7R)-7-[2-(2-氨基噻唑-4-基)乙酰氨基]-8-氧代-3-乙烯基-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

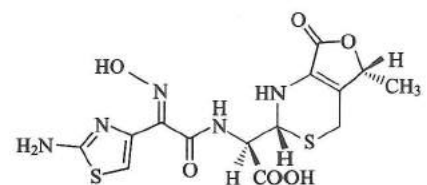
杂质 P



$C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$ 413.43

(R)-2-[(E)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-2-[(2R,5S)-5-甲基-7-氧代-2,4,5,7-四氢-1H-呋喃并[3,4-d][1,3]噻嗪-2-基]乙酸

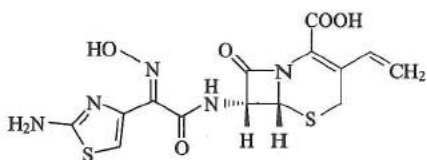
杂质 Q



$C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$ 413.43

(R)-2-[(E)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-2-[(2R,5R)-5-甲基-7-氧代-2,4,5,7-四氢-1H-呋喃并[3,4-d][1,3]噻嗪-2-基]乙酸

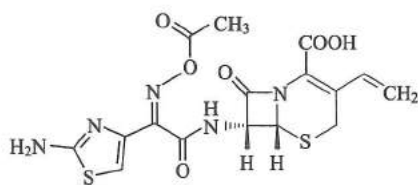
杂质 R



$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$ 395.41

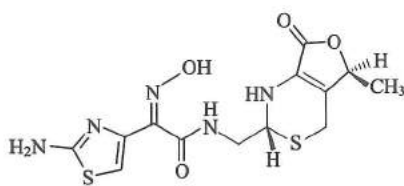
(6R,7R)-7-[(E)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)乙酰氨基]-8-氧代-3-乙烯基-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

杂质 S


 $C_{16}H_{15}N_5O_6S_2$ 437.45

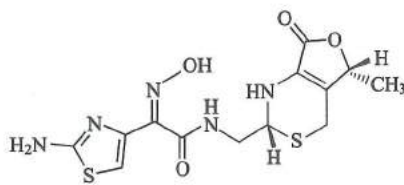
(6R,7R)-7-[(E)-2-(乙酰氧基氨基)-2-(2-氨基噻唑-4-基)乙酰氨基]-8-氧代-3-乙烯基-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸(N-乙酰氧基头孢地尼)

杂质 T


 $C_{13}H_{15}N_5O_4S_2$ 369.42

(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)-N-[(2R,5S)-5-甲基-7-氧代-2,4,5,7-四氢-1H-咪唑并[3,4-d][1,3]噻嗪-2-基甲基]乙酰胺

杂质 U


 $C_{13}H_{15}N_5O_4S_2$ 369.42

(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(羟基亚氨基)-N-[(2R,5R)-5-甲基-7-氧代-2,4,5,7-四氢-1H-咪唑并[3,4-d][1,3]噻嗪-2-基甲基]乙酰胺

头孢地尼胶囊

Toubaodini Jiaonang

Cefdinir Capsules

本品含头孢地尼($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为淡黄色或黄色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品内容物适量(约相当于头孢地尼 10mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液[取 0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L 磷酸二氢钾溶液(2:1)]溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,量取续滤液适量,用上述溶剂稀释制成每

1ml 中约含头孢地尼 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 287nm 与 224nm 波长处有最大吸收,在 248nm 波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢地尼 37.5mg),置 25ml 棕色量瓶中,加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液 4ml 使头孢地尼溶解后,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含头孢地尼 0.75 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见头孢地尼有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积与对照溶液主峰面积比较,均应符合头孢地尼项下表 2 中的限度要求,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍(3.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

干燥失重 取本品内容物适量,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 3.0%(通则 0831)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(稀盐酸 24→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,置棕色量瓶中,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢地尼 10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢地尼对照品,精密称定,置棕色量瓶中,加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液,精密量取适量,置棕色量瓶中,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 280nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢地尼 0.1g),置 100ml 棕色量瓶中,加上述 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液 10ml 溶解后,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 棕色量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢地尼含量测定项下。

【类别】 同头孢地尼。

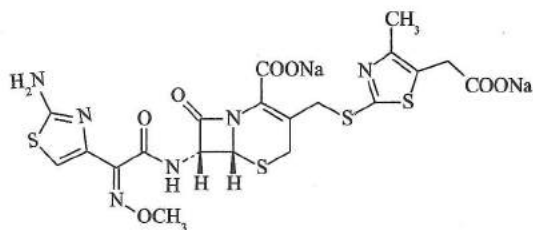
【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

头孢地嗪钠

Toubaodiqinna

Cefodizime Sodium



$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$ 628.63

本品为(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧亚氨基)乙酰氨基]-3-[(5-羧甲基-4-甲基噻唑-2-基)硫甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸二钠盐。按无水、无乙醇物计算,含 $C_{20}H_{18}N_6O_7S_4$ 不得少于 88.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色的粉末或结晶性粉末;无臭或稍有特异性气味。

本品在水中极易溶解,在无水乙醇或乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -55° 至 -62° 。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 260nm 波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 305~335。

【鉴别】 (1) 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 922 图)一致。

(3) 本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸碱度 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,分别加水制成每 1ml 中含头孢地嗪 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更深;如显色,与黄色或黄绿色 9 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 I 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 25mg,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取头孢地嗪对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,取 10ml,加 0.1mol/L

盐酸溶液 1ml,室温放置 24 小时,再加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 0.87g 与无水磷酸氢二钠 0.22g,加水溶解并稀释至 1000ml,摇匀)-乙腈(920:80)为流动相;检测波长为 215nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢地嗪峰与前、后相邻的降解杂质峰之间的分离度应分别大于 3.0 和 4.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 6 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),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%)。

有关物质 II 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢地嗪 0.5mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢地嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢地嗪 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液 10ml,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,室温放置 10 分钟,再加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml,摇匀。

色谱条件 用球状亲水硅胶(分子量适用范围为 1000~10 000)为填充剂;以磷酸盐缓冲液(pH 7.0)[0.005mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.005mol/L 磷酸二氢钠溶液(61:39)]-乙腈(95:5)为流动相;流速为每分钟 0.8ml;检测波长为 231nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢地嗪峰与其前相邻降解杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以头孢地嗪峰计算,保留时间小于头孢地嗪的杂质的总量不得过 1.5%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

内标溶液 取正丙醇适量,用水稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入内标溶液 2ml 使溶解,密封。

对照品溶液 分别精密称取二氯甲烷 60mg、乙腈 41mg 和乙醇约 2.0g,置 50ml 量瓶中,用内标溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用内标溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 40 $^{\circ}$ C;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C;顶空瓶平衡温度为 60 $^{\circ}$ C,平衡时间为 30

分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各色谱峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积比值计算,乙醇的残留量不得超过 2.0%;乙腈、二氯甲烷的残留量均应符合规定。

2-乙基己酸 取本品适量,依法测定(通则 0873),不得超过 0.5%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 4.0%。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

可见异物 取本品 5 份,每份 2.0g,分别加微粒检查用水溶解,依法检查(通则 0904),均应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水溶解并制成每 1ml 中含 30mg 的溶液,放置 10 分钟,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 个,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 个。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢地嗪中含内毒素的量应小于 0.10EU。(供注射用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢地嗪 0.1mg 的溶液,摇匀。

对照品溶液 取头孢地嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢地嗪 0.1mg 的溶液,摇匀。

色谱条件 见有关物质 I 项下。检测波长为 262nm。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质 I 项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{N}_6\text{O}_7\text{S}_4$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢地嗪钠

注射用头孢地嗪钠

Zhusheyong Toubao diqinna

Cefodizime Sodium for Injection

本品为头孢地嗪钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢

地嗪($\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{N}_6\text{O}_7\text{S}_4$)不得少于 86.0%;按平均装量计算,含头孢地嗪($\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{N}_6\text{O}_7\text{S}_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色的粉末或结晶性粉末;无臭或稍有特异性气味。

【鉴别】 照头孢地嗪钠项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 10 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 I 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 25mg,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢地嗪钠有关物质 I 项下。

有关物质 II 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢地嗪 0.5mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢地嗪钠有关物质 II 项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以头孢地嗪峰计算,保留时间小于头孢地嗪的杂质总量不得过标示量的 2.5%。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 30mg 的溶液,放置 10 分钟,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒。

酸碱度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢地嗪钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢地嗪 0.1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢地嗪钠含量测定项下。

【类别】 同头孢地嗪钠。

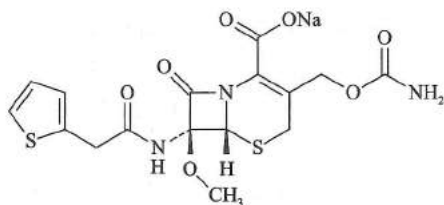
【规格】 按 $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{N}_6\text{O}_7\text{S}_4$ 计 (1)0.25g (2)0.5g (3)1.0g (4)1.5g (5)2.0g

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

头孢西丁钠

Toubaoxingdingna

Cefoxitin Sodium


$$\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{NaO}_7\text{S}_2 \quad 449.43$$

本品为(6*R*,7*S*)-3-(氨基甲酰氧甲基)-7-甲氧基-8-氧代-7-[2-(2-噻吩基)乙酰氨基]-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸钠盐。按无水、无溶剂物计算,含头孢西丁($C_{16}H_{17}N_3O_7S_2$)不得少于90.1%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末,吸湿性强。

本品在水中极易溶解,在乙醇中微溶,在乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度应为 $+206^{\circ}$ 至 $+214^{\circ}$ 。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含1mg的溶液,精密量取2ml,置100ml量瓶中,用4.2%碳酸氢钠溶液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在262nm的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)为190~210。

【鉴别】(1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1123 图)一致。

(3)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.2~7.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.55g,分别加水 5ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 8 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

磷酸盐缓冲液 称取磷酸氢二钾 34.836g,加水 1000ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 6.8,取 20ml,用水稀释至 1000ml。

供试品溶液 取本品约 50mg, 置 10ml 量瓶中, 加磷酸盐缓冲液溶解并稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用磷酸盐缓冲液稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液 取头孢西丁对照品适量,用磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.25mg 的溶液,在 70℃

水浴放置 1 小时,放冷。

色谱条件 用苯基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为水(用甲酸调节 pH 值至 2.7),流动相 B 为乙腈,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 235nm;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	90	10
12	90	10
37	80	20
50	60	40
55	20	80
60	20	80
62	90	10
70	90	10

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢西丁峰的保留时间约为 35 分钟,头孢西丁峰与其相对保留时间约为 0.8 处的杂质峰之间的分离度应大于 5.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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%),各杂质峰面积和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(4.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

内标溶液 取丁酮适量,用水稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

供试品溶液(1) 取本品约 1.0g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加内标溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

供试品溶液 精密量取供试品溶液(1)1ml与内标溶液1ml置同一顶空瓶中,密封。

对照品溶液 分别精密称取各溶剂对照品适量,用内标溶液定量稀释制成每1ml中含甲醇0.3mg、乙醇0.5mg、乙腈41μg、丙酮0.5mg、乙酸乙酯0.5mg与四氢呋喃72μg的溶液,作为混合对照品溶液,精密量取混合对照品溶液1ml与供试品溶液(1)1ml,置同一顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 100% 二甲基聚硅氧烷 (或极性相近) 为固定液的毛细管柱为色谱柱; 柱温为 40℃; 进样口温度为 200℃; 检测器温度为 250℃; 顶空瓶平衡温度为 70℃, 平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,按甲醇、乙醇、乙腈、丙酮、丁酮(内标)、乙酸乙酯、四氢呋喃的顺序出峰,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按标准加入法以峰面积计算,甲醇、乙醇、乙腈、丙酮、乙酸乙酯与四氢呋喃的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,

以乙二醇-吡啶(3:1)为溶剂,含水分不得过 1.0%。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

可见异物 取本品 5 份,每份各 2.0g,加微粒检查用水溶解,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢西丁中含内毒素的量应小于 0.10EU。(供注射用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

磷酸盐缓冲液 取磷酸二氢钾 1.0g 和磷酸氢二钠 1.8g,加水 900ml 溶解,用磷酸或 10mol/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.1 ± 0.1 ,用水稀释至 1000ml。

供试品溶液 取本品,精密称定,加磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢西丁 0.3mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢西丁对照品适量,精密称定,加磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢西丁 0.3mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-乙腈-冰醋酸(81:19:1)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 $10\mu\text{l}$ 。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,头孢西丁峰拖尾因子应不大于 1.8,头孢西丁峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}_2$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢西丁钠

注射用头孢西丁钠

Zhusheyong Toubaoxingdingna

Cefoxitin Sodium for Injection

本品为头孢西丁钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢西丁($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}_2$)不得少于 89.5%;按平均装量计算,含头孢西丁($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末,吸湿性强。

【鉴别】 取本品,照头孢西丁钠项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 8 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,置 10ml 量瓶中,加磷酸盐缓冲液溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀。

磷酸盐缓冲液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢西丁钠有关物质项下。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),应符合规定。

酸度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢西丁钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,精密称定,加磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢西丁 0.3mg 的溶液。

磷酸盐缓冲液、对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢西丁钠含量测定项下。

【类别】 同头孢西丁钠。

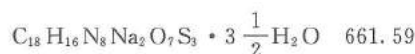
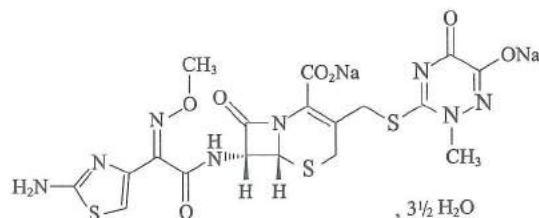
【规格】 按 $\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}_2$ 计 (1)1.0g (2)2.0g

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

头孢曲松钠

Toubaoqusongna

Ceftriaxone Sodium



本品为(6R,7R)-7-[[[(2Z)-(2-氨基噻唑-4-基)(甲氧基亚氨基)乙酰基]氨基]-3-[[[(2-甲基-6-氧代-2,5-二氢-1,2,4-三嗪-3-基)硫基]甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸钠盐三倍半水合物。按无水物计算,含头孢曲松($\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{N}_8\text{O}_7\text{S}_3$)不得少于 84.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在甲醇中微溶,在乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -153° 至 -170° 。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 241nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 495~545。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 124 图)一致。

(3)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 结晶性 取本品,依法检查(通则 0981),应符合规定。

酸碱度 取本品,加水制成每 1ml 中约含 0.12g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.0~8.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.60g,分别加水 5ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色、黄绿色或橙黄色 7 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.22mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取头孢曲松对照品和头孢曲松反式异构体对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 0.22mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 正辛胺溶液-乙腈(73:27)并用磷酸调节 pH 值至 6.5 为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢曲松峰和头孢曲松反式异构体峰之间的分离度应大于 6.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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 2 倍(2.0%)。

头孢曲松聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢曲松对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖 2000 适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 称取头孢曲松钠约 0.2g,置 10ml 量瓶中,用系统适用性溶液(1)溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120 μ m)为填充剂;玻璃柱内径 1.0~1.4cm,柱长 30~40cm;以 pH 7.0 的 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液[0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(61:39)]为流动相 A,以水为流动相 B;流速为每分钟 1.5ml;检测波长为 254nm;进样体积 100~200 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖 2000 峰计算,理论板数均不低于 400,拖尾因子均应小于 2.0,蓝色葡聚糖 2000 的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)在以流动相 A 为流动相记录的色谱图中,高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于 2.0。对照溶液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰,与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

测定法 以流动相 A 为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢曲松峰面积计算,含头孢曲松聚合物的量不得过 0.5%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

供试品贮备液 取本品约 1g,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

供试品溶液 精密量取供试品贮备液 1ml,置顶空瓶中,精密加水 1ml,摇匀,密封。

对照品贮备液 精密称取甲醇 0.15g、乙醇 0.25g、丙酮 0.25g 和乙酸乙酯 0.25g,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 精密量取对照品贮备液 1ml,置顶空瓶中,精密加入供试品贮备液 1ml,摇匀,密封。

系统适用性溶液 取对照品贮备液 1ml,置顶空瓶中,加水 1ml,摇匀,密封。

色谱条件 用 100%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 40 $^{\circ}$ C;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C;顶空瓶平衡温度为 70 $^{\circ}$ C,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为:甲醇、乙醇、丙酮和乙酸乙酯,各色谱峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按标准加入法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮和乙酸乙酯的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分为 8.0%~11.0%。

重金属 取本品 1g,依法检查(通则 0821 第二法),含重

金属不得过百万分之二。

可见异物 取本品 5 份,每份各 2g,用微粒检查用水溶解,依法检查(通则 0904),均应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢曲松中含内毒素的量应小于 0.20EU。(供注射用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢曲松 22mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢曲松对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢曲松 0.22mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_8\text{O}_7\text{S}_3$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 遮光,严封,在阴凉干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢曲松钠

注射用头孢曲松钠

Zhusheyong Toubaoqusongna

Ceftriaxone Sodium for Injection

本品为头孢曲松钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢曲松($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_8\text{O}_7\text{S}_3$)不得少于 84.0%;按平均装量计算,含头孢曲松($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_8\text{O}_7\text{S}_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

【鉴别】 照头孢曲松钠项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的结果。

【检查】溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更深;如显色,与黄色、黄绿色或橙黄色 9 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.22mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢曲松钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(4.0%)。

头孢曲松聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢曲松钠头孢曲松聚合物项下。

限度 按外标法以头孢曲松峰面积计算,含头孢曲松聚合物的量不得过标示量的 0.8%。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒。

酸碱度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢曲松钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢曲松 0.22mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢曲松钠含量测定项下。

【类别】 同头孢曲松钠。

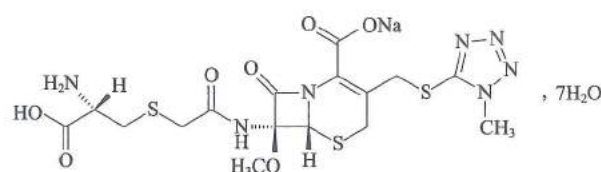
【规格】 按 $\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_8\text{O}_7\text{S}_3$ 计 (1)0.25g (2)0.5g (3)1.0g (4)2.0g (5)4.0g

【贮藏】 遮光,密闭,在阴凉干燥处保存。

头孢米诺钠

Toubaominuona

Cefminox Sodium



$\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{N}_7\text{NaO}_7\text{S}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 667.66

本品为(+)-(6*R*,7*S*)-7-[(*S*)-2-(2-氨基-2-羧基乙硫基)乙酰氨基]-7-甲氧基-3-[[[(1-甲基-1*H*-四氮唑-5-基)硫基]甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸钠七水合物。按无水物计算,含头孢米诺($C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$)不得少于91.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭或微臭。

本品在水中易溶,在甲醇中微溶,在无水乙醇、乙醚或丙酮中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含5mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度应为+76°至+89°。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺20 μ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在273nm的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为195~220。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含头孢米诺20 μ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在273nm的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品图谱一致(通则0402)。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则0301)。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每1ml中含头孢米诺70mg的溶液,依法测定(通则0631),pH值应为4.5~6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品5份,各0.625g,分别加水5ml溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(通则0902第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色5号标准比色液(通则0901第一法)比较,均不得更深。

有关物质 I 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含头孢米诺1.0mg的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺10 μ g的溶液。

系统适用性溶液 取头孢米诺系统适用性对照品适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含1mg的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液1ml,用流动相定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺0.5 μ g的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸溶液(1→100)-甲醇-四氢呋喃(990:5:5)为流动相;检测波长为254nm;进样体积10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图应与标准图谱一致。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液

相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3.5倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

有关物质 II 照分子排阻色谱法(通则0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺1.0mg的溶液。

对照品溶液 取头孢米诺对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺5 μ g的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液10ml,加0.1mol/L氢氧化钠溶液1ml,室温放置1分钟,再加0.1mol/L盐酸溶液1ml,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照品溶液1ml,用流动相定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺0.2 μ g的溶液。

色谱条件 用球状亲水改性硅胶(分子量适用范围为聚合物500~15000)为填充剂(TSK-GEL G2000swxl,7.8mm×30cm,5 μ m或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(pH7.0)[0.005mol/L磷酸氢二钠溶液-0.005mol/L磷酸二氢钠溶液(61:39)]-乙腈(95:5)为流动相;流速为每分钟0.8ml;检测波长为254nm;进样体积10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢米诺峰保留时间约为12分钟,头孢米诺峰与其前相邻降解杂质峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以头孢米诺峰计算,相对保留时间在0.82~1.0间的杂质总量不得过0.5%,相对保留时间小于0.82的杂质总量不得过0.3%,小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

残留溶剂 甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、二氯乙烷、异丙醇与二氧六环 照残留溶剂测定法(通则0861第二法)测定。

供试品贮备液 取本品约1.0g,精密称定,置10ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

供试品溶液 精密量取供试品贮备液1ml置顶空瓶中,精密加水1ml,密封。

对照品溶液 取各溶剂适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中含甲醇0.3mg、乙醇0.5mg、丙酮0.5mg、二氯甲烷0.06mg、乙酸乙酯0.5mg、二氯乙烷0.0005mg、异丙醇0.5mg与二氧六环0.038mg的混合对照品溶液,摇匀,精密量取1ml,置顶空瓶中,再精密加入供试品贮备液1ml,密封。

色谱条件 以二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的

毛细管柱(膜厚不小于 $1.0\mu\text{m}$)为色谱柱;起始温度为 35°C ,维持 7 分钟,以每分钟 20°C 的速率升温至 220°C ,维持 4 分钟;进样口温度为 200°C ;检测器温度为 250°C ;顶空平衡温度为 70°C ,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,出峰顺序依次为甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、二氯乙烷和二氧六环,各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按标准加入法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、二氯乙烷、异丙醇与二氧六环的残留量均应符合规定。

甲苯、苯甲醚与 N,N -二甲基苯胺 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

供试品溶液 取本品 1.0g,精密称定,置 20ml 量瓶中,加甲醇-水(60:40)使溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 分别精密称取甲苯约 0.089g,苯甲醚约 0.5g 和 N,N -二甲基苯胺约 0.02g,置 20ml 量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,加甲醇-水(60:40)稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40°C ,维持 5 分钟,以每分钟 30°C 的速率升温至 200°C ,维持 3 分钟;进样口温度为 200°C ;检测器温度为 250°C ;进样体积 $1\mu\text{l}$ 。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲苯的残留量应符合规定;苯甲醚的残留量不得过 0.5%; N,N -二甲基苯胺的残留量不得过 0.02%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量应为 18.0%~20.0%。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

可见异物 取本品 5 份,每份各 2.0g,加微粒检查用水溶解后,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品 4 份,每份 2.0g,加微粒检查用水制成每 1ml 中约含 30mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢米诺中含内毒素的量应小于 0.050EU。(供注射用)

无菌 取本品,用 0.9% 无菌氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含头孢米诺 40mg 的溶液。经薄膜过滤法处理,

用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨水溶液分次冲洗(每膜不少于 500ml)。以大肠埃希菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢米诺 1.0mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢米诺对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢米诺 1.0mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质 I 项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $\text{C}_{16}\text{H}_{21}\text{N}_7\text{O}_7\text{S}_3$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉、干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢米诺钠

注射用头孢米诺钠

Zhusheyong Toubaoaminuona

Cefminox Sodium for Injection

本品为头孢米诺钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢米诺($\text{C}_{16}\text{H}_{21}\text{N}_7\text{O}_7\text{S}_3$)不得少于 91.0%。按平均装量计算,含头孢米诺($\text{C}_{16}\text{H}_{21}\text{N}_7\text{O}_7\text{S}_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭或微臭。

【鉴别】 照头孢米诺钠项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水溶解并制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,立即依法检查,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 5 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 I 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢米诺 1.0mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含头孢米诺 $10\mu\text{g}$ 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含头孢米诺 $0.5\mu\text{g}$ 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢米诺钠有关物质 I 项下。

有关物质Ⅱ 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢米诺 1.0mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢米诺钠有关物质Ⅱ项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以头孢米诺峰计算,相对保留时间在 0.82~1.0 间的杂质总量不得过标示量的 0.5%,相对保留时间小于 0.82 的杂质总量不得过标示量的 0.3%,小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水溶解并制成每 1ml 中约含 30mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。

酸度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢米诺钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢米诺 1.0mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢米诺钠含量测定项下。

【类别】 同头孢米诺钠。

【规格】 按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计 (1)0.25g (2)0.5g (3)1.0g (4)1.5g (5)2.0g

【贮藏】 密封,在阴凉、干燥处保存。

本品为(6*R*,7*R*)-7-[[*(Z)*]-2-(2-氨基-4-噻唑基)-2-[(羧甲氧基)亚氨基]乙酰基]氨基]-3-乙烯基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸三水合物。按无水物计算,含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶性粉末,无臭或略有特殊臭味。

本品在甲醇中溶解,在乙醇中微溶,在水或乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,用 2%碳酸氢钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度应为 -75°至 -88°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致。如不一致,可分别取本品和对照品适量,加甲醇溶解,挥干溶剂后,取残留物照红外分光光度法(通则 0402)测定,二者的红外光吸收图谱应一致。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.7mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.6~4.1。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)定量稀释制成每 1ml 中约含 0.01mg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢克肟对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,于沸水浴上加热 45 分钟,冷却。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以四丁基氢氧化铵溶液(取 10%四丁基氢氧化铵溶液 25ml,加水 1000ml,摇匀,用 1.5mol/L 磷酸溶液调节 pH 值至 7.0)-乙腈(72:28)为流动相;检测波长为 254nm;柱温为 40℃;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,按头孢克肟(*E*)异构体、头孢克肟的顺序出峰,头孢克肟(*E*)异构体峰与头孢克肟峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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 3 倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定。

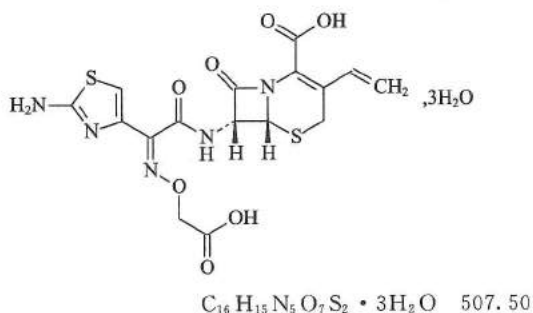
内标溶液 取正丙醇适量,用 *N,N*-二甲基甲酰胺稀释成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入内标溶液 1.0ml 使溶解,密封。

头孢克肟

Toubaokewo

Cefixime



对照品溶液 取各溶剂对照品适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 600 μ g、乙醇 1mg、乙醚 1mg、丙酮 1mg、异丙醇 1mg、二氯甲烷 120 μ g、异丙醚 1mg、四氢呋喃 150 μ g、乙酸乙酯 1mg、乙酸异丙酯 1mg、吡啶 40 μ g、苯甲醚 1mg 的混合对照品溶液。精密量取混合对照品溶液 1ml,置顶空瓶中,密封。

系统适用性溶液 分别取乙醇和乙醚各适量,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含乙醇和乙醚各 1mg 的溶液,精密量取 1.0ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 22 分钟,再以每分钟 100℃的速率升温至 120℃,维持 10 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 70℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,按乙醇、乙醚和正丙醇(内标)的顺序出峰,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 首先顶空进样甲烷气体,记录甲烷的保留时间作为色谱系统的死时间(t_0),再顶空进样供试品溶液,记录色谱图,色谱图中如有色谱峰,按下式计算供试品溶液色谱图中各色谱峰的保留时间(t_R)相对于正丙醇保留时间[$t_{R(\text{正丙醇})}$]的相对调整保留时间(RART):

$$RART = \frac{t_R - t_0}{t_{R(\text{正丙醇})} - t_0}$$

将得到的 RART 值与下表的 RART 值比较,确定供试品中的残留溶剂种类;再制备相应的对照品溶液,顶空进样对照品溶液,记录色谱图。

溶剂	RART 值
甲醇	0.182
乙醇	0.363
乙醚	0.393
丙酮	0.482
异丙醇	0.529
二氯甲烷	0.549
异丙醚	0.968
正丙醇	1.000
乙酸乙酯	1.343
四氢呋喃	1.454
乙酸异丙酯	2.014
吡啶	3.023
苯甲醚	5.093

限度 按内标法以峰面积比值计算供试品中各残留溶剂的含量,异丙醚和苯甲醚的残留量均不得过 0.5%,甲醇、乙醇、乙醚、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、四氢呋喃、乙酸异丙酯与吡啶的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分应为 9.0%~12.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢克肟对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 (1)头孢克肟片 (2)头孢克肟胶囊 (3)头孢克肟颗粒

头孢克肟片

Toubaokewo Pian

Cefixime Tablets

本品含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色片或薄膜衣片,除去薄膜衣后显白色至淡黄色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的细粉适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)10 μ g 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 288nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于头孢克肟,按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计 0.1g),置 100ml 量瓶中,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)0.01mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见头孢克肟有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 6 倍(6.0%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

水分 取本品,研细,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 10.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.2)(取磷酸二氢钾 6.8g,加水适量溶解,用 1mol/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.2,用水稀释至 1000ml)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢克肟对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液(必要时先用少量甲醇溶解,甲醇量不得超过对照品溶液总体积的 0.1%)。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 288nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于头孢克肟,按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计 50mg),置 250ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢克肟含量测定项下。

【类别】 同头孢克肟。

【规格】 0.1g(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

头孢克肟胶囊

Toubaokewo Jiaonang

Cefixime Capsules

本品含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色至淡黄色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品

溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品内容物适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)10 μ g 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 288nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于头孢克肟,按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计 0.1g),置 100ml 量瓶中,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)0.01mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见头孢克肟有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 6 倍(6.0%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

水分 取本品内容物,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 12.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.2)(取磷酸二氢钾 6.8g,加水适量溶解,用 1mol/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.2,用水稀释至 1000ml)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢克肟对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液(必要时先用少量甲醇溶解,甲醇量不得超过对照品溶液总体积的 0.1%)。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 288nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于头孢克肟,按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计 50mg),精密称定,置 250ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要

求与测定法 见头孢克肟含量测定项下。

【类别】 同头孢克肟。

【规格】 按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

头孢克肟颗粒

Toubaokewo Keli

Cefixime Granules

本品含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为混悬颗粒。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)10 μ g 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 288nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)1mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.5~4.5。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于头孢克肟,按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计 0.1g),置 100ml 量瓶中,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克肟(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)0.01mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见头孢克肟有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 6 倍(6.0%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 2.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.2)(取磷酸二氢钾 6.8g,加水适量溶解,用 1mol/L 的氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.2,用水稀释至 1000ml)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克肟

(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢克肟对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液(必要时先用少量甲醇溶解,甲醇量不得超过对照品溶液总体积的 0.1%)。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 288nm 的波长处分别测定吸光度,计算每包的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于头孢克肟,按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计 50mg),精密称定,置 250ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢克肟含量测定项下。

【类别】 同头孢克肟。

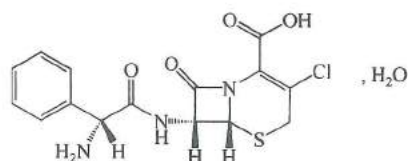
【规格】 50mg(按 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$ 计)

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

头孢克洛

Toubaokeluo

Cefaclor



$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S \cdot H_2O$ 385.82

本品为(6R,7R)-7-[(R)-2-氨基-2-苯乙酰氨基]-3-氯-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸一水合物。按无水物计算,含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末或结晶性粉末;微臭。

本品在水中微溶,在甲醇、乙醇或二氯甲烷中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +105°至 +120°。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 264nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 230~255。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml

中约含 2mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢克洛对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

混合溶液 取本品与头孢克洛对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 H 薄层板[取硅胶 H 2.5g,加 0.1% 羧甲基纤维素钠溶液 8ml,研磨均匀后铺板(10cm×20cm),经 105℃ 活化 1 小时,放入干燥器中备用],以新配制的 0.1mol/L 枸橼酸溶液-0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液-6.6% 茚三酮的丙酮溶液(60:40:1.5)为展开剂。

系统适用性要求 混合溶液应显单一斑点。

测定法 吸取上述三种溶液各 2μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,于 110℃ 加热 15 分钟。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 720 图)一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中约含 25mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~4.5。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,置 10ml 量瓶中,加 0.27% 磷酸二氢钠溶液(pH 2.5)溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用 0.27% 磷酸二氢钠溶液(pH 2.5)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取头孢克洛对照品和头孢克洛 δ-3-异构体对照品各适量,加 0.27% 磷酸二氢钠溶液(pH 2.5)溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 25μg 和 50μg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为 0.78% 磷酸二氢钠溶液(取磷酸二氢钠 7.8g,加水溶解并稀释至 1000ml,用磷酸调节 pH 值至 4.0),流动相 B 为 0.78% 磷酸二氢钠溶液(pH 4.0)-乙腈(55:45);按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 220nm;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	95	5
30	75	25
45	0	100
50	0	100
51	95	5
61	95	5

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢克洛峰的保留时间约为 23 分钟,头孢克洛峰与头孢克洛 δ-3-异构体峰之间的分离度应不小于 2.0,头孢克洛峰的拖尾因子应小于 1.2。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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 2 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

内标溶液 取正丙醇适量,用 0.2mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中含 20μg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加内标溶液 5ml 溶解,密封。

对照品溶液 取二氯甲烷适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含二氯甲烷 20μg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 60℃;进样口温度为 120℃;检测器温度为 150℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 20 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,二氯甲烷峰和正丙醇峰间的分离度应大于 2.0。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积比值计算,二氯甲烷的残留量应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分应为 3.0%~6.5%。

重金属 取本品 1.0g,依法测定(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之三十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢克洛,按 C₁₅H₁₄ClN₃O₄S 计 20mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢克洛对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克洛(按 C₁₅H₁₄ClN₃O₄S 计)0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢克洛对照品与头孢克洛 δ-3-异构体对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.2mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢钾溶液(取磷酸二氢钾 6.8g,加水溶解并稀释至 1000ml,用磷酸调节 pH 值至 3.4)-乙腈(92:8)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢克洛峰与头孢克洛 δ-3-异构体峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 C₁₅H₁₄ClN₃O₄S 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素, 头孢菌素类。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

【制剂】 (1) 头孢克洛干混悬剂 (2) 头孢克洛片
(3) 头孢克洛胶囊 (4) 头孢克洛颗粒

头孢克洛干混悬剂

Toubaokeluo Ganhunxuanji

Cefaclor for Suspension

本品含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为细小颗粒或粉末, 气芳香。

【鉴别】 取本品适量, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)2mg 的溶液, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 照头孢克洛项下的鉴别(1)或(2)项试验, 应显相同的结果。

【检查】 酸度 取本品, 加水制成每 1ml 中含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)25mg 的混悬液, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 3.0~5.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 混合均匀, 称取适量(约相当于头孢克洛, 按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 0.5g), 置 100ml 量瓶中, 加 0.27% 磷酸二氢钠溶液(pH 2.5)溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用 0.27% 磷酸二氢钠溶液(pH 2.5)稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见头孢克洛有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%), 小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

水分 取本品, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 含水分不得过 2.0%。

溶出度 (除多剂量包装外)照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 50 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量, 滤过, 精密量取续滤液适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢克洛对照品适量, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每袋的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 除沉降体积比(单剂量包装)外, 其他应符合口服混悬剂项下有关的各项规定(通则 0123)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 混合均匀, 精密称取适量(约相当于头孢克洛, 按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 0.1g), 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)0.2mg 的溶液(必要时可超声处理), 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢克洛含量测定项下。

【类别】 同头孢克洛。

【规格】 按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g (3)0.375g (4)0.75g (5)1.5g

【贮藏】 遮光, 密封, 在凉暗干燥处保存。

头孢克洛片

Toubaokeluo Pian

Cefaclor Tablets

本品含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片, 除去包衣后显白色至微黄色。

【鉴别】 取本品细粉适量, 加水溶解并制成每 1ml 中含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)2mg 的溶液, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 照头孢克洛项下的鉴别(1)或(2)项试验, 应显相同的结果。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下细粉适量(约相当于头孢克洛, 按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 0.5g), 置 100ml 量瓶中, 加 0.27% 磷酸二氢钠溶液(pH 2.5)溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用 0.27% 磷酸二氢钠溶液(pH 2.5)稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见头孢克洛有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.0%, 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%), 小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

水分 取本品, 研细, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 含水分不得过 8.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)

测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)25 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢克洛对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 264nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于头孢克洛,按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 0.25g),加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)0.2mg 的溶液(必要时可超声处理),摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢克洛含量测定项下。

【类别】 同头孢克洛。

【规格】 0.25g(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗干燥处保存。

头孢克洛胶囊

Toubaokeluo Jiaonang

Cefaclor Capsules

本品含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为类白色至微黄色粉末。

【鉴别】 取本品内容物适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)2mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照头孢克洛项下的鉴别(1)或(2)项试验,应显相同的结果。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,称取适量(约相当于头孢克洛,按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 0.5g),置 100ml 量瓶中,加 0.27%磷酸二氢钠溶液(pH 2.5)溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用 0.27%磷酸二氢钠溶液(pH 2.5)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法

见头孢克洛有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

水分 取本品的内容物,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 8.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)25 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢克洛对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 264nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢克洛,按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 0.25g),加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)0.2mg 的溶液(必要时可超声处理),摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢克洛含量测定项下。

【类别】 同头孢克洛。

【规格】 按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗干燥处保存。

头孢克洛颗粒

Toubaokeluo Keli

Cefaclor Granules

本品含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为可溶颗粒或混悬颗粒;气芳香。

【鉴别】 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计)2mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照头孢克洛项下的鉴别(1)或(2)项试验,应显相同的结果。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含头孢克洛

(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计) 25mg 的混悬液, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 3.0~5.0。

水分 取本品, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 含水量不得过 3.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 50 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量, 滤过, 精密量取续滤液适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计) 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢克洛对照品适量, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每袋的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合颗粒剂项下有关各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 混合均匀, 精密称取适量(约相当于头孢克洛, 按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 0.1g), 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢克洛(按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计) 0.2mg 的溶液(必要时可超声处理), 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢克洛含量测定项下。

【类别】 同头孢克洛。

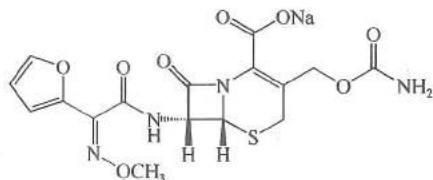
【规格】 按 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$ 计 (1) 0.1g (2) 0.125g (3) 0.25g (4) 0.5g

【贮藏】 遮光, 密封, 在凉暗干燥处保存。

头孢呋辛钠

Toubaofuxinna

Cefuroxime Sodium



$C_{16}H_{15}N_4NaO_8S$ 446.37

本品为(6R,7R)-7-[2-(呋喃-2-基)-2-(甲氧亚氨基)乙酰氨基]-3-氨基甲酰氧甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐。按无水物计算, 含头孢呋辛($C_{15}H_{16}N_4O_8S$)不得少于 86.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末或结晶性粉末; 无臭;

有引湿性。

本品在水中易溶, 在甲醇中略溶, 在乙醇中不溶。

比旋度 取本品, 精密称定, 加水溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 10mg 的溶液, 依法测定(通则 0621), 比旋度为 +55°至 +65°。

吸收系数 取本品, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10μg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 274nm 波长处测定吸光度, 吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 390~425。

【鉴别】 (1) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 721 图)一致。

(3) 本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】酸碱性 取本品, 加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 6.0~8.5。

溶液的澄清度 取本品 5 份, 各 0.60g, 分别加水 5ml 使溶解, 溶液应澄清; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 均不得更浓。

溶液的颜色 取本品 5 份, 各 0.60g, 分别加 0.05mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 5ml 使溶解, 溶液应无色; 如显色, 与黄色或黄绿色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制或存放在 2~8℃ 条件下。

供试品溶液 取本品适量, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中含 5μg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢呋辛对照品适量, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液, 置 60℃ 水浴放置 30 分钟, 放冷, 使头孢呋辛部分转变为去氨甲酰头孢呋辛。

色谱条件 以辛基硅烷键合硅胶为填充剂; 以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 0.68g, 冰醋酸 5.8g, 加水稀释成 1000ml, 用冰醋酸调节 pH 值至 3.4)为流动相 A, 以乙腈为流动相 B; 流速为每分钟 1.5ml, 按下表进行线性梯度洗脱; 检测波长为 273nm; 进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	95	5
40	80	20
50	60	40
51	95	5
55	95	5

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 头孢呋辛峰与去氨甲酰头孢呋辛峰之间的分离度应大于 3.0, 头孢呋辛峰与后相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

头孢呋辛聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢呋辛对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 40μg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖 2000 适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 称取头孢呋辛钠约 0.2g,置 10ml 量瓶中,加系统适用性溶液(1)溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120μm)为填充剂的玻璃柱,内径 1.0~1.4cm,柱长 30~40cm;以 pH 7.0 的 0.025mol/L 磷酸盐缓冲液[0.025mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.025mol/L 磷酸二氢钠溶液(61:39)]为流动相 A,以水为流动相 B;流速为每分钟 1.5ml;检测波长为 254nm;进样体积 100~200μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖 2000 峰计算,理论板数均不低于 400,拖尾因子均应小于 2.0,蓝色葡聚糖 2000 的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)在以流动相 A 为流动相记录的色谱图中,高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于 2.0。对照溶液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 峰的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

测定法 以流动相 A 为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢呋辛峰面积计算,头孢呋辛聚合物的量不得过 0.2%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品贮备液 取本品约 1.0g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

供试品溶液 精密量取供试品贮备液 1ml 置顶空瓶中,精密加水 1ml,密封。

对照品溶液 取各溶剂适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 0.3mg、乙醇 0.5mg、丙酮 0.5mg、异丙醇 0.5mg、二氯甲烷 60μg、正丙醇 0.5mg、乙酸乙酯 0.5mg、四氢呋喃 70μg、正丁醇 0.5mg、环己烷 0.3mg 与甲基异丁基酮

0.5mg 的混合溶液,摇匀,精密量取 1ml,置顶空瓶中,加供试品贮备液 1ml,密封。

色谱条件 以 100%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 35℃,维持 15 分钟,以每分钟 10℃ 的速率升温至 150℃;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 70℃,平衡时间 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,出峰顺序依次为甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、正丙醇、乙酸乙酯、四氢呋喃、正丁醇、环己烷、甲基异丁基酮,各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按标准加入法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、正丙醇、乙酸乙酯、四氢呋喃、正丁醇、环己烷与甲基异丁基酮的残留量均应符合规定。

2-乙基己酸 取本品,依法测定(通则 0873),不得过 0.5%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 3.5%。

可见异物 取本品 5 份,每份各 3.0g,加微粒检查用水溶解,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中,含 10μm 及 10μm 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25μm 及 25μm 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢呋辛中含内毒素的量应小于 0.10EU。(供注射用)

无菌 取本品,用 0.9%无菌氯化钠溶液溶解并稀释成每 1ml 中含 50mg 的溶液,经薄膜过滤法处理,用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液分次冲洗(每膜不少于 500ml),每管培养基中加入不少于 300 万单位的青霉素酶,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制或存放于 2~8℃ 条件下。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢呋辛 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢呋辛对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢呋辛 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 以辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 0.68g,冰醋酸 5.8g,加水稀释成 1000ml,用冰醋酸调节 pH 值至 3.4)-乙腈(85:15)为流动相;检测波长为 273nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢呋辛峰和去氨甲酰头孢呋辛峰之间的分离度应大于 3.0,头孢呋辛

峰与相对保留时间约为 1.1 处杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{16}H_{16}N_4O_8S$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 注射用头孢呋辛钠

注射用头孢呋辛钠

Zhusheyong Toubaofuxinna

Cefuroxime Sodium for Injection

本品为头孢呋辛钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢呋辛($C_{16}H_{16}N_4O_8S$)不得少于 86.0%;按平均装量计算,含头孢呋辛($C_{16}H_{16}N_4O_8S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末或结晶性粉末。

【鉴别】 取本品,照头孢呋辛钠项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,溶液应澄清;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓。

溶液的颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加 0.05mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,溶液应无色;如显色,与黄色或黄绿色 8 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制或存放在 2~8℃ 条件下。

供试品溶液 取本品内容物适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢呋辛钠有关物质项下。

头孢呋辛聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品内容物约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢呋辛钠中头孢呋辛聚合物项下。

限度 按外标法以头孢呋辛峰面积计算,头孢呋辛聚合物的量不得过标示量的 0.3%。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每

1ml 中含 60mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。

酸碱度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢呋辛钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制或存放于 2~8℃ 条件下。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢呋辛 0.1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢呋辛钠含量测定项下。

【类别】 同头孢呋辛钠。

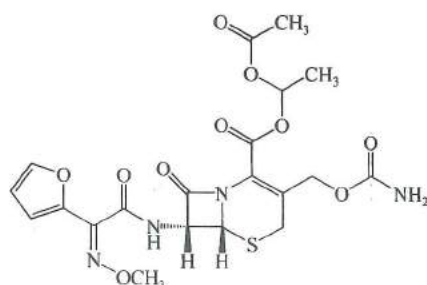
【规格】 按 $C_{16}H_{16}N_4O_8S$ 计 (1)0.25g (2)0.5g (3)0.75g (4)1.0g (5)1.25g (6)1.5g (7)1.75g (8)2.0g (9)2.25g (10)2.5g (11)3.0g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

头孢呋辛酯

Toubaofuxinzhi

Cefuroxime Axetil



$C_{20}H_{22}N_4O_{10}S$ 510.48

本品为(6R,7R)-7-[2-呋喃基(甲氧亚氨基)乙酰氨基]-3-氨基甲酰氧甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸,(1RS)-1-乙酰氧基乙酯。按无水物计算,含头孢呋辛($C_{16}H_{16}N_4O_8S$)应不得少于 75.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末;几乎无臭。

本品在丙酮中易溶,在甲醇或乙醇中略溶,在乙醚中微溶,在水中不溶。

吸收系数 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 276nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 390~420。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶

液两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液 A、B 异构体峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 923 图)一致。

【检查】 结晶性 取本品,依法测定(通则 0981),应无消光位和双折射现象。

异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定(约相当于头孢呋辛 25mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇 5ml 溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中,头孢呋辛酯 A 异构体峰面积与头孢呋辛酯 A、B 异构体峰面积之和之比应为 0.48~0.55。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢呋辛 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml,强力振摇使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液(1) 取头孢呋辛酯对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,在 60℃ 水浴中加热至少 1 小时,冷却,得含头孢呋辛酯 Δ^3 -异构体的溶液。

系统适用性溶液(2) 取头孢呋辛酯对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,经紫外光照射 24 小时,得含头孢呋辛酯两个 E 异构体的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.2mol/L 磷酸二氢铵溶液-甲醇(62:38)为流动相;检测波长为 278nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢呋辛酯 A、B 异构体, Δ^3 -异构体与两个 E 异构体的相对保留时间分别约为 1.0、0.9、1.2 与 1.7 和 2.1。头孢呋辛酯 A、B 异构体峰之间,头孢呋辛酯 A 异构体峰与 Δ^3 -异构体峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至头孢呋辛酯 A 异构体峰保留时间的 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,两个 E 异构体峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和(1.0%), Δ^3 -异构体峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的 1.5 倍(1.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的 0.5 倍(0.5%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 3 倍(3.0%),小于对照溶液两主峰面积之

和 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.5%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 见异构体项下。

对照品溶液 取头孢呋辛酯对照品适量,精密称定,加甲醇适量溶解,再用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含头孢呋辛 0.25mg 的溶液。

系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以头孢呋辛酯两主峰面积计算供试品中 $C_{16}H_{16}N_4O_8S$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 (1)头孢呋辛酯片 (2)头孢呋辛酯胶囊

头孢呋辛酯片

Toubaofuxinshi Pian

Cefuroxime Axetil Tablets

本品含头孢呋辛酯按头孢呋辛($C_{16}H_{16}N_4O_8S$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显类白色。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液 A、B 异构体峰的保留时间一致。

【检查】 异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢呋辛 0.125g),置 100ml 量瓶中,加甲醇 25ml,强力振摇使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢呋辛酯异构体项下。

限度 供试品溶液色谱图中,头孢呋辛酯 A 异构体峰面积与头孢呋辛酯 A、B 异构体峰面积和之比应为 0.48~0.55。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于头孢呋辛

50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml,强力振摇使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢呋辛酯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,两个 E 异构体峰面积的和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 1.5 倍(1.5%), Δ^3 -异构体峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的 2 倍(2.0%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 4.5 倍(4.5%),小于对照溶液两主峰面积之和 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品细粉适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 6.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,在 15 分钟和 45 分钟时分别取溶出液 5ml,并及时在溶出杯中补充相同温度、相同体积的溶出介质。

供试品溶液 取 15 分钟和 45 分钟时的溶出液,滤过,精密量取续滤液各适量,分别用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢呋辛 15 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢呋辛酯对照品适量,精密称定,加乙醇适量(每 5mg 头孢呋辛酯加乙醇 1ml)溶解后,再用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢呋辛 15 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 278nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片在不同时间的溶出量。

限度 15 分钟时为标示量的 60%;45 分钟时为标示量的 75%,均应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 见异构体项下。

对照品溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢呋辛酯含量测定项下。

【类别】 同头孢呋辛酯。

【规格】 按 $C_{16}H_{16}N_4O_8S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g (3)0.5g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

头孢呋辛酯胶囊

Toubaofuxinshi Jiaonang

Cefuroxime Axetil Capsules

本品含头孢呋辛酯按头孢呋辛($C_{16}H_{16}N_4O_8S$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末或颗粒。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液 A、B 异构体峰的保留时间一致。

【检查】 异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,研细,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢呋辛 0.125g),置 100ml 量瓶中,加甲醇 25ml,强力振摇使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢呋辛酯异构体项下。

限度 供试品溶液色谱图中,头孢呋辛酯 A 异构体峰面积与头孢呋辛酯 A、B 异构体峰面积和之比应为 0.48~0.55。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,研细,混合均匀,称取适量(约相当于头孢呋辛 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml,强力振摇使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢呋辛酯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,两个 E 异构体峰面积和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 1.5 倍(1.5%), Δ^3 -异构体峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的 2 倍(2.0%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 4.5 倍(4.5%),小于对照溶液两主峰面积之和 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品内容物适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 6.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转

速为每分钟 50 转,依法操作,在 15 分钟和 45 分钟时分别取溶出液 5ml,并及时在溶出杯中补充相同温度、相同体积的溶出介质。

供试品溶液 取 15 分钟和 45 分钟时的溶出液,滤过,精密量取续滤液各适量,分别用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢呋辛 15 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢呋辛酯对照品适量,精密称定,加乙醇适量(每 5mg 头孢呋辛酯加乙醇 1ml)溶解后,再用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢呋辛 15 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 278nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒在不同时间的溶出量。

限度 15 分钟时为标示量的 60%;45 分钟时为标示量的 75%,均应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 见异构体项下。

对照品溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢呋辛酯含量测定项下。

【类别】 同头孢呋辛酯。

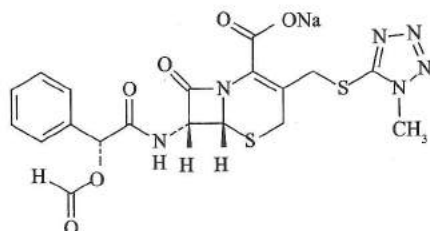
【规格】 按 $C_{16}H_{16}N_4O_8S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

头孢孟多酯钠

Toubaomengduozhina

Cefamandole Nafate



$C_{19}H_{17}N_6NaO_6S_2$ 512.49

本品为(6*R*,7*R*)-7-(*R*)-(2-甲酰氧基-2-苯基乙酰氨基)-3-[[[(1-甲基-1*H*-四氮唑-5-基)硫基]甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸钠盐;按无水物计算,含头孢孟多($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)应为 84.0%~93.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭;极易引湿。

本品在水中易溶,在甲醇中略溶,在乙醇或乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -35.0°至 -44.0°。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加展开剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢孟多酯对照品适量,加展开剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以乙酸乙酯-丙酮-冰醋酸-水(5:2:1:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品,加水制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 269nm 的波长处有最大吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 125 图)一致。

(5)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.5。

溶液的澄清度 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢孟多 0.1g 的溶液,溶液应澄清;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓。

吸光度 取本品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 475nm 波长处测定吸光度,不得过 0.03。

头孢孟多 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢孟多 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢孟多酯对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢孟多 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中头孢孟多($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)的含量。

限度 按无水物计算,含头孢孟多不得过总含量的 9.5%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每

1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液 取头孢孟多酯对照品适量, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液, 置 60℃ 水浴中加热 30 分钟, 取出, 放冷。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以 1% 三乙胺溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(70:30)为流动相; 检测波长为 254nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 头孢孟多峰和头孢孟多酯峰之间的分离度应大于 7.0, 两个主峰与相邻杂质峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 除头孢孟多峰外, 单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.2g, 精密称定, 置顶空瓶中, 精密加水 2ml 使溶解, 密封。

对照品溶液 分别取各溶剂适量, 精密称定, 用水定量稀释制成每 1ml 中分别含乙醚 0.5mg、丙酮 0.5mg、乙酸乙酯 0.5mg、甲醇 0.3mg、异丙醇 0.5mg、乙醇 0.5mg、甲基异丁基酮 0.5mg、甲苯 0.089mg 与正丁醇 0.5mg 的混合溶液, 精密量取 2ml, 置顶空瓶中, 密封。

色谱条件 以硝基对苯二酸改性的聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱; 起始温度为 60℃, 维持 6 分钟, 再以每分钟 20℃ 的速率升至 150℃, 维持 8 分钟; 进样口温度为 150℃; 检测器温度为 250℃; 顶空瓶平衡温度为 80℃, 平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中, 乙醚、丙酮、乙酸乙酯、甲醇、异丙醇、乙醇、甲基异丁基酮、甲苯与正丁醇依次出峰, 各主峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样, 记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算, 乙醚、丙酮、乙酸乙酯、甲醇、异丙醇、乙醇、甲基异丁基酮、甲苯与正丁醇的残留量均应符合规定。

2-乙基己酸 取本品, 依法测定(通则 0873), 不得过 0.3%。

水分 取本品, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 含水分不得过 1.0%。

可见异物 取本品 5 份, 每份为制剂最大规格量, 分别加微粒检查用水溶解, 依法检查(通则 0904), 应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品, 分别加微粒检查用水溶解并制成每 1ml 中含 30mg 的溶液, 依法检查(通则 0903), 每 1g 样

品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒, 含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

重金属 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0821 第一法), 含重金属不得过百万分之十。

细菌内毒素 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1mg 头孢孟多中含内毒素的量应小于 0.15EU。(供注射用)

无菌 取本品, 用适宜溶剂溶解并稀释后, 经薄膜过滤法处理, 依法检查(通则 1101), 应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液与对照品溶液 见头孢孟多项下。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积分别计算供试品中头孢孟多酯钠按头孢孟多($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)计的含量和头孢孟多($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)的含量, 两者之和即为供试品中头孢孟多($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素, 头孢菌素类。

【贮藏】 严封, 在凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢孟多酯钠

注射用头孢孟多酯钠

Zhusheyong ToubaoMengduozhina

Cefamandole Nafate for Injection

本品为头孢孟多酯钠的无菌粉末。按无水物计算, 含头孢孟多($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)应为 84.0%~93.0%; 按平均装量计算, 含头孢孟多($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末。

【鉴别】 取本品, 照头孢孟多酯钠项下的鉴别试验, 显相同的结果。

【检查】溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶, 按标示量分别加水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液, 溶液应澄清无色; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 均不得更浓; 如显色, 与黄色或黄绿色 5 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 均不得更深。

头孢孟多 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢孟多 0.1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢孟多酯钠头孢孟多项下。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢孟多酯钠有关物质项下。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.5%。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 30mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。

酸度、细菌内毒素与无菌 照头孢孟多酯钠项下的方法试验,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见头孢孟多酯钠项下。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢孟多酯钠含量测定项下。

【类别】 同头孢孟多酯钠。

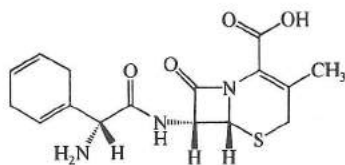
【规格】 按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计 (1)0.5g (2)1.0g (3)1.5g (4)2.0g

【贮藏】 密闭,在凉暗干燥处保存。

头孢拉定

Toubaolading

Cefradine



$C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 349.40

本品为(6R,7R)-7-[(R)-2-氨基-2-(1,4-环己二烯-1-基)乙酰氨基]-3-甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-羧酸。按无水物计算,含头孢拉定($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)不得少于 90.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;微臭。

本品在水中略溶,在乙醇或乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 1.36g,加水约 50ml 溶解,用冰醋酸调节 pH 值至 4.6,加水稀

释至 100ml)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。依法测定(通则 0621),比旋度为 +80°至 +90°。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 6mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢拉定对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 6mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板[经 105℃活化后,置 5% (ml/ml)正十四烷的正己烷溶液中,展开至薄层板的顶部,晾干],以 0.1mol/L 枸橼酸溶液-0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液-丙酮(60:40:1.5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,于 105℃加热 5 分钟,立即喷以用展开剂制成的 0.1%茚三酮溶液,在 105℃加热 15 分钟后,检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液所显主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品适量,加甲醇适量使溶解,于室温挥发至干,取残渣照红外分光光度法(通则 0402)测定,本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 722 图)一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 结晶性 取本品少许,依法检查(通则 0981),应符合规定。

酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.55g,分别加碳酸钠 0.15g 和水 5ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 5 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。(供注射用)

头孢氨苄 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 70mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相约 70ml 超声使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢氨苄对照品约 20mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相约 30ml 超声使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取 0.7mg/ml 头孢拉定对照品溶液 10 份和 0.4mg/ml 头孢氨苄对照品溶液 1 份,混匀。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为 254nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢拉定峰和头孢氨苄峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入

液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,含头孢氨苄按无水物计,不得过 5.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

对照品溶液 精密称取头孢氨苄对照品、双氢苯甘氨酸对照品和 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸对照品各适量,置同一量瓶中,先加 7.3% 盐酸溶液 4ml,超声使溶解,再用对照溶液定量稀释制成每 1ml 中含上述 3 种杂质对照品各 10 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-甲醇-3.86% 醋酸钠溶液-4% 醋酸溶液(1564:400:30:6)为流动相;流速为每分钟 0.7~0.9ml;检测波长为 254nm 和 220nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中(220nm),洗脱顺序依次为:7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸、双氢苯甘氨酸、头孢氨苄和头孢拉定,各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录供试品溶液色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除头孢氨苄外,双氢苯甘氨酸(220nm)和 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸(254nm)按外标法以峰面积计算,均不得过 1.0%;其他单个杂质(254nm)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(2.0%),其他各杂质(254nm)峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(2.5%)。

头孢拉定聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加 2% 无水碳酸钠溶液 4ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢拉定对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖 2000 适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 称取头孢拉定约 0.2g,置 10ml 量瓶中,加 2% 无水碳酸钠溶液 4ml 使溶解后,加 0.6mg/ml 的蓝色葡聚糖 2000 溶液 5ml,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120 μ m)为填充剂;玻璃柱内径 1.0~1.4cm,柱长 30~45cm;以 pH 8.0 的 0.2mol/L 磷酸盐缓冲液[0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液-

0.2mol/L 磷酸二氢钠溶液(95:5)]为流动相 A,以水为流动相 B;流速为每分钟 1.0~1.5ml;检测波长为 254nm;进样体积 100~200 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖 2000 峰计算,理论板数均不低于 400,拖尾因子均应小于 2.0,蓝色葡聚糖 2000 的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)在以流动相 A 为流动相记录的色谱图中,高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于 2.0。对照溶液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。(对照溶液进行测定前,先用含 0.2mol/L 氢氧化钠与 0.5mol/L 氯化钠的混合溶液 200~400ml 冲洗凝胶柱,再用水冲洗至中性。)

测定法 以流动相 A 为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢拉定峰面积计算,头孢拉定聚合物的量不得过 0.05%。

2-萘酚 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,充分振摇,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取 2-萘酚对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(55:45)为流动相;流速为每分钟 1ml;检测波长为 225nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,2-萘酚峰的保留时间约为 7 分钟,2-萘酚峰与相邻峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,2-萘酚的量不得过 0.05%(供口服制剂用)或不得过 0.0025%(供注射用)。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 6.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二。

可见异物 取本品 5 份,每份各 2.0g,加 3.0% 精氨酸溶液(经 0.45 μ m 滤膜滤过)溶解后,依法检查(通则 0904),应符合

合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品 4 份,各 2.0g,加 3.0%精氨酸溶液(经 0.45 μ m 滤膜滤过)制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,加 2.6%无内毒素碳酸钠溶液使溶解,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢拉定中含内毒素的量应小于 0.20EU。(供注射用)

无菌 取本品,用 2.6%无菌碳酸钠溶液溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取头孢拉定对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.7mg 的溶液。

供试品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见头孢氨苄项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

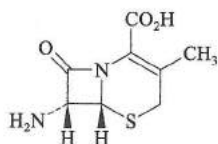
【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 遮光,充氮,密封,在低于 10℃处保存。

【制剂】 (1)头孢拉定干混悬剂 (2)头孢拉定片 (3)头孢拉定胶囊 (4)头孢拉定颗粒 (5)注射用头孢拉定

附:

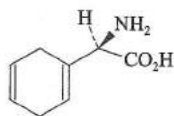
7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸



$C_8H_{10}N_2O_3S$ 214.25

(6R, 7R)-7-氨基-3-甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

双氢苯甘氨酸



$C_8H_{11}NO_2$ 153.18

(2R)-氨基(环己-1,4-二烯基)乙酸

头孢拉定干混悬剂

Toubaolading Ganhunxuanji

Cefradine for Suspension

本品含头孢拉定($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)应为标示量的 90.0%~120.0%。

【性状】 本品为加矫味剂的粉末;气芳香。

【鉴别】 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢拉定 6mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照头孢拉定项下的鉴别(1)或(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中约含头孢拉定 25mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~6.0。

沉降体积比 取本品,按服用时的比例,加水用力振摇 1 分钟,静置 45 分钟,应符合规定(通则 0123)。(供多剂量用)

头孢氨苄 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢拉定 70mg),置 100ml 量瓶中,加流动相约 70ml,超声使头孢拉定溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定的头孢氨苄项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含头孢氨苄不得过头孢拉定和头孢氨苄总量的 6.0%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.5%。

溶出度 取本品或精密称取本品(多剂量)适量(约相当于头孢拉定 0.25g),照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含头孢拉定 28 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢拉定对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 28 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每份供试品的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合口服混悬剂项下有关的各项规定(通则 0123)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见头孢氨苄项下。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定含量测定项下。

【类别】 同头孢拉定。

【规格】 (1)0.125g (2)0.25g (3)1.5g (4)3.0g

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

头孢拉定片

Toubaolading Pian

Cefradine Tablets

本品含头孢拉定($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显类白色或微黄色。

【鉴别】 取本品的细粉适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含头孢拉定6mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照头孢拉定项下的鉴别(1)或(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 头孢氨苄 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢拉定0.7mg的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定的头孢氨苄项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含头孢氨苄不得过头孢拉定和头孢氨苄总量的6.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品10片,精密称定,研细,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢拉定1mg的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中含头孢拉定5 μ g的溶液。

色谱条件 见头孢拉定有关物质项下。检测波长为254nm。

对照品溶液、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除头孢氨苄外,7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸按外标法以峰面积计算,不得过头孢拉定的1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的5倍(2.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的6倍(3.0%)。

水分 取本品细粉适量,照水分测定法(通则0832 第一法1)测定,含水分不得过6.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则0931 第二法)测定。

溶出条件 以0.12mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质,

转速为每分钟75转,依法操作,经60分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含头孢拉定25 μ g的溶液。

对照溶液 取本品10片,研细,精密称取适量(相当于平均片重),按标示量加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢拉定25 μ g的溶液,滤过,取续滤液。

测定法 取供试品溶液与对照溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在255nm的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 85%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品10片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于头孢拉定70mg),置100ml量瓶中,加流动相70ml,超声使头孢拉定溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定含量测定项下。

【类别】 同头孢拉定。

【规格】 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

头孢拉定胶囊

Toubaolading Jiaonang

Cefradine Capsules

本品含头孢拉定($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色至淡黄色粉末或颗粒。

【鉴别】 取本品的内容物适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含头孢拉定6mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照头孢拉定项下的鉴别(1)或(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 头孢氨苄 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢拉定0.7mg的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定的头孢氨苄项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含头孢氨苄不得过头孢拉定和头孢氨苄总量的6.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢拉定1mg的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含头孢拉定 5 μ g 的溶液。

色谱条件 见头孢拉定有关物质项下。检测波长为 254nm。

对照品溶液、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除头孢氨苄外,7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(2.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 6 倍(3.0%)。

水分 取本品内容物适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 7.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢拉定 25 μ g 的溶液。

对照溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(相当于平均装量),按标示量加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢拉定 25 μ g 的溶液,滤过,取续滤液。

测定法 取供试品溶液与对照溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 255nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取细粉适量(约相当于头孢拉定 70mg),置 100ml 量瓶中,加流动相 70ml,超声使头孢拉定溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定含量测定项下。

【类别】 同头孢拉定。

【规格】 (1)0.125g (2)0.25g (3)0.5g

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

头孢拉定颗粒

Toubaolading Keli

Cefradine Granules

本品含头孢拉定($C_{18}H_{19}N_3O_4S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为可溶颗粒或混悬颗粒;气芳香。

【鉴别】 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢拉定 6mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照头孢拉定项下的鉴别(1)或(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含头孢拉定 25mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~6.0。

头孢氨苄 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢拉定 0.7mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定的头孢氨苄项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含头孢氨苄不得过头孢拉定和头孢氨苄总量的 6.0%。

水分 取本品适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.5%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含头孢拉定 28 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢拉定对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 28 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每袋的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合颗粒剂项下有关各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,研细,混合均匀,精密称取细粉适量(约相当于头孢拉定 70mg),置 100ml 量瓶中,加流动相 70ml,超声使头孢拉定溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定含量测定项下。

【类别】 同头孢拉定。

【规格】 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

注射用头孢拉定

Zhusheyong Toubaolading

Cefradine for Injection

本品为头孢拉定加适量助溶剂精氨酸制成的无菌粉末。

按无水、无精氨酸物计算,含头孢拉定($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)不得少于 90.0%;按平均含量计算,含头孢拉定($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)应为标示量的 95.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 碱度 取本品,加水制成每 1ml 中含头孢拉定 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 8.0~9.6。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,分别加水制成每 1ml 中含头孢拉定 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更深;如显色,与黄色或黄绿色 8 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

头孢氨苄 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢拉定 0.7mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢氨苄对照品约 20mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见头孢拉定的头孢氨苄项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含头孢氨苄不得过头孢拉定和头孢氨苄总量的 6.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢拉定 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含头孢拉定 5 μ g 的溶液。

色谱条件 见头孢拉定有关物质项下。检测波长为 254nm。

对照品溶液、系统适用性要求与测定法 见头孢拉定有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除头孢氨苄外,7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(2.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 6 倍(3.0%)。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 5.0%。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每瓶头孢拉定含量计算,应符合规定(通则 0941)。

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含头孢拉定 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g

以下的折算为每 1g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 个,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 个。标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)的每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 个,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 个。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢拉定中含内毒素的量应小于 0.20EU。

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

含量 1(按无水、无精氨酸物计) 供试品溶液 取本品内容物适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢拉定 0.3mg 的溶液。

对照品溶液 精密称取头孢拉定对照品约 30mg 与精氨酸对照品约 15mg,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取头孢拉定对照品约 30mg、精氨酸对照品约 15mg 与头孢氨苄对照品 5mg,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以含 0.027mol/L 辛烷磺酸钠的 0.027mol/L 磷酸氢二钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 8.0)-甲醇(75:25)为流动相;检测波长为 206nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢氨苄峰与头孢拉定峰之间和头孢拉定峰与精氨酸峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 和 $C_6H_{14}N_4O_2$ 的含量。

含量 2(按平均含量计) 供试品溶液 取本品 10 瓶,分别加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含头孢拉定 0.3mg 的溶液。

对照品溶液 精密称取头孢拉定对照品约 30mg 与精氨酸对照品约 15mg,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量 1 项下。

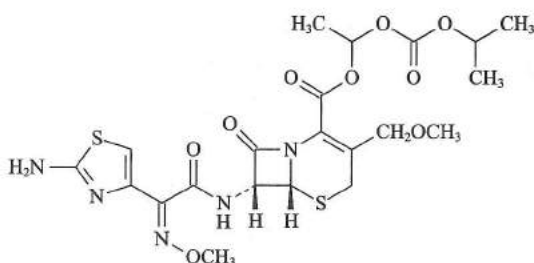
测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每瓶中 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 的含量,并求出 10 瓶的平均含量。

【类别】 同头孢拉定。

【规格】 (1)0.5g (2)1.0g (3)2.0g

【贮藏】 密闭,在凉暗处保存。

头孢泊肟酯
Toubaobowozhi
Cefpodoxime Proxetil



$C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$ 557.60

本品为(6*R*,7*R*)-3-甲氧基甲基-7-[2-(2-氨基-4-噻唑基)-2-[(*Z*)-甲氧亚氨基]乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸-(*RS*)-1-(异丙氧基甲酰氧基)乙酯。按无水物计算,含头孢泊肟($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)不得少于69.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色粉末;无臭或微有特殊臭味。

本品在乙腈或甲醇中极易溶解,在无水乙醇中易溶,在水中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每1ml中约含5mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度应为+18.3°至+31.4°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液两个主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1124图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

溶剂 水-乙腈-乙酸(99:99:2)。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并稀释制成每1ml中约含头孢泊肟1.0mg的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每1ml中约含头孢泊肟0.01mg的溶液。

系统适用性溶液 取头孢泊肟酯对照品适量(约相当于头孢泊肟50mg),置50ml量瓶中,加溶剂适量使溶解,置紫外灯下照射12小时后,加30%过氧化氢溶液3ml,放置60分钟,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm×150mm,5μm或效能相当的色谱柱),以水-甲醇-甲酸(600:400:1)为流动相A,以水-甲醇-甲酸(50:950:1)为流动相B,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为254nm;流速为每分钟0.6ml;进样体积20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	95	5
65	95	5
145	15	85
155	15	85
158	95	5
170	95	5

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢泊肟酯异构体A、杂质C、杂质D-I、头孢泊肟酯异构体B及杂质D-II依次出峰,头孢泊肟酯异构体B峰的保留时间约为68分钟。头孢泊肟酯异构体A峰与头孢泊肟酯异构体B峰之间的分离度应大于4.0,头孢泊肟酯异构体A峰与杂质C峰、杂质D-I峰与头孢泊肟酯异构体B峰、头孢泊肟酯异构体B峰与杂质D-II峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,头孢泊肟(杂质A)峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的0.5倍(0.5%),杂质B-I峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和(1.0%),杂质C与杂质B-II的峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的2倍(2.0%),杂质D-I与杂质D-II的峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和(1.0%),杂质F-I与杂质F-II的峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的0.2倍(0.2%),杂质G峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的0.2倍(0.2%),杂质H-I与杂质H-II的峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和(1.0%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液两主峰面积之和的0.1倍(0.1%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的4倍(4.0%),小于对照溶液两主峰面积之和0.05倍的峰忽略不计。

异构体 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加适量甲醇溶解,再用流动相定量稀释制成每1ml中约含头孢泊肟0.3mg的溶液。

系统适用性溶液 取头孢泊肟酯对照品适量,加适量甲醇溶解,再用流动相稀释制成每1ml中约含头孢泊肟1mg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;水-甲醇(55:45)为流动相;检测波长为240nm;柱温为40℃;进样体积20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,按头孢泊肟酯异构体A、头孢泊肟酯异构体B的顺序出峰,头孢泊肟酯异构体A与头孢泊肟酯异构体B峰之间的分离度应大于4.0;头孢泊肟酯异构体A峰与相邻杂质峰、头孢泊肟酯异构体B峰与相邻杂质峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中,头孢泊肟酯异构体B峰面

积与头孢泊肟酯异构体 A、头孢泊肟酯异构体 B 峰面积之和比应为 0.50~0.60。

残留溶剂 甲醇、丙酮、异丙醇、乙腈、二氯甲烷、丁酮、乙酸乙酯、四氢呋喃、四氯化碳、环己烷、苯、1,2-二氯乙烷、乙酸异丙酯、二氧六环、甲基异丁基酮、吡啶、甲苯与乙酸丁酯 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定。

内标溶液 取正丙醇适量,用二甲基亚砷稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入内标溶液 1ml 使溶解,密封。

对照品溶液 分别精密称取各溶剂适量,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 600 μ g、丙酮 1mg、异丙醇 1mg、乙腈 82 μ g、二氯甲烷 120 μ g、丁酮 1mg、乙酸乙酯 1mg、四氢呋喃 150 μ g、四氯化碳 1 μ g、环己烷 760 μ g、苯 1 μ g、1,2-二氯乙烷 1 μ g、乙酸异丙酯 1mg、二氧六环 76 μ g、甲基异丁基酮 1mg、吡啶 40 μ g、甲苯 178 μ g、乙酸丁酯 1mg 的混合对照品溶液,精密量取混合对照品溶液 1ml,置顶空瓶中,密封。

系统适用性溶液 取丁酮和乙酸乙酯各适量,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含丁酮和乙酸乙酯各 1mg 的溶液,精密量取 1ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷为固定液(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 22 分钟,再以每分钟 100℃ 速率升温至 120℃,维持 10 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 70℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,按正丙醇(内标)、丁酮、乙酸乙酯的顺序出峰,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 首先取甲烷气体顶空进样,记录甲烷的保留时间作为色谱系统的死时间(t_0),再取供试品溶液顶空进样,记录色谱图,供试品溶液色谱图中如有色谱峰,按下式计算各色谱峰的保留时间(t_R)相对于正丙醇保留时间[$t_{R(正丙醇)}$]的相对调整保留时间(RART):

$$RART = \frac{t_R - t_0}{t_{R(正丙醇)} - t_0}$$

将得到的 RART 值与下表中的 RART 值比较,确定供试品中的残留溶剂种类;再制备相应的对照品溶液,取对照品溶液顶空进样,记录色谱图。

溶剂	RART 值
甲醇	0.182
丙酮	0.482
异丙醇	0.529
乙腈	0.571
二氯甲烷	0.649
正丙醇	1.000
丁酮	1.264
乙酸乙酯	1.343

续表

溶剂	RART 值
四氢呋喃	1.454
四氯化碳	1.686
环己烷	1.701
苯	1.941
1,2-二氯乙烷	1.879
乙酸异丙酯	2.014
二氧六环	2.838
甲基异丁基酮	2.404
吡啶	3.023
甲苯	3.053
乙酸丁酯	3.386

限度 按内标法以峰面积比值计算,甲基异丁基酮的残留量不得过 0.5%,甲醇、丙酮、异丙醇、乙腈、二氯甲烷、丁酮、乙酸乙酯、四氢呋喃、四氯化碳、环己烷、苯、1,2-二氯乙烷、乙酸异丙酯、二氧六环、吡啶、甲苯与乙酸丁酯的残留量均应符合规定。

N,N-二甲基甲酰胺与二甲基亚砷 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取 N,N-二甲基甲酰胺与二甲基亚砷,精密称定,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中分别含 N,N-二甲基甲酰胺 17.6 μ g 与二甲基亚砷 0.1mg 的溶液。

色谱条件 以 5% 苯基-95% 二甲基聚硅氧烷(或极性相似)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 70℃,维持 12 分钟,再以每分钟 50℃ 的速率升温至 120℃,维持 10 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,按 N,N-二甲基甲酰胺、二甲基亚砷的顺序出峰,两峰间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液分别进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,N,N-二甲基甲酰胺与二甲基亚砷的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量不得过 3.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取头孢泊肟酯对照品适量,精密称定,加适量甲醇溶解,再用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 0.3mg 的溶液。

供试品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见异构体项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以头孢泊肟酯异构体 A、B 峰面积的和计算供试品中 $C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

【制剂】 (1)头孢泊肟酯干混悬剂 (2)头孢泊肟酯片 (3)头孢泊肟酯胶囊

附:

1. 色谱图

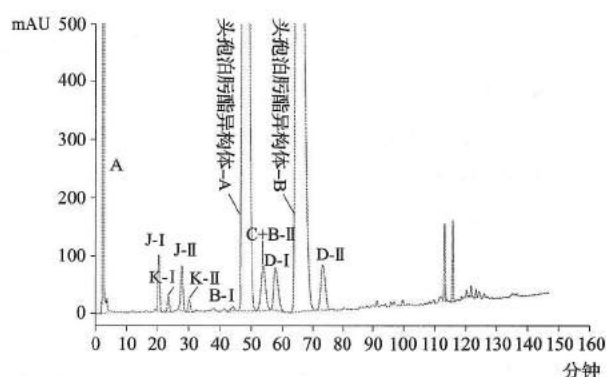


图 1 头孢泊肟酯系统适用性溶液典型色谱图

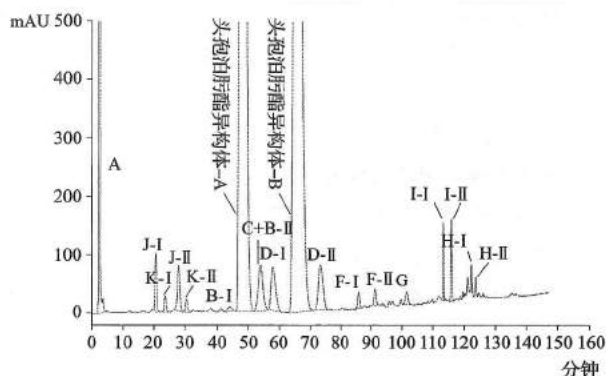


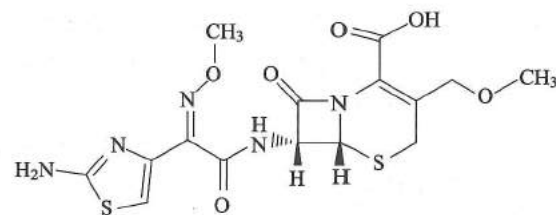
图 2 头孢泊肟酯特定杂质的参考色谱图

头孢泊肟酯已知杂质的相对保留时间

杂质名称	相对保留时间(RRT)
杂质 A	0.07
杂质 B-I	0.69
头孢泊肟酯异构体 A	0.76
头孢泊肟酯异构体 B	1.00
杂质 C+杂质 B-II	0.85
杂质 D-I	0.91
杂质 D-II	1.14
杂质 F-I	1.26
杂质 F-II	1.32
杂质 G	1.48
杂质 H-I	1.76
杂质 H-II	1.78

2. 杂质

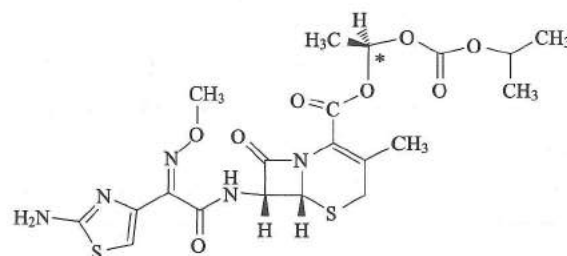
杂质 A



$C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$ 427.46

(6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧基亚氨基)乙酰氨基]-3-(甲氧基甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

杂质 B

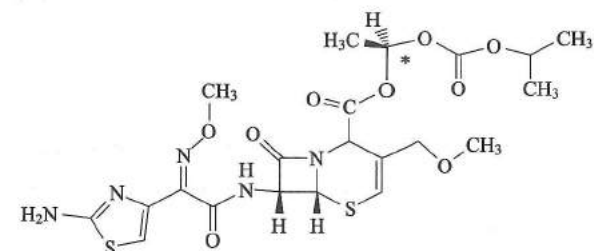


及在 C* 处的差向异构体

$C_{20}H_{25}N_5O_8S_2$ 527.57

(1RS)-1-[[[(1-甲基乙氧基)羰基]氧基]乙基(6R,7R)-7-[[[(2Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧基亚氨基)乙酰基]氨基]-3-甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸酯(头孢泊肟酯的 ADCA-类似物)

杂质 C

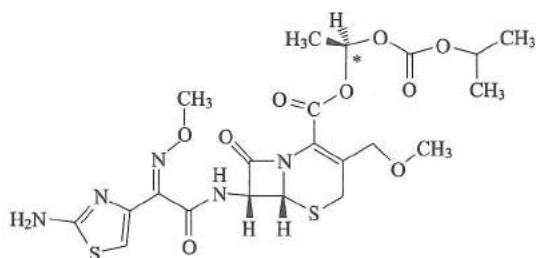


及在 C* 处的差向异构体

$C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$ 557.60

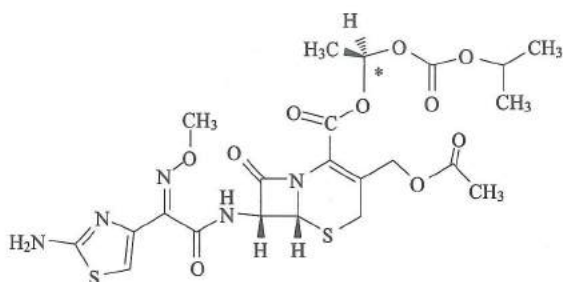
(1RS)-1-[[[(1-甲基乙氧基)羰基]氧基]乙基(6R,7R)-7-[[[(2Z)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧基亚氨基)乙酰基]氨基]-3-(甲氧基甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸酯(Δ-3-头孢泊肟酯)

杂质 D

及在 C^* 处的差向异构体
$$\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{N}_5\text{O}_9\text{S}_2 \quad 557.60$$

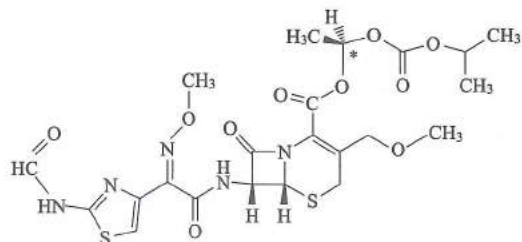
(1*RS*)-1-[[*(*1-甲基乙氧基)羰基]氧基]乙基(6*R*,7*R*)-7-[[*(*2*E*)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧基亚氨基)乙酰基]氨基]-3-(甲氧基甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸酯(反式头孢泊肟酯)

杂质 E

及在 C^* 处的差向异构体
$$\text{C}_{22}\text{H}_{27}\text{N}_5\text{O}_{10}\text{S}_2 \quad 585.61$$

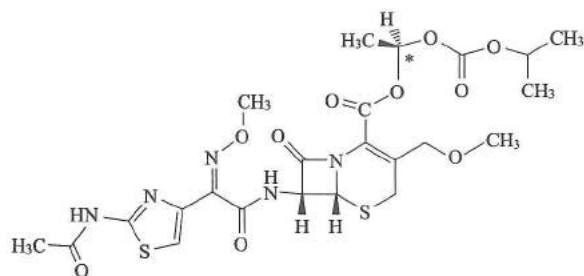
(1*RS*)-1-[[*(1R*)-1-甲基乙氧基]羰基]氧基]乙基(*6R*,*7R*)-3-(乙酰氧基甲基)-7-[[*(2Z*)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧基氨基)乙酰基]氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸酯(头孢泊肟酯的 ACA-类似物)

杂质 F

及在 C^* 处的差向异构体
$$\text{C}_{22}\text{H}_{27}\text{N}_5\text{O}_{10}\text{S}_2 \quad 585.61$$

(1*RS*)-1-[[*(*1-甲基乙氧基)羰基]氧基]乙基(6*R*,7*R*)-7-[[*(*2*Z*)-2-[(2-甲酰氨基)噻唑-4-基]-2-(甲氧基亚氨基)乙酰基]氨基]-3-(甲氧基甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸酯(*N*-甲酰基头孢泊肟酯)

杂质 G

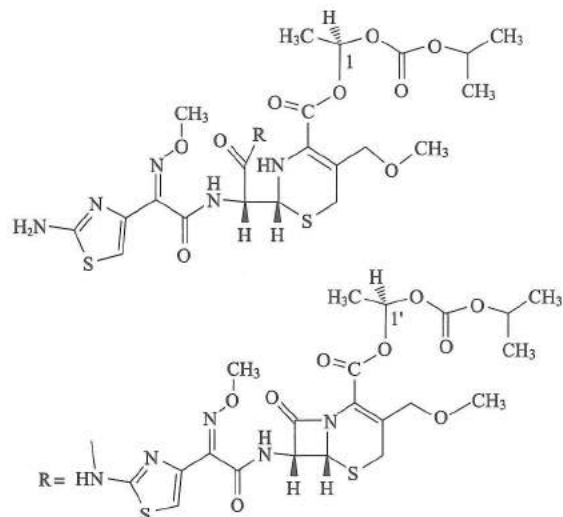


及在 C* 处的差向异构体

$$\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{N}_5\text{O}_{10}\text{S}_2 \quad 599.63$$

(1*RS*)-1-[[*(*1-甲基乙氧基)羰基]氧基]乙基(6*R*,7*R*)-7-[[*(*2*Z*)-2-(2-乙酰氨基)噻唑-4-基]-2-(甲氧亚氨基)乙酰基]氨基]-3-(甲氧基甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸酯(*N*-乙酰基头孢泊肟酯)

杂质 H

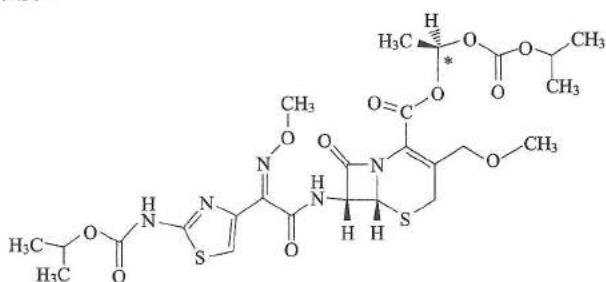


及在 C1 和 C1' 处的差向异构体

$$\text{C}_{42}\text{H}_{54}\text{N}_{10}\text{O}_{18}\text{S}_4 \quad 1115.19$$

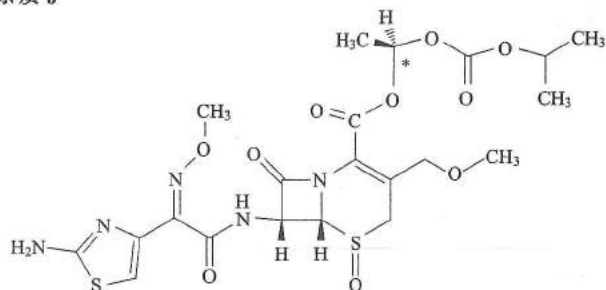
1-[[[(1-甲基乙氧基)羰基]氧基]乙基(6*R*, 7*R*)-7-
[[[(2*Z*)-2-[2-[[[(2*R*)-2-[[[(2*Z*)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧
基亚氨基)乙酰基]氨基]-2-[(2*R*)-5-(甲氧基甲基)-4-[[1-
[[[(1-甲基乙氧基)羰基]氧基]乙氧基]羰基]-3,6-二氢-2*H*-1,
3-噻嗪-2-基]乙酰基]氨基]噻唑-4-基]-2-(甲氧基亚氨基)乙
酰基]氨基]-3-(甲氧基甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.
0]辛-2-烯-2-羧酸酯(头孢泊肟酯二聚体)的非对映异构体的
混合物

杂质 I

及在 C^* 处的差向异构体
$$\text{C}_{25}\text{H}_{33}\text{N}_5\text{O}_{11}\text{S}_2 \quad 643.69$$

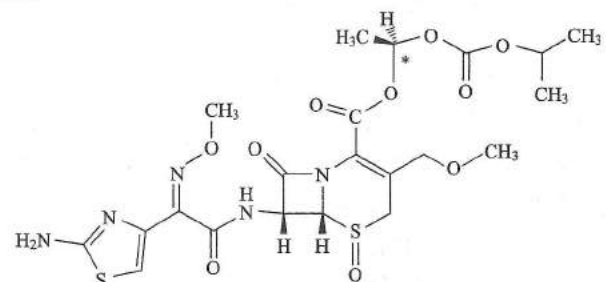
(1*RS*)-1-[(异丙氧羰基)氧基]乙基(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-[2-[(异丙氧羰基)氨基]噻唑-4-基]-2-(甲氧基亚氨基)乙酰氨基]-3-(甲氧基甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸酯

杂质 J

及在 C^* 处的差向异构体
$$\text{C}_{27}\text{H}_{27}\text{N}_5\text{O}_{10}\text{S}_2 \quad 573.60$$

(1*RS*)-1-[*(*异丙氧羰基)氧基]乙基(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧基亚氨基)乙酰氨基]-3-(甲氧基甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸酯 5-氧化物

杂质 K

及在 C^* 处的差向异构体
$$\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{N}_5\text{O}_{10}\text{S}_2 \quad 573.60$$

(1*RS*)-1-[(异丙氧羰基)氧基]乙基(6*R*,7*R*)-7-[(*E*)-2-(2-氨基喹啉-4-基)-2-(甲氧基亚氨基)乙酰胺基]-3-(甲氧基甲基)-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸酯 5-氧化物

头孢泊肟酯干混悬剂

Toubaobowozhi Ganhunxuanji

Cefpodoxime Proxetil for Suspension

本品含头孢泊肟酯按头孢泊肟($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)计应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为颗粒状粉末或粉末。

【鉴别】在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液两个主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每1ml中约含头孢泊肟10mg的混悬液,依法测定(通则0631),pH值应为4.0~6.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的细粉适量(约相当于头孢泊肟 100mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂使头孢泊肟酯溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每1ml中含头孢泊肟0.01mg的溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢泊肟酯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,两主峰之间的杂质(杂质 C+杂质 B-II 和杂质 D-I)峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 4 倍(4.0%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 10 倍(10.0%),小于对照溶液两主峰面积之和 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.5%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以甘氨酸-氯化钠-盐酸溶液(pH 3.0)[取甘氨酸 54.5g 和氯化钠 42.6g,置 1000ml 量瓶中,加水 500ml 使溶解,缓慢加入盐酸 14.2ml,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。取贮备液 50ml,加水至 900ml(必要时,用 10mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 3.0 ± 0.1)] 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每1ml中含头孢泊肟11 μ g的溶液。

对照品溶液 取头孢泊肟酯对照品适量,精密称定,加甲醇适量溶解并用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 11 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 259nm 的波长处分别测定吸光度,计算每袋的溶出量。

限度 标示量的 70%，应符合规定。

其他 除沉降体积比(单剂量包装)外,应符合口服混悬剂项下有关的各项规定(通则 0123)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于头孢泊肟 30mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢泊肟酯含量测定项下。

【类别】 同头孢泊肟酯。

【规格】 50mg(按 $C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$ 计)

【贮藏】 密闭,在阴凉干燥处保存。

头孢泊肟酯片

Toubaobowozhi Pian

Cefpodoxime Proxetil Tablets

本品含头孢泊肟酯按头孢泊肟($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)计应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显类白色至微黄色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液两个主峰的保留时间一致。

(2)取本品的细粉适量,加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 15 μ g 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 234nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于头孢泊肟 100mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂使头孢泊肟酯溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 0.01mg 的溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢泊肟酯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,两主峰之间的杂质(杂质 C+杂质 B-II 和杂质 D-I)峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 4 倍(4.0%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 10 倍(10.0%),小于对照溶液两主峰面积之和 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品,研细,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 5.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以甘氨酸-氯化钠-盐酸溶液(pH 3.0)[取甘氨酸 54.5g 和氯化钠 42.6g,置 1000ml 量瓶中,加水 500ml 使溶解,缓慢加入盐酸 14.2ml,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。取贮备液 50ml,加水至 900ml(必要时,用 10mol/L

氢氧化钠溶液调节 pH 值至 3.0 ± 0.1)] 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 11 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢泊肟酯对照品适量,精密称定,加甲醇适量溶解并用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 11 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 259nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于头孢泊肟 30mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢泊肟酯含量测定项下。

【类别】 同头孢泊肟酯。

【规格】 按 $C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$ 计 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

头孢泊肟酯胶囊

Toubaobowozhi Jiaonang

Cefpodoxime Proxetil Capsules

本品含头孢泊肟酯按头孢泊肟($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)计应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为胶囊剂,内容物为类白色至微黄色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液两个主峰的保留时间一致。

(2)取本品内容物适量,加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 15 μ g 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 234nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于头孢泊肟 100mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂使头孢泊肟酯溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 0.01mg 的溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢泊肟酯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,两主峰之间的杂质(杂质 C+杂质 B-II 和杂质 D-I)峰面积之和不得大于

对照溶液两主峰面积之和的 4 倍(4.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 10 倍(10.0%),小于对照溶液两主峰面积之和 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品内容物,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 7.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以甘氨酸-氯化钠-盐酸溶液(pH 3.0)[取甘氨酸 54.5g 和氯化钠 42.6g,置 1000ml 量瓶中,加水 500ml 使溶解,缓慢加入盐酸 14.2ml,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。取贮备液 50ml,加水至 900ml(必要时,用 10mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 3.0±0.1)] 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 11μg 的溶液。

对照品溶液 取头孢泊肟酯对照品适量,精密称定,加甲醇适量溶解并用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢泊肟 11μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 259nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于头孢泊肟 30mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇适量使溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢泊肟酯含量测定项下。

【类别】 同头孢泊肟酯。

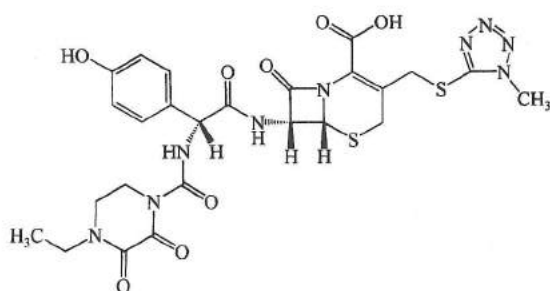
【规格】 按 $C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$ 计 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

头孢哌酮

Toubaopaitong

Cefoperazone



$C_{25}H_{27}N_5O_6S_2$ 645.68

本品为(6*R*,7*R*)-3-[(1-甲基-1*H*-四唑-5-基)硫]甲基]-7-[(*R*)-2-(4-乙基-2,3-二氧化-1-哌嗪碳酰氨基)-2-对羟基苯基-乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸。按无水物计算,含头孢哌酮($C_{25}H_{27}N_5O_6S_2$)不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在丙酮或二甲基亚砜中溶解,在甲醇或乙醇中微溶,在水或乙酸乙酯中极微溶解。

比旋度 取本品,精密称定,加磷酸盐缓冲液(取 1mol/L 磷酸二氢钾溶液,用 10mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.0)-乙腈(90:10)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为-30°至-38°。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 2ml 与盐酸羟胺溶液[取 34.8%盐酸羟胺溶液 1 份,醋酸钠-氢氧化钠溶液(取醋酸钠 10.3g 与氢氧化钠 86.5g,加水溶解使成 1000ml)1 份,乙醇 4 份,混匀]3ml,振摇溶解后,放置 5 分钟,加酸性硫酸铁铵试液 1ml,摇匀,显红棕色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 10mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~4.0。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 6.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

磷酸盐缓冲液 取 0.2mol/L 磷酸二氢钠溶液 39.0ml 与 0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液 61.0ml,混匀,用磷酸调节 pH 值至 7.0。

供试品溶液 取本品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,先加磷酸盐缓冲液适量助溶后,再用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢哌酮对照品适量,精密称定,先加磷酸盐缓冲液适量助溶后,再用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢哌酮对照品、杂质 A 对照品(先以乙腈溶解)及头孢哌酮 S 异构体对照品适量,加少量磷酸盐缓冲液溶解,再用流动相稀释制成每 1ml 中各含 0.2mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以三乙胺醋酸溶液(取三乙胺 14ml 与冰醋酸 5.7ml,加水稀释至 100ml,摇匀)-乙腈-水(1.2:120:880),并用冰醋酸调节 pH 值至 3.0±0.2 为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,按杂质 A、头孢哌酮和头孢哌酮 S 异构体的顺序出峰,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入

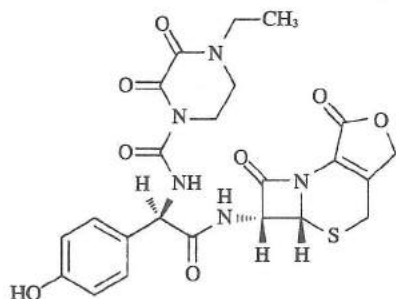
液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】密封,冷处保存。

附:

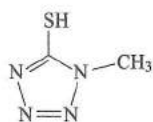
杂质 A



$C_{23}H_{23}N_5O_8S$ 529.52

(5aR, 6R)-6-[[[(2R)-2-[(4-乙基-2,3-二氧代哌嗪-1-基)甲酰基]氨基]-2-(4-羟基苯基)乙酰基]氨基]-5a,6-二氢-3H,7H-氮杂环丁-2-烯并[2,1-b]咪唑并[3,4-d][1,3]噻嗪-1,7(4H)-二酮

杂质 C



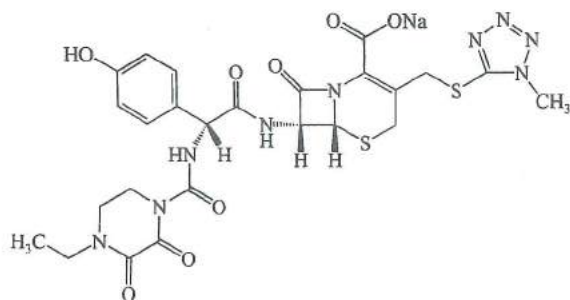
$C_2H_4N_4S$ 116.15

1-甲基-5-巯基四氮唑

头孢哌酮钠

Toubaopaitongna

Cefoperazone Sodium



$C_{25}H_{26}N_6NaO_8S_2$ 667.66

本品为(6R, 7R)-3-[[[(1-甲基-1H-四唑-5-基)硫]甲基]-7-[(R)-2-(4-乙基-2,3-二氧代-1-哌嗪碳酰氨基)-2-对羟基苯基-乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-

烯-2-甲酸钠盐。按无水物计算,含头孢哌酮($C_{25}H_{27}N_6O_8S_2$)不得少于88.0%。

【性状】本品为白色至微黄色粉末或结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在水中易溶,在甲醇中略溶,在乙醇中极微溶解,在丙酮或乙酸乙酯中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度为 -15° 至 -25° 。

【鉴别】(1)照薄层色谱法(通则0502)试验。

供试品溶液 取本品约0.5g,加水5ml振摇使溶解,用75%乙醇溶液稀释制成每1ml中约含头孢哌酮10mg的溶液。

对照品溶液 取头孢哌酮对照品适量,加pH 7.0磷酸盐缓冲液适量使溶解,用75%乙醇溶液稀释制成每1ml中约含头孢哌酮10mg的溶液。

系统适用性溶液 取头孢哌酮对照品和头孢唑林对照品各适量,加pH 7.0磷酸盐缓冲液适量使溶解,用75%乙醇溶液稀释制成每1ml中约含头孢哌酮和头孢唑林各10mg的溶液。

色谱条件 采用硅胶GF₂₅₄薄层板,以乙酸乙酯-丙酮-醋酸-水(5:2:2:1)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各2 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,先置紫外灯254nm下检视,再置碘蒸气中显色。

系统适用性要求 系统适用性溶液应显示两个清晰分离的斑点。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1089图)一致。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】酸度 取本品,加水制成每1ml中约含头孢哌酮0.25g的溶液,依法测定(通则0631),pH值应为4.5~6.5。

溶液的澄清度 取本品5份,各0.60g,分别加水5ml使溶解,溶液应澄清;如显浑浊,与1号浊度标准液(通则0902第一法)比较,均不得更浓。

吸光度 取本品约1.0g,精密称定,置10ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在430nm的波长处测定吸光度,不得过0.15。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取杂质 A 对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 15 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢哌酮对照品、杂质 A 对照品(先以乙腈溶解)及头孢哌酮 S 异构体对照品适量, 加少量磷酸盐缓冲液(取 0.2mol/L 磷酸二氢钠溶液 39.0ml 与 0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液 61.0ml, 混匀, 用磷酸调节 pH 值至 7.0)溶解, 再用流动相稀释制成每 1ml 中各含 0.2mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以三乙胺醋酸溶液(取三乙胺 14ml 与冰醋酸 5.7ml, 加水稀释至 100ml, 摇匀)-乙腈-水(1.2 : 120 : 880), 并用冰醋酸调节 pH 值至 3.0 \pm 0.2 为流动相; 检测波长为 254nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 按杂质 A、头孢哌酮和头孢哌酮 S 异构体的顺序出峰, 各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 杂质 A 按外标法以峰面积计算, 不得过 3.0%, 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%), 其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%), 小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

头孢哌酮聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液 取头孢哌酮对照品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢哌酮 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖 2000 适量, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 称取头孢哌酮钠约 0.2g, 置 10ml 量瓶中, 加系统适用性溶液(1)溶解并稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120 μ m)为填充剂; 玻璃柱内径 1.0~1.4cm, 柱长 30~40cm; 以 pH 7.0 的 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液[0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(61 : 39)]为流动相 A, 以水为流动相 B; 流速约为每分钟 1.5ml; 检测波长为 254nm; 进样体积 100~200 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中, 按蓝色葡聚糖 2000 峰计算, 理论板数均不低于 300, 拖尾因子均应小于 2.0, 蓝色葡聚糖 2000 的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)在以流动相 A 为流动相记录的色谱图中, 高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于 2.0。对照溶

液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相, 精密量取对照溶液连续进样 5 次, 峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

测定法 以流动相 A 为流动相, 精密量取供试品溶液注入液相色谱仪, 记录色谱图; 以流动相 B 为流动相, 精密量取对照溶液注入液相色谱仪, 记录色谱图。

限度 按外标法以头孢哌酮峰面积计算, 含头孢哌酮聚合物的量不得过 0.4%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定。

内标溶液 称取丁酮适量, 用水稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

供试品溶液(1) 取本品约 1.0g, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 加内标溶液使溶解并稀释至刻度, 摇匀。

供试品溶液 精密量取供试品溶液(1)与内标溶液各 2ml, 置顶空瓶中, 密封。

对照品溶液 分别取各溶剂适量, 精密称定, 用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中含丙酮 2mg, 乙醇、异丙醇、正丙醇、正丁醇、乙酸乙酯、甲基异丁基酮各 0.5mg, 甲醇、环己烷各 0.3mg, 四氢呋喃 70 μ g, 二氯甲烷 60 μ g, 乙腈 41 μ g 的混合对照品溶液。精密量取混合对照品溶液与供试品溶液(1)各 2ml, 置顶空瓶中, 密封。

系统适用性溶液 称取乙腈、丙酮和异丙醇各适量, 用内标溶液稀释制成每 1ml 中约含丙酮、异丙醇各 500 μ g, 乙腈 40 μ g 的溶液; 精密量取 5ml, 置顶空瓶中, 密封。

色谱条件 以 100%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱; 柱温为 40 $^{\circ}$ C, 维持 15 分钟; 进样口温度为 200 $^{\circ}$ C; 检测器温度为 250 $^{\circ}$ C; 顶空瓶平衡温度为 70 $^{\circ}$ C, 平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 按乙腈、丙酮、异丙醇和丁酮(内标)顺序出峰, 乙腈、丙酮和异丙醇峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 首先取甲烷气体顶空进样, 记录甲烷的保留时间作为色谱系统的死时间(t_0); 再取供试品溶液顶空进样, 记录色谱图, 供试品溶液色谱图中如有色谱峰, 按下式计算各色谱峰的保留时间(t_R)相对于丁酮保留时间[$t_{R(T酮)}$]的相对调整保留时间(RART):

$$RART = \frac{[t_R - t_0]}{[t_{R(T酮)} - t_0]}$$

将得到的 RART 值与附表的 RART 值比较, 确定供试品中的残留溶剂种类; 再制备相应的对照品溶液, 取对照品溶液顶空进样, 记录色谱图。

限度 按标准加入法以峰面积计算, 丙酮的残留量不得过 2.0%, 乙醇、异丙醇、正丙醇、正丁醇、乙酸乙酯、甲基异丁基酮、甲醇、环己烷、四氢呋喃、二氯甲烷与乙腈的残留量均应符合规定。

水分 取本品, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,

含水分不得过 5.0%。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

可见异物 取本品 5 份,各 3.0g,加微粒检查用水溶解后,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含 30mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢哌酮中含内毒素的量应小于 0.050EU。(供注射用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

磷酸盐缓冲液 取 0.2mol/L 磷酸二氢钠溶液 39.0ml 与 0.2mol/L 磷酸氢二钠溶液 61.0ml,混匀,用磷酸调节 pH 值至 7.0。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢哌酮 50mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,先加磷酸盐缓冲液适量助溶后,再用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢哌酮对照品适量,精密称定,先加磷酸盐缓冲液适量助溶后,再用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

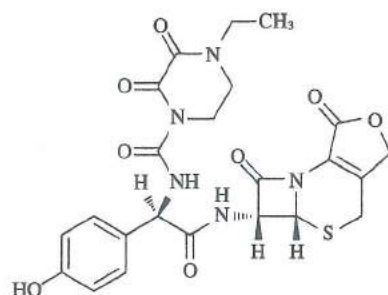
【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封,冷处保存。

【制剂】 注射用头孢哌酮钠

附:

杂质 A



$\text{C}_{23}\text{H}_{23}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}$ 529.52

(5aR, 6R)-6-[[[(2R)-2-[(4-乙基-2,3-二氧代哌嗪-1-基)甲基]氨基]-2-(4-羟基苯基)乙酰基]氨基]-5a,6-二氢-3H,7H-氮杂环丁二烯并[2,1-b]呋喃并[3,4-d][1,3]噻嗪-1,7(4H)-二酮

注射用头孢哌酮钠

Zhusheyong Toubaopaitongna

Cefoperazone Sodium for Injection

本品为头孢哌酮钠的无菌粉末或无菌冻干品。按无水物计算,含头孢哌酮($\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}_2$)不得少于 88.0%;按平均装量计算,含头孢哌酮($\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末或冻干的块状物或粉末;无臭;结晶性粉末有引湿性,冻干品易引湿。

【鉴别】 照头孢哌酮钠项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】溶液的澄清度 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,溶液应澄清;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓。

吸光度 取本品适量(约相当于头孢哌酮 1.0g),精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定吸光度,不得过 0.15。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢哌酮 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢哌酮钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,含杂质 A 按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 3.5%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍(3.5%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

头孢哌酮聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢哌酮钠中头孢哌酮聚合物项下。

限度 按外标法以头孢哌酮峰面积计算,含头孢哌酮聚合物的量不得过标示量的 0.8%。

不溶性微粒 取本品,按标示量分别加微粒检查用水制成每 1ml 中约含 30mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含

10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。

酸度、水分、细菌内毒素与无菌 取本品,照头孢哌酮钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,先加磷酸盐缓冲液适量助溶后,再用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含头孢哌酮 0.5mg 的溶液。

磷酸盐缓冲液、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢哌酮钠含量测定项下。

【类别】 同头孢哌酮钠。

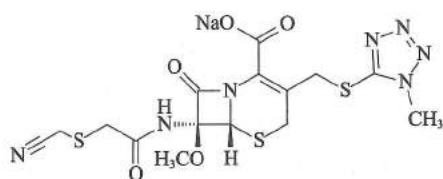
【规格】 按 $C_{25}H_{27}N_9O_5S_2$ 计 (1)0.5g (2)1.0g (3)1.5g (4)2.0g (5)3.0g

【贮藏】 密闭,冷处保存。

头孢美唑钠

Toubaomeizuona

Cefmetazole Sodium



$C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$ 493.52

本品为(6R,7S)-7-[2-[(氰甲基)硫基]乙酰氨基]-7-甲基-3-[[1-甲基-1H-四氮唑-5-基]硫基]甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸钠盐。按无水物计算,含头孢美唑($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)不得少于 86.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末;极具引湿性。

本品在水中极易溶解,在甲醇中易溶,在丙酮中略溶,在乙醇中微溶,在乙醚或二氯甲烷中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +73°至 +85°。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 272nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 200~230。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1125

图)一致。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.2~6.2。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.55g,分别加水 5ml 溶解后,立即依法检查,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 4 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢美唑 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取 1-甲基-5-巯基四氮唑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.01mg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢美唑钠约 25mg,置 25ml 量瓶中,加 6% 过氧化氢溶液 1ml,放置 5 分钟,加水 20ml,加每 1ml 中含 1-甲基-5-巯基四氮唑杂质对照品 0.5mg 的溶液 1ml,用水稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 5.75g,加水 730ml 使溶解,加 10% 四丁基氢氧化铵溶液 19.2ml)-四氢呋喃-甲醇(730 : 12.5 : 300)(用磷酸调节 pH 值至 4.5)作为流动相;柱温为 35℃;流速为每分钟 1.0ml;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,1-甲基-5-巯基四氮唑峰与其相邻杂质峰之间的分离度应符合要求,头孢美唑峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 1-甲基-5-巯基四氮唑保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 1.0%;其他最大单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),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%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍(3.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

头孢美唑聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢美唑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖 2000 适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 取头孢美唑钠约 0.2g,置 10ml 量瓶中,加系统适用性溶液(1)溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120 μ m)为填充剂;玻璃柱内径 1.0~1.4cm,柱长 30~40cm;以 pH 8.0 的 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液[0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(95:5)]为流动相 A,以水为流动相 B;流速约为每分钟 0.8ml;检测波长为 254nm;进样体积 100~200 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖 2000 峰计算,理论板数均不低于 400,拖尾因子均应小于 2.0,蓝色葡聚糖 2000 的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)在以流动相 A 为流动相记录的色谱图中,高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于 2.0。对照溶液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 峰的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

测定法 以流动相 A 为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢美唑峰面积计算,含头孢美唑聚合物的量不得过 0.1%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

内标溶液 取正丙醇适量,用水制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入内标溶液 2ml 溶解,密封。

对照品溶液 取甲醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲基异丁基酮各适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含甲醇 0.3mg、丙酮 0.5mg、异丙醇 0.5mg、二氯甲烷 60 μ g、乙酸乙酯 0.5mg、甲基异丁基酮 0.5mg 的混合溶液,精密量取 2ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%聚二甲基硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟,再以每分钟 20 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C;顶空瓶平衡温度为 60 $^{\circ}$ C,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,按甲醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲基异丁基酮顺序出峰,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液和对照品溶液,分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积比值计算,甲醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯与甲基异丁基酮的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.0%。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

可见异物 取本品 5 份,各 2.0g,加微粒检查用水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水溶解并制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢美唑中含内毒素的量应小于 0.050EU。(供注射用)

无菌 取本品,加 0.9%无菌氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢美唑 0.04g 的溶液,经薄膜过滤法处理,用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液分次冲洗(每膜不少于 600ml),以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢美唑 50mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢美唑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 C₁₅H₁₇N₇O₅S₃ 的含量。

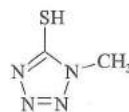
【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢美唑钠

附:

1-甲基-5-巯基四氮唑



C₂H₄N₄S 116.15

1-甲基-1H-四氮唑-5-巯基

注射用头孢美唑钠

Zhusheyong Toubaoameizuona

Cefmetazole Sodium for Injection

本品为头孢美唑钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢美唑($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)不得少于 86.0%;按平均装量计算,含头孢美唑($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末。

【鉴别】 照头孢美唑钠项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水溶解并制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢美唑 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢美唑钠有关物质项下。

头孢美唑聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢美唑钠中头孢美唑聚合物项下。

不溶性微粒 取本品,按标示量分别加微粒检查用水溶解并制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 $10\mu m$ 以及 $10\mu m$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu m$ 及 $25\mu m$ 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 $10\mu m$ 及 $10\mu m$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu m$ 以及 $25\mu m$ 以上的微粒不得过 600 粒。

酸度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢美唑钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于头孢美唑 50mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻

度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢美唑钠含量测定项下。

【类别】 同头孢美唑钠。

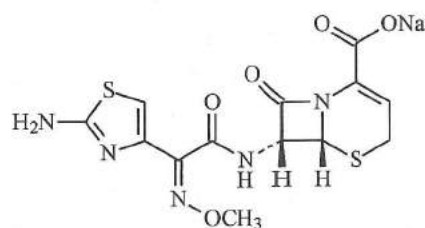
【规格】 按 $C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$ 计 (1)0.25g (2)0.5g (3)1.0g (4)2.0g

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

头孢唑肟钠

Toubaozuowona

Ceftizoxime Sodium


 $C_{13}H_{12}N_5NaO_5S_2$ 405.38

本品为(6R,7R)-7-[2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧亚氨基)乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸钠盐。按无水物计算,含头孢唑肟($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$)应为 92.5%~96.5%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶、结晶性或颗粒状粉末,无臭或有微臭,略有引湿性。

本品在水中极易溶解,在甲醇中极微溶解,在乙醇和丙酮中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 $+125^{\circ}$ 至 $+145^{\circ}$ 。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 $10\mu g$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 235nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 410~450。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0) 5ml 振摇使溶解,用 75%乙醇稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢唑肟对照品适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0) 5ml 振摇使溶解,用 75%乙醇稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢唑肟对照品与头孢拉定对照品适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)使溶解,用 75%乙醇稀释制成每 1ml 中各约含 5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以乙酸乙酯-乙醚-二氯甲烷-甲酸(5:4:5:6)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 $2\mu l$,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视或置碘蒸气中显色。

系统适用性要求 系统适用性溶液应显两个清晰分离的斑点。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 723 图)一致。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 结晶性 取本品,依法测定(通则 0981),应符合规定。

酸碱度 取本品,加水制成每 1ml 中含头孢唑肟 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.0~8.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.60g,分别加水 5ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

pH 7.0 磷酸盐缓冲液 取磷酸二氢钾 3.63g、磷酸氢二钠 14.33g,加水溶解并稀释至 1000ml。

供试品溶液 取本品适量,加 pH 7.0 磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用 pH 7.0 磷酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含 3 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用 pH 7.0 磷酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含 0.75 μ g 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取头孢唑肟钠约 15mg,置 10ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,放置 30 分钟,用 pH 7.0 磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液(2) 取头孢唑肟钠适量,加 pH 7.0 磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,放置 24 小时后,用 pH 7.0 磷酸盐缓冲液稀释制成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm \times 250mm,5 μ m 或效能相当的色谱柱);以 pH 3.6 缓冲液(取枸橼酸 1.42g、磷酸氢二钠 2.31g,加水溶解并稀释至 1000ml)为流动相 A,乙腈为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;柱温为 40 $^{\circ}$ C;流速为每分钟 0.8ml;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	97	3
10	85	15
20	40	60
25	40	60
26	97	3
35	97	3

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)的色谱图中,头孢唑肟峰的保留时间约为 12~13 分钟,头孢唑肟峰与相对保留时间约为 0.9 的杂质峰之间的分离度应大于 6.0。系统适用性溶液(2)的色谱图中,二聚物峰的相对保留时间约为 1.3。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,二聚物的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.1%);其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

2-乙基己酸 本品适量,依法测定(通则 0873),不得过 0.5%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量不得过 8.5%。

可见异物 取本品 5 份,每份各 2.0g,加微粒检查用水溶解,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含 60mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢唑肟中含内毒素的量应小于 0.10EU。(供注射用)

无菌 取本品,用 0.1%无菌蛋白胨水溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 40mg 的溶液,经薄膜过滤法处理,用 0.1%无菌蛋白胨水溶液分次冲洗(每膜不少于 600ml),以大肠埃希菌为阳性对照菌,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

pH 7.0 磷酸盐缓冲液 见有关物质项下。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢唑肟 20mg),精密称定,置 200ml 量瓶中,加 pH 7.0 磷酸盐缓冲液溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢唑肟对照品适量,精密称定,加 pH 7.0 磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢唑肟 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 称取头孢唑肟对照品 5mg,置 10ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,放置 30 分钟,用 pH 7.0 磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,得含约 4%头孢唑肟碱降解物的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm \times 250mm,5 μ m 或效能相当的色谱柱);以 pH 3.6 缓冲液(取枸橼酸 1.42g、磷酸氢二钠 2.31g,加水溶解并稀释至 1000ml)-乙腈(9:1)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢唑肟的保留时间约为 8 分钟,头孢唑肟峰与相对保留时间约 0.8 的碱降解物峰之间的分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢唑肟钠

注射用头孢唑肟钠

Zhusheyong Toubaozuowona

Ceftizoxime Sodium for Injection

本品为头孢唑肟钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢唑肟($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$)不得少于 90.0%;按平均装量计算,含头孢唑肟($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶、结晶性或颗粒状粉末。

【鉴别】 取本品,照头孢唑肟钠项下的鉴别项试验,显相同的结果。

【检查】 **溶液的澄清度与颜色** 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更深;如显色,与黄色或黄绿色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加 pH 7.0 磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用 pH 7.0 磷酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含 3 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用 pH 7.0 磷酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含 0.75 μ g 的溶液。

pH 7.0 磷酸盐缓冲液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢唑肟钠有关物质项下。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 60mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。

酸碱度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢唑肟钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加 pH 7.0 磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含

头孢唑肟 0.1mg 的溶液。

pH 7.0 磷酸盐缓冲液、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢唑肟钠含量测定项下。

【类别】 同头孢唑肟钠。

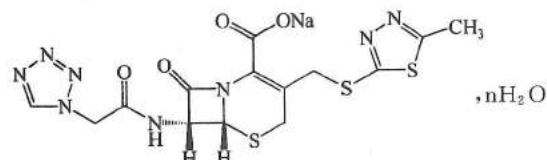
【规格】 按 $C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$ 计 (1)0.5g (2)0.75g (3)1.0g (4)1.5g (5)2.0g

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

头孢唑林钠

Toubaozuolinna

Cefazolin Sodium



$n=0, C_{14}H_{13}N_5NaO_4S_3$ 476.50

$n=5, C_{14}H_{13}N_5NaO_4S_3 \cdot 5H_2O$ 566.60

本品为(6R,7R)-3-[[[(5-甲基-1,3,4-噻二唑-2-基)硫基]甲基]-7-[(1H-四氮唑-1-基)乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐五水合物或无水物。按无水物计算,含头孢唑林($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)不得少于 86.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶性粉末;无臭;易引湿。

本品在水中易溶,在甲醇中微溶,在乙醇、丙酮中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -15° 至 -24° 。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 16 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 272nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 264~292。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 16 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 **酸度** 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.60g,分别加水 5ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更深;如显色,与黄色或黄绿色 3 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不

得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中含 2.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取头孢唑林钠约 10mg,加 0.2% 氢氧化钠溶液 10ml 使溶解,静置 15~30 分钟,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀,取杂质 E 对照品和杂质 A 对照品适量,加上述溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为磷酸盐缓冲液(取十二水合磷酸氢二钠 2.91g 与磷酸二氢钾 0.71g,加水溶解并稀释至 1000ml),流动相 B 为乙腈;流速为每分钟 1.2ml,按下表进行线性梯度洗脱;柱温为 45℃;检测波长为 254nm;进样体积 10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	98	2
2	98	2
4	85	15
10	60	40
11.5	35	65
12	35	65
15	98	2
21	98	2

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,按杂质 E、杂质 A 和头孢唑林的顺序洗脱。杂质 A 峰与头孢唑林峰之间的分离度应不小于 2.0,头孢唑林峰与相对保留时间约为 0.97 和 1.05 处的杂质峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 A 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),杂质 E 和其他单个杂质峰面积均不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍(3.5%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

头孢唑林聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢唑林对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖 2000 适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 取头孢唑林钠约 0.2g,置 10ml 量瓶中,加系统适用性溶液(1)溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120μm)为填充剂;玻璃柱内径 1.0~1.4cm,柱长 30~40cm;以 pH 7.0 的 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液[0.1mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(61:39)]为流动相 A,以水为流动相 B;流速约为每分钟 1.5ml;检测波长为 254nm;进样体积 100~200μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖 2000 峰计算,理论板数均不低于 400,拖尾因子均应小于 2.0,蓝色葡聚糖 2000 的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)在以流动相 A 为流动相记录的色谱图中,高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于 2.0。对照溶液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

测定法 以流动相 A 为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢唑林峰面积计算,含头孢唑林聚合物的量不得过 0.04%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

供试品贮备液 取本品约 1g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

供试品溶液 精密量取供试品贮备液 1ml,置顶空瓶中,再精密加水 1ml,摇匀,密封。

对照品溶液 取丙酮 0.25g,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀;精密量取 1ml,置顶空瓶中,再精密加入供试品贮备液 1ml,摇匀,密封。

色谱条件 以 100% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 40℃,维持 12 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 70℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,计算数次进样结果,其相对标准偏差不得过 5.0%。

测定法 取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按标准加入法以峰面积计算,丙酮的残留量应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量应为 13.0%~16.0%(五水合物),或不得过 2.5%(无水物)。

可见异物 取本品 5 份,每份各 2.0g,用微粒检查用水溶解,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 10μm 及

10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢唑林中含内毒素的量应小于 0.10EU。(供注射用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢唑林 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢唑林对照品适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)5ml 溶解后,再用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢唑林钠约 10mg,加 0.2%氢氧化钠溶液 10ml 使溶解,静置 15~30 分钟,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸氢二钠、枸橼酸溶液(取无水磷酸氢二钠 1.33g 与枸橼酸 1.12g,加水溶解并稀释成 1000ml)-乙腈(88:12)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢唑林峰的保留时间约为 7.5 分钟。头孢唑林峰和相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 C₁₄H₁₄N₈O₄S₃ 的含量。

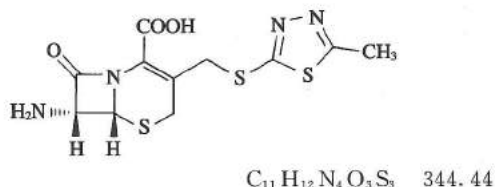
【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 严封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢唑林钠

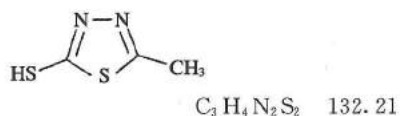
附:

杂质 A



(6R,7R)-7-氨基-3-[[[5-甲基-1,3,4-噻二唑-2-基]硫基]甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

杂质 E



5-甲基-1,3,4-噻二唑-2-硫醇

注射用头孢唑林钠

Zhusheyong Toubaozuolinna

Cefazolin Sodium for Injection

本品为头孢唑林钠的无菌粉末。含头孢唑林(C₁₄H₁₄N₈O₄S₃)按无水物计算,不得少于 86.0%;按平均装量计算,含头孢唑林(C₁₄H₁₄N₈O₄S₃)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末或结晶性粉末;无臭。

【鉴别】 照头孢唑林钠项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 5 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中含 2.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢唑林钠有关物质项下。

头孢唑林聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢唑林钠头孢唑林聚合物项下。

限度 按外标法以头孢唑林峰面积计算,含头孢唑林聚合物的量不得过标示量的 0.05%。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。

酸度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢唑林钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢唑林 0.1mg

的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢唑林钠含量测定项下。

【类别】 同头孢唑林钠。

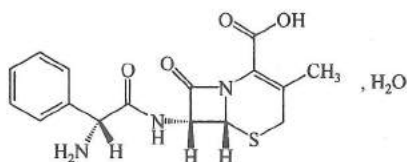
【规格】 按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计 (1)0.25g (2)0.5g (3)0.75g (4)1.0g (5)2.0g

【贮藏】 密闭,在凉暗干燥处保存。

头孢氨苄

Toubao'anbian

Cefalexin



$C_{16}H_{17}N_3O_4S \cdot H_2O$ 365.41

本品为(6*R*,7*R*)-3-甲基-7-[(*R*)-2-氨基-2-苯基乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸一水合物。按无水物计算,含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)不得少于95.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末,微臭。

本品在水中微溶,在乙醇或乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含5mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度为+149°至+158°。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在262nm的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为220~245。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰保留时间应与对照品溶液主峰保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1090图)一致。

【检查】 酸度 取本品50mg,加水10ml溶解后,依法测定(通则0631),pH值应为3.5~5.5。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

pH 7.0 磷酸盐缓冲液 取无水磷酸氢二钠28.4g,加水800ml使溶解,用30%的磷酸溶液调节pH值至7.0,用水稀释至1000ml,混匀。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相A溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)1.0mg的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用流动相A稀释至刻度,摇匀。

杂质对照品溶液 取7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸对照品

和α-苯甘氨酸对照品各约10mg,精密称定,置同一100ml量瓶中,加pH 7.0磷酸盐缓冲液约20ml,超声使溶解,再用流动相A稀释至刻度,摇匀,精密量取2ml,置20ml量瓶中,用流动相A稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取供试品溶液适量,在80℃水浴中加热60分钟,冷却。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相A为0.2mol/L磷酸二氢钠溶液(用氢氧化钠试液调节pH值至5.0),流动相B为甲醇,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为220nm;进样体积20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	98	2
1	98	2
20	70	30
23	98	2
30	98	2

系统适用性要求 杂质对照品溶液色谱图中,7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸峰与α-苯甘氨酸峰之间的分离度应符合要求;系统适用性溶液色谱图中,头孢氨苄峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与杂质对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸与α-苯甘氨酸按外标法以峰面积计算,均不得超过1.0%;其他单个杂质的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍(1.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2.5倍(2.5%),小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

2-萘酚 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,充分振摇,取混悬液适量,以每分钟15000转速率离心5分钟,取上清液。

对照品溶液 取2-萘酚对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.5μg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(55:45)为流动相;流速为每分钟1ml;检测波长为225nm;进样体积20μl。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,2-萘酚峰的保留时间约为7分钟,2-萘酚峰与相邻峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,含2-萘酚的量不得超过0.05%。

水分 取本品,照水分测定法(通则0832 第一法1)测定,含水分应为4.0%~8.0%。

炽灼残渣 不得过0.2%(通则0841)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于头孢氨苄,按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计 50mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢氨苄对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液适量,在 80℃ 水浴中加热 60 分钟,冷却。

色谱条件 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以水-甲醇-3.86%醋酸钠溶液-4%醋酸溶液(742:240:15:3)为流动相;检测波长为 254nm;系统适用性溶液进样体积 20 μ l,其他溶液进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢氨苄峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 的含量。

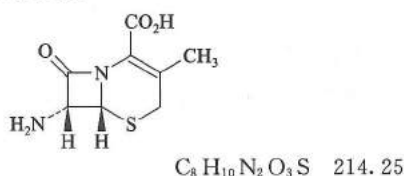
【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗处保存。

【制剂】 (1)头孢氨苄干混悬剂 (2)头孢氨苄片
(3)头孢氨苄胶囊 (4)头孢氨苄颗粒

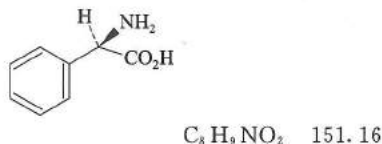
附:

7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸



(6R,7R)-7-氨基-3-甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

α -苯甘氨酸



(2R)-2-氨基-2-苯基乙酸

头孢氨苄干混悬剂

Toubao'anbian Ganhunxuanji

Cefalexin for Suspension

本品含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)应为标示量的

90.0%~110.0%。

【性状】 本品为粉末;气芳香。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)25mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.0。

沉降体积比 取本品,按服用时的比例,加水用力振摇 1 分钟,静置 45 分钟,应符合规定(通则 0123)。(供多剂量包装用)

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 2.0%。

其他 应符合口服混悬剂项下有关的各项规定(通则 0123)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异检查项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢氨苄,按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇,使头孢氨苄溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢氨苄含量测定项下。

【类别】 同头孢氨苄。

【规格】 按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计 (1)0.5g (2)1.5g

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗处保存。

头孢氨苄片

Toubao'anbian Pian

Cefalexin Tablets

本品含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片或糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色至乳黄色。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)1.0mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

pH 7.0 磷酸盐缓冲液、杂质对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢氨苄有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,含 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸与 α -苯甘氨酸按外标法以峰面积计算,均不得过标示量的 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)25 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢氨苄对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 262nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于头孢氨苄,按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇,使头孢氨苄溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢氨苄含量测定项下。

【类别】 同头孢氨苄。

【规格】 按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g (3)0.5g

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗处保存。

头孢氨苄胶囊

Toubao'anbian Jiaonang

Cefalexin Capsules

本品含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)1.0mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

pH 7.0 磷酸盐缓冲液、杂质对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢氨苄有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,含 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸与 α -苯甘氨酸按外标法以峰面积计算,均不得过标示量的 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品的内容物,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 9.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)25 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢氨苄对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 262nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢氨苄,按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇,使头孢氨苄溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢氨苄含量测定项下。

【类别】 同头孢氨苄。

【规格】 按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗处保存。

头孢氨苄颗粒

Toubao'anbian Keli

Cefalexin Granules

本品含头孢氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为可溶颗粒。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)25mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.0。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量不得过 2.0%。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢羟氨苄,按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇,使头孢羟氨苄溶解,再用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢羟氨苄含量测定项下。

【类别】 同头孢氨苄。

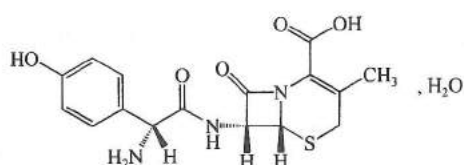
【规格】 按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计 (1)50mg (2)125mg

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗处保存。

头孢羟氨苄

Toubaoqiang'anbian

Cefadroxil



$C_{16}H_{17}N_3O_5S \cdot H_2O$ 381.41

本品为(6R,7R)-3-甲基-7-[(R)-2-氨基-2-(4-羟基苯基)乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸一水合物。按无水物计算,含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,有特异性臭味。

本品在水中微溶,在乙醇或乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 6mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +165°至 +178°。

【鉴别】 (1)取本品适量,加水适量,超声使溶解并稀释制成每 1ml 中约含 12.5mg 的溶液,取溶液 1ml,加三氯化铁试液 3 滴,即显棕黄色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 596

图)一致。

【检查】 结晶性 取本品,依法检查(通则 0981),应符合规定。

酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液(1) 取 α -对羟基苯甘氨酸对照品约 10mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加流动相 A 适量,超声使溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液(2) 取 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸对照品约 10mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加 pH 7.0 磷酸盐缓冲液(取无水磷酸氢二钠 28.4g,加水 800ml 使溶解,用 30% 的磷酸溶液调节 pH 值至 7.0,用水稀释至 1000ml,混匀)适量,超声使溶解并稀释至刻度,摇匀。

杂质对照品溶液 精密量取对照品溶液(1)和(2)各 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 杂质对照品溶液与供试品溶液(9:1)的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为 0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(取磷酸二氢钾 2.72g,加水 800ml 使溶解,用 1mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 5.0,用水稀释至 1000ml,混匀),流动相 B 为甲醇,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 220nm;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	98	2
1	98	2
25	70	30
28	98	2
40	98	2

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢羟氨苄峰的保留时间约为 10 分钟, α -对羟基苯甘氨酸峰和 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸峰间的分离度应大于 5.0,7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸峰与头孢羟氨苄峰间的分离度应大于 5.0。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与杂质对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, α -对羟基苯甘氨酸和 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸按外标法以峰面积计算,均不得过 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量分为 4.2%~6.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 见有关物质项下流动相 A。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢羟氨苄对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢羟氨苄对照品和 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸对照品各适量,加有关物质项下的 pH 7.0 磷酸盐缓冲液适量,超声使溶解,再用溶剂稀释制成每 1ml 中分别约含 0.3mg 与 0.1mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以有关物质项下的流动相 A-流动相 B(98:2)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢羟氨苄峰与 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸峰之间的分离度应大于 5.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

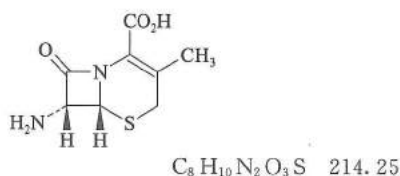
【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 (1)头孢羟氨苄片 (2)头孢羟氨苄胶囊
(3)头孢羟氨苄颗粒

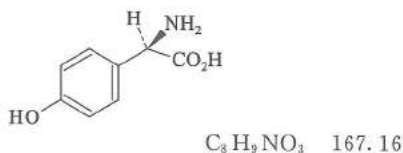
附:

7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸



(6R,7R)-7-氨基-3-甲基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

α -对羟基苯甘氨酸



(2R)-2-氨基-2-(4-羟基苯基)乙酸

头孢羟氨苄片

Toubaoqiang'anbian Pian

Cefadroxil Tablets

本品含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)应为标示量的

90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量,加水适量,超声使溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)12.5mg 的溶液,滤过,取续滤液 1ml,加三氯化铁试液 3 滴,即显棕黄色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液(1)、对照品溶液(2)、杂质对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢羟氨苄有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, α -对羟基苯甘氨酸和 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸按外标法以峰面积计算,均不得过标示量的 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,加水定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)25 μ g 的溶液。

对照品溶液 取头孢羟氨苄对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 263nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于头孢羟氨苄,按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计 0.15g),置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

溶剂、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢羟氨苄含量测定项下。

【类别】 同头孢羟氨苄。

【规格】 按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g (3)0.5g

【贮藏】 密封,在阴凉处保存。

头孢羟氨苄胶囊

Toubaoqiang'anbian Jiaonang

Cefadroxil Capsules

本品含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量,加水适量,超声使溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)12.5mg 的溶液,滤过,取续滤液 1ml,加三氯化铁试液 3 滴,即显棕黄色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的内容物适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液(1)、对照品溶液(2)、杂质对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢羟氨苄有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,α-对羟基苯甘氨酸和 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸按外标法以峰面积计算,均不得过标示量的 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品的内容物,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 8.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)25μg 的溶液。

对照品溶液 取头孢羟氨苄对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光

光度法(通则 0401),在 263nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于头孢羟氨苄,按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计 0.15g),置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

溶剂、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢羟氨苄含量测定项下。

【类别】 同头孢羟氨苄。

【规格】 按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g (3)0.5g

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗处保存。

头孢羟氨苄颗粒

Toubaoqiang'anbian Keli

Cefadroxil Granules

本品含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为可溶颗粒;味甜。

【鉴别】 (1)取本品 1 袋,加稀乙醇适量振摇 2~3 分钟,并用稀乙醇制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)25mg 的溶液,静置,取上清液 1ml,加碱性酒石酸铜试液 0.5ml,摇匀,即显墨绿色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)50mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液(1)、对照品溶液(2)、杂质对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢羟氨苄有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,含 7-氨基去乙酰氧基头孢烷酸与 α-对羟基苯甘氨酸按外标法以峰面积计算,均不得过标示量的 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于

对照溶液主峰面积(1.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%(通则 0831)。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,研细,精密称取适量(约相当于头孢羟氨苄,按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计 0.15g),置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢羟氨苄(按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计)0.3mg 的溶液。

溶剂、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢羟氨苄含量测定项下。

【类别】 同头孢羟氨苄。

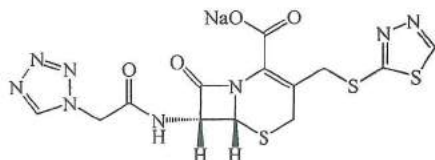
【规格】 按 $C_{16}H_{17}N_3O_5S$ 计 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 密封,在阴凉处保存。

头孢替唑钠

Toubaotizuona

Ceftazele Sodium



$C_{13}H_{11}N_5O_4NaS_3$ 462.47

本品为(6R,7R)-3-[[[(1,3,4-噻二唑-2-基)硫]甲基]-7-[(1H-四唑-1-基)乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐。按无水物计算,含头孢替唑($C_{13}H_{12}N_5O_4S_3$)不得少于 90.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色粉末或结晶性粉末;无臭,有引湿性。

本品在水中易溶,在甲醇中微溶,在乙醇和乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -5° 至 -9° 。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 $16\mu g$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 272nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 270~300。

【鉴别】 (1)取本品,加水制成每 1ml 中约含 $16\mu g$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1126 图)一致。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.60g,分别加水 5ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 $10\mu g$ 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢替唑对照品约 25mg,置 25ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml 使溶解,放置 1 分钟,加水 10ml,再加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml 中和,用水稀释至刻度,摇匀,得含头孢替唑与其降解杂质的混合溶液(其中相对保留时间约 0.8 与 1.7 处杂质的量约为 0.5% 和 2%)。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 $0.5\mu g$ 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以枸橼酸溶液(取枸橼酸 3g,加水溶解并稀释至 900ml)-乙腈(90:10)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 $20\mu l$ 。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢替唑峰保留时间约为 13 分钟,头孢替唑峰与其相对保留时间约 0.8 处杂质峰之间的分离度应大于 4.0。灵敏度溶液色谱图中主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),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%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

头孢替唑聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.3g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢替唑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 $25\mu g$ 的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖 2000 适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

系统适用性溶液(2) 称取本品约 0.2g,置 10ml 量瓶中,用系统适用性溶液(1)溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10($40 \sim 120\mu m$)为填充剂;

玻璃柱内径 1.0~1.4cm,柱长 30~40cm;流动相 A 为 pH 7.0 的 0.075mol/L 磷酸盐缓冲液[0.075mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.075mol/L 磷酸二氢钠溶液(61:39)],流动相 B 为水;流速为每分钟 1.5ml;检测波长为 254nm;进样体积 100~200 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖 2000 峰计算,理论板数均不低于 300,拖尾因子均应小于 2.0,蓝色葡聚糖 2000 的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)在以流动相 A 为流动相记录的色谱图中,高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于 2.0。对照溶液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 峰的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

测定法 以流动相 A 为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢替唑峰面积计算,头孢替唑聚合物的量不得过 0.05%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 5.0%。

可见异物 取本品 5 份,每份各 4.0g,用微粒检查用水溶解,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,用微粒检查用水制成每 1ml 中含 60mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢替唑中含内毒素的量应小于 0.075EU。(供注射用)

无菌 取本品,用无菌水适量溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢替唑 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢替唑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢替唑 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{13}H_{12}N_3O_4S_3$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢替唑钠

注射用头孢替唑钠

Zhusheyong Toubaozizuona

Ceftazole Sodium for Injection

本品为头孢替唑钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢替唑($C_{13}H_{12}N_3O_4S_3$)不得少于 90.0%;按平均装量计算,含头孢替唑($C_{13}H_{12}N_3O_4S_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色粉末或结晶性粉末;无臭,有引湿性。

【鉴别】 取本品,照头孢替唑钠项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更深;如显色,与黄色或黄绿色 7 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢替唑钠有关物质项下。

头孢替唑聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.3g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢替唑钠中头孢替唑聚合物项下。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 5.5%。

不溶性微粒 取本品,按标示量用微粒检查用水制成每 1ml 中含 60mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的,折算为每 1g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)的,每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。

酸度、细菌内毒素与无菌 照头孢替唑钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢替唑 0.2mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢替唑钠含量测定项下。

【类别】 同头孢替唑钠。

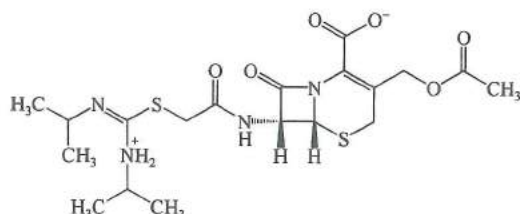
【规格】 按 $C_{19}H_{28}N_4O_6S_2$ 计 (1)0.25g (2)0.5g (3)0.75g (4)1.0g (5)1.5g (6)2.0g (7)4.0g

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

头孢硫脒

Toubaoliumi

Cefathiamidine



$C_{19}H_{28}N_4O_6S_2$ 472.59

本品为(6R,7R)-3-[(乙酰氨基)甲基]-7-[α -(N,N-二异丙基脒硫基)乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸内铵盐。按无水物计算,含 $C_{19}H_{28}N_4O_6S_2$ 不得少于 97.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;几乎无臭,有引湿性。

本品在水中极易溶解,在乙醇中微溶,在丙酮或乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 $+135^{\circ}$ 至 $+145^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢硫脒对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

系统适用性溶液 取对照品溶液和供试品溶液等量混合。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板[取硅胶 G 2.5g,加含 1%羧甲基纤维素钠的磷酸盐缓冲液(pH 5.8)适量,调浆制板,经 105°C 活化 1 小时,放入干燥器中备用],以新鲜制备的甲醇-异丙醇-磷酸盐缓冲液(pH 5.8)(7:2:1)滤过后为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 $1\mu\text{l}$,分别点于同一薄层板

上,展开,晾干, 100°C 加热 30 分钟,置碘蒸气中显色。

系统适用性要求 系统适用性溶液应显单一斑点。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 924 图)一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 结晶性 取本品少许,依法检查(通则 0981),应符合规定。

酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 $5\mu\text{g}$ 的溶液。

杂质 C 对照品溶液 取杂质 C 对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25 μg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢硫脒对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,在 90°C 水浴中加热 30 分钟,放冷。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 $0.5\mu\text{g}$ 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Kromasil 100-5 C18,4.6mm \times 250mm,5 μm 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取无水磷酸氢二钠 2.76g,枸橼酸 1.29g,加水溶解并稀释成 1000ml)-乙腈(86:14)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 $10\mu\text{l}$ 。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,杂质 D 峰(相对保留时间约为 0.9)与头孢硫脒峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分色谱峰峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与杂质 C 对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 C 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.1 倍(0.1%),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%),小于灵敏度溶液主峰面积 0.5 倍的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 2ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷各适量,精密称定,加水定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 0.3mg、乙醇 0.5mg、丙酮 0.5mg、二氯甲烷 0.06mg 的混合溶液,精密量取 2ml 置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷 (或极性相近) 为固定液的毛细管柱为色谱柱; 起始温度为 40℃, 待二氯甲烷洗脱后, 以每分钟 30℃ 的速率升温至 150℃, 维持 5 分钟; 进样口温度为 200℃; 检测器温度为 250℃; 顶空瓶平衡温度为 80℃, 平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮与二氯甲烷的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.5%。

可见异物 取本品 5 份, 每份各 2.0g, 加微粒检查用水溶解, 依法检查(通则 0904), 应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含 80mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 $10\mu\text{m}$ 及 $10\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 6000 粒,含 $25\mu\text{m}$ 及 $25\mu\text{m}$ 以上的微粒不得过 600 粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢硫脒中含内毒素的量应小于 0.075EU。(供注射用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液。

对照品溶液 取头孢硫脒对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取无水磷酸氢二钠 2.76g,枸橼酸 1.29g,加水溶解并稀释成 1000ml)-乙腈(80 : 20)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢硫脒峰与杂质D峰(相对保留时间约为1.3)之间的分离度应大于2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

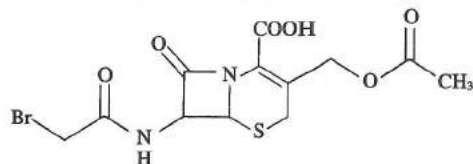
【类别】 β -内酰胺类抗生素, 头孢菌素类。

【贮藏】 密封,在冷暗干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢硫脒

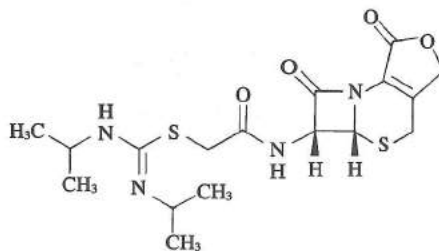
附:

杂质 C


$$\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_6\text{SBr} \quad 391.97$$

3-[(乙酰氧基)甲基]-7-溴乙酰氨基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

杂质 D


$$\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}_2 \quad 412.12$$

2-氧代-[[*(5aR, 6R)*-1, 4, 5a, 6-四氢-1, 7-二氧代-3*H*,
7*H*-杂氮环丁烯并[2, 1-*b*]咪唑并[3, 4-*d*][1, 3]噻嗪-6-基]
氨基]乙基-*N, N'*-二异丙基硫脲

注射用头孢硫脒

Zhusheyong Toubaoiumi

Cefathiamidine for Injection

本品为头孢硫脒的无菌粉末。按无水物计算,含头孢硫脒($C_{19}H_{28}N_4O_6S_2$)不得少于97.0%;按平均装量计算,含头孢硫脒($C_{19}H_{28}N_4O_6S_2$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末。

【鉴别】照头孢硫脒项下的鉴别项试验,应显相同的结果。

【检查】溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 7 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的

溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5 μ g 的溶液。

杂质 C 对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢硫脒有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 C 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.1 倍(0.1%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),小于灵敏度溶液主峰面积 0.5 倍的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 2.0%。

不溶性微粒 取本品,按标示量用微粒检查用水制成每 1ml 中含 80mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1g 中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)的每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒。

结晶性、酸度、细菌内毒素与无菌 照头孢硫脒项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,精密称取适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢噻吩 0.1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢硫脒含量测定项下。

【类别】 同头孢硫脒。

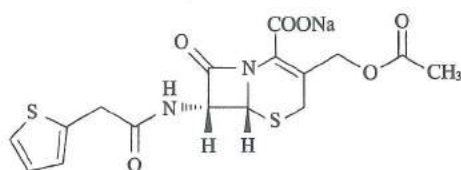
【规格】 (1)0.5g (2)1.0g (3)2.0g

【贮藏】 密闭,在冷暗干燥处保存。

头孢噻吩钠

Toubaosafenna

Cefalotin Sodium



$C_{16}H_{15}N_2NaO_6S_2$ 418.43

本品为(6R,7R)-3-[(乙酰氧基)甲基]-7-[2-(2-噻吩基)乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐。按无水物计算,含头孢噻吩($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)不得少于 90.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;几乎无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +124°至 +134°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 129 图)一致。

(3)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~7.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.60g,分别加水 5ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 4 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

吸光度 取本品,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 237nm 的波长处测定,其吸光度为 0.65~0.72。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 75mg,置 25ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

杂质 A 对照品贮备液 取杂质 A 对照品适量,加少量乙腈使溶解,再用水稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液 1ml,加盐酸溶液(1→4) 1ml,水 8ml,摇匀,置 60℃ 的水浴中加热约 12 分钟,立即放入冰浴中冷却,加杂质 A 对照品贮备液 1ml,混匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 1.5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(pH 2.3)(取磷酸氢二钾 1.742g,加水溶解并稀释至 1000ml,用磷酸调节 pH 值至 2.3)-乙腈(970:30)为流动相 A,以磷酸盐缓冲液(pH 2.3)-乙腈(600:400)为流动相 B,流速为每分钟 1.0ml,按下表进行线性梯度洗脱;柱温为 40℃;检测波长为 220nm;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
30	0	100
35	0	100
36	100	0
41	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢噻吩峰峰的保留时间约为 26 分钟,杂质 C、杂质 B 和杂质 D 的相对保留时间分别约为 0.2、0.7 和 0.9,杂质 A 峰与头孢噻吩峰之间的分离度应不小于 2.0。灵敏度溶液色谱图中,主峰峰高

的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 B 峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),杂质 D 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.25 倍(0.25%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

头孢噻吩 3-位异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢噻吩对照品和头孢噻吩 3-位异构体对照品各适量,置同一量瓶中,先加少量甲醇使溶解,再用水稀释制成每 1ml 中各约含 6 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取系统适用性溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.6 μ g 的溶液。

色谱条件 用苯己基三键键合亚乙基桥杂化颗粒为填充剂;以 0.05mol/L 甲酸胺溶液(用甲酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈-甲醇(85:9:6)为流动相;柱温为 35℃;检测波长为 254nm;进样体积 5 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢噻吩与头孢噻吩 3-位异构体依次洗脱,头孢噻吩峰与头孢噻吩 3-位异构体峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,头孢噻吩峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中,头孢噻吩 3-位异构体峰面积不得大于头孢噻吩峰面积的 0.5%。

头孢噻吩聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢噻吩对照品约 25mg,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取蓝色葡聚糖 2000 适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120 μ m)为填充剂,玻璃柱内径 1.0~1.4cm,柱长 30~40cm。以 pH 7.0 的 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液[0.02mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.02mol/L 磷酸二氢钠溶液(61:39)]为流动相 A,以水为流动相 B,流速约为每分钟 1.0ml;检测波长为 254nm;进样体积 100~200 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液分别在以流动相 A 与流动相 B 为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖 2000 峰计算,理论板数均不低于 400,拖尾因子均应小于 2.0,蓝色葡聚糖 2000 的保留时间的比值应在 0.93~1.07 之间。对照溶

液色谱图中主峰与供试品溶液色谱图中聚合物峰,与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 峰的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

测定法 以流动相 A 为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢噻吩峰面积计算,含头孢噻吩聚合物的量不得过 0.10%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

内标溶液 取丁酮适量,用二甲基亚砷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.1g,精密称定,置 20ml 顶空瓶中,精密加入内标溶液 1ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取乙醇和丙酮各适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.5mg 的混合溶液,精密量取 1ml,置 20ml 顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 100%的聚乙二醇(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 50℃,维持 10 分钟,以每分钟 30℃的速率升温至 150℃,维持 0.5 分钟,再以每分钟 50℃的速率升温至 210℃,维持 3 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 70℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各色谱峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积计算,乙醇与丙酮的残留量均应符合规定。

2-乙基己酸 取本品适量,依法测定(通则 0873),不得过 0.5%(采用 2-乙基己酸钠成盐工艺的产品)。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 1.0%。

可见异物 取本品 5 份,每份各 1.0g,加微粒检查用水溶解后,依法检查(通则 0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 个,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 个。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢噻吩中含内毒素的量应小于 0.10EU。(供注射用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢噻吩 1mg 的溶液。

对照品溶液 取头孢噻吩对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢噻吩 1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取对照品溶液 5ml, 于 90℃ 水浴放置 10 分钟, 使生成去乙酰头孢噻吩, 放冷。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 21.5g, 加水溶解并稀释成 1000ml, 并用冰醋酸调节 pH 值至 5.9±0.1)-乙腈-乙醇(790:150:70)为流动相; 柱温为 40℃; 检测波长为 254nm; 进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 头孢噻吩峰与去乙酰头孢噻吩峰之间的分离度应大于 9.0, 头孢噻吩峰的拖尾因子不大于 1.8。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$ 的含量。

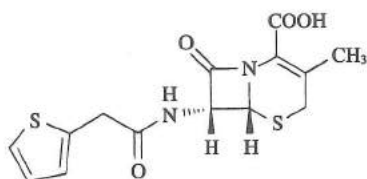
【类别】β-内酰胺类抗生素, 头孢菌素类。

【贮藏】严封, 在凉暗干燥处保存。

【制剂】注射用头孢噻吩钠

附:

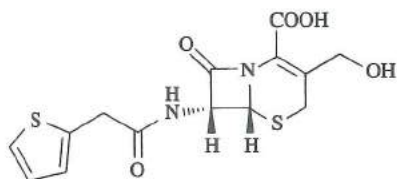
杂质 A



$C_{14}H_{14}N_2O_4S_2$ 338.41

(6R, 7R)-3-甲基-8-氧代-7-[(2-噻吩基乙酰基)氨基]-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

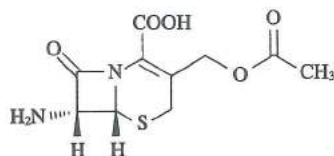
杂质 B



$C_{14}H_{14}N_2O_5S_2$ 354.41

(6R, 7R)-3-羟甲基-8-氧代-7-[(2-噻吩基乙酰基)氨基]-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

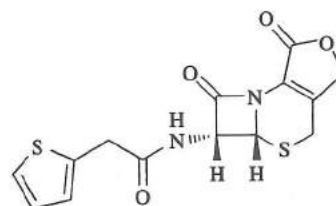
杂质 C



$C_{10}H_{12}N_2O_5S$ 272.28

(6R, 7R)-3-[(乙酰氧基)甲基]-7-氨基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

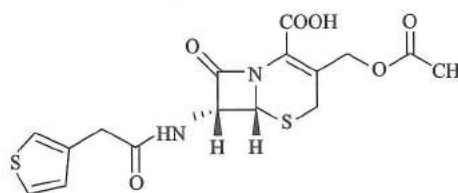
杂质 D



$C_{14}H_{12}N_2O_4S_2$ 336.40

(5aR, 6R)-6-[(2-噻吩基乙酰基)氨基]-5a, 6-二氢-3H, 7H-氮杂环丁二烯并[2,1-b]呋喃并[3,4-d][1,3]噻嗪-1,7(4H)-二酮

头孢噻吩 3-位异构体



$C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$ 396.45

(6R, 7R)-3-[(乙酰氧基)甲基]-7-[(2-噻吩基)乙酰基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸

注射用头孢噻吩钠

Zhusheyong Toubaosaifenna

Cefalotin Sodium for Injection

本品为头孢噻吩钠的无菌粉末。按无水物计算, 含头孢噻吩($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)不得少于 90.0%; 按平均装量计算, 含头孢噻吩($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】本品为白色或类白色的结晶性粉末。

【鉴别】取本品, 照头孢噻吩钠项下的鉴别项试验, 显相同的结果。

【检查】溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶, 按标示量分别加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液, 溶液应澄清无色; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 均不得更浓; 如显色, 与黄色或黄绿色 5 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 均不得更深。

不溶性微粒 取本品, 按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液, 依法检查(通则 0903), 标示量为 1.0g 以下的折算为每 1g 样品中含 10μm 及 10μm 以上的微粒不得过 6000 个, 含 25μm 及 25μm 以上的微粒不得过 600 个。标示量为 1.0g 的每个供试品容器中含 10μm 及 10μm 以上的微粒不得过 6000 个, 含 25μm 及 25μm 以上的微粒不得过 600 个。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 75mg, 置 25ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中约含 1.5 μ g 的溶液。

杂质 A 对照品贮备液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢噻吩钠有关物质项下。

头孢噻吩 3-位异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢噻吩钠中头孢噻吩 3-位异构体项下。

头孢噻吩聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约 0.2g, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀。

对照溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见头孢噻吩钠中头孢噻吩聚合物项下。

酸度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢噻吩钠项下的方法检查, 均应符合规定。

其他 除装量差异不得超过 $\pm 7.0\%$ 外, 应符合注射剂项下有关的规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 精密称取适量, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢噻吩 1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢噻吩钠含量测定项下。

【类别】 同头孢噻吩钠。

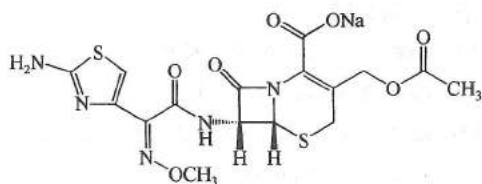
【规格】 按 $C_{16}H_{16}N_5O_7S_2$ 计 (1)0.5g (2)1.0g

【贮藏】 密闭, 在凉暗干燥处保存。

头孢噻肟钠

Toubaosaiwona

Cefotaxime Sodium



$C_{16}H_{16}N_5NaO_7S_2$ 477.45

本品为(6*R*, 7*R*)-3-[(乙酰氧基)甲基]-7-[2-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧亚氨基)乙酰氨基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐。按无水物计算, 含头孢噻肟($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$)不得少于 90.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶或粉末; 无臭或微有特殊臭。

本品在水中易溶, 在乙醇中微溶。

比旋度 取本品, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液, 依法测定(通则 0621), 比旋度为 $+58^{\circ}$ 至 $+64^{\circ}$ 。

吸收系数 取本品约 20mg, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 235nm 的波长处测定吸光度, 吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 360~390。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 130 图)一致。

(3)本品显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】酸度 取本品, 加水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 4.5~6.5。

溶液的澄清度 取本品 5 份, 各 1.0g, 分别加水 10ml 溶解后, 溶液应澄清; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 均不得更浓。取上述溶液 10ml, 加冰醋酸 1ml, 摇匀, 立即检查, 溶液应澄清; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 均不得更浓。

溶液的颜色 取本品 5 份, 各 1.0g, 分别加水 10ml 溶解后, 溶液应无色; 如显色, 与黄色或黄绿色或橙黄色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量, 精密称定, 加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢噻肟系统适用性对照品适量, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 流动相 A 为 0.05mol/L 磷酸盐缓冲液(取 7.1g 无水磷酸氢二钠至 1000ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 用磷酸调节 pH 值至 6.25)-甲醇(86:14), 流动相 B 为 0.05mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 6.25)-甲醇(60:40), 先以流动相 A-流动相 B(95:5)等度洗脱, 待头孢噻肟洗脱完毕后立即按下表进行线性梯度洗脱; 检测波长为 235nm; 进样体积 10 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	95	5
2	75	25
8	75	25
23	0	100
28	0	100
33	95	5
43	95	5

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图应与标准图谱一致。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3倍(3.0%),小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

头孢噻肟聚合物 照分子排阻色谱法(通则0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品约0.2g,精密称定,置10ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取头孢噻肟对照品约25mg,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中含约0.1mg的溶液。

系统适用性溶液(1) 取蓝色葡聚糖2000适量,加水溶解并稀释制成每1ml中含约1mg的溶液。

系统适用性溶液(2) 取头孢噻肟钠约0.2g置10ml量瓶中,用系统适用性溶液(1)溶解并稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用葡聚糖凝胶G-10(40~120 μ m)为填充剂,玻璃柱内径1.0~1.4cm,柱长30~40cm。以pH7.0的0.1mol/L磷酸盐缓冲液[0.1mol/L磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L磷酸二氢钠溶液(61:39)]为流动相A,以水为流动相B,流速约为每分钟1.5ml;检测波长为254nm;进样体积100~200 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(1)分别在以流动相A与流动相B为流动相记录的色谱图中,按蓝色葡聚糖2000峰计算,理论板数均不低于500,拖尾因子均应小于2.0,蓝色葡聚糖2000的保留时间的比值应在0.93~1.07之间。系统适用性溶液(2)在以流动相A为流动相记录的色谱图中,高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于2.0。对照溶液色谱图中主峰和供试品溶液色谱图中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖2000峰的保留时间的比值均应在0.93~1.07之间。以流动相B为流动相,精密量取对照溶液连续进样5次,峰面积的相对标准偏差应不大于5.0%。

测定法 以流动相A为流动相,精密量取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图;以流动相B为流动相,精密量取对照溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以头孢噻肟峰面积计算,含头孢噻肟聚合物的量不得过0.5%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则0861第一法)测定。

内标溶液 称取丁酮适量,用水溶解并稀释成每1ml中含约0.2mg的溶液。

供试品贮备溶液 取本品约1.0g,精密称定,置10ml量瓶中,加内标溶液溶解并稀释至刻度。

供试品溶液 精密量取供试品贮备溶液和内标溶液各1ml置同一顶空瓶中,密封。

对照品溶液 取各溶剂适量,精密称定,用内标溶液定量

稀释制成每1ml中含甲醇0.3mg,乙醇、丙酮、异丙醇、乙酸乙酯各0.5mg,二氯甲烷60 μ g与四氢呋喃70 μ g的混合溶液,精密量取混合溶液和供试品贮备溶液各1.0ml置同一顶空瓶中,密封。

色谱条件 以100%的二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,柱温为40℃;检测器温度为250℃;进样口温度为200℃;载气为氮气或氦气,顶空瓶平衡温度为70℃,平衡时间为30分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按标准加入法以峰面积计算。甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇、乙酸乙酯、二氯甲烷与四氢呋喃的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则0832第一法1)测定,含水分不得过3.0%。

可见异物 取本品5份,每份各2.0g,加微粒检查用水溶解,依法检查(通则0904),应符合规定。(供无菌分装用)

不溶性微粒 取本品,加微粒检查用水制成每1ml中含50mg的溶液,依法检查(通则0903),每1.0g样品中,含10 μ m及10 μ m以上的微粒不得过6000粒,含25 μ m及25 μ m以上的微粒不得过600粒。(供无菌分装用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则1143),每1mg头孢噻肟中含内毒素的量应小于0.050EU。(供注射用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则1101),应符合规定。(供无菌分装用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含头孢噻肟1mg的溶液。

对照品溶液 取头孢噻肟对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含头孢噻肟1mg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.05mol/L磷酸盐缓冲液(取7.1g无水磷酸氢二钠至1000ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,用磷酸调节pH值至6.25)-甲醇(85:15)为流动相;检测波长为235nm;进样体积10 μ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中C₁₈H₁₇N₅O₇S₂的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】 严封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用头孢噻肟钠

注射用头孢噻肟钠

Zhusheyong Toubaosaiwona

Cefotaxime Sodium for Injection

本品为头孢噻肟钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢噻肟($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$)不得少于 90%,按平均装量计算,含头孢噻肟($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶或粉末。

【鉴别】 照头孢噻肟钠项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,溶液应澄清;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓。取上述溶液 10ml,加冰醋酸 1ml,摇匀,立即检查,溶液应澄清;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓。

溶液的颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,溶液应无色;如显色,与黄色或黄绿色或橙黄色 7 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢噻肟钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(5.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

头孢噻肟聚合物 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物约 0.2g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液、系统适用性溶液(1)、系统适用性溶液(2)、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢噻肟钠中头孢噻肟聚合物项下。

限度 按外标法以头孢噻肟峰面积计算,含头孢噻肟聚合物的量不得过标示量的 1.0%。

不溶性微粒 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法检查(通则 0903),标示量为 1.0g 以下的折算为每 1g 样品中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微粒不得过 600 粒;标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 10 μ m 及 10 μ m 以上的微粒不得过 6000 粒,含 25 μ m 及 25 μ m 以上的微

粒不得过 600 粒。

酸度、水分、细菌内毒素与无菌 照头孢噻肟钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢噻肟 1mg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见头孢噻肟钠含量测定项下。

【类别】 同头孢噻肟钠。

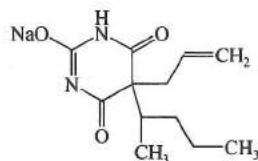
【规格】 按 $C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$ 计 (1)0.5g (2)1.0g (3)2.0g

【贮藏】 密闭,在凉暗干燥处保存。

司可巴比妥钠

Sikebabituona

Secobarbital Sodium


 $C_{12}H_{17}N_2NaO_3$ 260.27

本品为 5-(1-甲基丁基)-5-(2-丙烯基)-2,4,6-(1H,3H,5H)-嘧啶三酮的钠盐。按干燥品计算,含 $C_{12}H_{17}N_2NaO_3$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色粉末;无臭;有引湿性。

本品在水中极易溶解,在乙醇中溶解,在乙醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品 1g,加水 100ml 溶解后,加稀醋酸 5ml 强力搅拌,再加水 200ml,加热煮沸使溶解成澄清溶液(液面无油状物),放冷,静置待析出结晶,滤过,结晶在 70℃ 干燥后,依法测定(通则 0612 第一法),熔点约为 97℃。

(2)取本品 0.1g,加水 10ml 溶解后,加碘试液 2ml,所显棕黄色在 5 分钟内消失。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 137 图)一致。

(4)本品显丙二酰脲类的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 溶液的澄清度 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清。

中性或碱性物质 取本品 1.0g,照苯巴比妥项下的方法检查,应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 3.0%(通则 0831)。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第三法),含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,置 250ml 碘瓶中,加水 10ml,振摇使溶解,精密加溴滴定液(0.05mol/L) 25ml,再加盐酸 5ml,立即密塞并振摇 1 分钟,在暗处静置 15 分钟后,注意微开瓶塞,加碘化钾试液 10ml,立即密塞,摇匀后,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 溴滴定液(0.05mol/L)相当于 13.01mg 的 $C_{12}H_{17}N_2NaO_3$ 。

【类别】 催眠药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 司可巴比妥钠胶囊

司可巴比妥钠胶囊

Sikebabituona Jiaonang

Secobarbital Sodium Capsules

本品含司可巴比妥钠($C_{12}H_{17}N_2NaO_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)本品的内容物显丙二酰脲类的鉴别反应(通则 0301)。

(2)本品的内容物炽灼后,残渣显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于司可巴比妥钠 0.1g),照司可巴比妥钠项下的方法测定。每 1ml 溴滴定液(0.05mol/L)相当于 13.01mg 的 $C_{12}H_{17}N_2NaO_3$ 。

【类别】 同司可巴比妥钠。

【规格】 0.1g

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在水中溶解,在乙醇或乙腈中略溶,在正己烷中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621)。比旋度为 -39.5° 至 -45.9° 。

【鉴别】 (1)在有关物质项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与司他夫定系统适用性溶液中司他夫定峰的保留时间一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 $10\mu\text{g}$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 266nm 的波长处有最大吸收,在 235nm 的波长处有最小吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402);如不一致,取本品与对照品用无水乙醇重结晶后测定。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照品贮备液 取杂质 I 对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml 与对照品贮备液 2ml,置同一 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取司他夫定系统适用性试验混合对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液(溶液中含杂质 I、杂质 III、杂质 IV、司他夫定与杂质 II)。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.01mol/L 醋酸铵溶液(3.5 : 96.5)为流动相 A,乙腈-0.01mol/L 醋酸铵溶液(25 : 75)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 254nm;进样体积 $10\mu\text{l}$ 。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	100	0
20	0	100
30	0	100
35	100	0
40	100	0

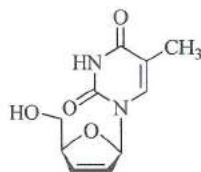
系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,调节流速使司他夫定主峰的保留时间在 8.5~12.5 分钟,杂质 I 峰的相对保留时间约为 0.28,杂质 III 峰的相对保留时间约为 0.5,杂质 III 峰与杂质 IV 峰的分度度应不小于 1.15,司他夫定峰与杂质 II 峰的分度度应不小于 1.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液

司他夫定

Sitafuding

Stavudine



$C_{10}H_{12}N_2O_4$ 224.21

本品为 1-(2,3-二脱氧-β-D-甘油基-戊基-2-烯呋喃糖基)胸腺嘧啶。按无水物计算,含 $C_{10}H_{12}N_2O_4$ 应为 98.0%~102.0%。

相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如显杂质峰,胸腺嘧啶按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

残留溶剂 甲醇、异丙醇、甲苯、乙酸丁酯、吡啶、*N,N*-二甲基乙酰胺与 *N*-甲基吡咯烷酮 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,精密加入二甲基亚砜-水(1:1)10ml,振摇使溶解。

对照品溶液 分别取甲醇、异丙醇、甲苯、乙酸丁酯、吡啶、*N,N*-二甲基乙酰胺和 *N*-甲基吡咯烷酮各适量,精密称定,用二甲基亚砜-水(1:1)定量稀释制成每 1ml 中分别含甲醇 0.15mg、异丙醇 0.15mg、甲苯 0.0445mg、乙酸丁酯 0.15mg、吡啶 0.01mg、*N,N*-二甲基乙酰胺 0.0545mg 和 *N*-甲基吡咯烷酮 0.0265mg 的溶液,摇匀。

色谱条件 用聚乙二醇-TPA 修饰的毛细管色谱柱;起始温度为 40℃,维持 5 分钟,以每分钟 15℃ 的速率升温至 120℃,维持 2 分钟,再以每分钟 10℃ 的速率升温至 200℃,维持 5 分钟;进样口温度为 150℃;检测器温度为 250℃;进样体积 1μl。

系统适用性要求 各相邻色谱峰间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,含异丙醇与乙酸丁酯不得过 0.3%,其他均应符合规定。

三氯甲烷 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.25g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 5ml 与无水硫酸钠 1g,摇匀。

对照品溶液 取三氯甲烷适量,精密称定,用水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 3μg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,加无水硫酸钠 1g,摇匀。

色谱条件 以 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 45℃;进样口温度为 150℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 90℃,平衡时间为 30 分钟。

测定法 量取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,应符合规定。

水分 取本品 0.2g,照水分测定法(通则 0832 第一法)测定,含水分不得过 0.5%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20μg 的溶液。

对照品溶液 取司他夫定对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20μg 的溶液。

系统适用性溶液 取胸腺嘧啶对照品 5mg、胸苷对照品 7.5mg 与司他夫定对照品 10mg,置同一 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.01mol/L 醋酸铵溶液(5:95)为流动相;检测波长为 268nm;系统适用性溶液进样体积 10μl,其他溶液进样体积 25μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,胸苷峰与胸腺嘧啶峰的分离度应不小于 3.5,理论板数按司他夫定峰计算不低于 800。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

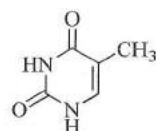
【类别】 抗病毒药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 司他夫定胶囊

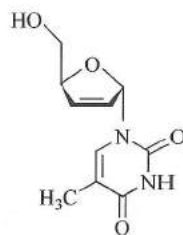
附:

杂质 I (胸腺嘧啶)



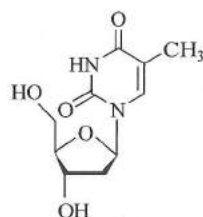
$C_5H_6N_2O_2$ 126.11

杂质 II (α -司他夫定)



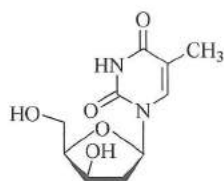
$C_{10}H_{12}N_2O_4$ 224.21

杂质 III (胸苷)



$C_{10}H_{14}N_2O_5$ 242.23

杂质Ⅳ(胸苷异构体)



司他夫定胶囊

Sitafuding Jiaonang

Stavudine Capsules

本品含司他夫定($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4$)应为标示量的 90.0%~105.0%。

【鉴别】(1)取本品的内容物适量(约相当于司他夫定 25mg),加水适量,振摇使司他夫定溶解,用水稀释至 50ml,滤过,取滤液 1ml,用水稀释至 50ml,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 266nm 波长处有最大吸收,在 235nm 波长处有最小吸收。

(2)取本品的内容物适量(约相当于司他夫定 200mg),加丙酮 50ml,剧烈振摇,再置水浴上边加热边搅拌至沸,滤过,滤液中加入正庚烷 150ml,放置 1 小时使司他夫定充分沉淀,滤过,用正庚烷漂洗结晶,取结晶置空气中干燥至少 30 分钟。取适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -39.5° 至 -45.9° 。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的内容物适量(约相当于司他夫定 20mg),加水 100ml,超声 3 分钟,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取司他夫定对照品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以三氯甲烷-乙醇-水(100:25:0.5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开后,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的颜色与位置应与对照品溶液的主斑点相同。

(4)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(3)、(4)两项可选做一项。

【检查】有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 10 粒的内容物,精密称定,混匀,精密称取适量(约相当于司他夫定 10mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,振摇 15 分钟,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制

成每 1ml 中约含司他夫定 0.5 μ g 的溶液。

对照品溶液 取杂质Ⅰ对照品适量,精密称定,用水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取杂质Ⅰ对照品与杂质Ⅲ适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 1 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.01mol/L 醋酸铵溶液(5:95)为流动相;检测波长为 268nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,杂质Ⅰ峰与杂质Ⅲ峰之间的分离度应大于 2.0。理论板数按司他夫定峰计算不低于 800,拖尾因子不得过 1.8。

测定法 精密量取供试品溶液、对照品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如显杂质峰,杂质Ⅰ按外标法以峰面积计算,不得过司他夫定标示量的 1.0%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.4 倍(0.2%),杂质总量不得过 2.0%。

含量均匀度(15mg 与 20mg 规格) 取本品 1 粒的内容物,置 200ml 量瓶中,加水适量,振摇 15 分钟使司他夫定溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取司他夫定对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.02mg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。检测波长为 254nm。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关各项规定(通则 0103)。

【含量测定】照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

对照品溶液 取司他夫定对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

供试品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】同司他夫定。

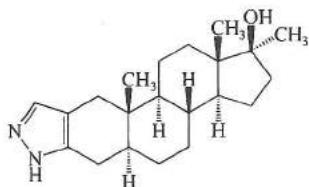
【规格】(1) 15mg (2) 20mg (3) 30mg (4) 40mg

【贮藏】遮光,密封保存。

司坦唑醇

Sitanzuochun

Stanozolol

 $C_{21}H_{32}N_2O$ 328.50

本品为 17-甲基-2'-H-5 α -雄甾-2-烯-[3,2-c]吡唑-17 β -醇。
按干燥品计算,含 $C_{21}H_{32}N_2O$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭;略有引湿性。

本品在乙醇或三氯甲烷中略溶,在乙酸乙酯或丙酮中微溶,在苯中极微溶解,在水或甲醇中几乎不溶。

【比旋度】 取本品,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +34° 至 +40°。

【鉴别】 (1)取本品约 2mg,加对二甲氨基苯甲醛试液 3ml,显黄绿色,置紫外光灯(365nm)下检视,显黄绿色荧光。

(2)取本品,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 40 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 224nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 597 图)一致。

【检查】 有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

溶剂 二氯甲烷-无水乙醇(9:1)。

供试品溶液 取本品,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

对照溶液(1) 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

对照溶液(2) 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含 30 μ g 的溶液。

对照溶液(3) 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含 50 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取司坦唑醇与杂质 I 对照品,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中含司坦唑醇 10mg 和杂质 I 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇(19:1)为展开剂。

测定法 吸取上述 5 种溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以 20%硫酸乙醇溶液,在 100℃ 加热 10~15 分钟至斑点清晰,置紫外光灯(365nm)下检视。

系统适用性要求 系统适用性溶液应显两个清晰分离的斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液(1)~(3)的主斑点比较,杂质总量不得过 2.0%。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品干燥品约 0.27g,精密称定,加冰醋酸 30ml 微热使溶解,放冷,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 32.85mg 的 $C_{21}H_{32}N_2O$ 。

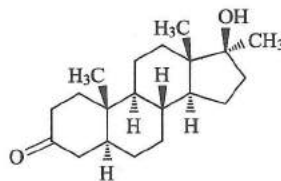
【类别】 同化激素药。

【贮藏】 遮光,密闭保存。

【制剂】 司坦唑醇片

附:

杂质 I (美雄诺龙)

 $C_{20}H_{32}O_2$ 304.47

司坦唑醇片

Sitanzuochun Pian

Stanozolol Tablets

本品含司坦唑醇($C_{21}H_{32}N_2O$)应为标示量的 90%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于司坦唑醇 2mg),加乙醇 5ml,置水浴中加热至沸,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣加对二甲氨基苯甲醛试液 3ml,即显黄色,置紫外光灯(365nm)下检视,显黄绿色荧光。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

溶剂 二氯甲烷-无水乙醇(9:1)。

供试品溶液 取本品 25 片,研细,取适量(约相当于司坦唑醇 40mg),加溶剂 15ml,振摇使司坦唑醇溶解,迅速滤过,在室温下吹氮气至干,残渣用上述溶剂 3ml 溶解。

对照溶液(1) 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀

释制成每 1ml 中约含司坦唑醇 10 μ g 的溶液。

对照溶液(2) 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含司坦唑醇 30 μ g 的溶液。

对照溶液(3) 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含司坦唑醇 50 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、测定法与系统适用性要求见司坦唑醇有关物质项下。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液(1)~(3)的主斑点比较,不得更深,杂质总量不得过 2.0%。

含量均匀度 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加水 1ml,振摇使其崩解后,再加无水乙醇 20ml,超声并时时振摇使司坦唑醇溶解,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,迅速滤过,取续滤液作为供试品溶液,按含量测定项下的方法测定含量,除限度为 $\pm 20\%$ 外,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9 \rightarrow 1000)250ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,取续滤液。

对照品溶液 临用新制。取司坦唑醇对照品约 20mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加乙醇 15ml,置温水浴中加热使溶解,放冷,加 1.0mol/L 盐酸溶液 5.0ml,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用盐酸溶液(9 \rightarrow 1000)稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 50 μ l。

系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于司坦唑醇 2mg),置 25ml 量瓶中,加无水乙醇适量,超声并时时振摇使司坦唑醇溶解,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,迅速滤过,取续滤液。

对照品溶液 取司坦唑醇对照品,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 80 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.05mol/L 磷酸二氢铵溶液(75:25)为流动相;检测波长为 224nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按司坦唑醇峰计算不低于 3500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同司坦唑醇。

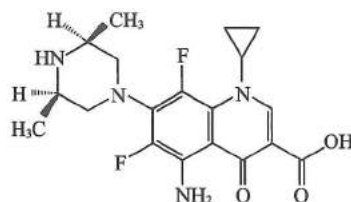
【规格】 2mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

司帕沙星

Sipashaxing

Sparfloxacin



$C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$ 392.41

本品为 5-氨基-1-环丙基-7-(顺-3,5-二甲基-1-哌嗪基)-6,8-二氟-1,4-二氢-4-氧代喹啉-3-羧酸。按干燥品计算,含司帕沙星($C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$)应为 98.5%~102.0%。

【性状】 本品为黄色结晶性粉末;无臭。

本品在乙腈、甲醇或乙酸乙酯中微溶,在乙醇中极微溶解,在水中几乎不溶;在 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中溶解,在冰醋酸中略溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 921 图)一致。

【检查】 吸光度 取本品,精密称定,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.4mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 440nm 的波长处测定吸光度,不得过 0.15。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加含量测定项下的流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用含量测定项下的流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取司帕沙星对照品适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液,在 4500lx 的照度下照射 20 小时。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以枸橼酸钠缓冲液(称取枸橼酸 2.104g 与枸橼酸钠 2.941g,加水至 500ml,用 70%高氯酸溶液调节 pH 值至 2.4)为流动相 A,乙腈为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 290nm;系统适用性溶液进样体积 10 μ l,其他溶液进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	70	30
8	70	30
18	50	50
23	70	30
28	70	30

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,司帕沙星峰保留时间约为 7 分钟,司帕沙星峰与其相对保留时间约为 0.9 处的杂质峰之间的分离度应符合要求,司帕沙星峰拖尾因子不得过 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,最大单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

残留溶剂 甲苯与吡啶 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入 2%氢氧化钠溶液 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取甲苯与吡啶各适量,精密称定,加 2%氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含甲苯 89 μ g 和吡啶 20 μ g 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 60℃,维持 5 分钟,以每分钟 20℃的速率升温至 150℃,维持 6 分钟;检测器温度为 230℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 85℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰间的分离度应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

限度 甲苯与吡啶的残留量均应符合规定。

三氯甲烷 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入 2%氢氧化钠溶液 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取三氯甲烷适量,精密称定,用 2%氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含三氯甲烷 6 μ g 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 60℃,维持 10 分钟,以每分钟 20℃的速率升温至 150℃,维持 5 分钟;检测器温度为 230℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 75℃,平衡时间为 20 分钟。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

限度 三氯甲烷的残留量应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,置铂坩埚中,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则

0821 第二法),含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,充分振摇使溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取司帕沙星对照品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,充分振摇使溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取司帕沙星对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,在 4500lx 的照度下照射 20 小时。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以枸橼酸钠缓冲液(称取枸橼酸 2.104g 与枸橼酸钠 2.941g,加水至 500ml,用 70%高氯酸溶液调节 pH 值至 2.4)-乙腈(70:30)为流动相;检测波长为 298nm;系统适用性溶液进样体积 10 μ l,其他溶液进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,司帕沙星峰保留时间约为 7 分钟,司帕沙星峰与其相对保留时间约为 0.9 处的杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 喹诺酮类抗菌药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)司帕沙星片 (2)司帕沙星胶囊

司帕沙星片

Sipashaxing Pian

Sparfloxacin Tablets

本品含司帕沙星($C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色或黄色片或薄膜衣片,除去包衣后显黄色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的细粉适量,加 0.1%氢氧化钠溶液使司帕沙星溶解并稀释制成每 1ml 中约含司帕沙星 7.5 μ g 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 291nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,研细,精密称取细粉适量(约相当于司帕沙星 20mg),加含量测定项下的流动相溶解并稀

释制成每 1ml 中约含司帕沙星 0.2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用含量测定项下的流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见司帕沙星有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,最大单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(1.5%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 4.5)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含司帕沙星 6μg 的溶液。

对照品溶液 取司帕沙星对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 6μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 298nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于司帕沙星 0.1g),置 200ml 量瓶中,加甲醇适量充分振摇使司帕沙星溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见司帕沙星含量测定项下。

【类别】 同司帕沙星。

【规格】 (1)0.1g (2)0.15g (3)0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

司帕沙星胶囊

Sipashaxing Jiaonang

Sparfloxacin Capsules

本品含司帕沙星($C_{19}H_{22}F_2N_4O_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为黄色颗粒、粉末或结晶性粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的内容物适量,加 0.1%氢氧化钠溶液使司帕沙星溶解并稀释制成每 1ml 中约含司帕沙星 7.5μg 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 291nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的内容物,研细,精密称取细粉适量(约相当于司帕沙星 20mg),加含量测定项下的流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含司帕沙星 0.2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用含量测定项下的流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见司帕沙星有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,最大单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(1.5%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 4.5)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含司帕沙星 6μg 的溶液。

对照品溶液 取司帕沙星对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 6μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 298nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于司帕沙星 0.1g),置 200ml 量瓶中,加甲醇适量充分振摇使司帕沙星溶解,并用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见司帕沙星含量测定项下。

【类别】 同司帕沙星。

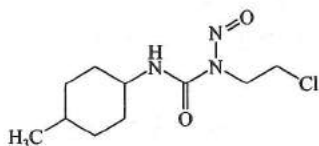
【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

司莫司汀

Simositing

Semustine

 $C_{10}H_{18}ClN_3O_2$ 247.72

本品为 1-(2-氯乙基)-3-(4-甲基环己基)-1-亚硝基脲。按干燥品计算,含 $C_{10}H_{18}ClN_3O_2$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为淡黄色略带微红的结晶性粉末;对光敏感。

本品在三氯甲烷中极易溶解,在乙醇或环己烷中溶解,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 71~75℃。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加乙醇 5ml,振摇使溶解,加 1%磺胺稀盐酸溶液 2ml,置水浴中加热约 10 分钟,放冷,加碱性 β -萘酚试液 2ml,显橙黄色。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 232nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品约 10mg,加氢氧化钠试液 5ml,置水浴中加热 5 分钟,显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 氯化物 取本品 0.25g,加水 20ml,振摇,滤过,滤渣用水 10ml 洗涤,合并洗液与滤液,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。避光操作。

供试品溶液 取本品,加乙醇溶解并制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,加乙醇定量稀释成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 HF_{254} 薄层板,以三氯甲烷-环己烷(3:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视后,再置碘蒸气中显色。

限度 在紫外光灯(254nm)下检视时,供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液的主斑点比较,不得更深;显色后,原点不得显黄色。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中,减压干燥 4 小时,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品,精密称定,加环己烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 232nm 的波长处测定吸光

度,按 $C_{10}H_{18}ClN_3O_2$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 254 计算。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光,密封,在冷处保存。

【制剂】 司莫司汀胶囊

司莫司汀胶囊

Simositing Jiaonang

Semustine Capsules

本品含司莫司汀($C_{10}H_{18}ClN_3O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于司莫司汀 10mg),照司莫司汀项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 232nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。避光操作。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于司莫司汀 25mg),置 50ml 量瓶中,加环己烷适量振摇使司莫司汀溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 50ml 量瓶中,用环己烷稀释至刻度,摇匀。

测定法 见司莫司汀含量测定项下。

【类别】 同司莫司汀。

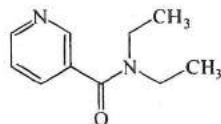
【规格】 (1)10mg (2)50mg

【贮藏】 遮光,密封,在冷处保存。

尼可刹米

Nikeshami

Nikethamide

 $C_{10}H_{14}N_2O$ 178.23

本品为 N,N-二乙基烟酰胺。含 $C_{10}H_{14}N_2O$ 不得少于 98.5%(g/g)。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄清油状液体;放置冷处,即成结晶;有轻微的特臭;有引湿性。

本品能与水、乙醇、三氯甲烷或乙醚任意混合。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)在 25℃ 时为 1.058~1.066。

凝点 本品的凝点(通则 0613)为 22~24℃。

折光率 本品的折光率(通则 0622)在 25℃ 时为 1.522~1.524。

【鉴别】 (1)取本品 10 滴,加氢氧化钠试液 3ml,加热,即发生二乙胺的臭气,能使湿润的红色石蕊试纸变蓝色。

(2)取本品 1 滴,加水 50ml,摇匀,分取 2ml,加溴化氰试液 2ml 与 2.5%苯胺溶液 3ml,摇匀,溶液渐显黄色。

(3)取本品 2 滴,加水 1ml,摇匀,加硫酸铜试液 2 滴与硫氰酸铵试液 3 滴,即生成草绿色沉淀。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 135 图)一致。

【检查】 酸碱度 取本品 5.0g,加水溶解并稀释至 20ml,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.5~7.8。

溶液的澄清度与颜色 取本品 2.5g,加水溶解并稀释至 10ml,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓;如显色,与黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 5.0g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.0014%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(30:70)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按尼可刹米峰计算不低于 2000,尼可刹米峰与其相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

易氧化物 取本品 1.2g,加水 5ml 与高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)0.05ml,摇匀,粉红色在 2 分钟内不得消失。

水分 取本品 0.5g,加二硫化碳 5ml,立即摇匀观察,溶液应澄清。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加冰醋酸 10ml 与结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 17.82mg 的 C₁₀H₁₄N₂O。

【类别】 中枢兴奋药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 尼可刹米注射液

尼可刹米注射液

Nikeshami Zhushaye

Nikethamide Injection

本品为尼可刹米的灭菌水溶液。含尼可刹米(C₁₀H₁₄N₂O)

应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 5ml,加碳酸钠使饱和后,即析出油层(与烟酰胺注射液的区别),分取油层,照尼可刹米项下的鉴别(1)、(2)、(3)项试验,显相同的反应。

(2)取本品适量(约相当于尼可刹米 20mg),加二氯甲烷 20ml,振摇提取,水浴蒸干二氯甲烷层,残渣经减压干燥,依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 135 图)一致。

【检查】 pH 值 应为 5.5~7.8(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,用水稀释制成每 1ml 中含 4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见尼可刹米有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 尼可刹米中含内毒素的量应小于 0.12EU。

其他 应符合注射剂项下有关各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 用内容量移液管精密量取本品 2ml,置 200ml 量瓶中,用 0.5%硫酸溶液分次洗涤移液管内壁,洗液并入量瓶中,用 0.5%硫酸溶液稀释至刻度,摇匀;精密量取适量,用 0.5%硫酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含约尼可刹米 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 263nm 的波长处测定吸光度,按 C₁₀H₁₄N₂O 的吸收系数(E₁^{1%}_{1cm})为 292 计算。

【类别】 同尼可刹米。

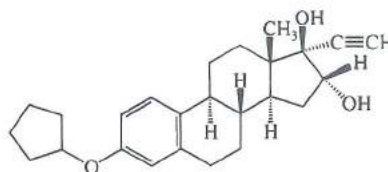
【规格】 (1)1.5ml:0.375g (2)2ml:0.5g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

尼尔雌醇

Ni'ercichun

Nilestriol



C₂₅H₃₂O₃ 380.53

本品为 3-(环戊基氧基)-19-去甲-17-孕甾-1,3,5(10)-三烯-20-炔-16 α ,17 α -二醇。按干燥品计算,含 C₂₅H₃₂O₃ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在三氯甲烷中易溶,在丙酮中溶解,在乙醇中略溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 160~165℃。

比旋度 取本品,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +2°至 +10°。

【鉴别】 (1)取本品,加硫酸 2~3 滴,即显玫瑰红色,将此溶液倾入 5ml 水中,即显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 136 图)一致。

【检查】 有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加三氯甲烷-甲醇(9:1)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用三氯甲烷-甲醇(9:1)稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以苯-丙酮(4:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液和对照溶液各 5μl,分别点于一薄层板上,展开,晾干,喷以硫酸-乙醇(4:1),在 105℃ 加热 20 分钟,置紫外光灯(365nm)下检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,其颜色与对照溶液的主斑点比较,不得更深。

干燥失重 取本品,在 80℃ 减压干燥 4 小时,减失重量不得过 3.0%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取尼尔雌醇对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(80:20)为流动相;检测波长为 221nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按尼尔雌醇峰计算不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 雌激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 尼尔雌醇片

尼尔雌醇片

Ni'ercichun Pian

Nilestriol Tablets

本品含尼尔雌醇(C₂₅H₃₂O₃)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于尼尔雌醇 20mg),加三氯甲烷 30ml 提取,滤过,在水浴上加热蒸去三氯

甲烷,残渣照尼尔雌醇项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 280nm 与 288nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,加无水乙醇适量,超声约 10 分钟使尼尔雌醇溶解,放冷,用无水乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含尼尔雌醇 0.1mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以 0.5% 十二烷基硫酸钠溶液 150ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含尼尔雌醇 6.5μg 的溶液。

对照品溶液 取尼尔雌醇对照品,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 6.5μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(80:20)为流动相;检测波长为 221nm;进样体积 50μl。

系统适用性要求 理论板数按尼尔雌醇峰计算不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于尼尔雌醇 10mg),置 100ml 量瓶中,加无水乙醇适量,置热水浴中加热 30 分钟,不断振摇使尼尔雌醇溶解,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取尼尔雌醇对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加无水乙醇适量,置热水浴中加热 30 分钟,不断振摇使尼尔雌醇溶解,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 280nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同尼尔雌醇。

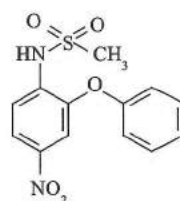
【规格】 (1)1mg (2)2mg (3)5mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

尼美舒利

Nimeishuli

Nimesulide



C₁₃H₁₂N₂O₅S 308.31

本品为 4'-硝基-2'-苯氧基苯甲磺酰胺。按干燥品计算,含 $C_{13}H_{12}N_2O_5S$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为淡黄色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在丙酮或二甲基甲酰胺中易溶,在三氯甲烷中溶解,在甲醇、乙醇或乙醚中微溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 148~151℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加 0.05mol/L 氢氧化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 12μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 393nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 445~475。

【鉴别】 (1)取本品约 2mg,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 3ml,振摇使溶解,加硫酸铜试液 2 滴,即生成深绿色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 598 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 50ml,充分振摇,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.0。

吸光度 取本品 1.0g,加丙酮溶解并稀释至 10ml,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 450nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.50。

氯化物 取本品 0.50g,加 0.05mol/L 氢氧化钠溶液 100ml,充分振摇使溶解,滴加硝酸使溶液由黄色变为无色,滤过,取续滤液 20.0ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.07%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 25mg,置 25ml 量瓶中,加流动相适量,超声 15 分钟使溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1μg 的溶液。

系统适用性溶液 取对氯苯胺与尼美舒利各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含对氯苯胺 20μg 与尼美舒利 50μg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.1% 的磷酸溶液(用氨水调节 pH 值至 7.0)-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按尼美舒利峰计算不低于 3000。对氯苯胺峰与尼美舒利峰之间的分离度应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 7 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

铁盐 取本品 1.0g,置坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷,加硫酸 1ml 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽,在 700℃炽灼至完全灰化,放冷,加盐酸 1ml,置水浴上蒸干,再加稀盐酸 1ml 与水适量,置水浴上加热(必要时滤过),坩埚用水洗涤,合并滤液与洗液使成 25ml,依法检查(通则 0807),如显色,与标准铁溶液 1.0ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.001%)。

【含量测定】 取本品约 0.25g,精密称定,加中性丙酮(对酚酞指示液显中性)40ml 使溶解,加水 20ml,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 30.83mg 的 $C_{13}H_{12}N_2O_5S$ 。

【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 尼美舒利片

尼美舒利片

Nimeishuli Pian

Nimesulide Tablets

本品含尼美舒利($C_{13}H_{12}N_2O_5S$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为微黄色片或薄膜衣片,除去包衣后为微黄色。

【鉴别】 取本品的细粉(薄膜衣片除去包衣)适量(约相当于尼美舒利 50mg),加无水乙醇 20ml,振摇,使尼美舒利溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干后减压干燥,残渣照尼美舒利项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(薄膜衣片除去包衣),研细,精密称定(约相当于尼美舒利 50mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声 15 分钟,使尼美舒利溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见尼美舒利有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(取氢氧化钠 2.30g、磷酸二氢钾 7.65g,加水使溶解并稀释至 1000ml,用磷酸调节 pH 值至 8.8)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含尼美舒利 10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取尼美舒利对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 393nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片(薄膜衣片除去包衣),精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于尼美舒利 20mg),置 100ml 的量瓶中,加 0.05mol/L 氢氧化钠溶液 50ml,充分振摇使尼美舒利溶解,用 0.05mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用 0.05mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼美舒利对照品,精密称定,加 0.05mol/L 氢氧化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 393nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同尼美舒利。

【规格】 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 密封,干燥处保存。

本品为 2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)-1,4-二氢-3,5-吡啶二甲酸 2-甲氧乙酯异丙酯。按干燥品计算,含 C₂₁H₂₆N₂O₇ 应为 98.5%~101.5%。

【性状】 本品为淡黄色结晶性粉末或粉末;无臭。遇光不稳定。

本品在丙酮、三氯甲烷或乙酸乙酯中易溶,在乙醇中溶解,在乙醚中微溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 124~128℃。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加乙醇 2ml 溶解后,加新制的 5% 硫酸亚铁铵溶液 2ml,1.5mol/L 硫酸溶液 1 滴与 0.5mol/L 氢氧化钾溶液 1ml,强烈振摇,1 分钟内沉淀由灰绿色变为红棕色。

(2)取本品适量,加乙醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 237nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱与对照的图谱(光谱集 599 图)一致。

【检查】旋光度 取本品,加丙酮溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法测定(通则 0621),旋光度为 -0.10° 至 +0.10°。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,精密加入供试品溶液 1ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取尼莫地平与杂质 I 对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 200 μ g 与 1 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(35:38:27)为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,尼莫地平峰与杂质 I 峰的分离度应大于 3.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.1%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积的 0.5 倍(0.5%),各杂质峰面积(杂质 I 峰面积乘以 1.78)的和不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积(1.0%),小于对照溶液中尼莫地平峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

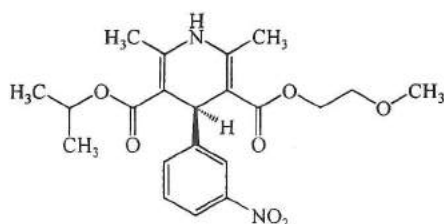
干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残

尼莫地平

Nimodipine

Nimodipine



C₂₁H₂₆N₂O₇ 418.45

渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.18g,精密称定,加无水乙醇 25ml,微温使溶解,加高氯酸溶液(取 70%高氯酸溶液 8.5ml,加水至 100ml)25ml,加邻二氮菲指示液 4 滴,用硫酸铈滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液由橙红色变为浅黄绿色,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 硫酸铈滴定液(0.1mol/L)相当于 20.92mg 的 $C_{21}H_{24}N_2O_7$ 。

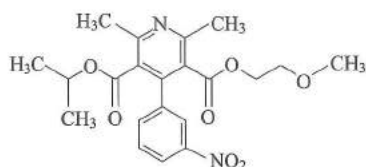
【类别】 钙通道阻滞药。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)尼莫地平片 (2)尼莫地平分散片 (3)尼莫地平软胶囊 (4)尼莫地平注射液 (5)尼莫地平胶囊

附:

杂质 I



$C_{21}H_{24}N_2O_7$ 416.42

2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)-3,5-吡啶二甲酸 2-甲氧基乙酯异丙酯

尼莫地平片

Nimodipine Pian

Nimodipine Tablets

本品含尼莫地平($C_{21}H_{24}N_2O_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色至淡黄色片、薄膜衣片或糖衣片;除去包衣后,显类白色至淡黄色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于尼莫地平 40mg),加乙醇 5ml,振摇使尼莫地平溶解,滤过,取续滤液约 3ml,加新制的 5%硫酸亚铁铵溶液 2ml,加 1.5mol/L 硫酸溶液 1 滴与 0.5mol/L 氢氧化钾溶液 1ml,强烈振摇,1 分钟内沉淀由灰绿色变为红棕色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于尼

莫地平 10mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心 10 分钟(每分钟 3000 转),取上清液。

对照溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,精密加入供试品溶液 1ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见尼莫地平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间小于 0.35 的色谱峰不计外,如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过尼莫地平标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积(1.0%),各杂质峰面积(杂质 I 峰面积乘以 1.78)的和不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积的 2 倍(2.0%),小于对照溶液中尼莫地平峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

含量均匀度(20mg 规格) 避光操作。取本品 1 片,置乳钵中,研细,加流动相适量研磨,用流动相分次转移至 100ml 量瓶中,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心 10 分钟(每分钟 3000 转),精密量取上清液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。避光操作。

溶出条件 以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 0.299g,加水 50ml,振摇使溶解,加冰醋酸 0.174g,用水稀释至 100ml,摇匀,即得,pH 4.5)(含 0.3%十二烷基硫酸钠)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液 10ml,置 20ml(20mg 规格)或 25ml(30mg 规格)量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼莫地平对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 10ml,振摇使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 238nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 85%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 片(糖衣片应除去包衣),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于尼莫地平 10mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心 10 分钟(每分钟 3000

转),精密量取上清液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼莫地平对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(35:38:27)为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按尼莫地平峰计算不低于 8000,尼莫地平峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同尼莫地平。

【规格】 (1)20mg (2)30mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

尼莫地平分散片

Nimodipine Fensanpian

Nimodipine Dispersible Tablets

本品含尼莫地平($C_{21}H_{26}N_2O_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为微黄色至淡黄色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于尼莫地平 40mg),加乙醇 5ml,振摇使尼莫地平溶解,滤过,取续滤液约 3ml,加新制的 5%硫酸亚铁铵溶液 2ml,加 1.5mol/L 硫酸溶液 1 滴与 0.5mol/L 氢氧化钾溶液 1ml,强烈振摇,1 分钟内沉淀由灰绿色变为红棕色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于尼莫地平 10mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心 10 分钟(每分钟 3000 转),取上清液。

对照溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,精密加入供试品溶液 1ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见尼莫地平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间小于 0.35 的色谱峰不计外,如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过尼莫地平标示量的

0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积(1.0%),各杂质峰面积(杂质 I 峰面积乘以 1.78)的和不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积的 2 倍(2.0%),小于对照溶液中尼莫地平峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

含量均匀度 避光操作。取本品 1 片,置乳钵中,研细,加流动相适量研磨,用流动相分次转移至 100ml 量瓶中,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心 10 分钟(每分钟 3000 转),精密量取上清液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。避光操作。

溶出条件 以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 0.299g,加水 50ml,振摇使溶解,加冰醋酸 0.174g,用水稀释至 100ml,摇匀,即得,pH 4.5)(含 0.3%十二烷基硫酸钠)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液 5ml,置 10ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼莫地平对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 10ml,振摇使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 238nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 85%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于尼莫地平 10mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心 10 分钟(每分钟 3000 转),精密量取上清液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼莫地平对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(35:38:27)为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按尼莫地平峰计算不低于 8000,尼莫地平峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同尼莫地平。

【规格】 20mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

尼莫地平软胶囊

Nimodiping Ruanjiaonang

Nimodipine Soft Capsules

本品为尼莫地平加适宜的辅料溶解制成。本品含尼莫地平($C_{21}H_{26}N_2O_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为黄色或黄棕色的黏稠液体。

【鉴别】 (1)避光操作。取本品 20 粒的内容物,置 100ml 烧杯中,加水 100ml,搅拌使尼莫地平析出,滤过。析出物于 60℃干燥 2 小时,取约 30mg,加乙醇 2ml 使溶解,加新制的 5%硫酸亚铁铵溶液 2ml,1.5mol/L 硫酸溶液 1 滴及 0.5mol/L 氢氧化钾甲醇溶液 1ml,强烈振摇,1 分钟内沉淀由灰绿色变为红棕色。

(2)取鉴别(1)项下的干燥析出物,加乙醇溶解制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 237nm 与 355nm 的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物适量(约相当于尼莫地平 10mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 取杂质 I 对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,精密加入供试品溶液 1ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(35:38:27)为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 尼莫地平峰的保留时间约为 7 分钟,理论板数按尼莫地平峰计算不低于 8000,尼莫地平峰与杂质 I 峰的分离度应大于 3.0,尼莫地平峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间小于 0.37 的色谱峰不计外,如有与杂质 I 保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过尼莫地平标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积(1.0%),各杂质峰面积(杂质 I 峰面积乘以 1.78)的和不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积的 2 倍(2.0%),小于对照溶液中尼莫地平峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)

测定。避光操作。

溶出条件 以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 0.299g,加水 50ml,振摇使溶解,加冰醋酸 0.174g,用水稀释至 100ml,摇匀,即得,pH 4.5)(含 0.3%十二烷基硫酸钠)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,取续滤液。

对照品溶液 取尼莫地平对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 20 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于尼莫地平 10mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼莫地平对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同尼莫地平。

【规格】 20mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

尼莫地平注射液

Nimodiping Zhushenye

Nimodipine Injection

本品为尼莫地平的灭菌水溶液。含尼莫地平($C_{21}H_{26}N_2O_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于尼莫地平 20mg),置分液漏斗中,加乙醚 30ml 振摇提取,静置,分取乙醚层,置水浴上蒸干,放冷,残渣加乙醇 2ml,搅拌使溶解,移至试管中,加 1%氯化汞溶液 3ml,即发生白色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 5.5~7.5(通则 0631)。

颜色 取本品,依法检查(通则 0901 第一法),与黄绿色 2 号标准比色液比较,不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含尼莫地平 0.2mg 的溶液。

对照溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,精密加入供试品溶液 1ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见尼莫地平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间小于 0.45 的色谱峰不计外,如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过尼莫地平标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积(1.0%),各杂质峰面积(杂质 I 峰面积乘以 1.78)的和不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积的 2 倍(2.0%)。小于对照溶液中尼莫地平峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

热原 取本品,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 缓慢注射 2.5ml,应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 精密量取本品 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼莫地平对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(35:38:27)为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按尼莫地平峰计算不低于 8000,尼莫地平峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同尼莫地平。

【规格】 (1)10ml:2mg (2)20ml:4mg
(3)40ml:8mg (4)50ml:10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

尼莫地平胶囊

Nimodiping Jiaonang

Nimodipine Capsules

本品含尼莫地平($C_{21}H_{26}N_2O_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为微黄色至淡黄色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于尼莫地平 40mg),加乙醇 5ml,振摇使尼莫地平溶解,滤过,取续滤液约 3ml,加新制的 5%硫酸亚铁铵溶液 2ml,加 1.5mol/L 硫酸溶液 1 滴与 0.5mol/L 氢氧化钾溶液 1ml,强烈振摇,1 分钟内沉淀由灰绿色变为红棕色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于尼莫地平 10mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心 10 分钟(每分钟 3000 转),取上清液。

对照溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,精密加入供试品溶液 1ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见尼莫地平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间小于 0.35 的色谱峰不计外,如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过尼莫地平标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积(1.0%),各杂质峰面积(杂质 I 峰面积乘以 1.78)的和不得大于对照溶液中尼莫地平峰面积的 2 倍(2.0%),小于对照溶液中尼莫地平峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

含量均匀度(20mg 规格) 避光操作。取本品 1 粒,将内容物倾入 100ml 量瓶中,囊壳用流动相约 50ml 分次洗净,洗液并入量瓶中,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心 10 分钟(每分钟 3000 转),精密量取上清液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。避光操作。

溶出条件 以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 0.299g,加水 50ml,振摇使溶解,加冰醋酸 0.174g,用水稀释至 100ml,摇匀,即得, pH 4.5)(含 0.3%十二烷基硫酸钠)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液 10ml,置 20ml(20mg 规格)或 25ml(30mg 规格)量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼莫地平对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 10ml,振摇使溶解,用溶出介质稀释至

刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 238nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 粒,精密称定,计算平均装量,取内容物(20mg 规格)或取装量差异项下的内容物,研细,混匀,精密称取适量(约相当于尼莫地平 10mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使尼莫地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心 10 分钟(每分钟 3000 转),精密量取上清液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼莫地平对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(35:38:27)为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按尼莫地平峰计算不低于 8000,尼莫地平峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同尼莫地平。

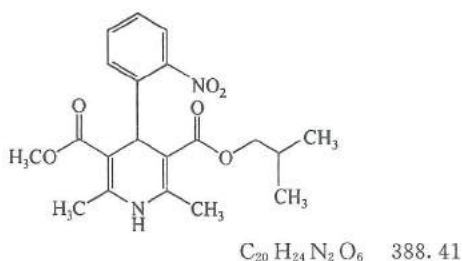
【规格】 (1)20mg (2)30mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

尼索地平

Nisudiping

Nisoldipine



本品为(±)-2,6-二甲基-4-(2-硝基苯基)-1,4-二氢-3,5-吡啶二甲酸甲酯异丁酯。按干燥品计算,含 $C_{20}H_{24}N_2O_6$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为黄色结晶性粉末;无臭;遇光不稳定。

本品在丙酮或三氯甲烷中易溶,在乙醇中略溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 148~152℃。

【鉴别】 (1)取本品约 30mg,加丙酮 2ml 溶解,加 20% 氢氧化钠溶液 3~5 滴,振摇,溶液显橙红色。

(2)避光操作。取本品,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 237nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1127 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

对照溶液 取杂质 I 对照品与杂质 II 对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含 40 μ g 的混合溶液,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,精密加入供试品溶液 1ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取尼索地平、杂质 I 对照品与杂质 II 对照品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 400 μ g、1.2 μ g 与 1.2 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(50:15:35)为流动相;检测波长为 237nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,杂质 I 峰、杂质 II 峰与尼索地平峰间的分度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰、杂质 II 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过 0.2%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼索地平峰面积的 0.5 倍(0.5%);杂质总量不得过 1.5%。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.25g,精密称定,加冰醋酸 20ml 及稀硫酸 10ml,微温使溶解,放冷,加邻二氮菲指示液 2 滴,用硫酸铈滴定液(0.1mol/L)滴定至近终点时,在水浴中加热至 50℃,继续缓缓滴定至橙红色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫酸铈滴定液(0.1mol/L)相当于 19.42mg 的 $C_{20}H_{24}N_2O_6$ 。

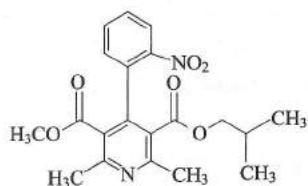
【类别】 钙通道阻滞药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)尼索地平片 (2)尼索地平胶囊

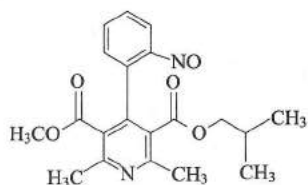
附:

杂质 I


 $C_{20}H_{22}N_2O_5$ 386.40

2,6-二甲基-4-(2-硝基苯基)-3,5-吡啶二甲酸甲酯异丁酯

杂质 II


 $C_{20}H_{22}N_2O_5$ 370.40

2,6-二甲基-4-(2-亚硝基苯基)-3,5-吡啶二甲酸甲酯异丁酯

尼索地平片

Nisuodiping Pian

Nisoldipine Tablets

本品含尼索地平($C_{20}H_{24}N_2O_6$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显黄色。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品细粉适量,精密称定,加流动相振摇使尼索地平溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含尼索地平 0.4mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 取杂质 I 对照品与杂质 II 对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含 40μg 的混合溶液,精密量取 3ml,置 100ml 量瓶中,精密加入供试品溶液 1ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见尼索地平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰、杂质 II 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过尼索地平标示量的 0.3%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼索地平峰面积(1.0%);杂质总量不得

过 1.5%。

含量均匀度 避光操作。取本品 1 片,置乳钵中研细,加少量乙醇研磨,用乙醇分次转移至 50ml 量瓶中,超声使尼索地平溶解,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。避光操作。

溶出条件 以 0.3% 十二烷基硫酸钠溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取尼索地平对照品约 10mg,置 100ml 量瓶中,加乙醇 10ml,振摇使溶解,加溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于尼索地平 10mg),置 100ml 量瓶,加乙醇适量,超声使尼索地平溶解,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取尼索地平对照品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(50:15:35)为流动相;检测波长为 237nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按尼索地平峰计算不低于 2000,尼索地平峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同尼索地平。

【规格】 5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

尼索地平胶囊

Nisuodiping Jiaonang

Nisoldipine Capsules

本品含尼索地平($C_{20}H_{24}N_2O_6$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为黄色颗粒状粉末。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量,精密称定,加流动相振摇使尼索地平溶解并定量稀释制成每 1ml 中含尼索地平 0.4mg 的溶液。

对照溶液 取杂质 I 对照品与杂质 II 对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含 40 μ g 的混合溶液,精密量取 3ml,置 100ml 量瓶中,精密加入供试品溶液 1ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见尼索地平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰、杂质 II 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过尼索地平标示量的 0.3%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼索地平峰面积(1.0%);杂质总量不得超过 1.5%。

含量均匀度 避光操作。取本品 1 粒,将内容物倾入 50ml 量瓶中,囊壳用乙醇分次洗涤,洗液并入量瓶中,超声使尼索地平溶解,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。避光操作。

溶出条件 以 0.3% 十二烷基硫酸钠溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取尼索地平对照品约 10mg,置 100ml 量瓶中,加乙醇 10ml,振摇使溶解,加溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 粒,精密称定,计算平均装量,取内容物,混合均匀,研细,精密称取适量(约相当于尼索地平 10mg),置 100ml 量瓶,加乙醇适量,超声使尼索地平溶解,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取尼索地平对照品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(50:15:35)为流动相;检测波长为 237nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按尼索地平峰计算不低于 2000,尼索地平峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同尼索地平。

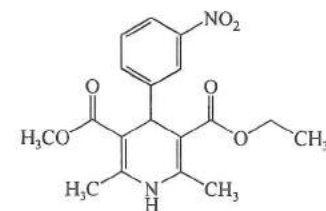
【规格】 5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

尼群地平

Niqundiping

Nitrendipine



$C_{18}H_{20}N_2O_6$ 360.37

本品为 2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)-1,4-二氢-3,5-吡啶二甲酸甲酯乙酯。按干燥品计算,含 $C_{18}H_{20}N_2O_6$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为黄色结晶或结晶性粉末;无臭;遇光易变质。

本品在丙酮或三氯甲烷中易溶,在甲醇或乙醇中略溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 157~161 $^{\circ}$ C。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加丙酮 1ml,加 20%氢氧化钠溶液 3~5 滴,溶液显橙红色。

(2)避光操作。取本品,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 236nm 与 353nm 的波长处有最大吸收,在 303nm 的波长处有最小吸收。在 353nm 与 303nm 的波长处的吸光度比值应为 2.1~2.3。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 600 图)一致。

【检查】 氯化物 取本品 1.0g,加水 50ml,摇匀,煮沸 2~3 分钟,放冷,滤过,取续滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

溶剂 乙腈-水(20:56)。

供试品溶液 取本品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加四氢呋喃 12ml 溶解后,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 取杂质 I 对照品,精密称定,加四氢呋喃适量使溶解,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含约 0.1mg 的溶液,

精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 精密加入供试品溶液 1ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液 取尼群地平与杂质 I 对照品各适量, 加四氢呋喃适量使溶解, 用流动相稀释制成每 1ml 中各约含 1mg 与 10 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 乙腈-四氢呋喃-水(20:24:56)为流动相; 检测波长为 237nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 理论板数按尼群地平峰计算不低于 3000, 尼群地平峰与杂质 I 峰的分高度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 不得过 0.1%; 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼群地平峰面积(1.0%), 其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中尼群地平峰面积的 2 倍(2.0%)。

干燥失重 取本品, 在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重, 减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查(通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之十。

铁盐 取本品 1.0g, 在 500~600 $^{\circ}$ C 灰化后, 放冷, 加稀盐酸 4ml, 置水浴中加热溶解后, 依法检查(通则 0807), 与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较, 不得更深(0.001%)。

【含量测定】 取本品约 0.13g, 精密称定, 加冰醋酸 20ml 及稀硫酸 10ml, 微温使溶解, 放冷; 加邻二氯菲指示液 2~3 滴, 用硫酸铈滴定液(0.1mol/L)缓缓滴定至红色消失, 并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 的硫酸铈滴定液(0.1mol/L)相当于 18.02mg 的 C₁₈H₂₀N₂O₆。

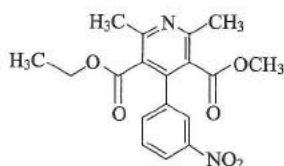
【类别】 钙通道阻滞药。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

【制剂】 (1)尼群地平片 (2)尼群地平软胶囊

附:

杂质 I



C₁₈H₁₈N₂O₆ 358.35

2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)-3,5-吡啶二甲酸甲酯乙酯

尼群地平片

Niqundiping Pian

Nitrendipine Tablets

本品含尼群地平(C₁₈H₂₀N₂O₆)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于尼群地平 50mg), 加丙酮 2ml, 振摇, 滤过, 滤液加 20% 氢氧化钠溶液 2~3 滴, 振摇, 溶液显橙黄色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)避光操作。取本品的细粉适量(约相当于尼群地平 10mg), 置 100ml 量瓶中, 加无水乙醇适量, 振摇使尼群地平溶解, 加无水乙醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 用无水乙醇稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液, 照尼群地平项下的鉴别(2)项试验, 显相同的结果。

(4)避光操作。取本品(约相当于尼群地平 100mg), 研细, 加丙酮 10ml, 振摇使溶解, 滤过, 滤液暗处挥干, 残渣经减压干燥, 依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 600 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉, 精密称取适量(约相当于尼群地平 50mg), 置 50ml 量瓶中, 加四氢呋喃 12ml, 振摇 10 分钟, 再加溶剂适量, 振摇使尼群地平溶解并稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μ m 滤膜滤过, 取续滤液。

对照溶液 取杂质 I 对照品, 精密称定, 加四氢呋喃适量使溶解, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液, 精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 精密加入供试品溶液 1ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见尼群地平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 不得大于尼群地平标示量的 0.1%; 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中尼群地平峰面积(1.0%), 其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中尼群地平峰面积的 2.5 倍(2.5%)。

含量均匀度 避光操作。取本品 1 片, 置 100ml 量瓶中, 加水 2ml 振摇使崩解, 加四氢呋喃 24ml, 振摇 10 分钟, 再加溶剂适量, 振摇使尼群地平溶解并稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μ m 滤膜滤过, 取续滤液作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量, 应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。避光操作。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液-乙醇(70 : 30)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,取续滤液。

对照品溶液 取尼群地平对照品约 14mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 237nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

溶剂 见有关物质项下。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于尼群地平 10mg),置 100ml 量瓶,加水 2ml,四氢呋喃 24ml,振摇 10 分钟,加溶剂适量,振摇使尼群地平溶解并稀释至刻度,摇匀,用 0.45μm 滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 取尼群地平对照品,精密称定,加四氢呋喃适量使溶解,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-四氢呋喃-水(20 : 24 : 56)为流动相;检测波长为 237nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按尼群地平峰计算不低于 3000,尼群地平峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同尼群地平。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

尼群地平软胶囊

Niqundiping Ruanjiaonang

Nitrendipine Soft Capsules

本品含尼群地平($C_{18}H_{20}N_2O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为黄色黏稠液体。

【鉴别】 (1)取本品的内容物约 0.5g,加丙酮 2ml 与 20%氢氧化钾溶液 2~3 滴,振摇,溶液显橙黄色。

(2)取本品的内容物约 4g,加乙醇稀释至 10ml,加碘化铋钾试液 1ml,即发生橙红色浑浊。

(3)避光操作,取本品的内容物约 1g,置 100ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,取 10ml,置 100ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测

定,在 353nm 与 303nm 的波长处分别测定吸光度,在 353nm 与 303nm 的吸光度比值应为 2.1~2.3。

【检查】 含量均匀度 避光操作,取本品 1 粒,置小烧杯中,用剪刀剪破囊壳,加入无水乙醇少量,振摇使尼群地平溶解后,将内容物与囊壳全部转移至具塞锥形瓶中,并用无水乙醇反复冲洗剪刀及小烧杯,洗液并入锥形瓶中,将锥形瓶密塞,置 40℃ 水浴中加热 15 分钟,并时时振摇,将内容物移入 100ml 量瓶中,用无水乙醇反复冲洗囊壳和锥形瓶,洗液并入量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 10ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 10 粒,置小烧杯中,用剪刀剪破囊壳,加无水乙醇少量,振摇使尼群地平溶解,将内容物与囊壳全部转移至具塞锥形瓶中,用无水乙醇反复冲洗剪刀及小烧杯,洗液并入锥形瓶中,将锥形瓶密塞,置 40℃ 水浴中加热 15 分钟,并时时振摇,将内容物移入 100ml 量瓶中,用无水乙醇反复冲洗囊壳和锥形瓶,洗液并入量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取尼群地平对照品适量,精密称定,用无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 353nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同尼群地平。

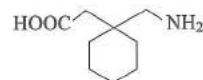
【规格】 10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

加巴喷丁

Jiabapending

Gabapentin



$C_9H_{17}NO_2$ 171.24

本品为 1-(氨基甲基)环己基乙酸。按干燥品计算,含 $C_9H_{17}NO_2$ 应不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末,无臭。本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在三氯甲烷中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 2mg,加水 2ml 使溶解,加茚三酮约 2mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 酸碱度 取本品 0.50g,加水 10ml 溶解后,依

法测定(通则 0631), pH 值应为 6.5~8.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50g, 加水 10ml 溶解后, 溶液应澄清无色; 如显色, 与黄绿色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 不得更深。

氯化物 取本品 0.25g, 依法检查(通则 0801), 与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓(0.020%)。

氟化物 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0806 第一法), 应符合规定。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 取磷酸二氢钾 1.2g, 加水 1000ml 溶解, 用 5mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.9。

供试品溶液 取本品适量, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 14mg 的溶液。

对照溶液 取杂质 I 对照品约 14mg, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 加溶剂 5ml, 振摇使溶解, 精密加入供试品溶液 1ml, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.2g, 加水 940ml 溶解, 用 5mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.9)-乙腈(94:6)为流动相 A, 以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.2g, 加水 700ml 溶解, 用 5mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.9)-乙腈(7:3)为流动相 B, 按下表线性梯度洗脱; 流速为每分钟 1.5ml; 柱温为 40℃; 检测波长为 210nm; 进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
7	100	0
45	0	100

系统适用性要求 对照溶液色谱图中, 出峰顺序依次为加巴喷丁、杂质 I, 两峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 不得过 0.1%, 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中加巴喷丁峰面积(0.1%), 其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中加巴喷丁峰面积的 5 倍(0.5%), 小于对照溶液中加巴喷丁峰面积 0.3 倍的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.2g, 精密称定, 置顶空瓶中, 精密加水 5ml 使溶解, 密封。

对照品溶液 取甲醇、二氯甲烷、甲苯与吡啶各适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含 0.12mg、24μg、35.6μg 与 8μg 的混合溶液, 精密量取 5ml 置顶空瓶中, 密封。

色谱条件 用 5% 二苯基-95% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱; 起始温度为 40℃, 维持

5 分钟, 再以每分钟 10℃ 的速率升温至 240℃; 进样口温度为 100℃, 不分流进样, 检测器温度为 260℃; 顶空瓶平衡温度为 85℃, 平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中, 各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样, 记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算甲醇、二氯甲烷、甲苯与吡啶的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品, 以五氧化二磷为干燥剂, 常温减压干燥至恒重, 减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0841), 遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取本品 1.0g, 依法检查(通则 0821 第一法), 含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品 0.15g, 精密称定, 加冰醋酸 20ml, 振摇使溶解后, 加结晶紫指示液 1 滴, 用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝绿色, 并将滴定结果用空白试验校正, 即得。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 17.12mg 的 $C_9H_{17}NO_2$ 。

【类别】 抗癫痫药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)加巴喷丁片 (2)加巴喷丁胶囊

附:

杂质 I



$C_9H_{15}NO$ 153.22

2-氮杂螺[4.5]癸烷-3-酮

加巴喷丁片

Jiabapending Pian

Gabapentin Tablets

本品含加巴喷丁($C_9H_{17}NO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1) 取本品细粉适量(约相当于加巴喷丁 10mg), 加水 10ml 使溶解, 滤过, 取滤液 2ml, 加茚三酮约 2mg, 加热, 溶液显蓝紫色。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含加巴喷丁 14mg 的溶液, 滤过, 取

续滤液。

对照溶液 取加巴喷丁杂质 I 对照品约 14mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加溶剂 5ml,振摇使溶解,精密加入供试品溶液 1ml,用溶剂稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见加巴喷丁有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过加巴喷丁标示量的 0.4%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中加巴喷丁峰面积的 4 倍(0.4%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中加巴喷丁峰面积的 10 倍(1.0%),小于对照溶液中加巴喷丁峰面积 0.3 倍的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取加巴喷丁对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 见有关物质项下。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于加巴喷丁 0.4g),置 100ml 量瓶,加溶剂适量,振摇使加巴喷丁溶解,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取加巴喷丁对照品适量,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.2g,加水 940ml 溶解,用 5mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.9)-乙腈(94:6)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 20 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同加巴喷丁。

【规格】 0.3g

【贮藏】 密封保存。

加巴喷丁胶囊

Jabapending Jiaonang

Gabapentin Capsules

本品含加巴喷丁($C_9H_{17}NO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于加巴喷丁 10mg),加水 10ml 使溶解,滤过,取滤液 2ml,加茚三酮约 2mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含加巴喷丁 14mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 取加巴喷丁杂质 I 对照品约 14mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加溶剂 5ml,振摇使溶解,精密加入供试品溶液 1ml,用溶剂稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见加巴喷丁有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液中杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过加巴喷丁标示量的 0.4%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中加巴喷丁峰面积的 4 倍(0.4%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中加巴喷丁峰面积的 10 倍(1.0%),小于对照溶液中加巴喷丁峰面积 0.3 倍的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 20 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取加巴喷丁对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg(0.1g 规格)或 0.3mg(0.3g 规格)或 0.4mg(0.4g 规格)的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 见有关物质项下。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于加巴喷丁 0.4g),置 100ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使加巴喷丁溶解,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取加巴喷丁对照品适量,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.2g,加水 940ml 溶解,用 5mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.9)-乙腈(94:6)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 20 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同加巴喷丁。

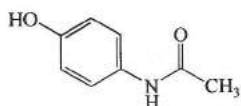
【规格】 (1)0.1g (2)0.3g (3)0.4g

【贮藏】 密封保存。

对乙酰氨基酚

Duiyixian'anjifen

Paracetamol



$C_8H_9NO_2$ 151.16

本品为 4'-羟基乙酰苯胺。按干燥品计算,含 $C_8H_9NO_2$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在热水或乙醇中易溶,在丙酮中溶解,在水中略溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 168~172℃。

【鉴别】 (1)本品的水溶液加三氯化铁试液,即显蓝紫色。

(2)取本品约 0.1g,加稀盐酸 5ml,置水浴中加热 40 分钟,放冷;取 0.5ml,滴加亚硝酸钠试液 5 滴,摇匀,用水 3ml 稀释后,加碱性 β -萘酚试液 2ml,振摇,即显红色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 131 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.10g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~6.5。

乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加乙醇 10ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓;如显色,与棕红色 2 号或橙红色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 2.0g,加水 100ml,加热溶解后,冷却,滤过,取滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

硫酸盐 取氯化物项下剩余的滤液 25ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂 甲醇-水(4:6)。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照品溶液 取对氨基酚对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取对照品溶液与供试品溶液各 1ml,置同一 100ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二钠 8.95g,磷酸二氢钠 3.9g,加水溶解至

1000ml,加 10%四丁基氢氧化铵溶液 12ml)-甲醇(90:10)为流动相;检测波长为 245nm;柱温为 40℃;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按对乙酰氨基酚峰计算不低于 2000。对氨基酚峰与对乙酰氨基酚峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对氨基酚保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含对氨基酚不得过 0.005%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中对乙酰氨基酚峰面积的 0.1 倍(0.1%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中对乙酰氨基酚峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

对氯苯乙酰胺 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂与供试品溶液 见有关物质项下。

对照品溶液 取对氯苯乙酰胺对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含对氯苯乙酰胺 1 μ g 与对乙酰氨基酚 20 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二钠 8.95g,磷酸二氢钠 3.9g,加水溶解至 1000ml,加 10%四丁基氢氧化铵 12ml)-甲醇(60:40)为流动相;检测波长为 245nm;柱温为 40℃;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按对乙酰氨基酚峰计算不低于 2000。对氯苯乙酰胺峰与对乙酰氨基酚峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,含对氯苯乙酰胺不得过 0.005%。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,加水 20ml,置水浴中加热使溶解,放冷,滤过,取滤液加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品约 40mg,精密称定,置 250ml 量瓶中,加 0.4%氢氧化钠溶液 50ml 溶解后,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,加 0.4%氢氧化钠溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 257nm 的波长处测定吸光度,按 $C_8H_9NO_2$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 715 计算。

【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)对乙酰氨基酚片 (2)对乙酰氨基酚咀嚼片 (3)对乙酰氨基酚泡腾片 (4)对乙酰氨基酚注射液 (5)对乙酰氨基酚栓 (6)对乙酰氨基酚胶囊 (7)对乙酰氨基酚颗粒 (8)对乙酰氨基酚滴剂 (9)对乙酰氨基酚凝胶

对乙酰氨基酚片

Duiyixian'anjifen Pian

Paracetamol Tablets

本品含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片、薄膜衣或明胶包衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.5g),用乙醇 20ml 分次研磨使对乙酰氨基酚溶解,滤过,合并滤液,蒸干,残渣照对乙酰氨基酚项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 100mg),加丙酮 10ml,研磨溶解,滤过,滤液水浴蒸干,残渣经减压干燥,依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 131 图)一致。

【检查】 对氨基酚 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.2g),精密称定,置 10ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使对乙酰氨基酚溶解,加溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取对氨基酚对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的混合溶液。

溶剂、色谱条件与系统适用性要求 见对乙酰氨基酚有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中对氨基酚保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含对氨基酚不得过对乙酰氨基酚标示量的 0.1%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以稀盐酸 24ml 加水至 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用 0.04% 氢氧化钠溶液定量稀释成每 1ml 中含对乙酰氨基酚 5~10 μ g 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 257nm 的波长处测定吸光度,按 $C_8H_9NO_2$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 715 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 40mg),置 250ml 量瓶中,加

0.4% 氢氧化钠溶液 50ml 与水 50ml,振摇 15 分钟,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 见对乙酰氨基酚含量测定项下。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

【规格】 (1)0.1g (2)0.3g (3)0.5g

【贮藏】 密封保存。

对乙酰氨基酚咀嚼片

Duiyixian'anjifen Jujuepian

Paracetamol Chewable Tablets

本品含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为着色片。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.5g),用乙醇 20ml,分次研磨使对乙酰氨基酚溶解,滤过,合并滤液,蒸干,残渣照对乙酰氨基酚项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 100mg),加丙酮 10ml,研磨溶解,滤过,滤液水浴蒸干,残渣经减压干燥,依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 131 图)一致。

【检查】 对氨基酚 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.1g),精密称定,置 10ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使对乙酰氨基酚溶解,加流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取对氨基酚对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 10 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 醋酸铵溶液-甲醇(85:15)为流动相;检测波长为 257nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按对乙酰氨基酚峰计算不低于 5000。对乙酰氨基酚峰与对氨基酚峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中对氨基酚保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含对氨基酚不得过对乙酰氨基酚标示量的 0.1%。

其他 除崩解时限不检查外,其他应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适

量(约相当于对乙酰氨基酚 40mg),置 250ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液 50ml 与水 50ml,振摇使对乙酰氨基酚溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 见对乙酰氨基酚含量测定项下。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

【规格】 (1)80mg (2)160mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

对乙酰氨基酚泡腾片

Duiyixian'anjifen Paotengpian

Paracetamol Effervescent Tablets

本品含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.5g),用乙醇 20ml,分次研磨使对乙酰氨基酚溶解,滤过,合并滤液,蒸干,残渣照对乙酰氨基酚项下的鉴别(2)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 酸度 取本品 1 片,加 15~25℃ 的水 100ml 使崩解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.0。

对氨基酚 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于对乙酰氨基酚 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使对乙酰氨基酚溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取对氨基酚对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5μg 的溶液。

系统适用性溶液 取对氨基酚对照品和对乙酰氨基酚对照品适量,加流动相溶解并稀释成每 1ml 中各约含对氨基酚 10μg 和对乙酰氨基酚 0.1mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(pH 4.5)(取磷酸二氢钠二水合物 15.04g、磷酸氢二钠 0.0627g,加水溶解并稀释至 1000ml,调节 pH 值至 4.5)-甲醇(80:20)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按对乙酰氨基酚峰计算不低于 5000。对乙酰氨基酚峰与对氨基酚峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中对氨基酚保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含对氨基

酚不得过对乙酰氨基酚标示量的 0.1%。

其他 除脆碎度外,应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使对乙酰氨基酚溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取对乙酰氨基酚对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见对氨基酚项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

【规格】 (1)0.1g (2)0.3g (3)0.5g

【贮藏】 密封保存。

对乙酰氨基酚注射液

Duiyixian'anjifen Zhushuye

Paracetamol Injection

本品为对乙酰氨基酚的灭菌水溶液。含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

本品中可加适量的稳定剂和助溶剂。

【性状】 本品为无色或几乎无色略带黏稠的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品,照对乙酰氨基酚项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 4.5~6.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含对乙酰氨基酚 2.5mg 的溶液,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取对氨基酚对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含对氨基酚 2.5μg 和对乙酰氨基酚 10μg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 醋酸铵溶液-甲醇(85:15)为流动相;检测波长为 245nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按对乙酰氨基酚峰计算不低于

2000。对乙酰氨基酚峰与对氨基酚峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对氨基酚保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含对氨基酚不得过对乙酰氨基酚标示量的 0.1%，其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含对乙酰氨基酚 0.125mg 的溶液。

对照品溶液 取对乙酰氨基酚对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.125mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。检测波长为 257nm。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

【规格】 (1)1ml : 0.075g (2)1ml : 0.15g (3)2ml : 0.15g (4)2ml : 0.25g

【贮藏】 遮光，密闭保存。

对乙酰氨基酚栓

Duiyixian'anjifen Shuan

Paracetamol Suppositories

本品含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为乳白色至微黄色栓。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.3g)，加水 20ml，置 60℃ 水浴内加热使完全融化，振摇 5 分钟，置冰浴中冷却，滤过，取滤液 5ml，加三氯化铁试液 1 滴，即显蓝紫色。

(2)取鉴别(1)项下的滤液 5ml，加稀盐酸 5ml，置水浴上加热 30 分钟，冷却，滴加亚硝酸钠试液数滴与碱性 β-萘酚试液数滴，产生由橙黄至猩红色沉淀。

(3)取鉴别(1)项下的滤液 3ml，加盐酸 1.5ml，煮沸 3 分钟，加水至约 10ml，放冷，应无沉淀析出；加 0.016 67mol/L 重铬酸钾溶液 1 滴，渐显紫色，不变红色。

(4)取本品适量(约相当于对乙酰氨基酚 100mg)，加热水 10ml，研磨溶解，冰浴冷却，滤过，滤液水浴蒸干，残渣经减压干燥，依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 131 图)一致。

【检查】 应符合栓剂项下有关的各项规定(通则 0107)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 10 粒，精密称定，切成小片，混匀，

精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.25g)，置 250ml 量瓶中，加约 60℃ 的 0.01mol/L 氢氧化钠溶液 80ml，振摇 10 分钟，放冷，用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀，置冷水浴中冷却 1 小时，滤过，待续滤液达室温后，精密量取续滤液 10ml，置 100ml 量瓶中，用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀。

测定法 见对乙酰氨基酚含量测定项下。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

【规格】 (1)0.125g (2)0.15g (3)0.3g (4)0.6g

【贮藏】 密封，在阴凉处保存。

对乙酰氨基酚胶囊

Duiyixian'anjifen Jiaonang

Paracetamol Capsules

本品含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【鉴别】 取本品的内容物适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.5g)，用乙醇 20ml 分次研磨使对乙酰氨基酚溶解，滤过，合并滤液，蒸干，残渣照对乙酰氨基酚项下的鉴别(1)、(2)项试验，显相同的反应。

【检查】 对氨基酚 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品混匀的内容物适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.2g)，精密称定，置 10ml 量瓶中，加溶剂适量，振摇使对乙酰氨基酚溶解，用溶剂稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取对氨基酚对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量，精密称定，加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 20μg 的溶液。

溶剂、色谱条件与系统适用性要求 见对乙酰氨基酚有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中对氨基酚保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含对氨基酚不得过对乙酰氨基酚标示量的 0.1%。

干燥失重 取本品的内容物适量，在 105℃ 干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以稀盐酸 24ml 加水至 1000ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 45 分钟时取样。

测定法 取溶出液滤过，精密量取续滤液 1ml，置 50ml

量瓶中,用 0.04% 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 257nm 的波长处测定吸光度,按 $C_8H_9NO_2$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 715 计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 40mg),置 250ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 50ml 与水 50ml,振摇使对乙酰氨基酚溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 见对乙酰氨基酚含量测定项下。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

【规格】 0.3g

【贮藏】 密封保存。

对乙酰氨基酚颗粒

Duiyixian'anjifen Keli

Paracetamol Granules

本品含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色颗粒。

【鉴别】 取本品适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.5g),用乙醇 20ml,分次研磨使对乙酰氨基酚溶解,滤过,合并滤液,蒸干,残渣照对乙酰氨基酚项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

【检查】对氨基酚 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 0.1g),置 10ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使对乙酰氨基酚溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取对氨基酚对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 10 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 醋酸铵溶液-甲醇(85:15)为流动相;检测波长为 257nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按对乙酰氨基酚峰计算不低于 5000。对乙酰氨基酚峰与对氨基酚峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中对氨基酚保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含对氨基酚不得过对乙酰氨基酚标示量的 0.1%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)

测定。

溶出条件 以稀盐酸 24ml 加水至 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用 0.04% 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含对乙酰氨基酚 8 μ g 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 257nm 的波长处测定吸光度,按 $C_8H_9NO_2$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 715 计算每袋的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 40mg),置 250ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液 50ml 与水 50ml,振摇使对乙酰氨基酚溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,加 0.4% 氢氧化钠溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 见对乙酰氨基酚含量测定项下。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

【规格】 (1)0.1g (2)0.16g (3)0.25g (4)0.5g

【贮藏】 密封,在阴凉处保存。

对乙酰氨基酚滴剂

Duiyixian'anjifen Dijī

Paracetamol Drops

本品含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为着色的澄清液体。

【鉴别】 (1)取本品 20ml,加三氯甲烷 20ml,振摇提取,分取三氯甲烷层,水浴蒸干,取残渣照对乙酰氨基酚项下的鉴别(2)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】相对密度 本品的相对密度(通则 0601)为 1.070~1.150。

pH 值 应为 4.5~6.5(通则 0631)。

对氨基酚 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品,用水定量稀释制成每 1ml 中约含对乙酰氨基酚 2mg 的溶液。

对照品溶液 取对氨基酚对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 醋酸铵溶液-甲醇(85:15)为流动相;检测波长为 257nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按对乙酰氨基酚峰计算不低于 5000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中对氨基酚保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含对氨基酚不得过对乙酰氨基酚标示量的 0.1%。

其他 应符合口服溶液剂项下有关的各项规定(通则 0123)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

内标溶液 取茶碱,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 1.0mg 的溶液,摇匀。

供试品溶液 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含对乙酰氨基酚 0.6mg 的溶液,精密量取此溶液与内标溶液各 5ml,置同一 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取对乙酰氨基酚对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.6mg 的溶液,精密量取此溶液与内标溶液各 5ml,置同一 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件与系统适用性要求 见对氨基酚项下。对乙酰氨基酚峰与内标峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

【规格】 (1)10ml : 1g (2)15ml : 1.5g (3)16ml : 1.6g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

对乙酰氨基酚凝胶

Duiyixian'anjifen Ningjiao

Paracetamol Gel

本品含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色的半透明半固体凝胶。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于对乙酰氨基酚 50mg),加水 10ml,置温水浴中振摇使对乙酰氨基酚溶解,滤过,取滤液加三氯化铁试液,即显蓝色。

(2)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 248nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 20ml,加热使对乙酰氨基酚溶解,放冷后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.5。

其他 应符合凝胶剂项下有关的各项规定(通则 0114)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量检查项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于对乙酰氨基酚 20mg),置 100ml 量瓶中,加水

适量,置温水浴中振摇使对乙酰氨基酚溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 3ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取对乙酰氨基酚对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 12 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;甲醇-水-磷酸(22 : 78 : 0.1)为流动相;检测波长为 248nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 理论板数按对乙酰氨基酚峰计不低于 1000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同对乙酰氨基酚。

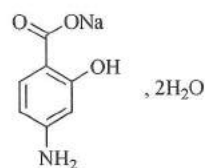
【规格】 5g : 0.12g

【贮藏】 遮光,密封保存。

对氨基水杨酸钠

Dui'anji Shuiyangsuanna

Sodium Aminosalicylate



$C_7H_6NNaO_3 \cdot 2H_2O$ 211.14

本品为 4-氨基-2-羧基苯甲酸钠盐二水合物。按无水物计算,含 $C_7H_6NNaO_3$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶或结晶性粉末。

本品在水中易溶,在乙醇中略溶。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 10ml 溶解后,加稀盐酸 2 滴使成酸性,加三氯化铁试液 1 滴,应显紫红色;放置 3 小时,不得产生沉淀(与 5-氨基水杨酸钠的区别)。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 132 图)一致。

(3)本品显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸碱度 取本品 0.40g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.5~8.5。

溶液的澄清度与颜色 取样品 1.0g(供口服用)或 2.0g(供注射用),加水 10ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓;如显色,与黄色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 1.0g,加水 25ml 溶解后,加硝酸 2ml,必要时滤过,滤液依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.005%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,加水 25ml 溶解后,加稀盐酸 2ml,滤过,滤液依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.05%)。

硫化物 取本品 0.50g,加水 5ml 溶解后,加碘化钾试液 5ml 与锌粒 2g,再加 1.6%氯化亚锡的盐酸溶液 5ml,依法检查(通则 0803)应符合规定(0.001%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作,临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液。

对照品溶液 取间氨基酚对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 分别取间氨基酚、5-氨基水杨酸(美沙拉嗪)和对氨基水杨酸钠对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含间氨基酚和 5-氨基水杨酸各 5 μ g、对氨基水杨酸钠 10 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-10%四丁基氢氧化铵溶液-0.05mol/L 磷酸二氢钠(100:2:900)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为间氨基酚峰、5-氨基水杨酸峰与对氨基水杨酸钠峰,相邻各色谱峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与间氨基酚保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.1%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(0.4%),任何小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分应为 16.0%~18.0%。

铁盐 取本品 1.0g,置铂坩埚中,加无水碳酸钠 2g,混合,在约 740℃ 炽灼,放冷,残渣加稀盐酸 15ml 溶解后,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.5ml 制成的对照液比较,不得更深(0.0015%)。

重金属 取本品 1.0g,至铂坩埚中,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取无水碳酸钠约 1g,铺于铂坩埚底部与四周,另取本品 1.0g,置无水碳酸钠上,加水少量湿润,干燥后,先用小火灼烧使炭化,再在 500~600℃ 炽灼使完全灰化,放冷,加盐酸 5ml 与水 23ml 使溶解,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0002%)。

细菌内毒素 取本品,用细菌内毒素检查用水制成每

1ml 中含不大于 2.1mg 的溶液,依法检查(通则 1143),每 1mg 对氨基水杨酸钠中含内毒素的量应小于 0.030EU。(供无菌分装用)

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供无菌分装用)

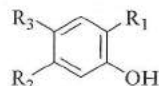
【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加水 20ml 溶解后,加 50%溴化钠溶液 10ml 与冰醋酸 25ml,照电位滴定法(通则 0701),快速加入亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)5ml 后,继续用该滴定液滴定至终点。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 17.52mg 的 $C_7H_6NNaO_3$ 。

【类别】 抗结核病药。

【贮藏】 遮光,严封保存。

【制剂】 (1)对氨基水杨酸钠肠溶片 (2)注射用对氨基水杨酸钠

附:



间氨基酚

$R_1=R_3=H, R_2=NH_2$ C_6H_7NO 109.13

5-氨基水杨酸

$R_1=CO_2H, R_2=H, R_3=NH_2$ $C_7H_7NO_3$ 153.14

对氨基水杨酸钠肠溶片

Dui'anji Shuiyangsuanna Changrongpian

Sodium Aminosalicilate Enteric-coated Tablets

本品含对氨基水杨酸钠($C_7H_6NNaO_3 \cdot 2H_2O$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为肠溶衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品,除去包衣,研细,取适量(约相当于对氨基水杨酸钠 1g),加水 25ml,搅拌使对氨基水杨酸钠溶解,滤过,滤液蒸干,照对氨基水杨酸钠项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作,临用新制。

供试品溶液 取含量测定项下细粉适量(约相当于对氨基水杨酸钠 100mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相使对氨基水杨酸钠溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续

滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取间氨基酚对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见对氨基水杨酸钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与间氨基酚保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 不得过 0.5%, 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积 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(1.0%), 小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一方法 2)测定。

酸中溶出量 溶出条件 以盐酸溶液(9 \rightarrow 1000)900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 100 转, 依法操作, 经 2 小时, 立即将转篮升起液面。

限度 供试片均不得有裂缝或崩解现象。

缓冲液中溶出量 溶出条件 取酸中溶出量项下 2 小时后的转篮, 随即浸入加入预热至 37 \pm 0.5 $^{\circ}$ C 的磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml 作为溶出介质的溶出杯中, 转速不变, 继续依法操作, 经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量, 滤过, 精密量取续滤液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取对氨基水杨酸钠对照品适量, 精密称定, 加磷酸盐缓冲液(pH 6.8)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含对氨基水杨酸钠 5.5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 265nm 的波长处分别测定吸光度, 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 精密称取细粉适量(约相当于对氨基水杨酸钠 100mg), 置 100ml 量瓶中, 加流动相使对氨基水杨酸钠溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取对氨基水杨酸钠对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为 265nm。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同对氨基水杨酸钠。

【规格】 0.5g

【贮藏】 遮光, 密封保存。

注射用对氨基水杨酸钠

Zhusheyong Dui'anji Shuiyangsuanna

Sodium Aminosalicylate for Injection

本品为对氨基水杨酸钠的无菌结晶性粉末。按平均装量计算, 含对氨基水杨酸钠($C_7H_7NNaO_3 \cdot 2H_2O$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶或结晶性粉末。

【鉴别】 (1)取本品, 照对氨基水杨酸钠项下的鉴别(1)、(2)、(3)项试验, 显相同结果。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **酸碱度** 取本品 0.40g, 加水 20ml 溶解后, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 6.5~8.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1 瓶, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含对氨基水杨酸钠 0.2g 的溶液, 溶液应澄清无色; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准比色液(通则 0902 第一法)比较, 不得更浓; 如显色, 与黄色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较, 不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作, 临用新制。

供试品溶液 取本品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见对氨基水杨酸钠有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与间氨基酚保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 不得过标示量的 0.1%, 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%), 其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(0.4%), 小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

水分、细菌内毒素与无菌 取本品, 照对氨基水杨酸钠项下的方法检查, 应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下内容物适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

对照品溶液 取对氨基水杨酸钠对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。检测波长为 265nm。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同对氨基水杨酸钠。

【规格】 (1)2g (2)4g (3)6g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

矛头蝮蛇血凝酶

Maotoufushe Xueningmei

Hemocoagulase Bothrops Atrox

本品系从矛头蝮蛇(*Bothrops Atrox*)蛇毒中提取的具有止血作用的蛋白酶类物质。每1mg中含矛头蝮蛇血凝酶活力不得少于800单位,每1mg蛋白质中含矛头蝮蛇血凝酶活力不得少于2500单位。

【制法要求】 本品系从检验合格的矛头蝮蛇蛇毒(见附)中经透析、特异性亲和色谱等多种色谱方法分离提取,并经冷冻干燥制得。生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》的要求。

【性状】 本品为白色冻干块状物或粉末;无味。

本品在水中易溶。

【鉴别】 (1)取本品,加水溶解并稀释制成每1ml中含100 μ g的溶液,作为供试品溶液;取小试管,加入凝血质控血浆混悬液[凝血质控血浆(MDC Hemostasis)放至室温,每支加水1.0ml,放置15分钟,期间间或轻摇,每次使用前轻轻摇匀]0.2ml,置37 $^{\circ}$ C \pm 0.5 $^{\circ}$ C水浴中2分钟,加供试品溶液0.2ml,置37 $^{\circ}$ C \pm 0.5 $^{\circ}$ C水浴中振摇,观察,血浆应在10秒内出现白色絮团。

(2)取试管1支,加0.4mol/L碳酸钠溶液1ml、鉴别(1)项下的供试品溶液1ml与0.1mol/L福林试剂1ml,置37 $^{\circ}$ C \pm 0.5 $^{\circ}$ C水浴中20分钟,溶液应呈蓝色。

(3)取本品与矛头蝮蛇血凝酶对照品适量,分别加水溶解并制成适宜浓度的溶液,作为供试品溶液与对照品溶液,依法测定(通则3405第一法),供试品溶液的图谱应与对照品溶液的图谱一致。

(4)照电泳法(通则0541第五法,还原型SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法)测定。

取本品,加水溶解并稀释制成每1ml中含蛋白质1mg的溶液,作为供试品储备液;取此储备液30 μ l,加还原型供试品缓冲液10 μ l,混匀,置沸水浴中加热5分钟,作为供试品溶液;取矛头蝮蛇血凝酶对照品适量,同法制备对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各15 μ l,分别加至上样孔,分离胶浓度为12.5%,用考马斯亮蓝R250染色,供试品溶液主带的迁移率应与对照品溶液主带的迁移率一致。

【检查】 纯度 (1)照电泳法(通则0541第五法,非还原型SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法)测定。

取鉴别(4)项下供试品储备液30 μ l,加非还原型供试品缓冲液10 μ l,混匀,置沸水浴中加热5分钟,作为供试品溶液。取供试品溶液15 μ l,加至上样孔,分离胶浓度为12.5%,用考马斯亮蓝R250染色,应显示一条带。

(2)照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相A溶解并制成每1ml中约含蛋白质1mg的溶液。

色谱条件 用丁基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.1%三氟乙酸的0.1%三乙胺水溶液为流动相A,以0.1%三氟乙酸的0.1%三乙胺乙醇溶液为流动相B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为280nm;进样体积50 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	60	40
10	34	66
20	60	40
35	60	40

测定法 取供试品溶液注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按峰面积归一化法计算,矛头蝮蛇血凝酶主峰面积应不低于总峰面积的95.0%。

分子量 照电泳法(通则0541第五法,还原型SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法)测定。

取鉴别(4)项下的供试品溶液与分子量对照品溶液(系列标准蛋白质分子量范围为10K~120K,照说明书使用),照鉴别(4)项下的方法测定。本品分子量应为36000 \pm 3000。

磷脂酶A 照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每1ml中含10单位的溶液。

对照溶液 取磷脂酶A(蜂毒),加水制成每1ml中含3.6单位的溶液。

测定法 取37 $^{\circ}$ C预热的卵磷脂溶液(取卵磷脂0.67g,加水适量,溶解成胶体溶液后,调节pH值至8.95,加水至100ml)2ml,置1cm吸收池中,加37 $^{\circ}$ C水浴中预热的供试品溶液或对照溶液1ml,混匀,以水代替供试品溶液,同法操作,作为空白。在546nm的波长处分别测定吸光度为A₁和A_{S1},再于37 $^{\circ}$ C \pm 0.5 $^{\circ}$ C水浴中保温10分钟,分别测定吸光度为A₂和A_{S2}。

限度 供试品溶液吸光度增加值不得大于对照溶液吸光度增加值(即每1单位供试品中磷脂酶A含量不得大于0.36单位)。

单位定义:在37 $^{\circ}$ C、pH8.5条件下,每分钟使1.0 μ mol的L- α -磷脂酰胆碱(L- α -卵磷脂)水解成L- α -溶血磷脂胆碱和一个脂肪酸的酶量定义为1单位。

L-氨基酸氧化酶 照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每1ml中含10单位的溶液。

对照溶液 取 L-氨基酸氧化酶(东部菱背响尾蛇),加水制成每 1ml 中含 0.056 单位的溶液。

测定法 取 37℃ 预热的亮氨酸溶液[取亮氨酸 0.1g, 3,3-二甲氧基联苯胺 6.5mg,加三羟甲基氨基甲烷-HCl 缓冲液(取三羟甲基氨基甲烷 1.21g,置烧杯中,加水 60ml 溶解,用 6mol/L HCl 溶液调节 pH 值至 7.6,转移至 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度)溶解并稀释至 100ml]2.97ml,置 1cm 吸收池中,加 37℃ 预热的过氧化物酶溶液(取过氧化物酶 10mg,加水溶解至 10ml,临用时配制)10μl,分别加入供试品溶液或对照溶液 20μl,混匀;以水代替供试品溶液,同法操作,作为空白。在 436nm 的波长处分别测定吸光度为 A_1 和 A_{S1} ,再于 37℃±0.5℃ 水浴中保温 5 分钟,分别测定吸光度为 A_2 和 A_{S2} 。

限度 供试品溶液吸光度增加值不得大于对照溶液吸光度增加值(即每 1 单位供试品中 L-氨基酸氧化酶含量不得大于 0.0056 单位)。

单位定义:在 37℃、pH 6.5 条件下,每分钟使 1.0μmol 的 L-氨基酸氧化脱氨基的酶量定义为 1 单位。

磷酸酶 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 单位的溶液。

对照溶液 取磷酸酶(小麦胚),加水制成每 1ml 中含 0.03 单位的溶液。

测定法 取 0.165% 对硝基苯磷酸二钠溶液(pH 8.5) 1ml,分别加入供试品溶液或对照溶液 0.1ml,置 37℃±0.5℃ 水浴中保温 30 分钟,再加 0.02mol/L 氢氧化钠溶液 10ml,摇匀;以水代替供试品溶液,同法操作,作为空白。在 400nm 的波长处分别测定吸光度。

限度 供试品溶液的吸光度不得大于对照溶液吸光度(即每 1 单位供试品中磷酸酶含量不得大于 0.003 单位)。

单位定义:在 37℃、pH 4.8 条件下,每分钟水解 1.0μmol 的对硝基苯磷酸二钠的酶量定义为 1 单位。

神经毒 取本品,加氯化钠注射液溶解并稀释制成每 1ml 中含 2 单位的溶液,作为供试品溶液。取体重为 300~500g 的鸽子 3 只,每 1kg 体重注射供试品溶液 0.5ml,静脉给药,观察 24 小时。动物不得出现神经行为异常,如步态不稳,翻正反射消失,前后肢握力减弱,抽搐,颈项强直等,或死亡;如 3 只鸽子中有一只出现上述神经行为异常或死亡,应另取鸽子 5 只复试,均不得出现神经行为异常或死亡。

出血毒 取本品,加氯化钠注射液溶解并稀释制成每 1ml 中含 50 单位的溶液,作为供试品溶液。取体重 18~22g 的小白鼠 5 只,每只一侧背部皮下注射 0.2ml,另一侧注射氯化钠注射液 0.2ml 作对照,注射 24 小时后处死动物,剥皮观察,与对照部位相比,小鼠背部均不得有出血现象。

细菌内毒素 取本品,依法测定(通则 1143),每 1 单位矛头蝮蛇血凝酶中含内毒素的量应小于 50EU。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液溶解并稀释制成每 1ml 中含 1.0 单位的溶液,依法测定(通则 1141),按静脉注射法给药,应符合规定。

【效价测定】 酶活力 标准品溶液 取 1 支矛头蝮蛇血凝酶标准品(供效价测定用),精密加水 1ml 使溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.2、0.5、1.0、2.0、3.0 单位的溶液。

供试品溶液 精密称取本品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.0 单位的溶液。

测定法 取凝血质控血浆混悬液[凝血质控血浆(MDC Hemostasis)放至室温,每支加水 2.0ml,放置 15 分钟,期间间或轻摇,每次使用前轻轻摇匀]0.1 ml,分别加入 20 支试管中并置凝血分析仪中,37℃±0.5℃ 条件下预热 2 分钟,精密量取系列浓度的标准品溶液各 0.2ml,迅速加入上述各试样管中,记录凝固时间,每种浓度重复测定 4 次,计算平均值(4 次测定最大值与最小值之差不得超过平均值的 10%,否则重测)。以标准品溶液浓度的对数为横坐标,凝固时间对数为纵坐标,计算线性回归方程(相关系数应大于 0.99)。

取供试品溶液,照上法测定,从回归方程求得供试品溶液浓度,并计算每 1mg 中矛头蝮蛇血凝酶活力。

矛头蝮蛇血凝酶单位定义:37℃±0.5℃ 条件下,每 0.2ml 酶溶液使 0.2ml 凝血质控血浆混悬液,在 58~62 秒出现白色絮团的酶量,以酶溶液的浓度计,定义为每 1ml 酶溶液中含矛头蝮蛇血凝酶 1 个单位。

蛋白质 取本品适量,精密称定,照蛋白质含量测定法(通则 0731 第二法)测定,计算每 1mg 中蛋白质的量(mg)。

比活力 本品矛头蝮蛇血凝酶活力单位除以蛋白质的量(mg),即得。

【类别】 止血药。

【贮藏】 遮光,冷处保存。

【制剂】 注射用矛头蝮蛇血凝酶

附:

矛头蝮蛇蛇毒

Maotoufushu Shedu

Bothrops Atrox Venom

本品为矛头蝮蛇(*Bothrops Atrox*)毒液经冷冻干燥而成,主要活性成分为蛋白水解酶。按干燥品计算,含蛋白质应不少于 70%。4μg 蛇毒应能使 0.2ml 血浆在 60 秒内出现白色絮团。

【制法要求】 本品系自矛头蝮蛇(*Bothrops Atrox*)腮腺中,以挤压刺激的方法采集蛇毒毒液,并经冷冻干燥制得。生产过程应参考现行版《药品生产质量管理规范》要求,并按照

相应标准操作规程执行。

【性状】 本品应为类白色至黄色结晶或粉末。

【鉴别】 (1)取本品 10mg,加水 5ml 溶解,作为供试品溶液;取小试管,加入凝血质控血浆混悬液[凝血质控血浆(MDC Hemostasis)放至室温,每支加水 1.0ml,放置 15 分钟,期间间或轻摇,每次使用前轻轻摇匀]0.2ml,置 37℃±0.5℃ 水浴中 2 分钟,加供试品溶液 0.2ml,置 37℃±0.5℃ 水浴中振摇,观察,血浆应在 10 秒内出现白色絮团。

(2)取本品 10mg,加水 5ml 溶解,取 1ml 置试管中,加 0.4mol/L 碳酸钠溶液 1ml 与 0.1 mol/L 福林试液 1ml,置 37℃ 水浴中 2 分钟,溶液应呈蓝色。

【检查】 干燥失重 取本品约 0.50g,精密称定,以五氧化二磷为干燥剂,60℃ 减压干燥 4 小时,减失重量不得过 10% (通则 0831)。

【活性成分含量】 蛋白质 取本品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,照蛋白质含量测定法(通则 0731 第二法)测定,计算,即得。

活性成分 取蛋白质项下的供试品溶液,精密量取 1ml,置 5ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。精密量取凝血质控血浆混悬液[凝血质控血浆(MDC Hemostasis)放至室温,每支加水 1.0ml,放置 15 分钟,期间间或轻摇,每次使用前轻轻摇匀]0.2ml,置小试管中,37℃±0.5℃ 水浴中保温 3 分钟,加入供试品溶液 0.2ml,立即摇匀,同时计时,于 37℃±0.5℃ 水浴中振摇。应在 60 秒内出现白色絮团。

【贮藏】 遮光,冷处保存。

注射用矛头蝮蛇血凝酶

Zhusheyong Maotoufushu Xueningmei

Hemocoagulase Bothrops Atrox for Injection

本品为矛头蝮蛇血凝酶加适宜稳定剂和赋形剂经冷冻干燥制成的无菌制品。本品含矛头蝮蛇血凝酶应为标示量的 80.0%~125.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的冻干块状物或粉末。

【鉴别】 取本品,每支加水 1.0ml 溶解后,照矛头蝮蛇血凝酶项下的鉴别(1)试验,血浆应在 2 分钟内出现白色絮团。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品,加水制成每 1ml 中含 1 单位的溶液,应澄清无色(通则 0901 第一法和 0902 第一法)。

酸碱度 取本品 2 支,每支加水 2ml 溶解后,混匀,依法

测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~7.0。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,60℃ 减压干燥 4 小时,减失重量不得过 3% (通则 0831)。

无菌 取本品,每支加 0.1% 蛋白胍水溶液 2ml 溶解后,依法测定(通则 1101),应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法测定(通则 1143),每 1 单位矛头蝮蛇血凝酶中含内毒素的量应小于 50EU。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液溶解制成每 1ml 中含 1.0 单位的溶液,依法测定(通则 1141),按静脉注射法给药,应符合规定。

过敏试验 取本品,加氯化钠注射液溶解制成每 1ml 中含 1.0 单位的溶液,作为致敏液和供试品溶液。依法测定(通则 1147),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【效价测定】 标准品溶液 取矛头蝮蛇血凝酶标准品(供效价测定用),精密加水 1.0ml 使溶解,用稀释液[取氯化钙、水解明胶与甘露醇适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含氯化钙 2.7mg、水解明胶(按固形物含量计)4.0mg 与甘露醇 50mg 的溶液]分别定量稀释制成每 1ml 中各含 0.2、0.5、1.0、2.0、3.0 单位的溶液。

供试品溶液 取本品,每支精密加水 1.0ml 溶解,即得。

测定法 照矛头蝮蛇血凝酶效价测定项下方法测定。

【类别】 同矛头蝮蛇血凝酶。

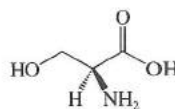
【规格】 (1)0.5 单位 (2)1 单位 (3)2 单位

【贮藏】 凉暗处保存。

丝氨酸

Si'an Suan

Serine



$C_3H_7NO_3$ 105.09

本品为 L-2-氨基-3-羟基丙酸。按干燥品计算,含 $C_3H_7NO_3$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇、丙酮或乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加 2mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为+14.0°至+15.6°。

【鉴别】 (1)取本品与丝氨酸对照品各适量,分别加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液,作为供试品溶液与对照品溶液。照其他氨基酸项下的方法试验,供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 917 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.30g,加水 30ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~6.5。

溶液的透光率 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 430nm 的波长处测定透光率,不得低于 98.0%。

氯化物 取本品 0.25g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

铵盐 取本品 0.10g,依法检查(通则 0808),与标准氯化铵溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.02%)。

其他氨基酸 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取丝氨酸对照品与甲硫氨酸对照品各适量,置同一量瓶中,加水溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.4mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正丁醇-水-冰醋酸(3:1:1)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以茚三酮的丙酮溶液(1 \rightarrow 50),在 80 $^{\circ}$ C 加热至斑点出现,立即检视。

系统适用性要求 对照溶液应显一个清晰的斑点,系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,其颜色与对照溶液的主斑点比较,不得更深(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 干燥 3 小时,减失重量不得过 0.2%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

铁盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.001%)。

重金属 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 2.0g,加水 23ml 溶解后,加盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0001%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1g 丝氨酸中含内毒素的量应小于 12EU。(供注射用)

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,加无水甲酸 1ml 溶解后,加冰醋酸 25ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 10.51mg 的 C₁₅H₁₈N₄O₅。

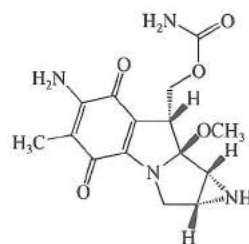
【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

丝裂霉素

Siliemeisu

Mitomycin



C₁₅H₁₈N₄O₅ 334.33

本品为 6-氨基-1,1a,2,8,8a,8b-六氢-8-(羟甲基)-8a-甲氧基-5-甲基氮丙啶并[2',3':3,4]吡咯并[1,2-a]吡啶-4,7-二酮氨基甲酸酯。按干燥品计算,含丝裂霉素(C₁₅H₁₈N₄O₅)不得少于 97.0%。

【性状】 本品为深紫色结晶性粉末;无臭;遇酸、碱及日光照射均不稳定。

本品在水、甲醇或乙醇中微溶,在乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 217nm 与 365nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 918 图)一致。

【检查】 结晶性 取本品少许,依法检查(通则 0981),应符合规定。

酸碱度 取本品,加水制成每 1ml 中含 5mg 的悬浮液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~7.5。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取肉桂酰胺对照品与丝裂霉素各适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 0.08mg 与 0.2mg 的混合溶液。

白丝裂霉素定位溶液 取丝裂霉素对照品 5mg,加水 10ml,超声使溶解,加入 0.01mol/L 氢氧化钠溶液 0.2ml,摇匀,在室温下放置 10 分钟。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.077% 醋酸铵溶液-甲醇(80:20)为流动相 A;以

0.077% 醋酸铵溶液-甲醇(50 : 50)为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;柱温为 30℃;检测波长为 254nm;进样体积 5μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	100	0
30	0	100
45	0	100
50	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,丝裂霉素峰的保留时间约为 21 分钟,肉桂酰胺峰的相对保留时间约为 1.3,丝裂霉素峰与肉桂酰胺峰间的分离度应大于 15.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液各 5μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,肉桂酰胺峰按校正后的峰面积(乘以校正因子 0.35)计算,不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),白丝裂霉素(相对保留时间约为 0.5)峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和按校正后的峰面积计算不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%(通则 0831)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 丝裂霉素中含内毒素的量应小于 10EU。(供注射用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取丝裂霉素对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以 0.077% 醋酸铵溶液-甲醇(70 : 30)为流动相;检测波长为 365nm;进样体积 5μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,丝裂霉素峰与肉桂酰胺峰间的分离度应符合要求,丝裂霉素峰的拖尾因子应不大于 1.3。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

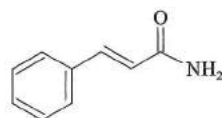
【类别】 抗肿瘤抗生素类药。

【贮藏】 严封,在凉暗处保存。

【制剂】 注射用丝裂霉素

附:

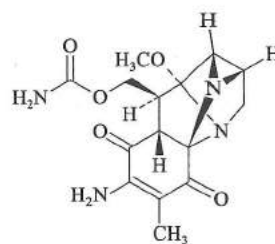
肉桂酰胺



C_9H_9NO 147.17

(E)-3-苯丙基-2-烯基酰胺

白丝裂霉素



$C_{15}H_{18}N_4O_5$ 334.33

[(1S,2S,4S,5R,6S,6aR,10aS,11S)-8-氨基-5-甲氧基-9-甲基-7,10-二氧代-2,3,6,6a,7,10-六氢-1,2,5-次甲基桥-1H,5H-咪唑并[2,1-i]吡啶-6-基]甲基氨基甲酸酯

注射用丝裂霉素

Zhusheyong Siliemeisu

Mitomycin for Injection

本品为丝裂霉素与适宜的赋形剂制成的无菌粉末或冻干品。含丝裂霉素($C_{15}H_{18}N_4O_5$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为青紫色或灰紫色粉末或疏松块状物;遇光不稳定。

【鉴别】 取本品,照丝裂霉素项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 酸碱性 取本品,加水制成每 1ml 中含丝裂霉素 0.5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~8.5。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含丝裂霉素 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含丝裂霉素 10μg 的溶液。

系统适用性溶液、白丝裂霉素定位溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见丝裂霉素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,肉桂酰胺峰按校正后的峰面积(乘以校正因子 0.35)计算,不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),白丝裂霉素(相对保留时间约为 0.5)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(1.5%),其他单个杂质峰面

积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),除白丝裂霉素外,其他各杂质峰面积的和按校正后的峰面积计算不得大于对照溶液主峰面积的3倍(1.5%),小于对照溶液主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品约0.2g,以五氧化二磷为干燥剂,在60℃减压干燥至恒重,减失重量不得过2.0%(通则0831)。

含量均匀度 取本品10瓶,照含量测定项下方法测得的每瓶含量与平均含量比较,差异过±15%的不得多于1瓶,并不得超过±20%。

细菌内毒素 照丝裂霉素项下的方法检查,应符合规定。

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解并稀释后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则1101),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品10瓶,按标示量分别加二甲基乙酰胺溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见丝裂霉素含量测定项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。分别测定每瓶的含量,并求出10瓶的平均含量。

【类别】 同丝裂霉素。

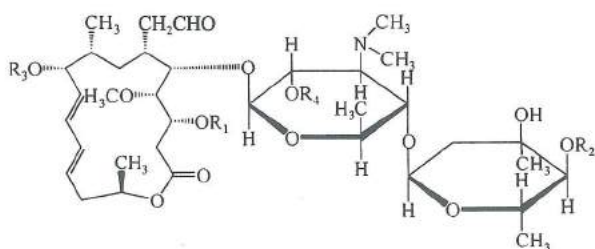
【规格】 (1)2mg (2)4mg (3)8mg (4)10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

吉 他 霉 素

Jitameisu

Kitasamycin



吉他霉素 A₁: R₁ = H R₂ = COCH₂CH(CH₃)₂

R₃ = H R₄ = H

吉他霉素 A₃: R₁ = COCH₃ R₂ = COCH₂CH(CH₃)₂

R₃ = H R₄ = H

吉他霉素 A₄: R₁ = H R₂ = COCH₂CH₂CH₃

R₃ = H R₄ = H

吉他霉素 A₅: R₁ = COCH₃ R₂ = COCH₂CH₂CH₃

R₃ = H R₄ = H

吉他霉素 A₆: R₁ = H R₂ = COCH₂CH₃

R₃ = H R₄ = H

吉他霉素 A₇: R₁ = COCH₃ R₂ = COCH₂CH₃

R₃ = H R₄ = H

吉他霉素 A₈: R₁ = COCH₃ R₂ = COCH₃

R₃ = H R₄ = H

吉他霉素 A₉: R₁ = H R₂ = COCH₃

R₃ = H R₄ = H

吉他霉素 A₁₃: R₁ = H R₂ = COCH₂CH₂CH₂CH₂CH₃

R₃ = H R₄ = H

本品为吉他霉素 A₅、吉他霉素 A₄、吉他霉素 A₁ 和吉他霉素 A₁₃ 等组分为主的混合物。按无水物计算,每1mg的效价不得少于1300 吉他霉素单位。

【性状】 本品为白色或类白色粉末;无臭。

本品在甲醇、乙醇、丙酮或乙醚中极易溶解,在水中极微溶解,在石油醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约10mg,加硫酸5ml,缓缓摇匀,溶液显红褐色。

(2)在吉他霉素组分测定项下记录的色谱图中,供试品溶液应出现四个与吉他霉素标准品溶液中吉他霉素 A₅、A₄、A₁、A₁₃ 峰保留时间一致的色谱峰。

【检查】 碱度 取本品0.10g,加水100ml振摇使溶解,依法测定(通则0631),pH值应为8.0~10.0。

水分 取本品,照水分测定法(通则0832 第一法1)测定,含水分不得过3.0%。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(通则0841),遗留残渣不得过0.5%。

吉他霉素组分 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含吉他霉素2mg的溶液。

标准品溶液(1) 取吉他霉素标准品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含吉他霉素2mg的溶液。

标准品溶液(2) 取标准品溶液(1)5ml,置25ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.1mol/L 醋酸铵溶液(用磷酸调节pH值至4.5)-甲醇-乙腈(40:55:5)为流动相;柱温为60℃;检测波长为231nm;进样体积10μl。

系统适用性要求 标准品溶液(1)色谱图应与标准图谱一致。

测定法 精密量取供试品溶液与标准品溶液(1)、(2),分别注入液相色谱仪,记录色谱图。吉他霉素主组分出峰顺序依次为吉他霉素 A₃、A₈、A₇、A₆、A₅、A₄、A₁、A₃、A₁₃。

限度 按外标法以吉他霉素 A₅ 的峰面积计算,吉他霉素 A₅ 应为35%~70%,A₄ 应为5%~25%,A₁、A₁₃ 均应为3%~15%;吉他霉素主组分 A₃、A₈、A₇、A₆、A₅、A₄、A₁、A₃、A₁₃ 之和不得少于85%。

【含量测定】 取本品,加乙醇(每2mg加乙醇1ml)溶解后,用灭菌水定量稀释制成每1ml中约含1000 单位的溶液,

照抗生素微生物检定法(通则 1201)测定。

【类别】 大环内酯类抗生素。

【贮藏】 遮光,密封,置干燥处保存。

【制剂】 吉他霉素片

吉他霉素片

Jitameisu Pian

Kitasamycin Tablets

本品含吉他霉素应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片;除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于吉他霉素 10 000单位),加硫酸 5ml,缓缓摇匀,溶液显红褐色。

(2)在吉他霉素组分测定项下记录的色谱图中,供试品溶液应出现四个与吉他霉素标准品溶液中吉他霉素 A₅、A₄、A₁、A₁₃峰保留时间一致的色谱峰。

【检查】 吉他霉素组分 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含吉他霉素 2500 单位的溶液,滤过,取续滤液。

色谱条件 见吉他霉素吉他霉素组分项下。柱温为 40~60℃。

标准品溶液(1)、标准品溶液(2)与系统适用性要求 见吉他霉素吉他霉素组分项下。

测定法 见吉他霉素吉他霉素组分项下。吉他霉素 A₅、A₄、A₁、A₁₃含量按下式分别计算。

吉他霉素 A₅(A₄、A₁、A₁₃)含量(%)=

$$\frac{A_T W_S \times \text{平均片重} \times P \times \text{标准品效价}}{A_S W_T \times \text{标示量}} \times 100\%$$

式中 A_T为供试品色谱图中吉他霉素 A₅(A₄、A₁、A₁₃)的峰面积;

A_S为标准品色谱图中吉他霉素 A₅的峰面积;

W_T为供试品的重量;

W_S为标准品的重量;

P 为标准品中吉他霉素 A₅的百分含量。

限度 吉他霉素 A₅应为标示量的 35%~70%,A₄应为标示量的 5%~25%,A₁、A₁₃均应为标示量的 3%~15%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 5.0)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过。精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 20 单位的溶液。

对照溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量

(相当于平均片重),加乙醇(每 2mg 加乙醇 1ml)适量使吉他霉素溶解,再按标示量用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 100 单位的溶液,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含 20 单位的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 231nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每片的溶出量。

限度 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量,加乙醇适量(每 2mg 加乙醇 1ml)使吉他霉素溶解,用灭菌水定量稀释制成每 1ml 中约含吉他霉素 1000 单位的混悬液,静置,精密量取上清液,照吉他霉素项下的方法测定。

【类别】 同吉他霉素。

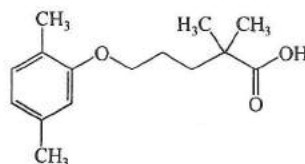
【规格】 10 万单位

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

吉非罗齐

Jifeiluoqi

Gemfibrozil



C₁₅H₂₂O₃ 250.34

本品为 2,2-二甲基-5-(2,5-二甲苯基氧基)-戊酸。按无水物计算,含 C₁₅H₂₂O₃ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中极易溶解,在甲醇、乙醇、丙酮或己烷中易溶,在水中不溶;在氢氧化钠试液中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 58~61℃。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加乙醇 3ml,溶解后,取溶液 5 滴,加 2%碘化钾溶液与 4%碘酸钾溶液各 2 滴,置水浴中加热 1 分钟,冷却,加淀粉指示液 2 滴,即显蓝色。

(2)在含量测定项下的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 601 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀

释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取吉非罗齐对照品与杂质 I 适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 0.2mg 和 0.05mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-冰醋酸(75:24:1)为流动相;检测波长为 276nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,吉非罗齐峰与杂质 I 峰的分离度应符合要求,理论板数按吉非罗齐峰计算不低于 1500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(1.0%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.2g,精密称定,置 20ml 顶空瓶中,精密加入二甲基亚砜 5ml 振摇使溶解,密封。

对照品溶液 分别取甲酸乙酯、正己烷、四氢呋喃、甲基环己烷与甲苯适量,精密称定,用二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中各约含 200 μ g、11.6 μ g、28.8 μ g、47.2 μ g 和 35.5 μ g 的混合溶液,精密量取 5ml,置 20ml 顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 100%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液;起始温度为 40℃,维持 7 分钟,以每分钟 15℃的速率升温至 200℃,维持 5 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲酸乙酯、正己烷、四氢呋喃、甲基环己烷与甲苯的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 0.25%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取吉非罗齐对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

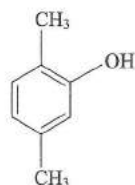
【类别】 降血脂药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 吉非罗齐胶囊

附:

杂质 I



C₈H₁₀O 122.16

2,5-二甲基苯酚

吉非罗齐胶囊

Jifeiluoqi Jiaonang

Gemfibrozil Capsules

本品含吉非罗齐(C₁₅H₂₂O₃)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于吉非罗齐 60mg),加乙醇 3ml 使吉非罗齐溶解,滤过,照吉非罗齐项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物适量(约相当于吉非罗齐 100mg),加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml 使吉非罗齐溶解,滤过,滤液置离心管中,用稀硫酸酸化,使沉淀析出,离心,弃去上清液,沉淀用少量水分次洗涤,减压滤过,置硅胶干燥器中干燥 12 小时。红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 601 图)一致。

【检查】 **溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.5)(取磷酸二氢钾 27.22g 与氢氧化钠 5.52g,加水溶解成 1000ml,调节 pH 值至 7.5,摇匀)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,精密量取续滤液适量,用 1mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含吉非罗齐 70 μ g 的溶液。

对照品溶液 取吉非罗齐对照品适量,精密称定,加 1mol/L 氢氧化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 70 μ g

的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 276nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于吉非罗齐 50mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使吉非罗齐溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见吉非罗齐含量测定项下。

【类别】 同吉非罗齐。

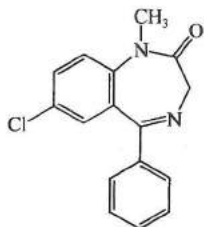
【规格】 (1)0.15g (2)0.3g

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

地西洋

Dixipan

Diazepam



$C_{16}H_{13}ClN_2O$ 284.74

本品为 1-甲基-5-苯基-7-氯-1,3-二氢-2H-1,4-苯并二氮杂草-2-酮。按干燥品计算,含 $C_{16}H_{13}ClN_2O$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在丙酮或三氯甲烷中易溶,在乙醇中溶解,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 130~134℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加 0.5% 硫酸的甲醇溶液溶解并定量稀释使成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 284nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 440~468。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加硫酸 3ml,振摇使溶解,在紫外光灯(365nm)下检视,显黄绿色荧光。

(2)取本品,加 0.5% 硫酸的甲醇溶液制成每 1ml 中含 5μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 242nm、284nm 与 366nm 的波长处有最大吸收;在 242nm 波长处的吸

光度约为 0.51,在 284nm 波长处的吸光度约为 0.23。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 138 图)一致。

(4)取本品 20mg,用氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏,以 5% 氢氧化钠溶液 5ml 为吸收液,燃烧完全后,用稀硝酸酸化,并缓缓煮沸 2 分钟,溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g,加乙醇 20ml,振摇使溶解,溶液应澄清无色;如显色,与黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 1.0g,加水 50ml,振摇 10 分钟,滤过,分取滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.014%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(70:30)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按地西洋峰计算不低于 1500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.6 倍(0.3%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸与醋酐各 10ml 使溶解,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显绿色。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 28.47mg 的 $C_{16}H_{13}ClN_2O$ 。

【类别】 抗焦虑药、抗惊厥药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)地西洋片 (2)地西洋注射液

地西洋片

Dixipan Pian

Diazepam Tablets

本品含地西洋($C_{16}H_{13}ClN_2O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于地西洋 10mg),

加丙酮 10ml,振摇使地西洋溶解,滤过,滤液蒸干,加硫酸 3ml,振摇使溶解,在紫外光灯(365nm)下检视,显黄绿色荧光。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于地西洋 10mg),加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含地西洋约 1mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含地西洋 5 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地西洋有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 100ml 量瓶中,加水 5ml,振摇,使药片崩解后,加 0.5% 硫酸的甲醇溶液约 60ml,充分振摇使地西洋溶解,用加 0.5% 硫酸的甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 25ml 量瓶中,用 0.5% 硫酸的甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 284nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{16}H_{13}ClN_2O$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 454 计算含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液约 10ml,滤过,取续滤液(2.5mg 规格)或精密量取续滤液 5ml,用水稀释至 10ml(5mg 规格)。

对照品溶液 取地西洋对照品约 10mg,精密称定,加甲醇 5ml 溶解后,用水稀释至 100ml,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 230nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于地西洋 10mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使地西洋溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取地西洋对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 理论板数按地西洋峰计算不低于

1500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同地西洋。

【规格】 (1)2.5mg (2)5mg

【贮藏】 密封保存。

地西洋注射液

Dixipan Zhusheyeye

Diazepam Injection

本品为地西洋的灭菌水溶液。含地西洋($C_{16}H_{13}ClN_2O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为几乎无色至黄绿色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 2ml,滴加稀碘化铋钾试液,即生成橙红色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 6.0~7.0(通则 0631)。

颜色 取本品,与黄绿色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,用甲醇稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

对照溶液 取本品,用甲醇稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地西洋有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于地西洋 10mg),置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取地西洋对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 理论板数按地西洋峰计算不低于 1500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同地西洋。

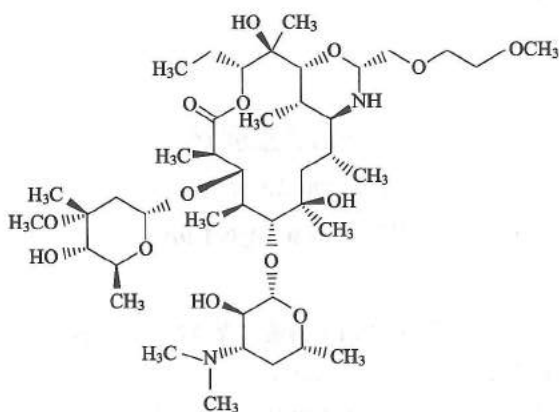
【规格】 2ml:10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

地红霉素

Dihongmeisu

Dirithromycin

 $C_{42}H_{78}N_2O_{14}$ 835.09

本品为(9*S*,16*R*)-9,11-二脱氧-9,11-[亚氨基[(1*R*)-2-(2-甲氧基乙氧基)亚乙基]氧]红霉素。按无水物计算,含地红霉素($C_{42}H_{78}N_2O_{14}$)以16*R*-地红霉素和16*S*-地红霉素之和计算,应为96.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇、二氯甲烷中易溶,在*N,N*-二甲基甲酰胺中略溶,在乙腈中微溶,在水中几乎不溶。

【比旋度】 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含20mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度为-83°至-87°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与地红霉素对照品的图谱一致(通则0402)。如不一致,取本品及地红霉素对照品各约20mg,分别加无水乙醇3ml溶解,水浴蒸干,置五氧化二磷干燥器中减压干燥过夜后,再测定。

【检查】 异构体 照高效液相色谱法(通则0512)测定。临用新制。

供试品溶液、对照品溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见有关物质项下。

限度 按主成分外标法以峰面积计算,16*S*-地红霉素不得过1.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加乙腈-甲醇(70:30)溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液。

对照品溶液 取地红霉素对照品适量,精密称定,加乙腈-甲醇(70:30)溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液。

系统适用性溶液 取地红霉素对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含2.5mg的溶液,室温放置至少24小时。

灵敏度溶液 精密量取对照品溶液1ml,置10ml量瓶中,用乙腈-甲醇(70:30)稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm×250mm,5μm或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾1.41g与磷酸氢二钾6.91g,加水1000ml使溶解)-乙腈-甲醇(37:44:19)为流动相;检测波长为205nm;进样体积20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,地红霉素峰的保留时间约为15分钟,9-(*S*)-红霉素胺峰的相对保留时间约为0.6,16*S*-地红霉素异构体峰的相对保留时间约为1.1;地红霉素峰与16*S*-地红霉素异构体峰间的分离度应大于2.0;地红霉素峰与其他各杂质峰间的分离度均应符合要求;灵敏度溶液色谱图中,主成分色谱峰峰高的信噪比应大于10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按主成分外标法以峰面积计算,除16*S*-地红霉素峰外,9-(*S*)-红霉素不得过1.0%,其他单个杂质不得过1.0%,杂质总量不得过3.0%,小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则0861第二法)测定。

供试品溶液 取本品约0.2g,精密称定,置10ml量瓶中,加*N,N*-二甲基甲酰胺10ml溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取2ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 精密量取甲醇、二氯甲烷、乙醇和乙腈各适量,用*N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每1ml中约含甲醇0.06mg、二氯甲烷0.012mg、乙醇0.1mg、乙腈0.008mg的混合溶液,精密量取2ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为40℃,维持15分钟,以每分钟30℃的速率升温至240℃,维持10分钟;进样口温度为200℃;检测器温度为250℃。顶空瓶平衡温度为90℃,平衡时间为20分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

限度 甲醇、二氯甲烷、乙醇和乙腈的残留量均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则0832第一法1)测定,含水分不得过1.0%。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(通则0841),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则0821第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加乙腈-甲醇(70:30)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

对照品溶液 取地红霉素对照品适量,加乙腈-甲醇(70:30)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

系统适用性溶液与色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

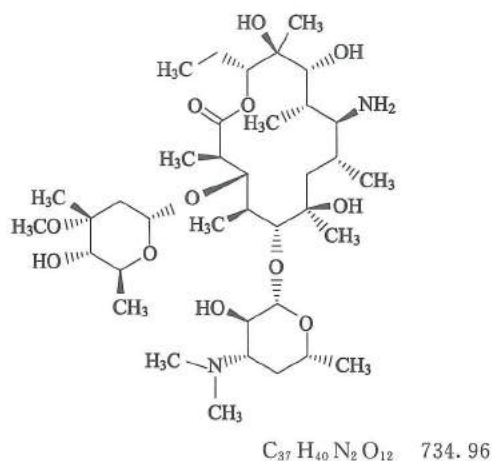
【类别】 大环内酯类抗生素。

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

【制剂】 (1)地红霉素肠溶片 (2)地红霉素肠溶胶囊

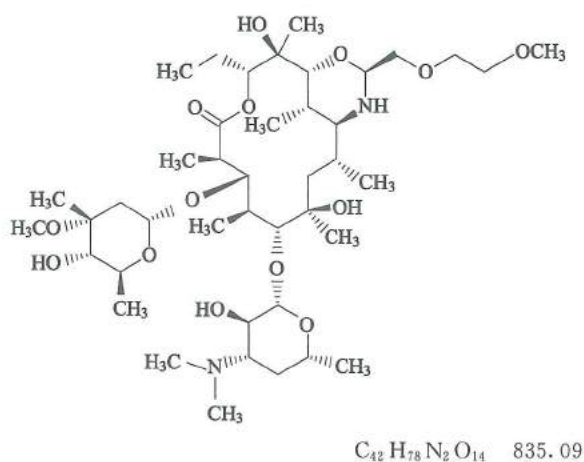
附:

9-(S)-红霉素



(9S)-9-氨基-9-脱氧红霉素

16S-地红霉素异构体



(9S,16S)-9,11-二脱氧-9,11-[亚氨基[(1R)-2-(2-甲氧基乙氧基)亚乙基]氧]红霉素

地红霉素肠溶片

Dihongmeisu Changrongpian

Dirithromycin Enteric-coated Tablets

本品含地红霉素($C_{42}H_{78}N_2O_{14}$)以 16R-地红霉素和 16S-地红霉素之和计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为肠溶衣片或肠溶薄膜衣片,除去包衣后,显白色或类白色。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液、对照品溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见有关物质项下。

限度 按主成分外标法以峰面积计算,16S-地红霉素不得过标示量的 1.5%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 10 片,除去包衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于地红霉素 0.1g),加乙腈-甲醇(70:30)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含地红霉素 10mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地红霉素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按主成分外标法以峰面积计算,除 16S-地红霉素峰外,9-(S)-红霉素不得过标示量的 1.5%,其他单个杂质不得过标示量的 1.0%,杂质总量不得过标示量的 4.0%,小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一方法 2)测定。

酸中溶出量 溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 2 小时,立即将转篮提出液面。

限度 每片均不得有裂缝或软化现象。

缓冲液中溶出量 溶出条件 取酸中溶出量项下 2 小时后的转篮,随即以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)(取 0.1mol/L 盐酸溶液和 0.2mol/L 磷酸钠溶液,按 3:1 混合均匀,必要时用 2mol/L 盐酸溶液或 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.8)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含地红霉素 55μg 的溶液。

对照溶液 取本品 10 片,研细,精密称取适量(约相当于平均片重),加甲醇适量(每 10mg 加甲醇 1ml)使地红霉素溶解后,按标示量用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 55 μ g 的溶液。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液各 5ml,分别精密加入硫酸溶液(75 \rightarrow 100)5ml,混匀,放置约 30 分钟,放冷,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 482nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 80%,应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 5.0%。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于地红霉素 0.1g),置 50ml 量瓶中,加乙腈-甲醇(70:30)使地红霉素溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地红霉素含量测定项下。

【类别】 同地红霉素。

【规格】 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

地红霉素肠溶胶囊

Dihongmeisu Changrongjiaonang

Dirithromycin Enteric Capsules

本品含地红霉素($C_{42}H_{78}N_2O_{14}$)以 16R-地红霉素和 16S-地红霉素之和计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液、对照品溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见有关物质项下。

限度 按主成分外标法以峰面积计算,16S-地红霉素不得过标示量的 1.5%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,研细,精密称取适量(约相当于地红霉素 0.1g),加乙腈-甲醇(70:30)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含地红霉素 10mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地红霉素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按主成分外标法以峰面积计算,除 16S-地红霉素峰外,9-(S)-红霉素不得过标示量的 1.5%,其他单个杂质不得过标示量的 1.0%,杂质总量不得过标示量的 4.0%,小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一方法 2)测定。

酸中溶出量 溶出条件 以盐酸溶液(9 \rightarrow 1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 2 小时,立即将转篮提出液面。

限度 每粒胶囊均不得有裂缝或崩解现象。

缓冲液中溶出量 溶出条件 取酸中溶出量项下 2 小时后的转篮,随即以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)(取 0.1mol/L 盐酸溶液和 0.2mol/L 磷酸钠溶液,按 3:1 混合均匀,必要时用 2mol/L 盐酸溶液或 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.8)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含地红霉素 55 μ g 的溶液。

对照溶液 取装量差异项下的内容物,研细,精密称取适量(约相当于平均装量),加甲醇适量(每 10mg 加甲醇 1ml)使地红霉素溶解后,按标示量用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 55 μ g 的溶液。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液各 5ml,分别精密加入硫酸溶液(75 \rightarrow 100)5ml,混匀,放置约 30 分钟,放冷,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 482nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 80%,应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 5.0%。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,研细,精密称取适量(约相当于地红霉素 0.1g),置 50ml 量瓶中,加乙腈-甲醇(70:30)使地红霉素溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地红霉素含量测定项下。

【类别】 同地红霉素。

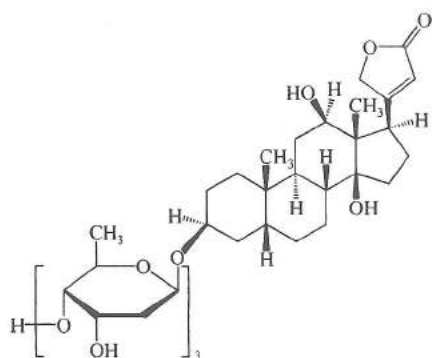
【规格】 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

地 高 辛

Digoxin

Digoxin

 $C_{41}H_{64}O_{14}$ 780.95

本品为 3β -[[O -2,6-二脱氧- β -D-核-己吡喃糖基-(1 \rightarrow 4)- O -2,6-二脱氧- β -D-核-己吡喃糖基-(1 \rightarrow 4)-2,6-二脱氧- β -D-核-己吡喃糖基]氧代]-12 β ,14 β -二羟基-5 β -心甾-20(22)烯内酯。按干燥品计算,含 $C_{41}H_{64}O_{14}$ 不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在吡啶中易溶,在稀醇中微溶,在三氯甲烷中极微溶解,在水或乙醚中不溶。

【比旋度】 取本品,精密称定,加吡啶溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 $+9.5^{\circ}$ 至 $+12.0^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1) 取本品约 1mg,置小试管中,加三氯化铁的冰醋酸溶液(取冰醋酸 10ml,加三氯化铁试液 1 滴制成)1ml 溶解后,沿管壁缓缓加硫酸 1ml,使成两液层,交界处即显棕色;放置后,上层显靛蓝色。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 139 图)一致。

【检查】 溶液的澄清度 取本品适量,加甲醇-三氯甲烷(1:1)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液,应澄清。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取洋地黄毒苷对照品,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.02mg 的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液 1ml,用对照品溶液稀释至 10ml,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(10:90)为流动相 A,乙腈-水(60:40)为流动相 B;按下表

进行梯度洗脱;检测波长为 230nm;流速为每分钟 1.5ml;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	60	40
5	60	40
15	0	100
15.1	60	40
20	60	40

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按地高辛峰计算不低于 2000。地高辛峰与洋地黄毒苷峰之间的分离度应符合规定。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与洋地黄毒苷峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含洋地黄毒苷的量不得过 2.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(2.0%),杂质总量不得过 4.0%。

干燥失重 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 减压干燥 1 小时,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取地高辛对照品适量,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 强心药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)地高辛口服溶液 (2)地高辛片 (3)地高辛注射液

地高辛口服溶液

Digoxin Koufurongye

Digoxin Oral Solution

本品含地高辛($C_{41}H_{64}O_{14}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为微黄色的澄清液体,略有醇味。

【鉴别】 (1) 取本品 5ml,浓缩至 1ml,置小试管中,加三氯化铁的冰醋酸溶液(取冰醋酸 10ml,加三氯化铁试液 1 滴)1ml,摇匀,沿管壁缓缓加硫酸 1ml 使成两液层,交界处即显棕色;放置后,上层显靛蓝色。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,即得。

对照品贮备液 取洋地黄毒苷对照品适量,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50 μ g 的溶液。

对照品溶液 精密量取对照品贮备液适量,用稀乙醇定量稀释制成每 1ml 中含 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液 1ml,加对照品贮备液 20 μ l,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(10:90)为流动相 A,乙腈-水(60:40)为流动相 B;按下表进行梯度洗脱;检测波长为 230nm;流速为每分钟 1.5ml;进样体积 100 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	60	40
5	60	40
15	0	100
20	0	100
20.1	60	40
30	60	40

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,洋地黄毒苷峰与相邻辅料峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与洋地黄毒苷峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过地高辛标示量的 2.0%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 精密量取本品 3ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 精密量取甲醇适量,用水稀释制成每 1ml 中含 0.5 μ l 的溶液,精密量取 3ml,置顶空瓶中,密封。

系统适用性溶液 精密量取对照品溶液 3ml,置顶空瓶中,加乙醇 0.3ml,密封。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟,以每分钟 25 $^{\circ}$ C 的速率升温至 220 $^{\circ}$ C,维持 2 分钟;进样口温度为 150 $^{\circ}$ C,检测器温度为 200 $^{\circ}$ C;顶空瓶平衡温度为 85 $^{\circ}$ C,平衡时间为 20 分钟。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,甲醇峰与乙醇峰的分度应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇的残留量不得过 0.05%(ml/ml)。

乙醇量 取本品,照乙醇量测定法(通则 0711)测定,含乙醇应为 9.0%~11.0%。

其他 应符合口服溶液剂项下有关的各项规定(通则 0123)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 5ml,置 25ml 量瓶中,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取地高辛对照品,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(32:68)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按地高辛峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同地高辛。

【规格】 (1)10ml:0.5mg (2)30ml:1.5mg
(3)100ml:5mg

【贮藏】 密封保存。

地 高 辛 片

Digaoxin Pian

Digoxin Tablets

本品含地高辛($C_{41}H_{64}O_{14}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于地高辛 0.25mg),加三氯化铁的冰醋酸溶液(取冰醋酸 10ml,加三氯化铁试液 1 滴)1ml,振摇数分钟,用垂熔玻璃漏斗滤过,滤液置小试管中,沿管壁缓缓加硫酸 1ml 使成两液层,接界面即显棕色;放置后,上层显靛蓝色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于地高辛 10mg),精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇 10ml,密塞,超声约 30 分钟使地高辛溶解,放冷,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取洋地黄毒苷对照品,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.02mg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地高辛有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与洋地黄毒苷峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含洋地黄毒苷不得过地高辛标示量的 2.0%;其他单个杂质(相对保留时间 0.25 之前的峰除外)峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(2.0%),杂质总量不得过 4.0%。

含量均匀度 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加水 10ml,振摇使崩解,加乙醇 10ml,摇匀,超声约 30 分钟使地高辛溶解,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀,经滤膜(孔径不得大于 0.45 μ m)滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取地高辛对照品适量,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定含量。除限度为 $\pm 20\%$ 外,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以水 250ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,取续滤液。

对照品溶液 取地高辛对照品约 12.5mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加稀乙醇适量,振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 100 μ l。

系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 65%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于地高辛 2.5mg),置 25ml 量瓶中,加稀乙醇适量,超声约 30 分钟使地高辛溶解,放冷,加稀乙醇稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 取地高辛对照品,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(32:68)为流动相;柱温为 30 $^{\circ}$ C;检测波长为 230nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按地高辛峰计算不低于 1500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同地高辛。

【规格】 0.25mg

【贮藏】 密封保存。

地高辛注射液

Digoxin Zhushuye

Digoxin Injection

本品为地高辛的灭菌水溶液。含地高辛($C_{41}H_{64}O_{14}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml(约相当于地高辛 0.25mg)置小

试管中,照地高辛鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 6.5~7.5(通则 0631)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 地高辛中含内毒素的量应小于 200EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 2ml(约相当于地高辛 0.5mg),置 5ml 量瓶中,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取地高辛对照品适量,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(32:68)为流动相;柱温为 30 $^{\circ}$ C;检测波长为 230nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按地高辛峰计算不低于 1500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同地高辛。

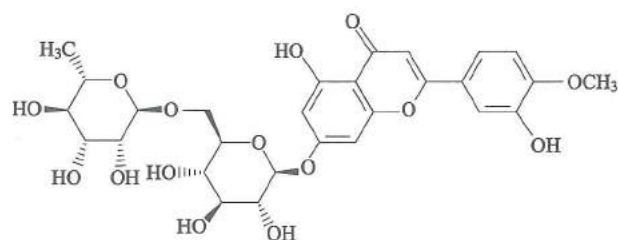
【规格】 2ml:0.5mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

地奥司明

Di'aosiming

Diosmin



$C_{28}H_{32}O_{15}$ 608.54

本品为 7-[[6-O-(6-脱氧- α -L-吡喃甘露糖基)- β -D-吡喃葡萄糖基]氧基]-5-羟基-2-(3-羟基-4-甲氧基苯基)-4H-1-苯并吡喃-4-酮。按干燥品计算,含地奥司明($C_{28}H_{32}O_{15}$)不得少于 90.0%。

【性状】 本品为灰黄色至黄色粉末或结晶性粉末;无臭。

本品在二甲基亚砆中溶解,在水、甲醇或乙醇中不溶;在 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中极微溶解,在 0.1mol/L 盐酸溶液中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品 2mg,加二甲基亚砆 2ml 使溶解,加甲醇 2ml 和镁粉少许,滴加浓盐酸数滴,溶液渐变为红色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的

保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3) 取本品适量,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液适量,超声使溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 与 370nm 的波长处有最大吸收,在 247nm 与 324nm 的波长处有最小吸收。

(4) 本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 硫酸盐 取本品 2.0g,加水 80ml,振摇,滤过,取续滤液 40ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

橙皮苷 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取橙皮苷对照品 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用二甲基亚砷稀释至刻度,摇匀。

供试品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见有关物质项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含橙皮苷不得过 5.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 25mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取地奥司明对照品约 10mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 3ml,置 100ml 量瓶中,用二甲基亚砷稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取地奥司明约 10mg,置 10ml 量瓶中,加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度,摇匀,作为溶液(1)。另取橙皮苷约 10mg,置 10ml 量瓶中,加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度,摇匀,量取 1ml 与溶液(1)3ml 置同一 100ml 量瓶中,用二甲基亚砷稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 取对照品溶液适量,用二甲基亚砷稀释 20 倍。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Phenomenex C18, 4.6mm \times 100mm, 3 μ m 或效能相当色谱柱);以水-甲醇-冰醋酸-乙腈(66:28:6:2)为流动相;检测波长为 275nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,橙皮苷峰与地奥司明峰的分离度应大于 4.6。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主峰保留时间的 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除橙皮苷外,按外标法以峰面积计算,单个杂质含量不得大于 3.0%,含量在 1.0%~3.0% 的单个杂质不得多于 3 个,杂质总量不得过 8.0%,小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加二甲基亚砷溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 40mg 的溶液。

对照品溶液 取甲醇、吡啶与 *N,N*-二甲基甲酰胺适量,精密称定,用二甲基亚砷定量稀释制成每 1ml 中含 120 μ g、8 μ g 与 35.2 μ g 的混合溶液。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 70 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟;进样口温度为 250 $^{\circ}$ C;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C,以每分钟 25 $^{\circ}$ C 的速率升温至 230 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟;进样体积 1 μ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、吡啶与 *N,N*-二甲基甲酰胺的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.5%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取地奥司明对照品适量,精密称定,加二甲基亚砷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 毛细血管保护药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 地奥司明片

地奥司明片

Di'aoosiming Pian

Diosmin Tablets

本品含地奥司明($C_{28}H_{32}O_{15}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显淡黄色至棕黄色。

【鉴别】 (1) 取本品细粉适量(约相当于地奥司明 10mg),加二甲基亚砷 10ml,振摇,滤过,取滤液 2ml,照地奥司明项下的鉴别(1)试验,显相同反应。

(2) 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3) 取本品细粉适量,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液适量,超声使地奥司明溶解并稀释制成每 1ml 中含地奥司明 10 μ g 的

溶液,滤过,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 与 370nm 的波长处有最大吸收,在 247nm 与 324nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 橙皮苷 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见有关物质项下。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地奥司明橙皮苷项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含橙皮苷不得过地奥司明标示量的 5.0%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,去除薄膜衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于地奥司明 0.1g),置 100ml 量瓶中,加二甲基亚砷溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地奥司明有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除橙皮苷外,按外标法以峰面积计算,单个杂质含量不得大于 3.0%,含量在 1.0%~3.0% 的单个杂质不得多于 3 个,杂质总量不得过 8.0%,小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取有关物质项下的供试品溶液 5ml,置 25ml 量瓶中,用二甲基亚砷稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地奥司明含量测定项下。

【类别】 同地奥司明。

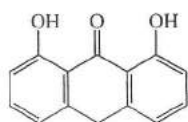
【规格】 0.45g

【贮藏】 密封保存。

地 蒽 酚

Di'enfen

Dithranol



$C_{14}H_{10}O_3$ 226.23

本品为 1,8-二羟基-9-蒽酮。按干燥品计算,含 $C_{14}H_{10}O_3$ 不得少于 95.0%。

【性状】 本品为黄色至淡黄棕色结晶或粉末,无臭。

本品在三氯甲烷中溶解,在乙醇中极微溶解,在水中几乎不溶;在冰醋酸中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 176~181℃。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光

光度法(通则 0401),在 240~400nm 的波长范围内测定吸光度,在 257nm、289nm 与 356nm 的波长处有最大吸收。在 257nm 与 289nm 处吸光度的比值应为 1.06~1.10;在 356nm 与 289nm 处吸光度的比值应为 0.90~0.94。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 140 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 25ml,摇匀,滤过;取续滤液 10ml,加甲基红指示剂 2 滴,不得显红色。

二羟基蒽醌 取本品,加三氯甲烷制成每 1ml 中约含 0.10mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 432nm 的波长处测定吸光度,不得过 0.12。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 356nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{14}H_{10}O_3$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 463 计算。

【类别】 银屑病用药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 地蒽酚软膏

地 蒽 酚 软 膏

Di'enfen Ruangao

Dithranol Ointment

本品含地蒽酚($C_{14}H_{10}O_3$)应为标示量的 85.0%~110.0%。

【性状】 本品为黄色软膏。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于地蒽酚 0.5mg),加氢氧化钠试液 5ml,置水浴上加热,溶液应显红色。

(2)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,供试品溶液在 440~470nm 波长范围内的吸收光谱应与对照品溶液的吸收光谱一致。

【检查】 应符合软膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于地蒽酚 2mg),精密称定,置 50ml 烧杯中,加冰醋酸 10ml,置水浴上加热使基质熔化,不断搅拌提取 3 分钟,置冷水浴中冷却使基质凝固,将提取液滤过,滤液置 50ml 量瓶中,基质再用同法提取 3 次,每次用冰醋酸 10ml,提取液均滤入同一量瓶中,加冰醋酸稀释

至刻度,摇匀。

对照品溶液 取地塞米松对照品适量,精密称定,加冰醋酸溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含地塞米松 40μg 的溶液。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 5ml,分别置 25ml 量瓶中,各精密加 5% 亚硝酸钠溶液(临用新制)1ml,摇匀,置水浴中加热 3 分钟,取出,立即放冷,用冰醋酸稀释至刻度,摇匀(必要时滤过)。在 450nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同地塞米松。

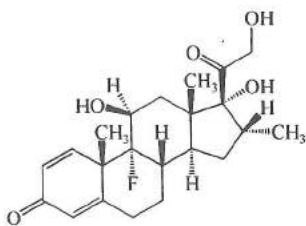
【规格】 (1)0.1% (2)0.5% (3)1%

【贮藏】 遮光,密封保存。

地塞米松

Disaimisong

Dexamethasone



$C_{22}H_{29}FO_5$ 392.47

本品为 16 α -甲基-11 β ,17 α ,21-三羟基-9 α -氟孕甾-1,4-二烯-3,20-二酮。按干燥品计算,含 $C_{22}H_{29}FO_5$ 应为 97.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇、乙醇、丙酮或二氧六环中略溶,在三氯甲烷中微溶,在乙醚中极微溶解,在水中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加二氧六环溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +72°至 +80°。

吸收系数 取本品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 240nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 380~410。

【鉴别】 (1)取本品约 2mg,加硫酸 2ml,振摇使溶解,5 分钟内显淡红棕色,加水 10ml 混匀,颜色消失。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 741 图)一致。

(4)本品显有机氟化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量

稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 取倍他米松对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,精密加供试品溶液 1ml,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(28:72)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中,出峰顺序依次为倍他米松峰与地塞米松峰,两峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中,如有与倍他米松保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中地塞米松峰面积(1.0%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中地塞米松峰面积的 1.5 倍(1.5%),小于对照溶液中地塞米松峰面积 0.01 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥 3 小时,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.2%(通则 0841)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

对照品溶液 取地塞米松对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下的对照溶液。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为倍他米松峰与地塞米松峰,两峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 肾上腺皮质激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 地塞米松片

地塞米松片

Disaimisong Pian

Dexamethasone Tablets

本品含地塞米松($C_{22}H_{29}FO_5$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品 10 片,研细,加甲醇 25ml,振摇 30 分钟使地塞

米松溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣显有机氟化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置研钵中,加流动相 2ml,研磨,用流动相分次转移至 25ml 量瓶中,超声使地塞米松溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定项下的方法测定,按外标法以峰面积计算每片的含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取地塞米松对照品约 10mg,置 100ml 量瓶中,加甲醇 5ml,振摇使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 0.75μg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 50μl。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于地塞米松 1.5mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇 4 滴湿润,加流动相适量,振摇使地塞米松溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取地塞米松对照品约 15mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 2ml 溶解后,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见地塞米松含量测定项下。

【类别】 同地塞米松。

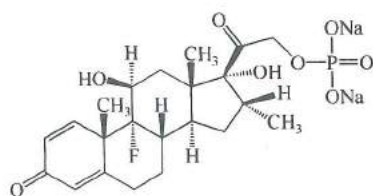
【规格】 0.75mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

地塞米松磷酸钠

Disaimisong Linsuanna

Dexamethasone Sodium Phosphate



$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$ 516.41

本品为 16α-甲基-11β,17α,21-三羟基-9α-氟孕甾-1,4-二烯-3,20-二酮-21-磷酸酯二钠盐。按无水与无溶剂物计算,含 $C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$ 应为 97.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末;无臭,有引湿性。

本品在水或甲醇中溶解,在丙酮或乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +72°至 +80°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 141 图)一致。

(3)本品显有机氟化物的鉴别反应(通则 0301)。

(4)取本品约 40mg,加硫酸 2ml,缓缓加热至发生白烟,滴加硝酸 0.5ml,继续加热至氧化氮蒸气除尽,放冷,滴加水 2ml,再缓缓加热至发生白烟,溶液显微黄色,放冷,滴加水 10ml,用氨试液中和至溶液遇石蕊试纸显中性反应,加少许活性炭脱色,滤过,滤液显钠盐与磷酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 碱度 取本品 0.1g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.5~10.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.20g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓;如显色,与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

游离磷酸盐 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密称取本品 20mg,置 25ml 量瓶中,加水 15ml 使溶解,精密加钼酸铵硫酸试液 2.5ml 与 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶液(取无水亚硫酸钠 5g、亚硫酸氢钠 94.3g 与 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸 0.7g,充分混合,临用时取此混合物 1.5g 加水 10ml 使溶解,必要时滤过)1ml,加水至刻度,摇匀,在 20℃ 放置 30~50 分钟。

对照溶液 取标准磷酸盐溶液[精密称取经 105℃ 干燥 2 小时的磷酸二氢钾 0.35g,置 1000ml 量瓶中,加硫酸溶液(3→10)10ml 与水适量使溶解,用水稀释至刻度,摇匀;临用时再稀释 10 倍]4.0ml,置 25ml 量瓶中,加水 11ml,自“精密加钼酸铵硫酸试液 2.5ml”起,制备方法同供试品溶液。

测定法 取供试品溶液与对照溶液,在 740nm 的波长处分别测定吸光度。

限度 供试品溶液的吸光度不得大于对照溶液的吸光度。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取地塞米松对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,精密量取

1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取地塞米松磷酸钠,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,另取地塞米松,加甲醇溶液并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。分别量取上述两种溶液适量,加流动相稀释制成每 1ml 中各约含 10 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以三乙胺溶液(取三乙胺 7.5ml,加水稀释至 1000ml,用磷酸调节 pH 值至 3.0 \pm 0.05)-甲醇-乙腈(55:40:5)为流动相;检测波长为 242nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按地塞米松磷酸酯峰计算不低于 7000,地塞米松磷酸酯峰与地塞米松峰之间的分离度应大于 4.4。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液色谱图中地塞米松保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%;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%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

内标溶液 取正丙醇,用水稀释制成 0.02%(ml/ml)的溶液。

供试品溶液 取本品约 1.0g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加内标溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 取甲醇约 0.3g、乙醇约 0.5g 与丙酮约 0.5g,精密称定,置 100ml 量瓶中,用内标溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用内标溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 用 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱,起始温度为 40 $^{\circ}$ C,以每分钟 5 $^{\circ}$ C 的速率升温至 120 $^{\circ}$ C,维持 1 分钟,顶空瓶平衡温度为 90 $^{\circ}$ C,平衡时间为 60 分钟。

系统适用性要求 理论板数按正丙醇峰计算不低于 10 000,各成分峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 分别量取供试品溶液与对照品溶液顶空瓶上层气体 1ml,注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积计算,甲醇、乙醇与丙酮的残留量均应符合规定。

水分 取本品适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 15.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 20mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

对照品溶液 取地塞米松磷酸酯对照品约 20mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积乘以 1.0931 计算。

【类别】 肾上腺皮质激素药。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)地塞米松磷酸钠注射液 (2)地塞米松磷酸钠滴眼液

地塞米松磷酸钠注射液

Disaimisong Linsuanna Zhusheyey

Dexamethasone Sodium Phosphate Injection

本品为地塞米松磷酸钠的灭菌水溶液。含地塞米松磷酸钠($C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

本品可加适量的稳定剂及助溶剂。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 7.0~8.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相定量稀释制成每 1ml 中约含地塞米松磷酸钠 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取地塞米松对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

杂质 I 定位溶液 称取地塞米松磷酸钠约 10mg,置 10ml 量瓶中,加亚硫酸氢钠溶液(称取亚硫酸氢钠约 15g,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,用 30%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 8.0)3ml,超声使溶解,用新沸冷水(用 30%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 8.0)稀释至刻度,在水浴中加热 30 分钟,放冷。

系统适用性溶液 见地塞米松磷酸钠有关物质项下。

色谱条件 见地塞米松磷酸钠有关物质项下。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Thermo BDS HYPERSIL C18, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m 或分离效能相当的色谱柱),柱温为 40 $^{\circ}$ C。

系统适用性要求 见地塞米松磷酸钠有关物质项下。杂质 I 定位溶液色谱图中,地塞米松磷酸酯峰的保留时间为

20~25 分钟,杂质 I 的相对保留时间约为 0.3。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中,如有与地塞米松保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.5%;如有与杂质 I 定位溶液色谱图中杂质 I 保留时间一致的色谱峰,按校正后的峰面积计算(乘以校正因子 1.41)不得大于对照溶液主峰面积(1.0%);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%),校正后的杂质 I 峰面积与其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),与地塞米松磷酸酯峰相对保留时间为 0.2 之前的辅料峰忽略不计,小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 地塞米松磷酸钠中含内毒素的量应小于 1.2EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含地塞米松磷酸钠 0.4mg 的溶液,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地塞米松磷酸钠含量测定项下。

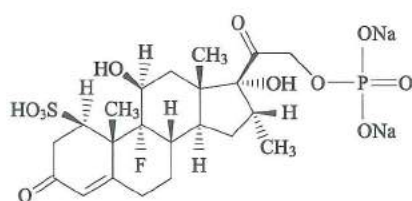
【类别】 同地塞米松磷酸钠。

【规格】 (1)1ml:1mg (2)1ml:2mg (3)1ml:5mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

附:

杂质 I



$C_{22}H_{30}FNa_2O_{11}PS$ 598.48

16 α -甲基-11 β ,17 α ,21-三羟基-9 α -氟-1 β -磺酸基孕甾-4-烯-3,20-二酮-21-磷酸酯二钠盐

地塞米松磷酸钠滴眼液

Disaimisong Linsuanna Diyanye

Dexamethasone Sodium Phosphate Eye Drops

本品含地塞米松磷酸钠($C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 7.0~8.5(通则 0631)。

渗透压摩尔浓度 照渗透压摩尔浓度测定法(通则 0632)测定,渗透压摩尔浓度比应为 0.9~1.1。

其他 应符合眼用制剂项下有关的各项规定(通则 0105)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品 10ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置另一 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见地塞米松磷酸钠含量测定项下。

【类别】 同地塞米松磷酸钠。

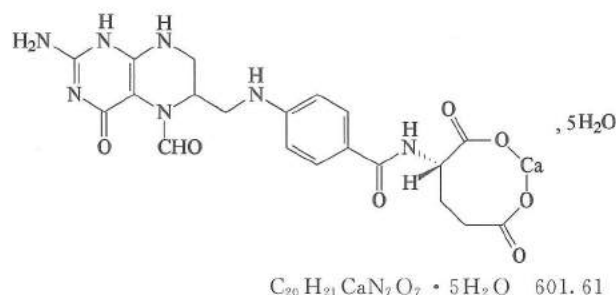
【规格】 5ml:1.25mg

【贮藏】 密闭,在凉暗处保存。

亚叶酸钙

Yayesuangai

Calcium Folate



本品为 *N*-[4-[(2-氨基-5-甲酰基-1,4,5,6,7,8-六氢-4-氧代-6-蝶啶基)甲基]氨基]苯甲酰基-L-谷氨酸钙盐五水合物。按无水物计算,含 $C_{20}H_{21}CaN_7O_7$ 应为 95.0%~102.0%。

【性状】 本品为类白色至微黄色结晶或无定形粉末;无臭。

本品在水中溶解,在乙醇或乙醚中几乎不溶;在 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中溶解。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液溶解并制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 282nm 的波长处有最大吸收,在 241nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱一致(光谱集 737)或与对照品的图谱一致。若不一致,将对照品与供试品分别用水溶解(水尽量少),滴加丙酮使产生足量沉淀,放置 15

分钟,离心,用少量丙酮洗涤沉淀两次,干燥,用残渣绘制红外光吸收谱图,应符合规定(通则 0402)。

(4)本品的水溶液显钙盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸碱度 取本品 1.25g,加水 50ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.8~8.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加水溶解并制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以含 0.1% 四丁基氢氧化铵的磷酸氢二钠缓冲液(取 10% 四丁基氢氧化铵水溶液 8.0ml 和磷酸氢二钠 2.2g,加水溶解使成 780ml,并用磷酸调节 pH 值至 7.8)-甲醇(78:22)为流动相;柱温为 40℃;检测波长为 280nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按亚叶酸峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

供试品溶液 取本品 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取甲醇与乙醇适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中约含甲醇 0.12mg 与乙醇 0.4mg 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)为固定液,柱温为 50℃,进样口温度为 200℃,检测器温度为 250℃。顶空瓶平衡温度为 70℃,平衡时间为 30 分钟。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,含甲醇不得过 0.3%,含乙醇不得过 1.0%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 16.0%。

重金属 取本品 0.40g,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之五十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取亚叶酸钙对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入

液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 解毒药、抗贫血药。

【贮藏】 遮光,严封,在阴凉处保存。

【制剂】 (1)亚叶酸钙片 (2)亚叶酸钙注射液 (3)亚叶酸钙胶囊

亚叶酸钙片

Yayesuangaì Pian

Calcium Folate Tablets

本品含亚叶酸钙按亚叶酸($C_{20}H_{23}N_7O_7$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色至黄色片。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液溶解并制成每 1ml 中约含亚叶酸 10 μ g 的溶液,滤过,取滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 282nm 的波长处有最大吸收,在 241nm 的波长处有最小吸收。

(3)取本品细粉适量(约相当于亚叶酸 15mg),加水 4ml,振摇,滤过,滤液显钙盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉,加水溶解并制成每 1ml 中约含亚叶酸 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见亚叶酸钙有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 200ml 量瓶(15mg 规格)或 250ml 量瓶(25mg 规格)中,加水适量,振摇,使亚叶酸钙溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,并将结果乘以 0.9256,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液滤过,精密量取续滤液,用 0.2mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含亚叶酸 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 282nm 的波长处

测定吸光度,按 $C_{20}H_{21}CaN_7O_7$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 575 计算,并将结果与 0.9256 相乘,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于亚叶酸 20mg),置 200ml 量瓶中,加水适量,振摇,使亚叶酸钙溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见亚叶酸钙含量测定项下。

测定法 见亚叶酸钙含量测定项下。将结果乘以 0.9256。

【类别】 同亚叶酸钙。

【规格】 按 $C_{20}H_{23}N_7O_7$ 计 (1)15mg (2)25mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

亚叶酸钙注射液

Yayesuangaì Zhushēyē

Calcium Folate Injection

本品为亚叶酸钙的无菌水溶液。含亚叶酸钙以亚叶酸($C_{20}H_{23}N_7O_7$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色至黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释制成每 1ml 中约含亚叶酸 $10\mu\text{g}$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 282nm 的波长处有最大吸收,在 241nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品显钙盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 6.5~8.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,用水稀释制成每 1ml 中约含亚叶酸 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 $10\mu\text{g}$ 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见亚叶酸钙有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 亚叶酸中含内毒素的量应小于 0.36EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则

0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,用水定量稀释制成每 1ml 中约含亚叶酸 0.1mg 的溶液。

对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见亚叶酸钙含量测定项下。

测定法 见亚叶酸钙含量测定项下。将结果乘以 0.9256。

【类别】 同亚叶酸钙。

【规格】 按 $C_{20}H_{23}N_7O_7$ 计 (1)3ml : 30mg (2)5ml : 50mg (3)10ml : 0.1g

【贮藏】 遮光,冷处保存。

亚叶酸钙胶囊

Yayesuangaì Jiāonáng

Calcium Folate Capsules

本品含亚叶酸钙按亚叶酸($C_{20}H_{23}N_7O_7$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为类白色至黄色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的内容物,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液溶解并制成每 1ml 中约含亚叶酸 $10\mu\text{g}$ 的溶液,滤过,取滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 282nm 的波长处有最大吸收,在 241nm 的波长处有最小吸收。

(3)取本品的内容物适量(约相当于亚叶酸 15mg),加水 4ml,振摇,滤过,滤液显钙盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物,加水溶解并制成每 1ml 中约含亚叶酸 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 $10\mu\text{g}$ 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见亚叶酸钙有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%)。

含量均匀度 取本品 1 粒,置 250ml 量瓶中,加水适量,振摇使亚叶酸钙溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定,并将结果乘以 0.9256,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)

测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

测定法 取溶出液滤过,精密量取续滤液,用 0.2mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含亚叶酸 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 282nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{20}H_{21}CaN_7O_7$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 575 计算,并将结果与 0.9256 相乘,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒的内容物,精密称定,混合均匀,研细,精密称取适量(约相当于亚叶酸 20mg),置 200ml 量瓶中,加水适量,振摇使亚叶酸钙溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过。

对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见亚叶酸钙含量测定项下。

测定法 见亚叶酸钙含量测定项下。将结果乘以 0.9256。

【类别】 同亚叶酸钙。

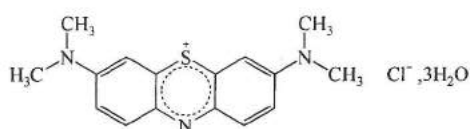
【规格】 25mg(按 $C_{20}H_{23}N_7O_7$ 计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

亚 甲 蓝

Yajialan

Methylthioninium Chloride



$C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$ 373.90

本品为氯化 3,7-双(二甲氨基)吩噻嗪-5-鎓三水合物。按干燥品计算,含 $C_{16}H_{18}ClN_3S$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为深绿色、有铜光的柱状结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水或乙醇中易溶。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 50ml 溶解后,显深蓝色;分取溶液 10ml,加稀硫酸 1ml 与锌粉 0.1g,蓝色即消失,滤过,滤液置空气中或加过氧化氢试液 1 滴,复显蓝色;另取溶液 10ml,加碘化钾试液数滴,即生成深蓝色的绒毛状沉淀,沉淀后,上层溶液显淡蓝色;再取溶液 10ml,加 0.1mol/L 碘溶液数滴,即显深棕色;加 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液复显蓝色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 143 图)一致。

【检查】 干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 18.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 1.2%(通则 0841)。

锌盐 取本品 0.10g,加硫酸数滴湿润后,炽灼,残渣中加稀盐酸 5ml 与水 5ml,煮沸,加氨试液 5ml,滤过,滤液中加硫化铵试液 2 滴,不得发生沉淀或浑浊。

砷盐 取本品 0.20g,加氢氧化钙 0.5g,混合,加水少量,搅拌均匀,干燥后,先用小火烧灼使炭化,再在 600~700℃ 炽灼使完全灰化,放冷,加盐酸 5ml 与水 23ml 使溶解,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.001%)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,置烧杯中,加水 40ml 溶解后,置水浴上加热至 75℃,精密加重铬酸钾滴定液(0.016 67mol/L)25ml,摇匀,在 75℃ 保温 20 分钟,放冷,用垂熔玻璃漏斗滤过,烧杯与漏斗用水洗涤 4 次,每次 2.5ml,滤过,合并滤液与洗液,移置具塞锥形瓶中,加水 250ml、硫酸溶液(1→5)25ml 与碘化钾试液 10ml,摇匀,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液 2ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 重铬酸钾滴定液(0.016 67mol/L)相当于 10.66mg 的 $C_{16}H_{18}ClN_3S$ 。

【类别】 解 毒 药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 亚甲蓝注射液

亚甲蓝注射液

Yajialan Zhushuye

Methylthioninium Chloride Injection

本品为亚甲蓝的灭菌水溶液。含亚甲蓝($C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

本品中加有 5% 的葡萄糖。

【性状】 本品为深蓝色的澄明液体。

【鉴别】 取本品,照亚甲蓝项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

【检查】 pH 值 应为 3.5~5.0(通则 0631)。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于亚甲蓝 20mg),用稀乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

对照品溶液 取亚甲蓝对照品适量,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 661nm 的波长处分别测定吸光度,计算,即得供试量中含有 $C_{16}H_{18}ClN_3S$ 。

3H₂O 的量。

【类别】 同亚甲蓝。

【规格】 (1)2ml : 20mg (2)5ml : 50mg (3)10ml : 100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

亚 硝 酸 钠

Yaxiaosuanna

Sodium Nitrite

NaNO₂ 69.00

本品按干燥品计算,含 NaNO₂ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为无色或白色至微黄色的结晶;无臭;有引湿性;水溶液显碱性反应。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶。

【鉴别】 (1)取本品的水溶液(0.3→10)约 1ml,加醋酸成酸性后,加新制的硫酸亚铁试液数滴,即显棕色。

(2)取上述溶液适量,加稀无机酸,加热,即发生红棕色的气体。

(3)本品显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 溶液的颜色 取本品 2.5g,加水 50ml 溶解,溶液颜色与黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品 0.30g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.03%)。

干燥失重 取本品,置硫酸干燥器中干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

重金属 取本品 2.0g,加稀盐酸 6ml 溶解后,置水浴上蒸干并不断搅拌,使残渣成粗粉,再加水 5ml,蒸干,加水 23ml 与醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 溶解后,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 1.0g,加硫酸 0.4ml 与水 1ml,蒸干,加热至发生浓白烟,放冷,加盐酸 5ml 与水 23ml 溶解后,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】 取本品约 1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 10ml,随摇动随缓缓加至酸性的高锰酸钾溶液[精密量取高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)50ml,置具塞锥形瓶中,加水 100ml 与硫酸 5ml 混合制成]中,加入时,吸管的尖端须插入液面下,加完后密塞,放置 10 分钟,加碘化钾 3g,密塞,轻轻振摇使溶解,放置 10 分钟,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液 2ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)相当于

3.45mg 的 NaNO₂。

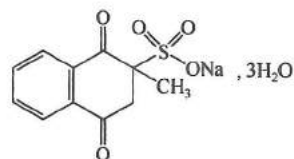
【类别】 解毒药。

【贮藏】 密封保存。

亚硫酸氢钠甲萘醌

Yaliusuanqingna Jianaikun

Menadione Sodium Bisulfite



C₁₁H₉NaO₅S · 3H₂O 330.30

本品为亚硫酸氢钠甲萘醌与亚硫酸氢钠的混合物。按干燥品计算,含 C₁₁H₉NaO₅S · 3H₂O 应为 63.0%~75.0%;含 NaHSO₃ 应为 30.0%~38.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭或微有特臭;有引湿性;遇光易分解。

本品在水中易溶,在乙醇或乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加水 5ml 溶解后,滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液,即发生鲜黄色沉淀。

(2)取本品约 80mg,加水 2ml 溶解后,加稀盐酸数滴,温热,即发生二氧化硫的臭气。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 457 图)一致。

【检查】 磺酸亚硫酸氢钠甲萘醌 取本品 0.1g,加水 5ml 溶解后,加邻二氮菲试液 2 滴,不得发生沉淀。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分应为 9.0%~13.0%。

【含量测定】 亚硫酸氢钠 取本品约 1.5g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 15ml,置具塞锥形瓶中,精密加碘滴定液(0.05mol/L)25ml,密塞混合,放置 5 分钟,缓缓加盐酸 1ml,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液 3ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 5.203mg 的 NaHSO₃。

亚硫酸氢钠甲萘醌 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品约 1.0g,精密称定,置 200ml 量瓶中,加水使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 20ml,置分液漏斗中,加三氯甲烷 40ml 与碳酸钠试液 5ml,剧烈振摇 30 秒,静置,分取三氯甲烷层,用三氯甲烷湿润的脱脂棉滤过,滤液置 200ml 量瓶中,立即用三氯甲烷 40ml 洗涤滤器,洗液并入量瓶中,水层用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 20ml,提取液

滤过,并用三氯甲烷 20ml 洗涤滤器,合并提取液与洗液置量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲萘醌对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,用 2% 三氯甲烷的无水乙醇溶液作空白,在 250nm 的波长处分别测定吸光度,计算,并将结果与 1.918 相乘,即得供试品中含 $C_{11}H_9NaO_5S \cdot 3H_2O$ 的量。

【类别】 维生素类药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 亚硫酸氢钠甲萘醌注射液

亚硫酸氢钠甲萘醌注射液

Yaliusuanqingna Jianaikun Zhushuye

Menadione Sodium Bisulfite Injection

本品为亚硫酸氢钠甲萘醌的灭菌水溶液。含亚硫酸氢钠甲萘醌($C_{11}H_9NaO_5S \cdot 3H_2O$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体,遇光易分解。

【鉴别】 取本品适量,照亚硫酸氢钠甲萘醌项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

【检查】 pH 值 应为 2.0~4.0(通则 0631)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 亚硫酸氢钠甲萘醌中含内毒素的量应小于 20EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。避光操作。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于甲萘醌 20mg),置分液漏斗中,加三氯甲烷 40ml 与碳酸钠试液 2.5ml,剧烈振摇 30 秒,静置,分取三氯甲烷层,用三氯甲烷湿润的脱脂棉滤过,滤液置 100ml 量瓶中,立即用三氯甲烷 20ml 洗涤滤器,洗液并入量瓶中,水层用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 10ml,提取液滤过,并用三氯甲烷 20ml 洗涤滤器,合并提取液与洗液置量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液与测定法 见亚硫酸氢钠甲萘醌含量测定项下。

【类别】 同亚硫酸氢钠甲萘醌。

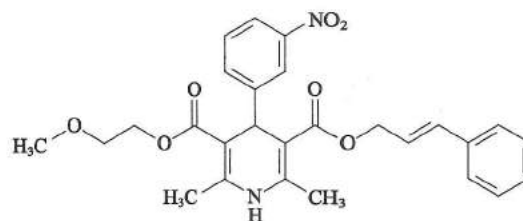
【规格】 (1)1ml:2mg (2)1ml:4mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

西尼地平

Xinidiping

Cilnidipine



$C_{27}H_{28}N_2O_7$ 492.53

本品为(±)2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)-1,4-二氢-3,5-吡啶二甲酸 3-(2-甲氧基)乙酯 5-(3-苯基)-2(E)-丙烯酯。按干燥品计算,含 $C_{27}H_{28}N_2O_7$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为淡黄色粉末。

本品在丙酮或乙酸乙酯中易溶,在甲醇或乙醇中略溶,在水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品 20mg,加锌粉少许,加稀盐酸 1ml,水浴中加热 10 分钟,放冷,滴加亚硝酸钠试液 2 滴,再滴加碱性 β-萘酚试液数滴,即生成橙红色沉淀。

(2)取本品适量,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 50μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 356nm 的波长处有最大吸收,在 305nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,再精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取西尼地平对照品[置石英杯中,紫外光灯(254nm)下光照 5~6 小时]适量和杂质 I 对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 0.1mg 和 5μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Kromasil 100-5 C18 柱,4.6mm×250mm,5μm,或效能相当的色谱柱);以 0.025mol/L 磷酸二氢铵溶液为流动相 A;乙腈-环己烷(60:1)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;柱温为 40℃;检测波长为 240nm;进样体积 10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	43	57
10	43	57
20	20	80
30	20	80
31	43	57
45	43	57

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序为西尼地平峰、Z-异构体峰和杂质 I 峰,西尼地平峰与 Z-异构体峰之间的分离度、Z-异构体峰与杂质 I 峰之间的分离度均应符合要求,理论板数按西尼地平峰计算不低于 7000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 Z-异构体峰和杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,Z-异构体峰的峰面积乘以 1.13 不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),杂质 I 峰的峰面积乘以 1.53 不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%);其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),Z-异构体峰的峰面积乘以 1.13、杂质 I 峰的峰面积乘以 1.53 后与其他各单个杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

内标溶液 取正庚烷约 0.625g,用 N,N-二甲基甲酰胺稀释至 500ml,摇匀。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加内标溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5g 的溶液。

对照品溶液 取乙醇、二氯甲烷、环己烷、乙酸乙酯、2-甲氧基乙醇与正丁醇各适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中分别含 2.5mg、0.3mg、1.94mg、2.5mg、0.025mg 与 2.5mg 的混合溶液。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液,起始温度为 45℃,维持 10 分钟,以每分钟 20℃的速率升温至 200℃,维持 2 分钟;进样口温度为 220℃;检测器温度为 240℃;进样体积 1μl。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,乙醇、二氯甲烷、环己烷、乙酸乙酯、2-甲氧基乙醇与正丁醇各组分峰之间与内标峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积计算,乙醇、二氯甲烷、环己烷、乙酸乙酯、2-甲氧基乙醇与正丁醇的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品 1.0g,在 80℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.16g,精密称定,加无水乙醇 15ml,于 40℃水浴中加热使溶解,加高氯酸溶液(取 70%高氯酸溶液 8.5ml,加水至 100ml)10ml,加邻二氮菲指示液 2 滴,用硫酸铈滴定液(0.1mol/L)滴定至橙红色消失。每 1ml 硫酸铈滴定液(0.1mol/L)相当于 24.63mg 的 $C_{27}H_{28}N_2O_7$ 。

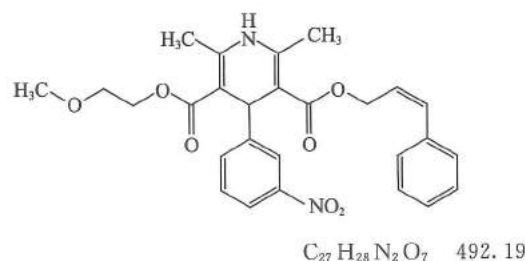
【类别】 钙通道阻滞药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)西尼地平片 (2)西尼地平胶囊

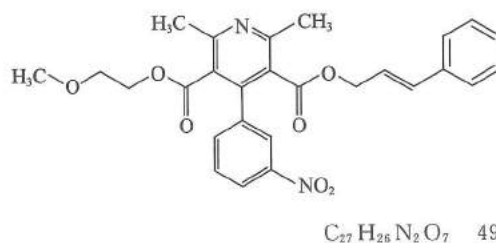
附:

Z-异构体



(±)2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)-1,4-二氢吡啶-3,5-二甲酸 3-(2-甲氧基)乙酯 5-(3-苯基)-2(Z)-丙烯酸酯

杂质 I



2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)吡啶-3,5-二甲酸 3-(2-甲氧基)乙酯 5-(3-苯基)-2(E)-丙烯酸酯

西尼地平片

Xinidiping Pian

Cilnidipine Tablets

本品含西尼地平($C_{27}H_{28}N_2O_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于西尼地平 5mg),置 100ml 量瓶中,加无水乙醇使西尼地平溶解并稀释至刻度,

摇匀,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 356nm 的波长处有最大吸收,在 305nm 的波长处有最小吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于西尼地平 10mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使西尼地平溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,再精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见西尼地平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 Z-异构体峰和杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,Z-异构体峰的峰面积乘以 1.13 不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%),杂质 I 峰的峰面积乘以 1.53 不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(0.3%);其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),Z-异构体峰的峰面积乘以 1.13、杂质 I 峰的峰面积乘以 1.53 后与其他各单个杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.4%十二烷基硫酸钠溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取西尼地平对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加无水乙醇 2ml 使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 3ml(5mg 规格)或 5ml(10mg 规格),置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 242nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

含量均匀度 取本品 1 片,置 50ml(5mg 规格)或 100ml(10mg 规格)量瓶中,加无水乙醇适量,超声约 10 分钟使西尼地平溶解,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另精密称取西尼地平对照品适量,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 μ g 的溶液,作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 356nm 的波长处分别测定吸光度,计算含量,应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见有关物质项下。

对照品溶液 取西尼地平对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.025mol/L 磷酸二氢铵溶液-环己烷(60:39:1)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 西尼地平峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求,理论板数按西尼地平峰计算不低于 7000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同西尼地平。

【规格】 (1)5mg (2)10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

西尼地平胶囊

Xinidiping Jiaonang

Cilnidipine Capsules

本品含西尼地平($C_{27}H_{28}N_2O_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为淡黄色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于西尼地平 5mg),加无水乙醇使西尼地平溶解并稀释制成每 1ml 中约含西尼地平 0.05mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 356nm 的波长处有最大吸收,在 305nm 的波长处有最小吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于西尼地平 10mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使西尼地平溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,再精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见西尼地平有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 Z-异构体峰和杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,Z-异构体峰的峰面积乘以 1.13 不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%),杂质 I 峰的峰面积乘以 1.53 不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(0.3%);其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积

(0.2%), Z-异构体峰的峰面积乘以 1.13、杂质 I 峰的峰面积乘以 1.53 后与其他各单个杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 粒,将内容物倾入 50ml(5mg 规格)或 100ml(10mg 规格)量瓶中,囊壳用无水乙醇分次洗净,洗液并入量瓶中,超声 10 分钟,使西尼地平溶解,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另精密称取西尼地平对照品适量,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液,作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 356nm 的波长处分别测定吸光度,计算含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以 0.3% 十二烷基硫酸钠溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取西尼地平对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加无水乙醇 2ml 使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 3ml(5mg 规格)或 5ml(10mg 规格),置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 242nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒,精密称定,计算平均装量,倾出内容物,混匀,研细,精密称取适量(约相当于西尼地平 10mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使西尼地平溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取西尼地平对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.025mol/L 磷酸二氢铵溶液-环己烷(60:39:1)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 西尼地平峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求,理论板数按西尼地平峰计算不低于 7000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同西尼地平。

【规格】 (1)5mg (2)10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

西地碘含片

Xididian Hanpian

Cydiodine Buccal Tablets

本品含环糊精包裹的碘,按碘(I)计算应为标示量的 85.0%~115.0%。

【性状】 本品为浅棕黄色片。

【鉴别】 取本品 2 片,研细,置锥形瓶中,加水 10ml 使碘溶解,加淀粉指示液 2ml,即显蓝色,煮沸,蓝色即消失,放冷蓝色复出;经长时间煮沸后,蓝色不再重现。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置具塞锥形瓶中,加碘化钾 0.3g,水 100ml 与 10%醋酸溶液 6ml,照含量测定项下的方法,自“振摇使碘溶解”起,依法操作。计算含量,限度为 $\pm 20\%$,应符合规定(通则 0941)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于碘 10mg),置具塞锥形瓶中,加碘化钾 0.3g、水 150ml 与 10%醋酸溶液 10ml,振摇使碘溶解,精密加硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L) 10ml,摇匀,置暗处密闭放置 10 分钟,加淀粉指示液 2ml,用碘滴定液(0.005mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 的硫代硫酸钠溶液(0.01mol/L)相当于 1.269mg 的 I₂。

【类别】 消毒防腐药。

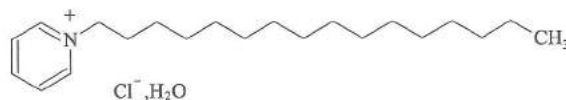
【规格】 1.5mg

【贮藏】 遮光、密封,在凉处保存。

西吡氯铵

Xibilu'an

Cetylpyridinium Chloride



$C_{21}H_{38}ClN \cdot H_2O$ 358.01

本品为 1-氯化十六烷基吡啶一水合物。按无水与无溶剂物计算,含 $C_{21}H_{38}ClN$ 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色鳞片状结晶或结晶性粉末;有滑腻感。

本品在乙醇、水或三氯甲烷中易溶,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 80~84℃。

【鉴别】 (1)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中

约含 40 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 259nm 的波长处有最大吸收,在 254nm 与 265nm 的波长处有肩峰。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

(3)取本品水溶液,加硝酸至酸性,如有白色沉淀析出则加热使之溶解,溶液显氯化物的鉴别反应(1)(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品 0.50g,加水 50ml 溶解后,加酚酞指示液 1 滴,用氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)滴定至红色,消耗的体积不得过 2.5ml。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g,加水 10ml 微热使溶解,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 2 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取杂质 I 对照品与西吡氯铵各适量,置同一量瓶中,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 5 μ g 与 1mg 的混合溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5 μ g 的溶液。

色谱条件 用氨基键合硅胶为填充剂;以甲醇为流动相 A;0.02mol/L 四甲基氢氧化铵溶液-0.003mol/L 磷酸二氢钾溶液(10:3,用冰醋酸调节 pH 值至 3.5 \pm 0.05)为流动相 B。按下表进行梯度洗脱,检测波长为 259nm;流速为每分钟 1ml;柱温为 30 $^{\circ}$ C;进样体积 50 μ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	50	50
8	70	30
30	70	30
32	50	50
40	50	50

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,西吡氯铵峰保留时间约为 10 分钟,杂质 I 峰与西吡氯铵峰之间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,西吡氯铵峰高的信噪比应不小于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液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 5 倍(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 10 倍(1.0%)。小于灵敏度溶

液主峰面积的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861)测定,应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分应为 4.5%~5.5%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加水 75ml 使溶解,加三氯甲烷 10ml 与溴酚蓝指示液 0.4ml,再加新配制的碳酸氢钠溶液(取碳酸氢钠 0.42g,加水至 100ml)5ml,摇匀,用四苯硼钠滴定液(0.02mol/L)滴定,近终点时,强力振摇,至三氯甲烷层蓝色消失。每 1ml 四苯硼钠滴定液(0.02mol/L)相当于 6.800mg 的 C₂₁H₃₈ClN。

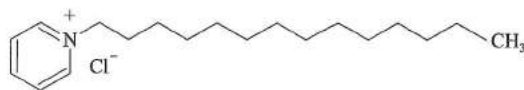
【类别】 消毒防腐药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 西吡氯铵含漱液

附:

杂质 I



C₁₉H₃₄ClN 311.93

1-氯化十四烷基吡啶

西吡氯铵含漱液

Xibilü'an Hanshuye

Cetylpyridinium Chloride Gargle

本品为西吡氯铵的水溶液。含西吡氯铵(按 C₂₁H₃₈ClN 计)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为澄清液体,振摇时产生大量泡沫。

【鉴别】 (1)取 2mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,加溴酚蓝指示液 0.1ml 与三氯甲烷 5ml,振摇,三氯甲烷层无色;加本品 1ml,振摇,三氯甲烷层变蓝色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品约 20ml,置水浴上蒸发至约 10ml,溶液显氯化物的鉴别反应(1)(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

装量 照最低装量检查法(通则 0942)检查,应符合规定。

微生物限度 取本品,照非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法(通则 1105)与控制菌检查法(通则 1106)检查。1ml 供试品中需氧菌总数不得过 10^2 cfu,霉菌和酵母菌总数不得过 10^1 cfu,不得检出大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌和铜绿假单胞菌。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含西吡氯铵(按 $C_{21}H_{38}ClN$ 计)60 μ g 的溶液。

对照品溶液 精密称取西吡氯铵对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含西吡氯铵(按 $C_{21}H_{38}ClN$ 计)60 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取杂质 I 对照品与西吡氯铵各适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 5 μ g 与 60 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用氨基键合硅胶为填充剂;以[0.02mol/L 四甲基氢氧化铵溶液-0.003mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇(30:3:70),四甲基氢氧化铵溶液与磷酸二氢钾溶液混合后,用冰醋酸调节 pH 值至 3.5,再与甲醇混匀]为流动相;检测波长为 259nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,杂质 I 峰与西吡氯铵峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同西吡氯铵。

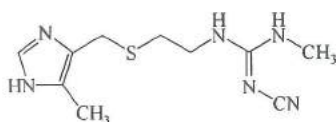
【规格】 按 $C_{21}H_{38}ClN$ 计 0.1%

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

西咪替丁

Ximiding

Cimetidine



$C_{10}H_{16}N_6S$ 252.34

本品为 1-甲基-2-氨基-3-[2-[(5-甲基咪唑-4-基)甲基]硫代]乙基]胍。按干燥品计算,含 $C_{10}H_{16}N_6S$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,几乎无臭。

本品在甲醇中易溶,在乙醇中溶解,在异丙醇中略溶,在水中微溶;在稀盐酸中易溶。

吸收系数 取本品,精密称定,加盐酸溶液(0.9→1000)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 8 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 218nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 751~797。

【鉴别】 (1) 取本品约 50mg,加水 10ml,微温使溶解,加氨试液 1 滴与硫酸铜试液 2 滴,即生成蓝灰色沉淀;再加过量的氨试液,沉淀即溶解。

(2) 取本品约 50mg,炽灼,产生的气体能使醋酸铅试纸显黑色。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 142 图)一致。

【检查】 酸性溶液的澄清度与颜色 取本品 3.0g,加 1mol/L 盐酸溶液 12ml 溶解后,用水稀释至 20ml,摇匀,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更深;如显色,与黄色 3 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。(供注射用)

氯化物 取本品 1.0g,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 8ml 制成的对照液比较,不得更深(0.008%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 临用新制。取西咪替丁约 40mg,置 100ml 量瓶中,加 1mol/L 盐酸溶液 10ml,水浴加热 2 分钟,放冷,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml 中和后,用流动相稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(240:760)(每 1000ml 中含磷酸 0.3ml 和己烷磺酸钠 0.94g)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,酰胺类似物的相对保留时间约为 2.0,酰胺类似物峰与西咪替丁峰间的分离度应大于 8.0。灵敏度溶液色谱图中,西咪替丁峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.4 倍(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积 0.5 倍的色谱峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 60ml 溶解后,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液恰显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 25.23mg 的 $C_{10}H_{16}N_6S$ 。

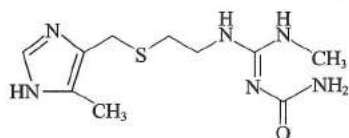
【类别】 H_2 受体阻滞药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)西咪替丁片 (2)西咪替丁注射液 (3)西咪替丁胶囊 (4)西咪替丁氯化钠注射液

附:

酰胺类似物



$C_{10}H_{18}N_6OS$ 270.35

1-[甲氨基[[2-[[[5-甲基-1H-咪唑-4-基]甲基]硫代]乙基]氨基]亚甲基]脒

西咪替丁片

Ximitiding Pian

Cimetidine Tablets

本品含西咪替丁($C_{10}H_{16}N_6S$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色片或加有着色剂的淡蓝色或浅绿色片,或为薄膜衣片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于西咪替丁 0.1g),加热炽灼,产生的气体能使醋酸铅试纸显黑色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于西咪替丁 0.1g),加甲醇 10ml,振摇使西咪替丁溶解,滤过。

对照品溶液 取西咪替丁对照品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇(5:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置碘蒸气中显色。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(0.9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 15 分钟时取样。

测定法 取溶出液约 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含西咪替丁 5~10 μ g 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 218nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{16}N_6S$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 774 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于西咪替丁 0.15g),置 200ml 量瓶中,加盐酸溶液(0.9→1000)约 150ml,振摇使西咪替丁溶解,用盐酸溶液(0.9→1000)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 200ml 量瓶中,用盐酸溶液(0.9→1000)稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 218nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{16}N_6S$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 774 计算。

【类别】 同西咪替丁。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g (3)0.4g (4)0.8g

【贮藏】 密封保存。

西咪替丁注射液

Ximitiding Zhushuye

Cimetidine Injection

本品为西咪替丁的灭菌水溶液,含西咪替丁($C_{10}H_{16}N_6S$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,小火蒸去水分,加热炽灼,产生的气体能使醋酸铅试纸显黑色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 5.0~6.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中含西咪替丁 0.4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含西咪替丁 2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 见西咪替丁有关物质项下。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含西咪替丁 0.2 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Inertsil ODS-3, 4.6mm×150mm, 5μm 或效能相当的色谱柱);以甲醇-水(240:760)(每 1000ml 中含磷酸 0.3ml 和己烷磺酸钠 0.94g)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,西咪替丁峰的保留时间约为 12 分钟,酰胺类似物峰相对西咪替丁峰的保留时间约为 1.8,西咪替丁峰与酰胺类似物峰之间的分离度应大于 8.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(1.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 西咪替丁中含内毒素的量应小于 0.25EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含西咪替丁 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取西咪替丁对照品适量,加流动相适量使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同西咪替丁。

【规格】 2ml:0.2g

【贮藏】 密闭保存。

西咪替丁胶囊

Ximitiding Jiaonang

Cimetidine Capsules

本品含西咪替丁($C_{10}H_{16}N_6S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于西咪替丁 0.1g),加热炽灼,产生的气体能使醋酸铅试纸显黑色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品的内容物适量(约相当于西咪替丁 0.1g),加甲醇 10ml,振摇使西咪替丁溶解,滤过。

对照品溶液 取西咪替丁对照品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇(5:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置碘蒸气中显色。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(0.9→1000)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 20 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含西咪替丁 6μg 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 218nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{16}N_6S$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 774 计算每粒的溶出量。同时取空胶囊壳作空白校正。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于西咪替丁 0.15g),置 200ml 量瓶中,加盐酸溶液(0.9→1000)约 150ml,振摇使西咪替丁溶解,用盐酸溶液(0.9→1000)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 200ml 量瓶中,用盐酸溶液(0.9→1000)稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 218nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{16}N_6S$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 774 计算。

【类别】 同西咪替丁。

【规格】 0.2g

【贮藏】 密封保存。

西咪替丁氯化钠注射液

Ximitiding Lùhuana Zhushuye

Cimetidine and Sodium Chloride Injection

本品为西咪替丁与氯化钠的灭菌水溶液,含西咪替丁($C_{10}H_{16}N_6S$)与氯化钠(NaCl)均应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于西咪替丁 50mg),加氨试液 2 滴,硫酸铜试液 2 滴,即生成蓝灰色沉淀,再加过量的氨试液,沉淀即溶解。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品显钠盐与氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含西咪替丁 0.4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见西咪替丁有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(1.5%),小于灵敏度溶液主峰面积 0.5 倍的色谱峰忽略不计。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(通则 0632),渗透压摩尔浓度应为 260~320mOsm/kg。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1ml 中含内毒素量应小于 0.50EU。

其他 应符合注射剂项下有关各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 西咪替丁 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含西咪替丁 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取西咪替丁对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 见有关物质项下。系统适用性溶液进样体积 20 μ l,其他溶液进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

氯化钠 对照贮备液的制备 精密量取标准钠离子溶液,用水制成每 1ml 中含钠离子 100 μ g 的溶液。

供试品溶液的制备 精密量取本品 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得。

测定法 精密量取对照品贮备液 3.5ml、5.5ml、7.0ml、8.5ml、10.5ml,分别置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。取上述各溶液及供试品溶液,照火焰光度法(通则 0407)测定钠离子浓度,计算,即得。

【类别】 同西咪替丁。

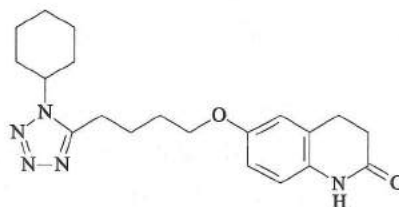
【规格】 (1)50ml: 西咪替丁 0.2g 与氯化钠 0.45g (2)100ml: 西咪替丁 0.2g 与氯化钠 0.9g (3)100ml: 西咪替丁 0.4g 与氯化钠 0.9g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

西洛他唑

Xiluotazuo

Cilostazol



C₂₀H₂₇N₅O₂ 369.47

本品为 6-[4-(1-环己基-1H-四氮唑-5-基)丁氧基]-3,4-二氢-2-(1H)-喹诺酮。按干燥品计算,含 C₂₀H₂₇N₅O₂ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在冰醋酸或三氯甲烷中易溶,在 N,N-二甲基酰胺中溶解,在甲醇或无水乙醇中微溶,在水、0.1mol/L 盐酸溶液或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 157~161℃。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 754 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 乙腈-水(25:75)。

供试品溶液 取本品约 25mg,置 100ml 量瓶中,加乙腈 25ml,超声使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

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,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取西洛他唑和杂质 I 对照品各约 10mg,置 200ml 量瓶中,加乙腈 50ml 超声溶解后,用水稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml,置 25ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂(Kromasil 100-5 C8 柱,4.6mm×150mm,5 μ m 或效能相当的色谱柱);以水为流动相 A,乙腈为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;柱温为 40℃;流速为每分钟 1.0ml;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

时间(分钟)	水(%)	乙腈(%)
0	80	20
6.5	70	30
17	40	60
27	40	60
28	80	20
35	80	20

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,调节色谱条件,使主成分色谱峰的保留时间约为 15 分钟;出峰顺序依次为杂质 I 与西洛他唑,两峰之间的分离度应大于 3.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 I 和杂质 II (相对主峰保留时间约为 1.4) 的峰面积乘以校正因子(均为 1.7)不得大于对照溶液主峰面积(0.1%);其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),校正后各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(0.4%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 75mg 的溶液,精密量取 4ml,置 20ml 顶空瓶中,再加水 6.0ml,摇匀,立即密封。

对照品溶液 分别取甲苯、二氯甲烷、丙酮与乙醇,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中分别约含 66.8 μ g、45 μ g、375 μ g 与 375 μ g 的混合溶液,精密量取 4ml,置 20ml 顶空瓶中,再加水 6.0ml,摇匀,立即密封。

色谱条件 以 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的石英毛细管柱为色谱柱;起始温度为 35℃,维持 7 分钟,以每分钟 25℃ 的速率升温至 220℃,维持 5 分钟;进样口温度为 130℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 60 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰之间的分离度均应符合要求,理论板数按乙醇峰计算不低于 7000。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲苯、二氯甲烷、丙酮与乙醇的残留量均应符合规定。

氯化物 取本品 0.50g,加水 50ml,置水浴上加热 10 分钟,并不时振摇,放冷,滤过,取续滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 4.5ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.018%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则

0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 25mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙腈适量超声使溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取西洛他唑对照品,精密称定,加乙腈溶解并用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 见有关物质项下。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为杂质 I 与西洛他唑,两峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

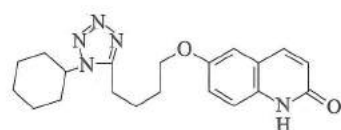
【类别】 抗血小板聚集药。

【制剂】 (1)西洛他唑片 (2)西洛他唑胶囊

【贮藏】 密封保存。

附:

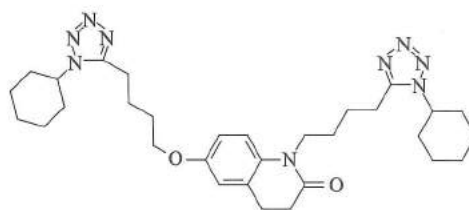
杂质 I



$C_{20}H_{25}N_5O_2$ 367.45

6-[4-(1-环己基-1H-四氮唑-5-基)丁氧基]-2(1H)-喹诺酮

杂质 II



$C_{31}H_{45}N_5O_2$ 575.75

1-(4-(1-环己基-1H-四氮唑-5-基)丁基)-6-[4-(1-环己基-1H-四氮唑-5-基)丁氧基]-3,4-二氢-2(1H)-喹诺酮

西洛他唑片

Xiluotazuo Pian

Cilostazol Tablets

本品含西洛他唑($C_{20}H_{27}N_5O_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的细粉适量,加甲醇适量,超声使西洛他唑溶解,并用甲醇稀释制成每 1ml 约含西洛他唑 12.5 μ g 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 257nm 波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下细粉适量(约相当于西洛他唑 25mg),置 100ml 量瓶中,加乙腈 25ml,超声使西洛他唑溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见西洛他唑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.3% 十二烷基硫酸钠溶液 500ml(50mg 规格)或 1000ml(100mg 规格)为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 3ml,置 25ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取西洛他唑对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 3ml,置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 257nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于西洛他唑 50mg),置 100ml 量瓶中,加乙腈超声使溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取西洛他唑对照品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙腈超声使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法

见西洛他唑含量测定项下。

【类别】 同西洛他唑。

【规格】 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 密封保存。

西洛他唑胶囊

Xiluotazuo Jiaonang

Cilostazol Capsules

本品含西洛他唑($C_{20}H_{27}N_5O_2$)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取含量测定项下细粉适量,加甲醇适量,超声使西洛他唑溶解,并用甲醇稀释制成每 1ml 约含西洛他唑 12.5 μ g 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 257nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于西洛他唑 25mg),置 100ml 量瓶中,加乙腈 25ml,超声使西洛他唑溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见西洛他唑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.3% 十二烷基硫酸钠溶液 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 3ml,置 25ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取西洛他唑对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 15ml,超声使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 3ml,置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 257nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,研细,混合均匀,精密称取细粉适量(约相当于西洛他唑 50mg),置 100ml 量瓶中,加乙腈超声溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取西洛他唑对照品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙腈超声使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见西洛他唑含量测定项下。

【类别】 同西洛他唑。

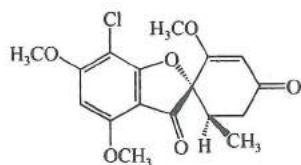
【规格】 50mg

【贮藏】 密封保存。

灰黄霉素

Huihuangmeisu

Griseofulvin



$C_{17}H_{17}ClO_6$ 352.77

本品为(1'S,6'R)-6'-甲基-2',4,6-三甲氧基-7-氯-螺[苯并呋喃-2(3H),1'-[2]环己烯]-3,4'-二酮。按干燥品计算,含灰黄霉素($C_{17}H_{17}ClO_6$)不得少于 95.0%。

【性状】 本品为白色或类白色微细粉末;无臭。

本品在 *N,N*-二甲基甲酰胺中易溶,在无水乙醇中微溶,在水中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 218~224℃。

比旋度 取本品,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +352°至 +367°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 146 图)一致。

【检查】 **酸度** 取本品 0.25g,加乙醇 20ml,振摇,立即加酚酞指示液 0.1ml 并用氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)滴定至显微红色,消耗氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)不得

过 1.0ml。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.75g,分别加 *N,N*-二甲基甲酰胺 10ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色 3 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

粒度 精密称取本品 10mg,加水 2~4 滴,使均匀湿润,加玻璃珠 20 粒,振摇 3~5 分钟后,加 5% 阿拉伯胶溶液 10ml,充分振摇 10 分钟,立即用滴管自底部吸取供试液,迅速用滤纸拭净滴管外部,垂直滴 1 滴于血球计数板上,盖上盖玻片,置显微镜下检视,计数,含 5μm 及 5μm 以下的颗粒应不少于 85%,含 50μm 及 50μm 以上的颗粒数,全视野检视,不得超过 5 颗。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-甲醇(57:38:5)(用磷酸调节 pH 值至 3.7±0.2)为流动相 A,以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-甲醇(28:68:8)(用磷酸调节 pH 值至 3.7±0.2)为流动相 B;先以流动相 A 等度洗脱,待灰黄霉素洗脱完毕后立即按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 254nm;进样体积 10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	0	100
20	0	100
25	100	0
35	100	0

系统适用性要求 灵敏度溶液色谱图中,主成分色谱峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,去氯灰黄霉素(相对保留时间约为 0.7)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%),去氢灰黄霉素(相对保留时间约为 1.1)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.75 倍(0.75%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十五。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取灰黄霉素对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取灰黄霉素对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-甲醇(57:38:5)(用磷酸调节 pH 值至 3.7±0.2)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,去氢灰黄霉素峰(相对保留时间约为 1.1)与灰黄霉素峰间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

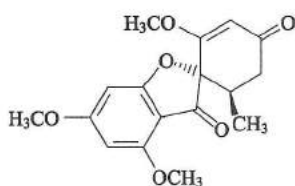
【类别】 抗真菌药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 灰黄霉素片

附:

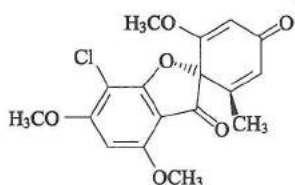
去氯灰黄霉素(dechloro-griseofulvin)



$C_{17}H_{18}O_6$ 318.32

(1'S,6'R)-2',4,6-三甲氧基-6'-甲基螺[苯并呋喃-2(3H),1'-[2]环己烯]-3,4'-二酮

去氢灰黄霉素(dehydro-griseofulvin)



$C_{17}H_{15}ClO_6$ 350.75

(1'S)-7-氯-2',4,6-三甲氧基-6'-甲基螺[苯并呋喃-2(3H),1'-[2,5]环己二烯]-3,4'-二酮

灰黄霉素片

Huihuangmeisu Pian

Griseofulvin Tablets

本品含灰黄霉素($C_{17}H_{17}ClO_6$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,研细,取适量(约相当于灰黄霉素 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相 A 适量,超声使灰黄霉素溶解,放冷,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀,滤过。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含灰黄霉素 0.25μg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见灰黄霉素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂峰,去氯灰黄霉素(相对保留时间约为 0.7)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%);去氢灰黄霉素(相对保留时间约为 1.1)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.75 倍(0.75%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.54% 十二烷基硫酸钠溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

测定法 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用甲醇-水(4:1)定量稀释制成每 1ml 中约含灰黄霉素 5.6μg 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 291nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{17}H_{17}ClO_6$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 686 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于灰黄霉素 100mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使灰黄霉素溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见灰黄霉素含量测定项下。

【类别】 同灰黄霉素。

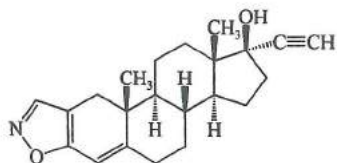
【规格】 (1)0.1g (2)0.125g (3)0.25g

【贮藏】 密封保存。

达 那 唑

Danazuo

Danazol

 $C_{22}H_{27}NO_2$ 337.46

本品为 17 α -孕甾-2,4-二烯-20-炔并[2,3-*d*]异噁唑-17 β -醇。按干燥品计算,含 $C_{22}H_{27}NO_2$ 应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末。

本品在三氯甲烷中易溶,在丙酮中溶解,在乙醇中略溶,在水中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +21°至 +27°。

【鉴别】 (1)取本品约 2mg,加乙醇 5ml 使溶解,加硝酸银试液 2 滴,即生成白色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 147 图)一致。

【检查】 氯化物 取本品 1.0g,加水 30ml,振摇使分散均匀,滤过,取滤液 15ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 4.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.008%)。

硫酸盐 取本品 1.0g,加水 30ml,振摇使分散均匀,滤过,取滤液 15ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 4.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.08%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取达那唑适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-甲醇-水(4:4:3)为流动相;检测波长为 270nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液的色谱图中,理论板数按达那唑峰计算不低于 2500。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 60℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取达那唑对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 促性腺激素抑制药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 达那唑胶囊

达 那 唑 胶 囊

Danazuo Jiaonang

Danazol Capsules

本品含达那唑($C_{22}H_{27}NO_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)取本品的内容物,加三氯甲烷适量提取,滤过,滤液蒸干,提取物照达那唑鉴别(1)试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物适量(约相当于达那唑 200mg),加三氯甲烷 10ml,研磨溶解,滤过,滤液水浴蒸干,残渣经减压干燥,依法测定(通则 0402)。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 147 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含达那唑 2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见达那唑有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.75 倍(0.75%);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%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液-异丙醇(3:2)1000ml

为溶出介质,转速为每分钟 80 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 25ml,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含达那唑 20 μ g 的溶液。

对照品溶液 取达那唑对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 286nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于达那唑 20mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使达那唑溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见达那唑含量测定项下。

【类别】 同达那唑。

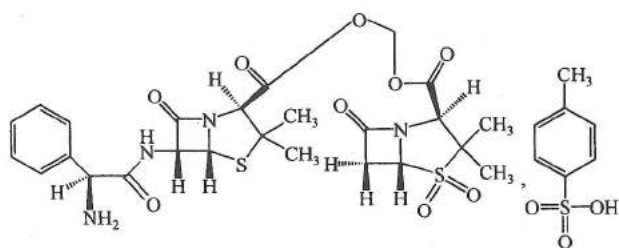
【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

托西酸舒他西林

Tuoxisuan Shutaxilin

Sultamicillin Tosilate



$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2 \cdot C_7H_8O_3S$ 766.8

本品为(+)羟甲基(2S,5R,6R)-6-[(R)-(2-氨基-2-苯乙酰氨基)-3,3-二甲基-7-氧代-4-硫杂-1-氮杂双环[3.2.0]庚烷-2-羧酸酯,(2S,5R)-3,3-二甲基-7-氧代-4-硫杂-1-氮杂双环[3.2.0]庚烷-2-羧酸酯 S,S-二氧化物对甲苯磺酸盐。按无水物计算,含舒他西林($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)不得少于 70.0%。

【生产要求】 应对生产工艺进行评估以确定形成遗传毒性杂质甲苯磺酸烷基酯的可能性。必要时,应采用适宜的分析方法对产品进行分析,以确认甲苯磺酸烷基酯的含量符合国家药品监管部门相关指导原则或 ICH M7 指导原则的要求。

【性状】 本品为类白色至微黄色的结晶性粉末;微臭。

本品在甲醇中易溶,在乙醇中微溶,在水中极微溶解,在

乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品适量,精密称定,加乙腈-水(2:3)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为+173°至+187°。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加乙腈-水(4:1)溶解并稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 10mg 的溶液。

对照品溶液 取舒他西林对照品适量,加乙腈-水(4:1)溶解并稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-丁酮-8%甲酸-水(30:15:1.5:3.5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,在 100℃干燥 30 分钟,放冷,置碘蒸气中熏 5 分钟。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1261 图)一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂 水-甲醇(60:40)。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照品溶液 取氨苄西林对照品及舒巴坦对照品各适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林(按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计)0.03mg 和舒巴坦 0.01mg 的混合溶液。

系统适用性溶液 取舒他西林对照品、氨苄西林对照品及舒巴坦对照品各适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.2mg 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以四丁基氢氧化铵溶液(取 10%四丁基氢氧化铵溶液 80ml,加水 900ml,加三乙胺 4ml,用磷酸调节 pH 值至 4.0,加水稀释至 1000ml)-甲醇(60:40)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序为氨苄西林、舒巴坦、舒他西林、甲苯磺酸,各色谱峰之间的分离度均应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,含氨苄西林不得过 3.0%;含舒巴坦不得过 1.0%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 6.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取舒他西林对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 0.2mg 的溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$ 的含量。

【类别】 β -内酰胺类抗生素,青霉素类。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 (1)托西酸舒他西林片 (2)托西酸舒他西林胶囊 (3)托西酸舒他西林颗粒

托西酸舒他西林片

Tuoxisuan Shutaxilin Pian

Sultamicillin Tosilate Tablets

本品含托西酸舒他西林按舒他西林($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色、类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 取本品细粉适量,加乙腈-水(4:1)使托西酸舒他西林溶解并稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 10mg 的溶液,滤过,照托西酸舒他西林项下的鉴别(1)或(2)试验,显相同的结果。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量,加溶剂使托西酸舒他西林溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取氨苄西林对照品及舒巴坦对照品各适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林(按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计)0.03mg 和舒巴坦 0.02mg 的混合溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托西酸舒他西林有关物质项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含氨苄西林不得过标示量的 3.0%;含舒巴坦不得过标示量的 2.0%。

水分 取本品细粉适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 6.0%。

溶出度 0.125g 规格与 0.1875g 规格 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(取氯化钠 2.0g、盐酸 7.0ml,加水 1000ml)为溶出介质(0.125g 规格溶剂为 150ml;0.1875g 规格溶剂为 230ml),转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 0.4mg 的溶液。

对照溶液 取本品 10 片,研细,精密称取适量(相当于平均片重),按标示量加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 0.4mg 的溶液,将此溶液置 37℃ 水浴中 30 分钟后,滤过,取续滤液。

测定法 取供试品溶液与对照溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 255nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 80%,应符合规定。

0.25g 规格与 0.375g 规格 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(取氯化钠 2.0g、盐酸 7.0ml,加水 1000ml)900ml 为溶出介质(0.25g 规格溶剂为 600ml),转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 0.4mg 的溶液。

对照溶液 取本品 10 片,研细,精密称取适量(相当于平均片重),按标示量加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 0.4mg 的溶液,将此溶液置 37℃ 水浴中 30 分钟后,滤过,取续滤液。

测定法 取供试品溶液与对照溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 255nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量,加溶剂充分振摇使托西酸舒他西林溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 0.2mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

溶剂、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托西酸舒他西林含量测定项下。

【类别】 同托西酸舒他西林。

【规格】 按 $C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$ 计 (1)0.125g (2)0.1875g (3)0.25g (4)0.375g

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

托西酸舒他西林胶囊

Tuoxisuan Shutaxilin Jiaonang

Sultamicillin Tosilate Capsules

本品含托西酸舒他西林按舒他西林($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色至淡黄色颗粒或粉末。

【鉴别】 取本品内容物适量,加乙腈-水(4:1)使托西酸舒他西林溶解并稀释制成每 1ml 中含舒他西林 10mg 的溶液,滤过,照托西酸舒他西林项下的鉴别(1)或(2)试验,显相同的结果。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下内容物,混合均匀,精密称取适量,加溶剂使托西酸舒他西林溶解并定量稀释制成每 1ml 中含舒他西林 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取氨苄西林对照品及舒巴坦对照品各适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含氨苄西林($C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计)0.03mg 和舒巴坦 0.02mg 的混合溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托西酸舒他西林有关物质项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含氨苄西林不得过标示量的 3.0%;含舒巴坦不得过标示量的 2.0%。

水分 取本品内容物适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 6.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第三法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(取氯化钠 2.0g、盐酸 7.0ml,加水 1000ml)150ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含舒他西林 0.4mg 的溶液。

对照溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(相当于平均装量),按标示量加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含舒他西林 0.4mg 的溶液,将此溶液置 37℃ 水浴中 30 分钟后,滤过,取续滤液。

测定法 取供试品溶液与对照溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 255nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密

称取适量,加溶剂充分振摇使托西酸舒他西林溶解并定量稀释制成每 1ml 中含舒他西林 0.2mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

溶剂、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托西酸舒他西林含量测定项下。

【类别】 同托西酸舒他西林。

【规格】 0.125g(按 $C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$ 计)

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

托西酸舒他西林颗粒

Tuoxisuan Shutaxilin Keli

Sultamicillin Tosilate Granules

本品含托西酸舒他西林按舒他西林($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为混悬颗粒。

【鉴别】 取本品适量,加乙腈-水(4:1)使托西酸舒他西林溶解并稀释制成每 1ml 中含舒他西林 10mg 的溶液,滤过,照托西酸舒他西林项下的鉴别(1)或(2)试验,显相同的结果。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 精密称取本品适量,加溶剂使托西酸舒他西林溶解并定量稀释制成每 1ml 中含舒他西林 1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取氨苄西林对照品及舒巴坦对照品各适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含氨苄西林(按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计)0.03mg 和舒巴坦 0.02mg 的混合溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托西酸舒他西林有关物质项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含氨苄西林不得过标示量的 3.0%;含舒巴坦不得过标示量的 2.0%。

干燥失重 取本品,在 60℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%(通则 0831)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(取氯化钠 2.0g、盐酸 7.0ml,加水 1000ml)900ml 为溶出介质(0.125g 规格溶出介质为 600ml),转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含舒他西林 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取舒他西林对照品,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含舒他西林 0.2mg 的溶液,将此溶液置 37℃ 水浴中 30 分钟后,滤过,取续滤液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每袋的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量，加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舒他西林 0.2mg 的溶液，摇匀，滤过，取续滤液。

溶剂、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托西酸舒他西林含量测定项下。

【类别】 同托西酸舒他西林。

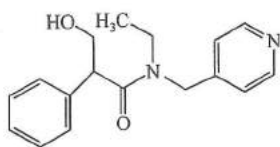
【规格】 按 $C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$ 计 (1)0.125g (2)0.375g

【贮藏】 密封，在凉暗干燥处保存。

托 吡 卡 胺

Tuobika'an

Tropicamide



$C_{17}H_{20}N_2O_2$ 284.36

本品为 *N*-乙基-2-苯基-*N*-(4-吡啶甲基)羟丙酰胺。按干燥品计算，含 $C_{17}H_{20}N_2O_2$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末；无臭。

本品在乙醇或三氯甲烷中易溶，在水中微溶；在稀盐酸或稀硫酸中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 96~100℃。

吸收系数 取本品，精密称定，加 0.05mol/L 硫酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 254nm 的波长处测定吸光度，吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 167~177。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg，加乙醇 1ml 溶解后，加 2,4-二硝基氯苯 0.1g，置水浴上加热 5 分钟，放冷，加氢氧化钠乙醇溶液(1→100)1ml，溶液即显红紫色。

(2)取本品，加 0.1mol/L 硫酸溶液制成每 1ml 中约含 25μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在波长 220~350nm 范围内，仅在 254nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 746 图)一致。

【检查】 旋光度 取本品约 2.5g，置 25ml 量瓶中，加乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，依法测定(通则 0621)，旋光度为 -0.1°至 +0.1°。

酸碱度 取本品 0.20g，加水 100ml 溶解后，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 6.5~8.0。

乙醇溶液的澄清度 取本品 1.0g，加乙醇 10ml 溶解后，溶液应澄清。

氯化物 取本品 0.50g，加乙醇 10ml 溶解后，依法检查(通则 0801)，与标准氯化钠溶液 5ml 制成的对照液比较，不得更浓(0.010%)。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品，加二氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照溶液(1) 精密量取供试品溶液适量，用二氯甲烷定量稀释成每 1ml 中含 0.04mg 的溶液。

对照溶液(2) 精密量取供试品溶液适量，用二氯甲烷定量稀释成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取杂质 I 与托吡卡胺对照品各约 10mg，置 10ml 量瓶中，加二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀，量取 1ml，置 10ml 量瓶中，用二氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板，以二氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(190:10:1)为展开剂。

测定法 吸取上述四种溶液各 10μl，分别点于同一薄层板上，展开，晾干，置紫外光灯(254nm)下检视。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中应显两个清晰的斑点。

限度 供试品溶液如显杂质斑点，分别与对照溶液(1)、(2)所显的主斑点比较，只能有一个杂质斑点的颜色深于对照溶液(1)主斑点的颜色且不得深于对照溶液(2)主斑点的颜色，其他杂质斑点与对照溶液(1)的主斑点比较，不得更深。

N-乙基-甲基吡啶胺 取本品 0.10g，加水 2ml，加热溶解，放冷，加乙醛溶液(1→20)1ml，摇匀，加亚硝基铁氰化钠试液 3~4 滴与碳酸氢钠试液 3~4 滴，摇匀，溶液不得显蓝色。

干燥失重 取本品 1.0g，置五氧化二磷干燥器中减压干燥至恒重，减失重量不得过 0.3%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(通则 0841)，遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(通则 0821 第二法)，含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 取本品约 0.2g，精密称定，加冰醋酸 25ml 溶解后，加结晶紫指示液 1 滴，用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝绿色，并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 28.44mg 的 $C_{17}H_{20}N_2O_2$ 。

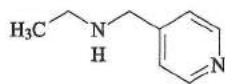
【类别】 散瞳药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 托吡卡胺滴眼液

附:

杂质 I



$C_8H_{12}N_2$ 136.19

N-(4-吡啶甲基)乙胺

托吡卡胺滴眼液

Tuobika'an Diyanye

Tropicamide Eye Drops

本品含托吡卡胺($C_{17}H_{20}N_2O_2$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

本品可加适量的助溶剂和抑菌剂。

【性状】 本品为无色澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加 2,4-二硝基氯苯 0.1g,置水浴上加热 5 分钟,放冷,加氢氧化钠乙醇溶液(1→100)1ml,溶液即显红紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 254nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 pH 值 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

渗透压摩尔浓度 取本品,照渗透压摩尔浓度测定法(通则 0632)测定,渗透压摩尔浓度比应为 0.9~1.1。

其他 应符合眼用制剂项下有关的各项规定(通则 0105)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于托吡卡胺 15mg),用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含托吡卡胺 0.15mg 的溶液。

对照品溶液 取托吡卡胺对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 的溶液。

系统适用性溶液 分别取羟苯甲酯、羟苯乙酯及托吡卡胺对照品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含羟苯甲酯、羟苯乙酯各 15 μ g,托吡卡胺 150 μ g 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.01mol/L 辛烷磺酸钠溶液(55:45,用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按托吡卡胺峰计算不低于 3000,托吡卡胺峰与羟苯甲酯峰、羟苯乙酯峰的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同托吡卡胺。

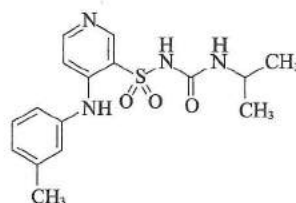
【规格】 (1)5ml:12.5mg (2)5ml:25mg (3)6ml:15mg (4)6ml:30mg

【贮藏】 密封保存。

托拉塞米

Tuolasaimi

Toraseamide



$C_{16}H_{20}N_4O_3S$ 348.43

本品为 1-[4-(3-甲基苯胺基)吡啶-3-基]磺酰基-3-异丙基脲。按干燥品计算,含 $C_{16}H_{20}N_4O_3S$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在甲醇中微溶,在水中几乎不溶;在 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中略溶,在 0.1mol/L 盐酸溶液中极微溶解。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱(通则 0402)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 20mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 18ml 使溶解,再加 0.1% 三乙胺溶液 22ml,摇匀后,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.8 μ g 的溶液。

杂质 I 对照品溶液 取杂质 I 对照品约 8mg,精密称定,加甲醇 5ml 使溶解,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.8 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取托拉塞米与杂质 I 对照品适量,加甲醇适量使溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中分别约含 0.1mg 与 0.01mg 的混合溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2 μ g 的溶液。

色谱条件 用端基封尾十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.1% 三乙胺溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.5)(45:55)为流动相;检测波长为 291nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,托拉塞米峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 5。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应不小于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与杂质 I 对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含杂质 I 不得过 0.2%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(0.4%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加 *N,N*-二甲基甲酰胺 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取甲醇、乙醇、丙酮、二氧六环、二氯甲烷、正丙醇与甲苯各适量,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中约含甲醇 300 μ g、乙醇 500 μ g、丙酮 500 μ g、二氧六环 38 μ g、二氯甲烷 60 μ g、正丙醇 500 μ g 与甲苯 89 μ g 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷聚合物(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 5 分钟,以每分钟 20℃的速率升温至 180℃,维持 2 分钟;检测器温度为 300℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,各成分峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮、二氧六环、二氯甲烷、正丙醇与甲苯的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 18ml 使溶解,再加 0.1%三乙胺溶液 22ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取托拉塞米对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 18ml 使溶解,再加 0.1%三乙胺溶液 22ml,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液与色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

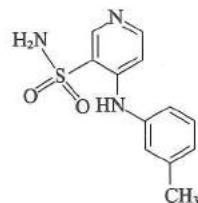
【类别】 利尿药。

【贮藏】 遮光,密封,置干燥处保存。

【制剂】 (1)托拉塞米片 (2)托拉塞米胶囊 (3)注射用托拉塞米

附:

杂质 I



$C_{12}H_{13}N_3O_2S$ 263.32

4-[(3-甲基苯基)氨基]-3-吡啶磺酰胺

托拉塞米片

Tuolasaimi Pian

Toraseamide Tablets

本品含托拉塞米($C_{16}H_{20}N_4O_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取溶出度项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 286nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于托拉塞米 20mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 18ml 使托拉塞米溶解,再加 0.1%三乙胺溶液 22ml,摇匀后,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.8 μ g 的溶液。

杂质 I 对照品溶液 取杂质 I 对照品约 10mg,精密称定,加甲醇 5ml 使溶解,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托拉塞米有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含杂质 I 不得过标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主

峰面积的 2.5 倍(0.5%), 小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

含量均匀度 取本品 1 片, 置 25ml 量瓶(5mg 规格)或 50ml 量瓶(10mg 规格)或 100ml 量瓶(20mg 规格)中, 加甲醇 9ml 使托拉塞米溶解, 再加 0.1% 三乙胺溶液 11ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 照含量测定项下的方法测定, 应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 500ml(5mg 规格)或 1000ml(10mg, 20mg 规格)为溶出介质, 转速为每分钟 75 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量, 滤过, 取续滤液(5mg, 10mg 规格); 或精密量取续滤液(20mg 规格)适量, 用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 10 μ g 的溶液。

对照品溶液 取托拉塞米对照品适量, 精密称定, 加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 286nm 的波长处分别测定吸光度, 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于托拉塞米 20mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇 18ml 使托拉塞米溶解, 再加 0.1% 三乙胺溶液 22ml, 摇匀后, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托拉塞米含量测定项下。

【类别】 同托拉塞米。

【规格】 (1)5mg (2)10mg (3)20mg

【贮藏】 遮光, 密封保存。

托拉塞米胶囊

Tuolasaimi Jiaonang

Toraseamide Capsules

本品含托拉塞米($C_{15}H_{20}N_4O_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取溶出度项下的供试品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 286nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)

测定。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于托拉塞米 20mg), 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇 18ml 使托拉塞米溶解, 再加 0.1% 三乙胺溶液 22ml, 摇匀后, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.8 μ g 的溶液。

杂质 I 对照品溶液 取杂质 I 对照品约 10mg, 精密称定, 加甲醇 5ml 使溶解, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托拉塞米有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 含杂质 I 不得过标示量的 0.5%; 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%), 其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%), 小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

含量均匀度 取本品 1 粒, 将内容物倾入 50ml 量瓶中, 加甲醇 9ml 使托拉塞米溶解, 再加 0.1% 三乙胺溶液 11ml, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 照含量测定项下的方法测定, 应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 500ml 为溶出介质, 转速为每分钟 50 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液 取托拉塞米对照品适量, 精密称定, 加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 286nm 的波长处分别测定吸光度, 计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 粒, 精密称定, 取内容物混合均匀, 精密称取适量(约相当于托拉塞米 20mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇 18ml 使托拉塞米溶解, 再加 0.1% 三乙胺溶液 22ml, 摇匀后, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托拉塞米含量测定项下。

【类别】 同托拉塞米。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光, 密封保存。

注射用托拉塞米

Zhushayong Tuolasaimi

Torasemide for Injection

本品为托拉塞米的无菌冻干品。按平均装量计算,含托拉塞米($C_{16}H_{20}N_4O_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 20 μ g 的溶液,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 286nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 碱度 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 8.5~9.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,分别加水 2ml 使溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 2 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,均不得更浓;如显色,与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.8 μ g 的溶液。

杂质 I 对照品溶液 取杂质 I 对照品约 10mg,精密称定,加甲醇 5ml 使溶解,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见托拉塞米有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含杂质 I 不得过标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 8.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 托拉塞米中含内毒素的量应小于 1.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于托拉塞米 20mg),置 100ml 量瓶中,加流

动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见托拉塞米含量测定项下。

【类别】 同托拉塞米。

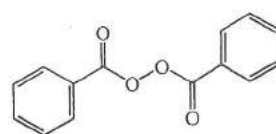
【规格】 (1)10mg (2)20mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

过氧苯甲酰

Guoyangbenjiaxian

Benzoyl Peroxide


 $C_{14}H_{10}O_4$ 242.23

本品为含水过氧苯甲酰。含 $C_{14}H_{10}O_4$ 应为 70.0%~77.0%,含水不得少于 20.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;有特殊臭。

本品在丙酮中易溶,在甲醇或乙醇中略溶,在水中极微溶解。

【鉴别】 (1)取本品,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 235nm 的波长处有最大吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 602 图)一致。

【检查】 氯化物 取本品 0.5g,加丙酮 15ml 溶解后,边振摇边缓缓加入 0.05mol/L 硝酸溶液 50ml,放置 10 分钟后滤过,滤液置 100ml 量瓶中,用 0.05mol/L 硝酸溶液洗涤滤渣 2 次,每次 10ml,洗液并入量瓶中,用 0.05mol/L 硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,量取 10ml,用水稀释至 30ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 3.5ml 制成的对照溶液比较,不得更浓(0.07%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含过氧苯甲酰 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中含 2 μ g 的溶液。

对照品溶液 取苯甲酸对照品、苯甲醛对照品与苯甲酸乙酯对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别含 150 μ g、25 μ g 与 25 μ g 的混合溶液,精密量取适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中分别含 30 μ g、5 μ g 与 5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-冰醋酸(500:500:1)为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,苯甲醛峰与苯甲酸峰之间的分离度应大于 6.0。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与苯甲酸、苯甲醛和苯甲酸乙酯峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,分别不得过 1.5%、0.25%、0.25%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 10 倍(1.0%),杂质总量不得过 2.0%,小于对照溶液主峰面积 0.2 倍的色谱峰忽略不计。

【含量测定】 无水过氧苯甲酰 取本品 0.25g,精密称定,置 250ml 碘瓶中,加丙酮 30ml,振摇使溶解,加碘化钾试液 5ml,密塞,摇匀,置暗处 15 分钟,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定至无色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.11mg 的 $C_{14}H_{10}O_4$ 。

水 取本品 0.12g,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺 5ml 使溶解,加无水甲醇 20ml 与 10%碘化钾的 *N,N*-二甲基甲酰胺溶液 3ml,搅拌 5 分钟,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定。将测得的结果加无水过氧苯甲酰的含量与 0.0744 的乘积,即得供试品中水的含量。

【类别】 消毒防腐药。

【贮藏】 遮光,密封保存,贮藏时必须保存一定水分。

【制剂】 (1)过氧苯甲酰乳膏 (2)过氧苯甲酰凝胶

过氧苯甲酰乳膏

Guoyangbenjiaxian Rugao

Benzoyl Peroxide Cream

本品含过氧苯甲酰($C_{14}H_{10}O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色乳膏。

【鉴别】 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量(约相当于过氧苯甲酰 100mg),加丙酮 10ml,振摇,使分散均匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取过氧苯甲酰对照品,加丙酮溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以甲苯-二氯甲烷-冰醋酸(50:2:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

【检查】 pH 值 应为 2.8~7.0(通则 0631)。

其他 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】 精密称取本品适量(约相当于过氧苯甲酰 250mg),置 100ml 碘瓶中,加丙酮 30ml,振摇使分散均匀,加碘化钾试液 5ml,密塞,振摇 1 分钟后,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定至无色。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.11mg 的 $C_{14}H_{10}O_4$ 。

【类别】 同过氧苯甲酰。

【规格】 (1)5% (2)10%

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

过氧苯甲酰凝胶

Guoyangbenjiaxian Ningjiao

Benzoyl Peroxide Gel

本品含过氧苯甲酰($C_{14}H_{10}O_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色乳状稠厚液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于过氧苯甲酰 50mg),加丙酮 5ml,用玻棒挤压使过氧苯甲酰溶解,加碘化钾试液 2ml,溶液显红棕色,加硫代硫酸钠试液 5ml,红棕色应消失。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量(约相当于过氧苯甲酰 100mg),加丙酮 10ml,用玻棒挤压使过氧苯甲酰溶解,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取过氧苯甲酰对照品,加丙酮溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以甲苯-二氯甲烷-冰醋酸(50:2:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

【检查】 pH 值 应为 4.5~7.0(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 乙腈-水(70:30)。

空白溶液 取羧苯乙酯适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 15 μ g 的溶液。

供试品溶液 取本品适量(约相当于过氧苯甲酰 100mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,超声使过氧苯甲酰溶解,放冷,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含过氧苯甲酰 40 μ g 的溶液。

对照品溶液 取苯甲酸对照品、苯甲醛对照品与苯甲酸乙酯对照品各适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每

1ml 中分别约含 200 μ g、20 μ g 与 20 μ g 的混合溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见过氧化苯甲酰有关物质项下。

测定法 精密量取空白溶液、供试品溶液、对照溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与苯甲酸、苯甲醛和苯甲酸乙酯峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，分别不得过标示量的 10%、1.0%、1.0%，其他单个杂质的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍（1.0%），其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（2.0%），小于对照溶液主峰面积 0.2 倍的色谱峰和与羟苯乙酯保留时间一致的色谱峰忽略不计。

其他 应符合凝胶剂项下有关的各项规定（通则 0114）。

【含量测定】 精密称取本品适量（约相当于过氧化苯甲酰 200mg），置 100ml 碘瓶中，放置片刻，使供试品平铺于碘瓶底层，加丙酮 30ml，用玻棒挤压使过氧化苯甲酰溶解完全，用少量丙酮冲洗玻棒，洗液并入溶液中，加碘化钾试液 5ml，密塞，摇匀，于暗处放置 10 分钟，用硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）滴定至无色，用力振摇 30 秒，放置 2 分钟，如仍为无色，即为终点。每 1ml 硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）相当于 12.11mg 的 $C_{14}H_{10}O_4$ 。

【类别】 同过氧化苯甲酰。

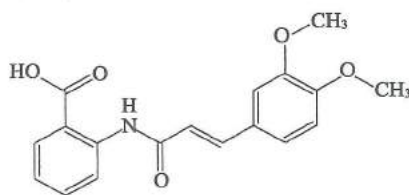
【规格】 (1)10g : 0.5g (2)15g : 0.75g (3)18g : 0.9g

【贮藏】 密封，在阴凉处保存。

曲尼司特

Qunisite

Tranilast



$C_{18}H_{17}NO_5$ 327.33

本品为 *N*-(3,4-二甲氧基肉桂酰)邻氨基苯甲酸。按干燥品计算，含 $C_{18}H_{17}NO_5$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为淡黄色或淡黄绿色结晶或结晶性粉末；无臭，无味。

本品在 *N,N*-二甲基甲酰胺中易溶，在甲醇中微溶，在水中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg，加 *N,N*-二甲基甲酰胺 1.5ml，振摇使溶解，加水 1ml，混匀，滴加高锰酸钾试液数滴，振摇，紫红色即消失。

(2)取本品 10mg，加甲醇适量，超声使溶解，加甲醇至 100ml，摇匀，用甲醇稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法（通则 0401）测定，在 333nm 的波长处有最大吸收，在 263nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集 1140 图）一致。

【检查】 氯化物 取本品 1.0g，加热水 50ml 与硝酸 1ml，置水浴上加热 5 分钟，并充分振摇，放冷，滤过，取滤液 25ml，依法检查（通则 0801），与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

有关物质 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。避光操作。

供试品溶液 取本品约 50mg，置 50ml 量瓶中，加甲醇适量，超声使溶解，放冷，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液 取曲尼司特约 50mg，加甲醇 50ml，超声使溶解，摇匀，在光强度 1500lx 以上照射 2 小时，摇匀，放冷。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-乙腈-0.02mol/L 醋酸铵溶液（1 : 1 : 2）（用冰醋酸调节 pH 值至 4.0 \pm 0.05）为流动相，检测波长为 308nm，进样体积 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，理论板数按曲尼司特峰计算不低于 4000，曲尼司特峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，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（1.0%）。

干燥失重 取本品，在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%（通则 0831）。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（通则 0841），遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（通则 0821 第二法），含重金属不得过百万分之十五。

【含量测定】 取本品约 0.4g，精密称定，加 *N,N*-二甲基甲酰胺 40ml，振摇使溶解，加新沸放冷的水 10ml 与酚酞指示液 3 滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定至溶液显粉红色且 30 秒钟内不褪色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于 32.73mg 的 $C_{18}H_{17}NO_5$ 。

【类别】 抗过敏药。

【贮藏】 遮光，密封，在干燥处保存。

【制剂】 (1)曲尼司特片 (2)曲尼司特胶囊

曲尼司特片

Qunisite Pian

Tranilast Tablets

本品含曲尼司特 ($C_{18}H_{17}NO_5$) 应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为淡黄色或淡黄绿色片。

【鉴别】 (1) 取本品的细粉适量(约相当于曲尼司特 50mg), 加 *N,N*-二甲基甲酰胺 5ml, 振摇使曲尼司特溶解, 加水 5ml, 混匀, 滤过, 取滤液 2ml, 加高锰酸钾试液 1ml, 振摇, 红色即消失, 产生棕褐色沉淀。

(2) 取本品的细粉适量, 加无水乙醇适量使曲尼司特溶解, 滤过, 取滤液, 加无水乙醇稀释制成每 1ml 含曲尼司特 5 μ g 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 335nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。避光操作。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 150 转, 依法操作, 经 25 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 5ml, 滤过, 精密量取续滤液 1ml, 置 25ml 量瓶中, 加无水乙醇 0.5ml, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取曲尼司特对照品约 10mg, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加无水乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1ml, 置 50ml 量瓶中, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 333nm 的波长处分别测定吸光度, 计算每片的溶出量。

限度 标示量的 85%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于曲尼司特 10mg), 置 100ml 棕色量瓶中, 加 0.01mol/L 氢氧化钠溶液约 50ml, 振摇 5 分钟, 用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 100ml 棕色量瓶中, 用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取曲尼司特对照品适量, 精密称定, 加 0.01mol/L 氢氧化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 在 333nm 的波长处分别测定吸光度, 计算。

【类别】 同曲尼司特。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光, 密封, 在干燥处保存。

曲尼司特胶囊

Qunisite Jiaonang

Tranilast Capsules

本品含曲尼司特 ($C_{18}H_{17}NO_5$) 应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为淡黄色或淡黄绿色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1) 取本品内容物适量(约相当于曲尼司特 50mg), 加 *N,N*-二甲基甲酰胺 8ml, 振摇使曲尼司特溶解, 加水 5ml, 混匀, 滤过。取滤液 2ml, 滴加高锰酸钾试液数滴, 振摇, 紫红色即消失。

(2) 取含量测定项下的供试品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 333nm 的波长处有最大吸收, 在 263nm 的波长处有最小吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品内容物适量(约相当于曲尼司特 50mg), 置 50ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声使曲尼司特溶解, 放冷, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见曲尼司特有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。避光操作。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液(pH 7.4)900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 100 转, 依法操作, 经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml, 滤过, 精密量取续滤液 2ml, 置 50ml 量瓶中, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取曲尼司特对照品约 10mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加溶出介质适量, 超声使溶解, 放冷, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀, 精密量取适量, 用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 333nm 的波长处分别测定吸光度, 计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。避光操作。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 混合均匀, 精密

称取适量(约相当于曲尼司特 10mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使曲尼司特溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取曲尼司特对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 333nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同曲尼司特。

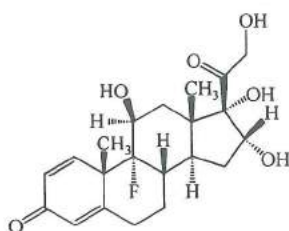
【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

曲安西龙

Qu'anxilong

Triamcinolone



$C_{21}H_{27}FO_6$ 394.44

本品为 9 α -氟-11 β ,16 α ,17 α ,21-四羟基孕甾-1,4-二烯-3,20-二酮。按干燥品计算,含 $C_{21}H_{27}FO_6$ 应为 97.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末,无臭。

本品在 *N,N*-二甲基甲酰胺中易溶,在甲醇或乙醇中微溶,在水或三氯甲烷中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加 *N,N*-二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +65°至 +72°。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 747 图)一致。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(18:82)为流动相;检测波长为 238nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 曲安西龙峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 4.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,峰面积在对照溶液主峰面积 0.5~1.0 倍之间的杂质峰不得过 2 个,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 2 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 60℃减压干燥 4 小时,减失重量不得过 1.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.16mg 的溶液,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取曲安西龙对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 16 μ g 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 理论板数按曲安西龙峰计算不低于 6000,曲安西龙峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 肾上腺皮质激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 曲安西龙片

曲安西龙片

Qu'anxilong Pian

Triamcinolone Tablets

本品含曲安西龙($C_{21}H_{27}FO_6$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量(约相当于曲安西龙 10mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使曲安西龙溶解后,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 238nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使曲安西龙溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释

至刻度,摇匀,作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定,计算每片的含量,应符合规定(通则 0941)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(9→1000)500ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取曲安西龙对照品约 16mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加甲醇 20ml,振摇使溶解后,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 238nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于曲安西龙 16mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使曲安西龙溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见曲安西龙含量测定项下。

【类别】 同曲安西龙。

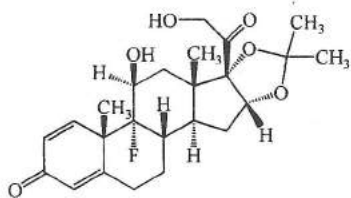
【规格】 4mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

曲安奈德

Qu'annaide

Triamcinolone Acetonide



$C_{24}H_{31}FO_6$ 434.50

本品为 9-氟-11 β ,21-二羟基-16 α ,17-[(1-甲基亚乙基)双(氧)]-孕甾-1,4-二烯-3,20-二酮。按干燥品计算,含 $C_{24}H_{31}FO_6$ 应为 97.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在丙酮中溶解,在三氯甲烷中略溶,在甲醇或乙醇中微溶,在水中极微溶解。

比旋度 取本品,精密称定,加二氧六环溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋

度为 +101°至 +107°。

吸收系数 取本品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 239nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 340~370。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 603 图)一致。

【检查】 氟 取本品,依法检查(通则 0805),含氟量应为 4.0%~4.75%。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 25mg,置 50ml 量瓶中,加甲醇 35ml,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用 70%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取曲安奈德与曲安西龙适量,加 70%甲醇溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(525:475)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按曲安奈德峰计算不低于 5000,曲安奈德峰与曲安西龙峰的分离度应大于 15。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.3 倍(0.3%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积 0.8 倍(0.8%),小于对照溶液主峰面积 0.01 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 1.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.2%(通则 0841)。

砷 取本品 0.10g,依法检查(通则 0804),应符合规定(0.005%)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30 μ g 的溶液。

对照品溶液 取曲安奈德对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30 μ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 肾上腺皮质激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)曲安奈德注射液 (2)曲安奈德益康唑乳膏

曲安奈德注射液

Qu'annaide Zhusheye

Triamcinolone Acetonide Injection

本品为曲安奈德的无菌混悬液。含曲安奈德($C_{24}H_{31}FO_6$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为微细颗粒的混悬液,静置后微细颗粒下沉,振摇后成均匀的乳白色混悬液。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量(约相当于曲安奈德 50mg),用乙醚提取 2 次,每次 10ml,弃去乙醚液,分取水层,滤过,残渣用少量水洗涤后,置 105℃干燥 1 小时。取干燥残渣用无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 12μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 239nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品适量(约相当于曲安奈德 40mg),加水 5ml 混匀,加乙醚 10ml,振摇提取后,取水层,水浴蒸干,残渣经减压干燥,依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 603 图)一致。

【检查】 pH 值 应为 5.0~7.5(通则 0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,摇匀,精密量取 5ml,置 200ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使曲安奈德溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用 70%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见曲安奈德有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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%),小于对照溶液主峰面积 0.01 倍的峰忽略不计。

粒度 取本品,充分振摇,取 1 滴,照粒度测定法(通则 0982 第一法)检查 3 个视野,颗粒均应小于 15μm,其中 5μm 以下的颗粒不得少于 70%,10μm 以下的颗粒不得少于 97%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 曲安奈德中含内毒素的量应小于 3.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,摇匀,精密量取 2ml,置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使曲安奈德溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 30μg 的溶液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见曲安奈德含量测定项下。

【类别】 同曲安奈德。

【规格】 (1)1ml:40mg (2)2ml:80mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

曲安奈德益康唑乳膏

Qu'annaide Yikangzuo Rugao

Triamcinolone Acetonide and Econazole Nitrate Cream

本品含曲安奈德($C_{24}H_{31}FO_6$)应为标示量的 90.0%~115.0%;含硝酸益康唑($C_{18}H_{15}Cl_3N_2O \cdot HNO_3$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

曲安奈德	1.0g
硝酸益康唑	10.0g
基质	适量
制成	1000g

【性状】 本品为白色乳膏。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品约 2g,加丙酮 18ml,振摇 15 分钟,滤过,取滤液。

对照品溶液(1) 取曲安奈德对照品适量,加丙酮制成每 1ml 中含曲安奈德 0.1mg 的溶液。

对照品溶液(2) 取硝酸益康唑对照品适量,加丙酮制成每 1ml 中含硝酸益康唑 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,以甲苯-乙醇-乙酸乙酯-甲酸(55:20:20:5)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 10μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,先置紫外光灯(254nm)下检视,再置饱和碘蒸气中显色。

结果判定 供试品溶液所显两个主成分斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液两主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 1.25g,精密称定,置 25ml 量瓶中,加四氢呋喃 2ml,振摇约 1 分钟使曲安奈德与硝酸益康唑溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取曲安奈德对照品约 15.6mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为曲安奈德对照品溶液;另取硝酸益康唑对照品约 12.5mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,精密加曲安奈德对照品溶液 2ml,加四氢呋喃 2ml,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂；以[取己烷磺酸钠 0.94g, 加乙腈-异丙醇-水-85%磷酸(140:140:720:1)溶解并稀释至 1000ml]为流动相 A, 以[取己烷磺酸钠 0.94g, 加甲醇-水-85%磷酸(900:100:1)溶解并稀释至 1000ml]为流动相 B, 按下表进行梯度洗脱；柱温为 40℃；检测波长为 227nm；进样体积 10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
25	0	100
35	100	0
45	100	0

系统适用性要求 曲安奈德峰与益康唑峰间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

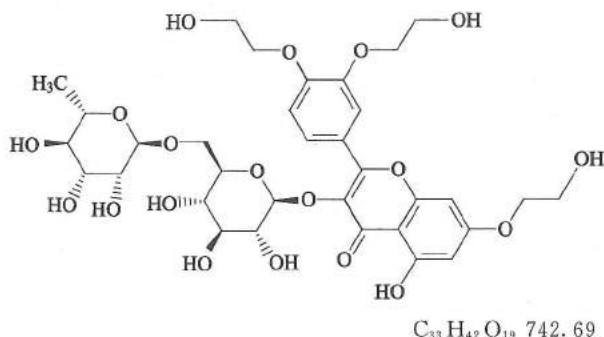
【类别】 抗真菌药。

【贮藏】 密闭, 在阴凉处保存。

曲克芦丁

Qukeluding

Troxeutin



本品为曲克芦丁(7,3',4'-三羟乙基芦丁)为主的羟乙基芦丁混合物。按无水物计算, 含曲克芦丁($C_{33}H_{42}O_{19}$)不得少于 80.0%(供口服用)或 88.0%(供注射用)。

【性状】 本品为黄色或黄绿色粉末；无臭；有引湿性。

本品在水中易溶, 在甲醇中微溶, 在乙醇中极微溶解, 在三氯甲烷中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg, 加水 20ml、盐酸 1ml 和锌粉少量, 置水浴上加热, 显持续的红色。

(2)取本品约 20mg, 加水 20ml 和三氯化铝少量, 溶液显亮黄色。

(3)取本品, 加水制成每 1ml 中含 20μg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 254nm 与 347nm 的波长处有最大吸收, 在 283nm 的波长处有最小吸收。

(4)在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(5)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(供注射用)(通则 0402)。

【检查】 酸度 取本品, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 50mg 的溶液, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 5.0~7.0。

溶液的澄清度 取本品, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 50mg 的溶液, 溶液应澄清；如显浑浊, 与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较, 不得更浓。(供注射用)

其他组分 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 流动相 A-流动相 B(80:20)。

供试品溶液 取本品, 加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取曲克芦丁系统适用性对照品适量, 加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中含 50μg 的溶液。

灵敏度溶液 取供试品溶液适量, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含曲克芦丁 0.5μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Venusil MP C18, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱)；流动相 A 为磷酸盐缓冲液(0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液, 用磷酸调节 pH 值至 4.4), 流动相 B 为乙腈；流速为每分钟 0.5ml。按下表进行梯度洗脱, 检测波长为 254nm；进样体积 10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	80	20
30	80	20
33	65	35
45	65	35
48	80	20
58	80	20

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 曲克芦丁峰的保留时间约为 18 分钟, 四羟乙基芦丁峰、一羟乙基芦丁峰、芦丁峰、曲克芦丁峰和二羟乙基芦丁峰的相对保留时间分别约为 0.5、0.8、0.9、1.0 和 1.1, 上述各峰之间的分离度均应符合要求。灵敏度溶液色谱图中, 曲克芦丁峰信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。

限度 按峰面积归一化法计算, 除曲克芦丁峰外, 单个最大组分峰面积不得大于总峰面积的 10.0%, 其他单个组分峰面积不得大于总峰面积的 5.0%, 各组分峰面积的和不得大于总峰面积的 20.0%(供口服用)；一羟乙基芦丁峰、二羟乙基芦丁峰和四羟乙基芦丁峰面积均不得大于总峰面积的 5.0%, 其他单个未知组分峰面积不得大于总峰面积的 1.0%, 未知组分峰面积的和不得大于总峰面积的 4.0%, 各组分峰面积的和不得大于总峰面积的 12.0%(供注射用)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

供试品溶液 取本品 1.0g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 1ml 使溶解,密封。

对照品溶液 分别取环氧乙烷、甲醇适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中含环氧乙烷 0.01mg 和甲醇 3.0mg 的混合溶液,精密量取 1ml 置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 14% 氰丙基苯基-86% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 30℃,维持 5 分钟,以每分钟 20℃ 的速率升温至 200℃,维持 3 分钟;进样口温度为 150℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 70℃,平衡时间 45 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,环氧乙烷峰与甲醇峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,甲醇的残留量应符合规定,环氧乙烷的残留量不得过 0.001%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 4.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.4%(供口服用)或 0.2%(供注射用)。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十(供口服用)或百万分之十(供注射用)。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液制成每 1ml 中含曲克芦丁 50mg 的溶液,依法检查(通则 1141),应符合规定。(供注射用)

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取曲克芦丁对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液 见其他组分项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Venusil MP C18, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(pH 4.4)(0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液,用磷酸调节 pH 值至 4.4)-乙腈(80:20)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,曲克芦丁峰的保留时间约为 18 分钟,四羟乙基芦丁峰、一羟乙基芦丁峰、芦丁峰、曲克芦丁峰与二羟乙基芦丁峰的相对保留时间分别约为 0.5、0.8、0.9、1.0 和 1.1,曲克芦丁峰与二羟乙基芦丁峰与芦丁峰之间的分离度均应符合要求。

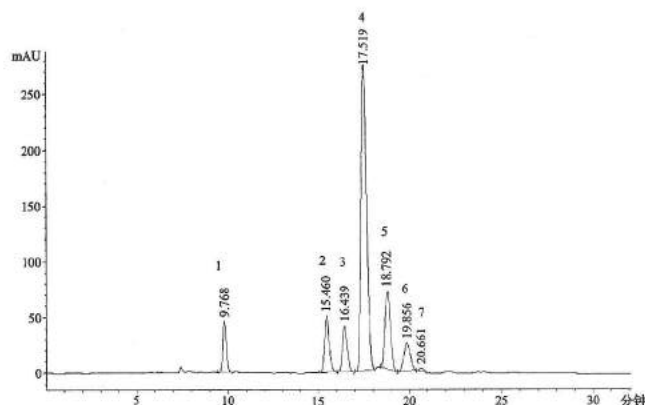
测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 毛细血管保护药。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 曲克芦丁片

附:



系统适用性色谱图

峰 1: 四羟乙基芦丁; 峰 2: 一羟乙基芦丁; 峰 3: 芦丁;

峰 4: 曲克芦丁; 峰 5: 二羟乙基芦丁

曲克芦丁片

Qukeluding Pian

Troloxerutin Tablets

本品含曲克芦丁($C_{33}H_{42}O_{19}$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显黄色或黄绿色。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的细粉适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含曲克芦丁约 15μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 254nm 与 347nm 的波长处有最大吸收,在 283nm 波长处有最小吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 其他组分 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含曲克芦丁 1mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

灵敏度溶液 取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含曲克芦丁 0.5μg 的溶液。

溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见曲克芦丁其他组分项下。

限度 按峰面积归一化法计算,除曲克芦丁峰外,单个最大组分峰面积不得大于总峰面积的 10.0%,其他单个组分峰面积不得大于总峰面积的 5.0%,各组分峰面积的和不得大于总峰面积的 20.0%。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含曲克芦丁 66μg 的溶液。

对照品溶液 取曲克芦丁对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含曲克芦丁 66μg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定项下。

测定法 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片(糖衣片除去包衣),精密称定,研细,取细粉适量(约相当于曲克芦丁 100mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使曲克芦丁溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见曲克芦丁含量测定项下。

【类别】 同曲克芦丁。

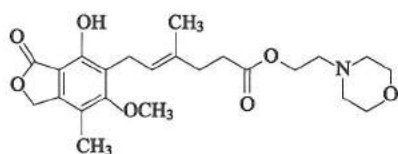
【规格】 (1) 60mg (2) 180mg

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

吗替麦考酚酯

Matimaikaofenzhi

Mycophenolate Mofetil



$C_{23}H_{31}NO_7$ 433.49

本品为(E)-6-(4-羟基-6-甲氧基-7-甲基-3-氧代-1,3-二氢异苯并呋喃-5-基)-4-甲基-4-己烯酸 2-(吗啉-4-基)乙酯。按干燥品计算,含吗替麦考酚酯($C_{23}H_{31}NO_7$)应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在二氯甲烷中极易溶解,在乙腈、乙酸乙酯和 0.1mol/L 盐酸溶液中溶解,在甲醇中略溶,在乙醇中微溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 93~99℃,熔距应在 3℃以内。

【鉴别】 (1)取本品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 25μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 250nm 与 304nm 波长处有最大吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1241 图)一致。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g,加 96%乙醇 10ml 使溶解,溶液应澄清无色(通则 0902 第一法和通则 0901 第一法)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制或存放在 4~8℃。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中约含 2μg 的溶液。

杂质 F 对照品溶液 取杂质 F 对照品适量,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

系统适用性溶液 取杂质 A 对照品和杂质 H 对照品各适量,加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 10μg 的混合溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中含 0.5μg 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱),以磷酸盐缓冲液(取三乙胺 2ml,加水 650ml,混匀,用稀磷酸调节 pH 值至 5.3)-乙腈(65:35)为流动相;柱温为 45℃;检测波长为 250nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 吗替麦考酚酯峰的保留时间约为 22 分钟。系统适用性溶液色谱图中,杂质 A 峰与杂质 H 峰间的分离度应大于 4.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分色谱峰峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与杂质 F 对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以峰面积计算,杂质 F 不得过 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(0.4%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

Z-吗替麦考酚酯 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中约含 2.5μg 的溶液。

系统适用性溶液 取吗替麦考酚酯对照品适量,置 254nm 紫外光下光照 48 小时后,加乙腈适量超声使溶解,用乙腈稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用乙腈稀释制成每 1ml 中约含 0.5μg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。柱温为 60℃;检测波长为 215nm。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,吗替麦考酚酯峰与 Z-吗替麦考酚酯峰(相对保留时间约为 1.1)间的分离度应符合要求;灵敏度溶液色谱图中,主成分色谱峰峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 Z-吗替麦考酚酯峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

内标溶液 取甲基异丁基酮适量,用二甲基亚砜稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.6g,精密称定,置顶空瓶中,精密加内标溶液 3ml,密封,振摇使溶解。

对照品溶液 取丙酮、甲醇、乙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲苯、二甲苯、正己烷、环己烷、乙酸丁酯、N,N-二甲基甲酰胺各适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含丙酮 1.0mg、甲醇 0.6mg、乙醇 1.0mg、二氯甲烷 0.12mg、乙酸乙酯 1.0mg、甲苯 0.178mg、二甲苯 0.434mg、正己烷 0.058mg、环己烷 0.776mg、乙酸丁酯 1.0mg、N,N-二甲基甲酰胺 0.176mg 的混合溶液,精密量取 3ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱(0.53mm×30m,3μm 或效能相当的色谱柱);起始温度为 35℃,维持 1 分钟,以每分钟 5℃ 的速率升温至 90℃,再以每分钟 15℃ 的速率升温至 150℃,再以每分钟 35℃ 的速率升温至 230℃,维持 10 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 120℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,按甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、环己烷、内标物、甲苯、乙酸丁酯、N,N-二甲基甲酰胺、二甲苯顺序洗脱,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积计算,丙酮、甲醇、乙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲苯、二甲苯、正己烷、环己烷、乙酸丁酯和 N,N-二甲基甲酰胺的残留量均应符合规定。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 60℃ 减压干燥 3 小时,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.4g,精密称定,加冰醋酸 50ml 使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 43.35mg 的 C₂₃H₃₁NO₇。

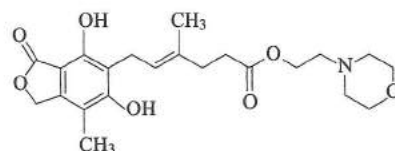
【类别】 免疫抑制剂。

【贮藏】 30℃ 以下避光保存。

【制剂】 (1)吗替麦考酚酯片 (2)吗替麦考酚酯分散片 (3)吗替麦考酚酯胶囊

附:

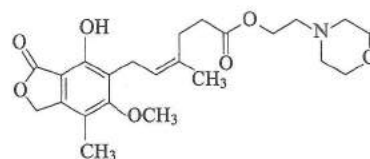
杂质 A



C₂₂H₂₉NO₇ 419.47

(4E)-6-(4,6-二羟基-7-甲基-3-氧代-1,3-二氢异苯并呋喃-5-基)-4-甲基-4-己烯酸 2-(吗啉-4-基)乙酯

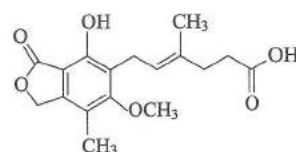
杂质 C(Z-吗替麦考酚酯)



C₂₃H₃₁NO₇ 433.49

(Z)-6-(4-羟基-6-甲氧基-7-甲基-3-氧代-1,3-二氢异苯并呋喃-5-基)-4-甲基-4-己烯酸 2-(吗啉-4-基)乙酯

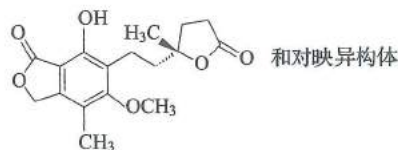
杂质 F(麦考酚酸)



C₁₇H₂₀O₆ 320.34

(E)-6-(4-羟基-6-甲氧基-7-甲基-3-氧代-1,3-二氢异苯并呋喃-5-基)-4-甲基-4-己烯酸

杂质 H



C₁₇H₂₀O₆ 320.34

7-羟基-5-甲氧基-4-甲基-6-[2-[(2RS)-2-甲基-5-氧代四氢呋喃-2-基]乙基]异苯并呋喃-1(3H)-酮

吗替麦考酚酯片

Matimaikaofenzhi Pian

Mycophenolate Mofetil Tablets

本品含吗替麦考酚酯($C_{23}H_{31}NO_7$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量,加0.1mol/L盐酸溶液使吗替麦考酚酯溶解并稀释制成每1ml中约含吗替麦考酚酯25 μ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在250nm与304nm的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。临用新制或存放在4~8℃。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于吗替麦考酚酯0.2g),精密称定,置100ml量瓶中,加乙腈适量超声使吗替麦考酚酯溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用乙腈定量稀释制成每1ml中约含吗替麦考酚酯2 μ g的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用乙腈定量稀释制成每1ml中约含吗替麦考酚酯0.5 μ g的溶液。

杂质F对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见吗替麦考酚酯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质F按外标法以峰面积计算,不得过标示量的1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的8倍(0.8%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

Z-吗替麦考酚酯 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于吗替麦考酚酯0.25g),精密称定,置100ml量瓶中,加水10ml,超声15分钟,加乙腈适量超声使吗替麦考酚酯溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见吗替麦考酚酯Z-吗替麦考酚酯项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与Z-吗替麦考酚酯峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则0931 第二法)测定。

溶出条件 以0.1mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经15分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含吗替麦

考酚酯25 μ g的溶液。

对照品溶液 取吗替麦考酚酯对照品适量,精密称定,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含25 μ g的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在304nm的波长处分别测定吸光度。计算每片的溶出量。

限度 标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则0512)测定。

供试品溶液 取本品10片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于吗替麦考酚酯0.2g),置100ml量瓶中,加乙腈适量超声使吗替麦考酚酯溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置25ml量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取吗替麦考酚酯对照品适量,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.4mg的溶液。

系统适用性溶液与色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同吗替麦考酚酯。

【规格】 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 30℃以下避光保存。

吗替麦考酚酯分散片

Matimaikaofenzhi Fensanpian

Mycophenolate Mofetil Dispersible Tablets

本品含吗替麦考酚酯($C_{23}H_{31}NO_7$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色或黄色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含吗替麦考酚酯25 μ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在250nm与304nm的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。临用新制或存放在4~8℃。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于吗替麦考酚酯0.2g),精密称定,置100ml量瓶中,加乙腈适量超声使吗替麦考酚酯溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中含吗替麦考酚酯 $2\mu\text{g}$ 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中约含吗替麦考酚酯 $0.5\mu\text{g}$ 的溶液。

杂质 F 对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见吗替麦考酚酯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 F 按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%);其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 8 倍(0.8%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

Z-吗替麦考酚酯 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品的细粉适量(约相当于吗替麦考酚酯 0.25g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加水 10ml,超声约 15 分钟,加乙腈适量超声使吗替麦考酚酯溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见吗替麦考酚酯 Z-吗替麦考酚酯项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 Z-吗替麦考酚酯峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 15 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含吗替麦考酚酯 $25\mu\text{g}$ 的溶液。

对照品溶液 取吗替麦考酚酯对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 $25\mu\text{g}$ 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 304nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于吗替麦考酚酯 0.2g),置 100ml 量瓶中,加乙腈适量超声使吗替麦考酚酯溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取吗替麦考酚酯对照品适量,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

系统适用性溶液与色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同吗替麦考酚酯。

【规格】 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 30℃ 以下避光保存。

吗替麦考酚酯胶囊

Matimaikaofenzhi Jiaonang

Mycophenolate Mofetil Capsules

本品含吗替麦考酚酯($\text{C}_{23}\text{H}_{31}\text{NO}_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末或颗粒或块状物。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品内容物适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液使吗替麦考酚酯溶解并稀释制成每 1ml 中约含吗替麦考酚酯 $25\mu\text{g}$ 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 250nm 与 304nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制或存放在 4~8℃。

供试品溶液 取装量差异项下内容物适量(约相当于吗替麦考酚酯 0.2g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙腈适量超声使吗替麦考酚酯溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中约含吗替麦考酚酯 $2\mu\text{g}$ 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用乙腈定量稀释制成每 1ml 中约含吗替麦考酚酯 $0.5\mu\text{g}$ 的溶液。

杂质 F 对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见吗替麦考酚酯有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 F 按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 8 倍(0.8%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

Z-吗替麦考酚酯 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下内容物适量(约相当于吗替麦考酚酯 0.25g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加水 10ml,超声 15 分钟,加乙腈适量超声使吗替麦考酚酯溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液、系统适用性溶液、灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见吗替麦考酚酯 Z-吗替麦考酚酯项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 Z-吗替麦考酚酯峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.1%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

溶出条件 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含吗替麦考酚酯 25 μ g 的溶液。

对照品溶液 取吗替麦考酚酯对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 304nm 的波长处分别测定吸光度。计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取装量差异项下内容物适量(约相当于吗替麦考酚酯 0.2g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙腈适量超声使吗替麦考酚酯溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取吗替麦考酚酯对照品适量,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

系统适用性溶液与色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 除灵敏度要求外,其他见有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同吗替麦考酚酯。

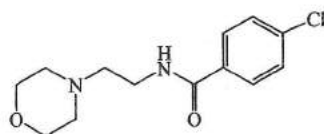
【规格】 0.25g

【贮藏】 30℃ 以下避光保存。

吗氯贝胺

Malübei'an

Moclobemide



$C_{13}H_{17}ClN_2O_2$ 268.74

本品为 4-氯-N-[2-(4-吗啉基乙基)]苯甲酰胺。按干燥品计算,含 $C_{13}H_{17}ClN_2O_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇、乙醇或三氯甲烷中易溶,在丙酮中溶解,在水中微溶,在冰醋酸中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 136~140℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 240nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 557~591。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加稀盐酸 5ml 与水 20ml 使溶解,取 5ml 加碘化铋钾试液 2 滴,即生成橙红色沉淀。

(2)取吸收系数项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 240nm 的波长处有最大吸收,在 214nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 740 图)一致。

【检查】 碱度 取本品 1.0g,加水 10ml,超声 10 分钟,滤过,取滤液依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.3~8.5。

氯化物 取本品 0.60g,加水 50ml,振摇 5 分钟,滤过,取滤液 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.020%)。

硫酸盐 取本品 2.0g,加水 50ml,超声 5 分钟,滤过,取滤液 25ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.030%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 1.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 15 μ g 的溶液。

色谱条件 用氨基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.14% 三乙胺溶液[以磷酸溶液(1→2)调节 pH 值至 6.0]-甲醇(65:35)为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按吗氯贝胺峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,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(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过百万分之二。

酸碱 取本品 1.0g,加氢氧化钙 1g,混合,加水少量,搅拌均匀,干燥后,先用小火烧灼使炭化,在 500~600℃ 炽灼使完全灰化,放冷,加盐酸 5ml 与水 23ml 使溶解,依法检查(通