

**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去甲肾上腺素峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以 0.3 后不得大于对照溶液主峰面积的 1/3(0.1%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1/3(0.1%);杂质总量不得过 0.3%,小于对照溶液主峰面积 1/6 倍的色谱峰忽略不计。

**水分** 取本品 50mg,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,水分应为 5.0%~6.0%。

**炽灼残渣** 不得过 0.1%(通则 0841)。

**【含量测定】** 取本品 0.2g,精密称定,加冰醋酸 10ml,振摇(必要时微温)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 31.93mg 的  $C_8H_{11}NO_3 \cdot C_4H_6O_6$ 。

**【类别】** 肾上腺素受体激动药。

**【贮藏】** 遮光,充惰性气体,严封保存。

**【制剂】** 重酒石酸去甲肾上腺素注射液

## 重酒石酸去甲肾上腺素注射液

Zhongjiushisuan Qujia Shenshangxiansu Zhushuye

### Norepinephrine Bitartrate Injection

本品为重酒石酸去甲肾上腺素加氯化钠适量使成等渗的灭菌水溶液。含重酒石酸去甲肾上腺素( $C_8H_{11}NO_3 \cdot C_4H_6O_6 \cdot H_2O$ )应为标示量的 90.0%~115.0%。

本品中可加适宜的稳定剂。

**【性状】** 本品为无色或几乎无色的澄明液体;遇光和空气易变质。

**【鉴别】** (1)取本品 1ml,加三氯化铁试液 1 滴,即显翠绿色。

(2)取本品适量(约相当于重酒石酸去甲肾上腺素 1mg),照重酒石酸去甲肾上腺素项下的鉴别(2)项试验,显相同的反应。

(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** 精密量取本品适量,用 0.9%氯化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中含重酒石酸去甲肾上腺素 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。

**对照品溶液** 取盐酸去甲肾上腺素对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含去甲肾上腺

酮 2μg 的溶液。

**系统适用性溶液(1)** 取重酒石酸去甲肾上腺素 10mg,加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml 使溶解,取 1ml,加浓过氧化氢溶液 0.1ml,摇匀,在紫外光灯(254nm)下照射 90 分钟,加流动相 9ml,摇匀。

**系统适用性溶液(2)** 取重酒石酸去甲肾上腺素 10mg 与焦亚硫酸钠 50mg,置具塞试管,加水 5ml 使溶解,密塞,100℃加热 1 小时,取 1ml 置 10ml 量瓶中,用 0.9%氯化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(XBridge C18 柱, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱);以 0.14%庚烷磺酸钠溶液-甲醇(80:20)(用磷酸调节 pH 值至 3.0±0.1)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液(1)色谱图中,去甲肾上腺素峰保留时间约为 10 分钟,降解产物峰与去甲肾上腺素峰相对保留时间分别约为 1.1 与 1.3,去甲肾上腺素峰与降解产物峰之间的分离度应符合要求;系统适用性溶液(2)色谱图中,去甲肾上腺素峰保留时间约为 10 分钟,焦亚硫酸钠峰与去甲肾上腺素磺化物峰相对保留时间分别约为 0.23 与 0.26,焦亚硫酸钠峰与去甲肾上腺素磺化物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去甲肾上腺素峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过重酒石酸去甲肾上腺素标示量的 0.1%;如有与去甲肾上腺素磺化物峰保留时间一致的色谱峰,去甲肾上腺素磺化物峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 10 倍(10.0%);除去甲肾上腺素峰、去甲肾上腺素磺化物峰及其之前的辅料峰外,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%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

**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 257~315mOsmol/kg。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 重酒石酸去甲肾上腺素中含内毒素的量应小于 83EU。

**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(约相当于重酒石酸去甲肾上腺素 4mg),置 25ml 量瓶中,加 4%醋酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取重酒石酸去甲肾上腺素对照品适量,精密称定,加 4%醋酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.16mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.14%庚烷磺酸钠溶液-甲醇(65:35)(用磷酸调节 pH 值

至  $3.0 \pm 0.1$  为流动相;检测波长为 280nm;进样体积  $20\mu\text{l}$ 。

**系统适用性要求** 理论板数按去甲肾上腺素峰计算不低于 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。

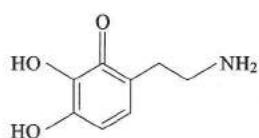
**【类别】** 同重酒石酸去甲肾上腺素。

**【规格】** (1)1ml:2mg (2)1ml:5mg (3)2ml:10mg

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。

附:

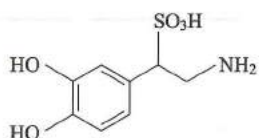
#### 去甲肾上腺酮



$\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_3$  172.2

2-氨基-1-(3,4-二羟基苯基)-乙酮

#### 去甲肾上腺素磺化物



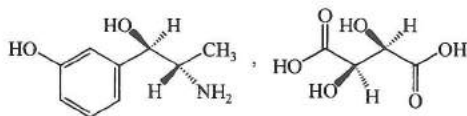
$\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3 \cdot \text{SO}_3$  233

2-氨基-1-(3,4-二羟基苯基)-乙磺酸

### 重酒石酸间羟胺

Zhongjiushisuan Jianqiang'an

Metaraminol Bitartrate



$\text{C}_9\text{H}_{13}\text{NO}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$  317.29

本品为(-)- $\alpha$ -(1-氨基-2-羟基-3-羟基苯基)乙醇重酒石酸盐。按干燥品计算,含  $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{NO}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末;几乎无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在三氯甲烷或乙醚中不溶。

**熔点** 本品的熔点为  $171 \sim 176^\circ\text{C}$  (通则 0612)。

**【鉴别】** (1)取本品约 5mg,加钼酸铵的饱和硫酸溶液 2ml,混匀,即显蓝色。

(2)取本品约 5mg,加水 0.5ml 使溶解,加亚硝基铁氰化钠试液 2 滴、丙酮 2 滴与碳酸氢钠 0.2g,在  $60^\circ\text{C}$  的水浴中加

热 1 分钟,即显红紫色。

(3)取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 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 294 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  $3.2 \sim 3.5$ 。

**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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.4mg 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  $1\mu\text{g}$  的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.03% 己烷磺酸钠溶液(用 40% 磷酸调节 pH 值至 3.0)-甲醇(80:20)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积  $20\mu\text{l}$ 。

**系统适用性要求** 理论板数按间羟胺峰计算不低于 5000,间羟胺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(除酒石酸峰外),单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.25%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(1.0%)。

**干燥失重** 取本品,在  $105^\circ\text{C}$  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,置碘瓶中,用水 40ml 使溶解,精密加溴滴定液(0.05mol/L) 40ml,再加盐酸 8ml,立即密塞,放置 15 分钟,注意微开瓶塞,加碘化钾试液 8ml,立即密塞,振摇,用少量水冲洗碘瓶的瓶塞和瓶颈,加三氯甲烷 1ml,振摇,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 5.288mg 的  $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{NO}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ 。

**【类别】**  $\alpha$  肾上腺素受体激动药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 重酒石酸间羟胺注射液

### 重酒石酸间羟胺注射液

Zhongjiushisuan Jianqiang'an Zhushuye

Metaraminol Bitartrate Injection

本品为重酒石酸间羟胺的灭菌水溶液。含间羟胺( $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{NO}_2$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。



【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 取本品 1ml,加亚硝基铁氰化钠试液 2 滴、丙酮 2 滴与碳酸氢钠 0.2g,在 60℃ 的水浴中加热 1 分钟,即显红紫色。

【检查】 pH 值 应为 3.0~4.0(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(约相当于间羟胺 20mg),置 100ml 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适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含间羟胺 1μg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见重酒石酸间羟胺有关物质项下。

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 间羟胺中含内毒素的量应小于 3.0EU。

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 5ml(约相当于间羟胺 50mg),置 50ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀;精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 272nm 的波长处测定吸光度,按  $C_9H_{13}NO_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 111 计算。

【类别】 同重酒石酸间羟胺。

【规格】 按  $C_9H_{13}NO_2$  计 (1)1ml:10mg  
(2)5ml:50mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 复方十一烯酸锌软膏

Fufang Shiyixisuanxin Ruangao

Compound Zinc Undecylenate Ointment

本品含十一烯酸锌( $C_{22}H_{38}O_4Zn$ )应为 18.5%~21.5%,含十一烯酸总量应为 19.8%~23.8%。

【处方】

十一烯酸锌	200g
十一烯酸	50g
基质	适量
制成	1000g

【性状】 本品为白色至淡黄色软膏。

【鉴别】 (1)取本品约 5g,加乙醇 25ml,加热,振摇,放冷,滤过,滤液加高锰酸钾试液数滴,振摇后,高锰酸钾的颜色即消失。

(2)取上述遗留的滤渣,加三氯甲烷 10ml,微温使溶解,

放冷,加稀硫酸 20ml,振摇,静置俟分层,上层的酸溶液显锌盐的鉴别反应(通则 0301)。

(3)在十一烯酸总量含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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各项规定(通则 0109)。

【含量测定】 十一烯酸锌 取本品约 2.5g,精密称定,置锥形瓶中,加 1mol/L 盐酸溶液 10ml 与水 20ml,置水浴中加热约 15 分钟,振摇,至油层澄清,加热水 20ml,搅拌,静置,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,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转为纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 21.60mg 的  $C_{22}H_{38}O_4Zn$ 。

十一烯酸总量 照气相色谱法(通则 0521)测定。

内标溶液 取十一烷适量,加三氯甲烷制成每 1ml 中约含 3mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.4g,精密称定,置锥形瓶中,加盐酸溶液(1→50)25ml,水浴加热,振摇,至油层澄清,放冷,定量转移至分液漏斗中,用三氯甲烷提取 3 次(30ml、20ml 与 20ml)。合并提取液,置 100ml 量瓶中,精密加内标溶液 5ml,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取十一烯酸对照品约 80mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,精密加内标溶液 5ml,加三氯甲烷溶解并定量稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液,柱温为 210℃;进样口温度与检测器温度均为 250℃;进样体积 1μl。

系统适用性要求 内标峰与十一烯酸峰之间的分离度应大于 5.0。理论板数按十一烯酸峰计算不低于 10 000。

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。按内标法以峰面积计算。

【类别】 同十一烯酸锌。

【贮藏】 密闭保存。

## 复方己酸羟孕酮注射液

Fufang Jisuanqiangyuntong Zhusheye

Compound Hydroxypregesterone  
Caproate Injection

本品为己酸羟孕酮与戊酸雌二醇的灭菌油溶液。含己酸羟孕酮( $C_{27}H_{40}O_4$ )和戊酸雌二醇( $C_{23}H_{32}O_3$ )均应为标示量的 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,用无水乙醇稀释制成每 1ml 中含戊酸雌二醇 0.1mg 与己酸羟孕酮 5mg 的溶液。

**对照品溶液** 取戊酸雌二醇对照品与己酸羟孕酮对照品适量,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含戊酸雌二醇 0.1mg 与己酸羟孕酮 5mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以环己烷-乙酸乙酯-三乙醇胺(50:50:0.5)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 20 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以硫酸-乙醇(1:1),在 110 $^{\circ}$ C 加热 5~10 分钟使显色。

**结果判定** 供试品溶液所显两个主斑点的位置和颜色应分别与对照品溶液相应的主斑点相同。

(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相应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。

**戊酸雌二醇供试品溶液** 用内容量移液管精密量取本品 1ml,置 25ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

**己酸羟孕酮供试品溶液** 精密量取戊酸雌二醇供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取戊酸雌二醇对照品与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 中约含戊酸雌二醇与己酸羟孕酮各 20 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(85:15)为流动相;检测波长为 225nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 己酸羟孕酮峰与戊酸雌二醇峰之间的分离度应符合要求。

**测定法** 精密量取上述三种溶液,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。

**【规格】** 1ml:己酸羟孕酮 250mg 与戊酸雌二醇 5mg

**【贮藏】** 密闭,避光保存。

## 【处方】

门冬氨酸	7.8g
维生素 B <sub>6</sub>	0.5g
甘草酸二钾	1.0g
盐酸萘甲唑啉	0.03g
甲硫酸新斯的明	0.05g
马来酸氯苯那敏	0.1g
辅料	适量
注射用水	适量
制成	1000ml

**【性状】** 本品为无色至微黄色的澄明液体。

**【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】 pH 值** 应为 4.5~6.5(通则 0631)。

**颜色** 取本品,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 0.06。

**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】** 维生素 B<sub>6</sub>、甲硫酸新斯的明、盐酸萘甲唑啉、马来酸氯苯那敏与甘草酸二钾 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。

**对照品溶液** 取维生素 B<sub>6</sub>、甲硫酸新斯的明、盐酸萘甲唑啉、马来酸氯苯那敏与甘草酸二钾对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含 0.2mg、0.02mg、0.012mg、0.04mg 与 0.4mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以庚烷磺酸钠溶液(取庚烷磺酸钠 4.04g 与磷酸二氢钾 2.72g 溶于 1000ml 水中,用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相 A,乙腈为流动相 B,流速为每分钟 1ml,照下表进行梯度洗脱;检测波长为 260nm,10 分钟后改为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	85	15
6	85	15
15	73	27
25	65	35
35	55	45
40	55	45
42	85	15
45	85	15

**系统适用性要求** 各组分色谱峰的保留时间分别为:维生素 B<sub>6</sub> 在 6~9 分钟,甲硫酸新斯的明在 16~18 分钟,盐酸萘甲唑啉在 23~26 分钟,马来酸氯苯那敏在 27~30 分钟,甘草酸二钾在 31~34 分钟。各组分峰的分离度应符合要求。

## 复方门冬维甘滴眼液

Fufang Mendongweigan Diyanye

Compound Aspartate, Vitamin B<sub>6</sub> and

Dipotassium Glycyrrhetate Eye Drops

本品含盐酸萘甲唑啉(C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>·HCl)、门冬氨酸(C<sub>4</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>4</sub>)、维生素 B<sub>6</sub>(C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>·HCl)、甘草酸二钾(C<sub>42</sub>H<sub>60</sub>K<sub>2</sub>O<sub>16</sub>)与甲硫酸新斯的明(C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S)均应为标示量的 90.0%~110.0%,含马来酸氯苯那敏(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>·C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)应为标示量的 85.0%~115.0%。



**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。

**门冬氨酸** 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。

**对照品溶液** 取门冬氨酸对照品约 78mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取门冬氨酸与甘草酸二钾对照品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.56mg 与 0.2mg 的混合溶液。

**色谱条件** 用氨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 5.44g,加水溶解并稀释至 1000ml)-乙腈(58:42)为流动相;检测波长为 220nm;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,理论板数按门冬氨酸峰计算不低于 2000,甘草酸二钾峰与门冬氨酸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】** 眼科用药。

**【规格】** (1)13ml (2)15ml

**【贮藏】** 密封保存。

## 复方甘草口服溶液

Fufang Gancao Koufurongye

Compound Glycyrrhiza Oral Solution

本品每 1ml 中含无水吗啡( $C_{17}H_{19}NO_3$ )应为 0.0765~0.104mg;愈创甘油醚( $C_{10}H_{14}O_4$ )应为 4.50~5.50mg;甘草酸( $C_{42}H_{82}O_{16}$ )应不少于 2.0mg。

**【处方】**

甘草流浸膏	120ml
复方樟脑酊	180ml
甘油	120ml
愈创甘油醚	5g
浓氨溶液	适量
水	适量
总量	1000ml

**【制法】** 取甘草流浸膏,加甘油混匀,加水 500ml 稀释后,缓缓加浓氨溶液适量,调节 pH 值至 8~9,再加愈创甘油醚的水溶液(取愈创甘油醚,加适量热水溶解制成),不断搅拌,最后加复方樟脑酊,再加适量的水使成 1000ml,摇匀,即得。

本品中需加适量的稳定剂。

**【性状】** 本品为棕色或棕黑色液体;有香气,久置偶有沉淀。

**【鉴别】** (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品,摇匀,取 10ml,置分液漏斗中,加盐酸调节 pH 值约为 2,摇匀,加三氯甲烷提取 2 次,每次 20ml,取酸水溶液,加浓氨试液调节 pH 值为 9~10,加三氯甲烷-异丙醇(3:1)提取 2 次,每次 20ml,合并提取液,通过无水硫酸钠滤过,取滤液减压蒸干,残渣加甲醇 1ml 溶解。

**对照品溶液** 取吗啡对照品适量,加甲醇溶解并制成每 1ml 中约含 1.0mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以甲苯-丙酮-无水乙醇-浓氨试液(20:20:5:0.6)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。

**结果判定** 供试品溶液应显与对照品溶液所显主斑点的位置和颜色一致的斑点。

(2)在愈创甘油醚、甘草酸含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中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。

**【检查】** pH 值 应为 6.0~9.0(通则 0631)。

**其他** 除澄清晰度外,本品应符合口服溶液剂项下有关的规定(通则 0123)。

**【含量测定】** 吗啡 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**固相萃取柱的前处理、系统适用性试验与要求** 取固相萃取柱 1 支(用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂),依次用甲醇-水(3:1)15ml 与水 5ml 冲洗,再用 pH 值约为 9 的氨水溶液(取水适量,滴加氨试液至 pH 值为 9)冲洗至流出液 pH 值约为 9,待用。

精密量取每 1ml 中约含吗啡对照品 0.1mg 的 5%醋酸溶液 0.5ml,置处理后的固相萃取柱上,以供试品溶液中相同的洗脱条件洗脱,用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀,作为固相萃取柱系统适用性溶液。精密量取该溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

固相萃取柱系统适用性试验结果( $f_s$ )按下列公式计算,应在 0.97~1.03 之间。

$$\text{系统适用性试验结果}(f_s) = \frac{A_x/C_x}{A_R/C_R}$$

式中  $A_x$  为系统适用性溶液中吗啡峰面积;

$A_R$  为对照品溶液中吗啡峰面积;

$C_x$  为系统适用性溶液浓度;

$C_R$  为对照品溶液浓度。

**供试品溶液** 取本品适量,超声 10 分钟,取出,摇匀;精密量取 0.5ml,置处理后的固相萃取柱上,滴加氨试液适量使柱内溶液的 pH 值约为 9(上样前,另取同体积的续滤液预先调试,以确定滴加氨试液的量),摇匀,待溶剂滴尽后,用水 20ml 冲洗,以 5%醋酸溶液洗脱,用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取吗啡对照品适量,精密称定,加 5%醋酸



溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 溶液。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-2.5mmol/L 庚烷磺酸钠溶液-50mmol/L 磷酸二氢钾溶液(5:18:18)为流动相；检测波长为 220nm；进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按吗啡峰计算不低于 1000，吗啡峰与相邻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和对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以吗啡峰面积计算。

**愈创甘油醚与甘草酸** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品 1 瓶，超声 10 分钟，放冷，摇匀，精密量取 1ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤膜滤过，取续滤液。

**对照品溶液** 取愈创甘油醚对照品与甘草酸铵对照品各适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别含愈创甘油醚 0.1mg 与甘草酸铵 0.05mg 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-2.5mmol/L 庚烷磺酸钠溶液-50mmol/L 磷酸二氢钾溶液(20:40:40)(用 20% 氢氧化钠溶液调节 pH 值为 7.2 $\pm$ 0.2)为流动相；检测波长为 260nm；进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按甘草酸峰计算不低于 2000，愈创甘油醚峰、甘草酸峰与各自相邻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，计算甘草酸含量时将结果乘以 0.9797。

**【类别】** 祛痰镇咳药。

**【贮藏】** 遮光，密封，在阴凉干燥处保存。

## 复方甘草片

Fufang Gancan Pian

Compound Liquorice Tablets

本品每片中含无水吗啡( $C_{17}H_{19}NO_3$ )应为 0.36~0.44mg；含甘草酸( $C_{42}H_{82}O_{16}$ )不得少于 7.3mg。

### 【处方】

甘草浸膏粉(中粉)	112.5g
阿片粉或罂粟果提取物粉	4g
樟脑	2g
八角茴香油	2g
苯甲酸钠(中粉)	2g
制成	1000 片

**【制成】** 取甘草浸膏烘干，研碎，加苯甲酸钠、阿片粉均匀混合制成颗粒后，加入用少量乙醇溶解的樟脑与八角茴香油，混匀压制成片，即得。

**【性状】** 本品为灰棕色片、棕色片、棕褐色片或薄膜包衣片，除去包衣后，显棕色或棕褐色；有特臭；易吸潮。

**【鉴别】** (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品 2 片，研细，加水约 7ml 混匀，加 10% 无水碳酸钠溶液至 pH 值约为 9，用三氯甲烷-异丙醇(3:1)提取 2 次，每次 20ml，合并提取液，用少量氨试液洗涤，再用少量水洗，浓缩蒸干，加甲醇 0.3ml 使溶解。

**对照品溶液** 取吗啡对照品适量，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板，以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(35:10:5)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l，分别点于同一薄层板上，展开，晾干，喷以碘化铋钾试液。

**结果判定** 供试品溶液应显与对照品溶液所显主斑点的位置和颜色一致的斑点。

(2)在甘草酸含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶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】** 除崩解时限不检查外，应符合片剂项下有关的规定(通则 0101)。

**【含量测定】** 吗啡 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**固相萃取柱的前处理、系统适用性试验与要求** 取固相萃取柱 1 支(用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂)，依次用甲醇-水(3:1)15ml 与水 5ml 冲洗，再用 pH 值约为 9 的氨水溶液(取水适量，滴加氨试液至 pH 值为 9)冲洗至流出液 pH 值约为 9，待用。

精密量取每 1ml 中约含吗啡对照品 50 $\mu$ g 的 5% 醋酸溶液 1ml，置处理后的固相萃取柱上，以供试品溶液中相同的洗脱条件洗脱，用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度，摇匀，作为固相萃取柱系统适用性溶液。精密量取该溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

固相萃取柱系统适用性试验结果( $f_s$ )按下列公式计算，应在 0.97~1.03 之间。

$$\text{系统适用性试验结果}(f_s) = \frac{A_x/C_x}{A_R/C_R}$$

式中  $A_x$  为系统适用性溶液中吗啡峰面积；

$A_R$  为对照品溶液中吗啡峰面积；

$C_x$  为系统适用性溶液浓度；

$C_R$  为对照品溶液浓度。

**供试品溶液** 取本品 30 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 90ml，超声 5 分钟，精密加稀盐酸(6 $\rightarrow$ 10)10ml，摇匀，超声 20 分钟使吗啡溶解，取出，放冷，滤过；精密量取续滤液 1ml，置处理后的固相萃取柱上，滴加氨试液适量使柱内溶液的 pH 值约为 9(上样前，另取同体积的续滤液预先调试，以确定滴加氨试液的量)，摇匀，待溶剂滴尽后，用水约 20ml 冲洗，以含 2% 甲醇的 5% 醋酸溶液洗脱，用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度，摇匀。



**对照品溶液** 取吗啡对照品适量,精密称定,加含 2% 甲醇的 5% 醋酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以 50mmol/L 磷酸二氢钾溶液-2.5mmol/L 庚烷磺酸钠溶液-乙腈(5:5:2)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按吗啡峰计算不低于 1000。

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

**甘草酸** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**溶剂** 甲醇-水(1:1)。

**供试品溶液** 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取约 1 片量,置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,超声 30 分钟使甘草酸溶解,取出,放冷,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取甘草酸铵对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 25mmol/L 磷酸二氢钾溶液-2.5mmol/L 庚烷磺酸钠水溶液-乙腈(33:33:44)为流动相;检测波长为 250nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按甘草酸峰计算不低于 2000,甘草酸峰与相邻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 0.9797。

**【类别】** 祛痰镇咳药。

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

## 复方左炔诺孕酮片

Fufang Zuoquenuoyuntong Pian

Compound Levonorgestrel Tablets

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】**

左炔诺孕酮	150mg
炔雌醇	30mg
制成	1000 片

**【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 5 片,研细,加三氯甲烷 10ml 充分搅拌后,滤过,取滤液 2ml,加碱性三硝基苯酚溶液(取 0.6% 三硝基苯酚乙醇溶液、7% 氢氧化钠溶液与稀乙醇,临用前等量混合)2ml,放置 30 分钟后,溶液呈棕黄色。

(2)取本品细粉适量(约相当于左炔诺孕酮 15mg),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与滤器,合并滤液,置水浴上蒸干,放冷,精密加三氯甲烷 2ml,用 1dm 的微量旋光管依法测定(通则 0621),应为左旋,并不得低于 0.18°。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品 5 片,研细,加三氯甲烷 10ml,充分搅拌后,滤过,滤液蒸干,精密加三氯甲烷 1ml 使左炔诺孕酮与炔雌醇溶解。

**对照品溶液** 取左炔诺孕酮对照品与炔雌醇对照品适量,加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含左炔诺孕酮 0.75mg 与炔雌醇 0.15mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇(9:1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 30 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以硫酸-无水乙醇(1:1)混合液,在 105℃ 加热使显色。

**结果判定** 供试品溶液所显两个主斑点的位置和颜色应与对照品溶液相应的主斑点相同。

(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。

以上(3)、(4)两项可选做一项。

**【检查】 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 0.0005% 聚山梨酯 80 溶液 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** 取溶出液滤过,弃去初滤液 20ml,取续滤液。

**对照品溶液** 取左炔诺孕酮对照品适量,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 中约含 0.75mg 的溶液,作为对照品贮备液(1);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 中约含 0.15mg 的溶液,作为对照品贮备液(2)。精密量取对照品贮备液(1)、对照品贮备液(2)各 2ml,置 100ml 量瓶中,用乙腈-溶出介质(1:1)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。

**色谱条件** 见含量测定项下。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 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按左炔诺孕酮峰计算不低于 5000。

**测定法** 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

**限度** 均为标示量的 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 10 片,分别置 10ml 量瓶中,加流动相适量,超声 40 分钟并不时振摇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,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取左炔诺孕酮对照品与炔雌醇对照品各适量,精密称定,加乙腈超声使溶解,放冷,并定量稀释制成每 1ml 中含左炔诺孕酮 0.75mg 与炔雌醇 0.15mg 的溶液,精密量取 2ml,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-水(60:40)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 50 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按左炔诺孕酮峰计算不低于 5000,左炔诺孕酮峰与炔雌醇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。按外标法以峰面积分别计算每片的含量,求出平均含量。

**【类别】** 避孕药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 复方左炔诺孕酮滴丸

Fufang Zuoquenuoyuntong Diwan

Compound Levonorgestrel Pills

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】**

左炔诺孕酮	150mg
炔雌醇	30mg
制成	1000 丸

**【性状】** 本品为糖衣丸。

**【鉴别】** (1)取本品 1 丸,除去糖衣,加乙醇约 2ml,置水浴中加热使左炔诺孕酮与炔雌醇溶解,放冷,加碱性三硝基苯酚溶液(取 0.6%三硝基苯酚的乙醇溶液、7%氢氧化钠溶液与稀乙醇,临用前等量混合)2ml,放置 30 分钟后,溶液呈棕黄色。

(2)取本品 100 丸,除去包衣,置小锥形瓶中,加水 20ml,微温使左炔诺孕酮与炔雌醇溶解,放冷,转移至分液漏斗中,锥形瓶用水洗涤两次,每次 5ml,合并洗液置分液漏斗中,加乙醚振摇 3 次,每次 40ml,弃去水层,合并乙醚层提取液,用水洗涤 2 次,每次 25ml,醚层经铺有脱脂棉与无水硫酸钠的滤器滤过,挥去乙醚,残渣中加三氯甲烷使溶解,转移至 2ml 量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀(必要时滤过),用 1dm 微量旋光管依法测定(通则 0621),应为左旋,并不得低于 0.18°。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品 10 丸,除去包衣,置小烧杯中,加水约 4ml,微温使溶散后,放冷,移置分液漏斗中,加乙醚 20ml,振摇提取,弃去水层,醚层用水振摇洗涤后,经铺有脱脂棉与

无水硫酸钠的滤器滤过,置蒸发皿中,挥去乙醚,残渣加三氯甲烷 0.3ml 使溶解。

**对照品溶液** 取左炔诺孕酮对照品与炔雌醇对照品适量,加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含左炔诺孕酮 5.0mg 与炔雌醇 1.0mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇(9:1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 30 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以硫酸-无水乙醇(1:1)混合液,在 105℃加热使显色。

**结果判定** 供试品溶液所显两个主斑点的位置和颜色应与对照品溶液相应的主斑点相同。

**【检查】** 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。

**内标溶液** 取醋酸甲地孕酮,加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**供试品溶液** 取本品 20 丸,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于左炔诺孕酮 0.75mg),置 10ml 量瓶中,精密加内标溶液 1ml,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,取续滤液。

**对照品溶液** 取左炔诺孕酮对照品与炔雌醇对照品适量,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含左炔诺孕酮 0.75mg 与炔雌醇 0.15mg 的溶液,精密量取此溶液与内标溶液各 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;以乙腈-水(60:40)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按左炔诺孕酮峰计算不低于 5000,左炔诺孕酮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】** 避孕药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 复方卡比多巴片

Fufang Kabiduoba Pian

Compound Carbidopa Tablets

本品含卡比多巴( $C_{10}H_{14}N_2O_4$ )与左旋多巴( $C_9H_{11}NO_4$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

卡比多巴	25g
左旋多巴	250g
辅料	适量
制成	1000 片



【性状】 本品为淡蓝色片。

【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与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于卡比多巴 20mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml 与水 25ml,振摇 20 分钟,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过。

对照品溶液 取卡比多巴与左旋多巴对照品适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液-水-甲醇(1:1:2)制成每 1ml 中含卡比多巴 0.2mg 与左旋多巴 2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以丙酮-三氯甲烷-正丁醇-冰醋酸-水(60:40:40:40:35)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以茚三酮试液,在 105℃ 加热使显色。

结果判定 供试品溶液所显两个主斑点的位置和颜色应与对照品溶液相应的主斑点一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【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。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过。

对照品溶液 取卡比多巴与左旋多巴对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含卡比多巴 33 $\mu$ g 和左旋多巴 0.33mg 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。计算每片中卡比多巴与左旋多巴的溶出量。

限度 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(约相当于左旋多巴 50mg),置 100ml 量瓶中,加 0.033mol/L 磷酸溶液 10ml,微热使卡比多巴与左旋多巴溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取卡比多巴对照品与左旋多巴对照品适量,同法制成每 1ml 中约含卡比多巴 50 $\mu$ g 和左旋多巴 500 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢钠溶液(取磷酸二氢钠 11.04g,加水 950ml 使溶解,加 0.024% 癸烷磺酸钠 1.3ml,加水稀释至 1000ml,用磷酸调节 pH 值至 2.8)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按卡比多巴峰计算不低于 1000,卡比多巴峰与左旋多巴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】 抗震颤麻痹药。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

## 复方卡托普利片

Fufang Katuopuli Pian

### Compound Captopril Tablets

本品含卡托普利( $C_9H_{15}NO_3S$ )与氢氯噻嗪( $C_7H_8ClN_3O_4S_2$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

卡托普利	10g
氢氯噻嗪	6g
辅料	适量
制成	1000 片

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品 1 片,研细,加水 5ml,摇匀,加碱性亚硝基铁氰化钠试液适量,即显紫红色。

(2)取本品 3 片,研细,加水 15ml,振摇使卡托普利溶解,滤过,取滤渣烘干,置试管中,加氢氧化钠试液 10ml,振摇使氢氯噻嗪溶解,滤过,取滤液 3ml,煮沸 5 分钟,放冷,加变色酸试液 5ml,置水浴上加热,应显蓝紫色。

(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的两主峰保留时间一致。

【检查】 卡托普利二硫化物(卡托普利杂质 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 15 分钟,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 取卡托普利杂质 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 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取卡托普利与卡托普利杂质 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 $\mu$ 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 $\mu$ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,卡托普利峰与卡托普利杂质 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卡托普利杂质 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%。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使卡托普利与氢氯噻嗪溶解,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 第一法)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 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,取续滤液。

**对照品溶液** 取卡托普利对照品与氢氯噻嗪对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含卡托普利 10 $\mu$ g 与氢氯噻嗪 6 $\mu$ g 的混合溶液。

**色谱条件** 见含量测定项下。

**测定法** 见含量测定项下。计算每片中卡托普利与氢氯噻嗪的溶出量。

**限度** 均为标示量的 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(约相当于卡托普利 10mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 20 分钟使卡托普利与氢氯噻嗪溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取卡托普利对照品与氢氯噻嗪对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含卡托普利 0.1mg 与氢氯噻嗪 0.06mg 的溶液。

**色谱条件** 见卡托普利二硫化物项下。进样体积 10 $\mu$ 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】** 血管紧张素转移酶抑制药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在 30℃ 以下干燥处保存。

## 复方甲苯咪唑片

Fufang Jiabenmizuo Pian

Compound Mebendazole Tablets

本品含甲苯咪唑( $C_{16}H_{13}N_3O_3$ )与盐酸左旋咪唑( $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

甲苯咪唑	100g
盐酸左旋咪唑	25g
辅料	适量
制成	1000 片

**【性状】** 本品为着色片。

**【鉴别】** (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸左旋咪唑 0.15g),加水 50ml,振摇使盐酸左旋咪唑溶解,滤过,取滤液 20ml,加氢氧化钠试液 2ml,煮沸 10 分钟,放冷,加亚硝基铁氰化钠试液数滴,即显红色;放置后,色渐变浅。

(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,取续滤液。

**对照品溶液** 取甲苯咪唑对照品约 20mg,加甲酸 2ml 使溶解,加丙酮 18ml,摇匀。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 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 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

**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。

(3)取鉴别(1)项下的滤液显氯化物鉴别(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 第二法)测定。

**溶出条件** 以 0.5% 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 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 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取甲苯咪唑对照品与盐酸左旋咪唑对照品各适量,精密称定,甲苯咪唑每 10mg 加 1% 盐酸甲醇溶液 4ml 使溶解后,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含甲苯咪唑 0.55mg 与盐酸左旋咪唑 0.14mg 的混合溶液,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,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。计算每片的溶出量。

**限度** 甲苯咪唑限度为标示量的 75%,盐酸左旋咪唑限度为标示量的 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(约相当于甲苯咪唑 50mg 和盐酸左旋咪唑 12.5mg),置 100ml 量瓶中,加 1% 盐酸甲醇溶液 20ml,超声使甲苯咪唑与盐酸左旋咪唑溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取甲苯咪唑对照品约 25mg,置 25ml 量瓶中,加 1% 盐酸甲醇溶液 10ml,超声使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀;取盐酸左旋咪唑对照品约 25mg,置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀;分别精密量取上述两种



溶液各 5ml,置同一 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 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇(40:60)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按左旋咪唑峰与甲苯咪唑峰计均不低于 2500,左旋咪唑峰与甲苯咪唑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】 驱肠虫药。

【贮藏】 密封保存。

## 复方地芬诺酯片

Fufang Difennuozhi Pian

### Compound Diphenoxylate Hydrochloride Tablets

本品含盐酸地芬诺酯( $C_{30}H_{32}N_2O_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%;含硫酸阿托品[( $C_{17}H_{23}NO_3$ ) $_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$ ]应为标示量的 80.0%~120.0%。

【处方】

盐酸地芬诺酯	2.5g
硫酸阿托品	25mg
制成	1000 片

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)在含量测定盐酸地芬诺酯项下记录的色谱图中,供试品溶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)在含量测定硫酸阿托品项下记录的色谱图中,供试品溶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。

溶剂 乙腈-水(1:1)。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于盐酸地芬诺酯 10mg),置 10ml 量瓶中,加溶剂适量,超声 15 分钟使溶解,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 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 5ml,置 100ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸地芬诺酯约 10mg,置 10ml 量瓶中,加乙腈 1ml 使溶解,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,置 60℃ 水浴中加热 1 小时,放冷,加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml 中和后,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,取续滤液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水(用磷酸调节 pH 值至 2.3)为流动相 A,乙腈为流动相 B,按下表

进行梯度洗脱;流速为每分钟 2ml;检测波长为 210nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	75	25
5	75	25
40	15	85
45	15	85
46	75	25
52	75	25

系统适用性要求 盐酸地芬诺酯杂质 I(相对地芬诺酯的保留时间约为 0.8)峰与地芬诺酯峰之间的分离度应大于 5.0。灵敏度溶液色谱图中,地芬诺酯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,扣除硫酸阿托品峰及其之前的辅料峰,并扣除相对保留时间约 2.0 之后的辅料峰后,盐酸地芬诺酯杂质 I 的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 0.5 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 盐酸地芬诺酯 取本品 1 片,置乳钵中,研细,加含量测定盐酸地芬诺酯项下的流动相适量,研磨,用流动相分次转移至 50ml 量瓶中,振摇使盐酸地芬诺酯溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,照含量测定盐酸地芬诺酯项下的方法测定含量,应符合规定(通则 0941)。

硫酸阿托品 取本品 1 片,置乳钵中,研细,加含量测定硫酸阿托品项下的流动相适量,研磨,用流动相分次转移至 25ml 量瓶中,振摇使硫酸阿托品溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。除进样体积为 50 $\mu$ l 外,照含量测定硫酸阿托品项下的方法测定;另取硫酸阿托品对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1 $\mu$ g 的溶液,同法测定,按外标法以峰面积计算,结果乘以 1.027,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 0.2mol/L 冰醋酸溶液 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,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸地芬诺酯对照品约 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 1ml,置 100ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见含量测定盐酸地芬诺酯项下,进样体积 50 $\mu$ l。

系统适用性要求 见含量测定盐酸地芬诺酯项下。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照含量测定盐酸



地芬诺酯项下的方法测定,计算每片中盐酸地芬诺酯的溶出量。

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】 盐酸地芬诺酯 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(约相当于盐酸地芬诺酯 2.5mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇使盐酸地芬诺酯溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸地芬诺酯对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以三乙胺磷酸溶液(取三乙胺 4ml,加水 500ml,加磷酸 2ml,加水至 1000ml,混匀)-乙腈(45:55),并调节 pH 值至 3.1 $\pm$ 0.2 为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按地芬诺酯峰计算不低于 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。

硫酸阿托品 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取含量测定盐酸地芬诺酯项下细粉,精密称取适量(约相当于硫酸阿托品 0.5mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇使硫酸阿托品溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取硫酸阿托品对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以三乙胺磷酸溶液(取三乙胺 4ml,加水 500ml,加磷酸 1.8ml,加水至 1000ml,混匀)-乙腈(85:15),并调节 pH 值至 5.8 $\pm$ 0.2 为流动相;检测波长为 206nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按硫酸阿托品峰计算不低于 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,结果乘以 1.027。

【类别】 止泻药。

【贮藏】 密封保存。

## 复方克霉唑乳膏

Fufang Kemeizuo Rugao

Compound Clotrimazole Cream

本品含克霉唑( $C_{22}H_{17}ClN_2$ )和尿素( $CH_4N_2O$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

### 【处方】

克霉唑	15.0g
尿素	150g
基质	适量
制成	1000g

【性状】 本品为白色至微黄色乳膏。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于克霉唑 20mg),加 0.5mol/L 硫酸溶液 10ml,在水浴中微温,搅拌使克霉唑溶解,放冷,滤过,取滤液 2ml,加三硝基苯酚试液数滴即生成黄色沉淀。

(2)取上述滤液 1ml,缓缓滴加硫酸 1ml,并不断振摇,溶液显橙黄色;加水 3ml 稀释后,颜色消失;再加硫酸 3ml,复显橙黄色。

(3)取本品适量(约相当于尿素 0.2g),置试管中加热,即分解并放出氨气;遇湿润的红色石蕊试纸,能使变蓝色。

(4)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量(约相当于克霉唑 20mg),加二氯甲烷 4ml,振摇 30 分钟,离心,取上清液。

对照品溶液 取克霉唑对照品,加二氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以异丙醚为展开剂,并在展开缸中放入装有浓氨溶液的小烧杯使氨蒸气饱和。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,在碘蒸气中显色。

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主斑点的位置和颜色相同。

(5)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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(4)、(5)两项可选做一项。

【检查】 二苯基-(2-氯苯基)甲醇 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于克霉唑 10mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 28ml,置 50 $^{\circ}$ C 水浴中加热 5 分钟,时时振摇,取出后强烈振摇 5 分钟,加水 12ml,摇匀,放冷,用甲醇-水(7:3)稀释至刻度,摇匀,置冰浴中放置 2 小时,滤过,取续滤液放至室温。

对照品溶液 取克霉唑杂质 I 对照品适量,精密称定,加甲醇-水(7:3)溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 2 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取克霉唑对照品、克霉唑杂质 I 对照品适量,加甲醇-水(7:3)溶解并稀释制成每 1ml 中分别含克霉唑 0.04mg 与克霉唑杂质 I 0.03mg 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 磷酸二氢钾溶液(70:30)(用 10%磷酸调节 pH 值至 5.7~5.8)为流动相;检测波长为 215nm;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,理论板数按克霉唑峰计算不低于 4000,克霉唑峰与克霉唑杂质 I 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。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与克霉唑杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过克霉唑标示量的 1.0%。

**其他** 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

**【含量测定】** 克霉唑 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品 5 支内容物混匀,精密称取适量(约相当于克霉唑 2mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇 28ml,置 50℃ 水浴中加热 5 分钟,时时振摇,取出后强烈振摇 5 分钟,加水 12ml,摇匀,放冷,用甲醇-水(7:3)稀释至刻度,摇匀,置冰浴中冷却 2 小时,滤过,取放置至室温的续滤液。

**对照品溶液** 取克霉唑对照品适量,精密称定,加甲醇-水(7:3)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、色谱条件与系统适用性要求** 见二苯基-(2-氯苯基)甲醇项下。

**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。

**尿素** 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(约相当于尿素 50mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇 50ml,置热水浴中加热使尿素溶解,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,移置冰浴中冷却 30 分钟,滤过,取续滤液放至室温。

**对照品溶液** 取尿素对照品适量,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 3ml,分别置 25ml 量瓶中,各精密加对二甲氨基苯甲醛溶液(取对二甲氨基苯甲醛 2g,加乙醇 96ml 与盐酸 4ml 使溶解)10ml,用乙醇稀释至刻度,摇匀,在暗处放置 15 分钟,必要时滤过,立即在 420nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 抗真菌药。

**【贮藏】** 遮光,密闭,在凉暗处保存。

## 复方呋塞米片

Fufang Fusaimi Pian

Compound Furosemide Tablets

本品含呋塞米( $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$ )与盐酸阿米洛利( $C_6H_9ClN_7O \cdot HCl$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

呋塞米	20g
盐酸阿米洛利	2.5g
辅料	适量
制成	1000 片

**【性状】** 本品为类白色至微黄色片。

**【鉴别】** (1)取本品细粉适量(约相当于呋塞米 80mg),加乙醇 10ml,振摇使呋塞米与盐酸阿米洛利溶解,滤过,滤液蒸干,取残渣约 25mg,置试管中,加乙醇 2.5ml 溶解后,沿管壁滴加对二甲氨基苯甲醛试液 2ml,溶液即显绿色,渐变深红色。

(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)取鉴别(1)项下的残渣约 20mg,加水 20ml 使溶解,滴加过量硝酸使沉淀完全,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】** 含量均匀度 取本品 1 片,置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml 与 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml,充分振摇使呋塞米与盐酸阿米洛利溶解,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呋塞米与盐酸阿米洛利的含量,均应符合规定(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** 以磷酸盐缓冲液(pH 5.8)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** 精密量取含量测定项下的对照品溶液 5ml,置 50ml 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。分别计算每片呋塞米与盐酸阿米洛利的溶出量。

**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(约相当于呋塞米 40mg 与盐酸阿米洛利 5mg),置 200ml 量瓶中,加甲醇 15ml 与 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml,超声约 15 分钟使呋塞米与盐酸阿米洛利溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸阿米洛利对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液作为对照品溶液(1);另取呋塞米对照品约 40mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加甲醇 15ml 与 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml,超声约 15 分钟,放冷,再精密加对照品溶液(1)5ml,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-甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 13.6g,加水 80ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.0,用水稀释至 100ml)(50:49:1)为流动相;检测波长为 286nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按呋塞米峰计算不低于 2000,呋塞米峰与阿米洛利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。按外标法以峰面积分别计算呋塞米与盐酸阿米洛利的含量。

【类别】 利尿药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 复方利血平片

Fufang Lixueping Pian

Compound Reserpine Tablets

本品含利血平( $C_{33}H_{40}N_2O_9$ )应为标示量的85.0%~115.0%;含氢氯噻嗪( $C_7H_6ClN_3O_2S_2$ )、盐酸异丙嗪( $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$ )、维生素 $B_1$ ( $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$ )、维生素 $B_6$ ( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )与硫酸双肼屈嗪( $C_8H_{10}N_6 \cdot H_2SO_4$ )均应为标示量的90.0%~110.0%。

### 【处方】

利血平	32mg
氢氯噻嗪	3.1g
硫酸双肼屈嗪	4.2g
盐酸异丙嗪	2.1g
维生素 $B_1$	1.0g
维生素 $B_6$	1.0g
泛酸钙	1.0g
三硅酸镁	30g
氯化钾	30g
辅料	适量
制成	1000片

【性状】 本品为类白色至微黄色片或薄膜衣片、糖衣片,除去包衣后,显类白色至微黄色。

【鉴别】 (1)在利血平、氢氯噻嗪与盐酸异丙嗪含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中三主峰的保留时间应与对照品溶液中相应三主峰的保留时间一致。

(2)在硫酸双肼屈嗪、维生素 $B_1$ 与维生素 $B_6$ 含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中三主峰的保留时间应与对照品溶液中相应三主峰的保留时间一致。

(3)取本品10片,除去糖衣,研细,置蒸发皿中,加热炽灼除去可能含有的铵盐,放冷,转移到具塞锥形瓶中,加水10ml溶解,过滤,滤液转移到烧杯中,再加入0.1%四苯硼钠溶液与醋酸,即生成白色沉淀。

(4)取本品10片,除去糖衣,研细,置烧杯中,加水20ml使溶解,过滤,取滤液5ml置具塞试管中,加氢氧化钠试液2.5ml,加铁氰化钾试液0.5ml与正丁醇5ml,强力振摇2分钟,放置分层,置紫外光灯下检视,上面的醇层显强烈的蓝色荧光;加酸使成酸性,蓝色荧光消失;再加碱使成碱性,荧光又显出。

(5)取鉴别(4)项下滤液5ml,加水5ml,摇匀,分别置甲、乙两个试管中,各加20%醋酸钠溶液2ml,甲管中加水5ml,乙管中加4%硼酸溶液1ml,混匀,各迅速加氯亚胺基-2,6-二氯醌试液1ml,甲管中显蓝绿色,几分钟后即消失,并转为红棕色,乙管不显蓝色。

(6)取硫酸双肼屈嗪、维生素 $B_1$ 与维生素 $B_6$ 含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液;取泛酸钙对照品适量,加0.1%磷酸溶液溶解并稀释制成每1ml中含10 $\mu$ g的溶液,作为对照品溶液,照硫酸双肼屈嗪、维生素 $B_1$ 与维生素 $B_6$ 含量测定项下的色谱条件,分别取供试品溶液和对照品溶液各20 $\mu$ l,注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液中泛酸钙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 利血平、氢氯噻嗪、盐酸异丙嗪、硫酸双肼屈嗪、维生素 $B_1$ 与维生素 $B_6$  避光操作。按含量测定项下测得的每片含量计算,应符合规定(通则0941);其中利血平限度为 $\pm 20\%$ 。

溶出度 氢氯噻嗪与盐酸异丙嗪 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 取溶出液约10ml,用0.45 $\mu$ m孔径的微孔滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 取氢氯噻嗪对照品和盐酸异丙嗪对照品各适量,精密称定,加含量测定利血平、氢氯噻嗪与盐酸异丙嗪项下溶剂溶解并定量稀释制成每1ml中含氢氯噻嗪3.4 $\mu$ g与盐酸异丙嗪2.3 $\mu$ g的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定利血平、氢氯噻嗪与盐酸异丙嗪项下。流动相为[0.06mol/L磷酸二氢钾溶液-甲醇(90:10)(pH 3.0)]-乙腈(65:35)。

测定法 见含量测定利血平、氢氯噻嗪与盐酸异丙嗪项下。计算每片中氢氯噻嗪和盐酸异丙嗪的溶出量。

限度 均为标示量的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】 利血平、氢氯噻嗪与盐酸异丙嗪 照高效液相色谱法(通则0512)测定。避光操作。

溶剂 醋酸钠溶液(取醋酸钠9.0g,加水1000ml使溶解,加三乙胺3.0ml,用冰醋酸调节pH值至5.0)-乙腈(55:45)。

供试品溶液 取本品10片,分别置25ml量瓶中,加溶剂超声使溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取利血平对照品、氢氯噻嗪对照品和盐酸异丙嗪对照品各适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每1ml中含利血平1.28 $\mu$ g、氢氯噻嗪124 $\mu$ g与盐酸异丙嗪84 $\mu$ g的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.06mol/L磷酸二氢钾溶液-甲醇(90:10)(pH 3.0)为流动相A,乙腈为流动相B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为



268nm; 进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
4	100	0
7	65	35
20	65	35
21	100	0
25	100	0

系统适用性要求 理论板数按利血平峰计算不低于 3000, 各主峰与其他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出每片中各组分的含量, 并求出 10 片中各组分的平均含量。

硫酸双肼屈嗪、维生素 B<sub>1</sub> 与维生素 B<sub>6</sub> 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, 分别加 0.1% 磷酸溶液适量, 研磨, 转移至 100ml 量瓶中, 振摇 30 分钟, 用 0.1% 磷酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 离心, 取上清液。

对照品溶液 取硫酸双肼屈嗪对照品、维生素 B<sub>1</sub> 对照品和维生素 B<sub>6</sub> 对照品各适量, 精密称定, 加 0.1% 磷酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含硫酸双肼屈嗪 42 $\mu$ g、维生素 B<sub>1</sub> 10 $\mu$ g 与维生素 B<sub>6</sub> 10 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以缓冲液(0.11% 己烷磺酸钠, 0.02% 庚烷磺酸钠混合溶液, 用冰醋酸调节 pH 值至 3.5)-乙腈-甲醇(80:10:10)为流动相; 检测波长为 210nm; 进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按双肼屈嗪峰计算不低于 3000, 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出每片中各组分的含量, 并求出 10 片中各组分的平均含量。

【类别】 降血压药。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

## 复方利血平氨苯蝶啶片

Fufang Lixueping Anbendieding Pian

Compound Reserpine and Triamterene Tablets

本品含硫酸双肼屈嗪(C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>N<sub>6</sub>·H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)、氢氯噻嗪(C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>)、氨苯蝶啶(C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>N<sub>7</sub>)与利血平(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

利血平	0.1g
氢氯噻嗪	12.5g
硫酸双肼屈嗪	12.5g
氨苯蝶啶	12.5g
辅料	适量
制成	1000 片

【性状】 本品为薄膜衣片, 除去包衣后显黄色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于 1 片的量), 加水 10ml, 振摇 3 分钟, 滤过, 取滤液 2ml, 加碱性碘化汞钾试液, 即产生棕黑色沉淀; 另取滤液 2ml, 加三氯化铁试液, 即显蓝色。

(2)取本品细粉适量(约相当于 1 片的量), 加丙酮 10ml, 振摇 3 分钟, 滤过, 滤液置水浴上蒸干, 残渣加氢氧化钠试液 3ml, 煮沸 2 分钟, 放冷(必要时滤过), 加盐酸使呈酸性, 加 1% 亚硝酸钠溶液 1ml, 摇匀, 加 2% 氨基磺酸铵溶液 1ml, 摇匀, 加 0.5% 变色酸溶液 1ml 与醋酸钠试液 1ml, 显红色。

(3)在含量测定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利血平、氢氯噻嗪、硫酸双肼屈嗪、氨苯蝶啶对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 含量均匀度 利血平 避光操作。取本品 1 片, 置 25ml 量瓶中, 加 50% 乙腈溶液适量, 超声使利血平溶解, 放冷, 用 50% 乙腈溶液稀释至刻度, 摇匀, 离心, 取上清液, 作为供试品溶液, 照利血平含量测定项下的方法测定含量, 限度为 ±20%, 应符合规定(通则 0941)。

硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪与氨苯蝶啶 取本品 1 片, 置 50ml 量瓶中, 加 15% 乙腈溶液 30ml, 超声约 30 分钟使硫酸双肼屈嗪溶解, 再加乙腈 15ml, 超声约 20 分钟使氢氯噻嗪与氨苯蝶啶溶解, 放冷, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 离心, 精密量取上清液 5ml, 置 10ml 量瓶中, 用混合溶液[0.02mol/L 庚烷磺酸钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.7)-乙腈(85:15)]稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为供试品溶液。照硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪与氨苯蝶啶含量测定项下的方法, 测定硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪与氨苯蝶啶含量, 应符合规定(通则 0941)。

溶出度 氢氯噻嗪与氨苯蝶啶 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 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, 取续滤液。

对照品溶液 取氢氯噻嗪对照品与氨苯蝶啶对照品各约 12.5mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加乙腈 2ml 与溶出介质适量, 超声使氢氯噻嗪与氨苯蝶啶溶解, 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。

色谱条件与系统适用性要求 见含量测定硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪与氨苯蝶啶项下。进样体积 20 $\mu$ l。

测定法 见含量测定硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪与氨苯蝶啶项下。计算每片中氢氯噻嗪与氨苯蝶啶的溶出量。

限度 均为标示量的 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】 利血平 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, 精密称取细



粉适量(约相当于利血平 0.25mg),置 50ml 量瓶中,加乙腈 5ml,超声使利血平溶解,用 50%乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取利血平对照品 10mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加乙腈 5ml,超声使溶解,用 50%乙腈稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用 50%乙腈稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以 0.01mol/L 庚烷磺酸钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.7)-乙腈(50:50)为流动相;检测波长为 268nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按利血平峰计算不低于 3000,利血平峰与其他色谱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。

**硫酸双胍屈嗪、氢氯噻嗪与氨苯蝶啶** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取利血平含量测定项下的细粉适量(约相当于硫酸双胍屈嗪 12.5mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加 15%乙腈 30ml,超声约 30 分钟使硫酸双胍屈嗪溶解,再加乙腈 15ml,超声约 20 分钟使氢氯噻嗪与氨苯蝶啶溶解,放冷,用乙腈稀释至刻度,摇匀,离心,精密量取上清液 5ml,置 10ml 量瓶中,用混合溶液[0.02mol/L 庚烷磺酸钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.7)-乙腈(85:15)]稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取硫酸双胍屈嗪对照品、氢氯噻嗪对照品和氨苯蝶啶对照品各 12.5mg,精密称定,自“置 50ml 量瓶中”起,制备方法同供试品溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;流动相 A 为 0.01mol/L 庚烷磺酸钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.7),流动相 B 为乙腈;流速为每分钟 1.0ml,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 316nm;进样体积 10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	82	18
20	82	18
30	67	33
35	67	33
40	82	18

**测定法** 精密量取供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。

## 复方泛影葡胺注射液

Fufang Fanyingpu'an Zhusheye

Compound Meglumine Diatrizoate Injection

本品为泛影酸钠 1 份与泛影葡胺 6.6 份加适量氢氧化钠

制成的灭菌水溶液。含泛影酸钠( $C_{11}H_8I_3N_2NaO_4$ )与泛影葡胺( $C_{11}H_8I_3N_2O_4 \cdot C_7H_{17}NO_5$ )的总量应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为无色至淡黄色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品约 1ml,蒸干后,小火加热,即产生紫色的碘蒸气。

(2)取本品 0.1ml,加三氯化铁试液 1ml 与 20%氢氧化钠溶液 2ml,即生成棕红色沉淀,随即溶解成棕红色溶液。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中含泛影酸钠与泛影葡胺的总量为 2mg 的溶液。

**对照品溶液** 取泛影酸对照品 20mg,加 0.04%氢氧化钠溶液 10ml 使溶解。

**色谱条件** 采用硅胶  $HF_{254}$  薄层板,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)为展开剂。

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

**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。

**【检查】 pH 值** 应为 6.0~7.6(通则 0631)。

**颜色** 取本品,与黄色 6 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

**游离碘** 取本品适量(约相当于泛影葡胺与泛影酸钠总量 1.0g),加碘化钾 1g 与水 10ml,振摇溶解后,加淀粉指示液数滴,摇匀,不得即时显蓝色。

**碘化物** 取本品适量(约相当于泛影葡胺与泛影酸钠总量 1.0g),用水稀释至 10ml,滴加稀硝酸至沉淀完全,再加过量的稀硝酸 3ml,搅拌,滤过,沉淀用水 5ml 洗涤,合并滤液和洗液,加浓过氧化氢溶液 1ml 与三氯甲烷 1ml,振摇,静置分层后,三氯甲烷层如显色,与 0.0013%碘化钾溶液(每 1ml 相当于 10 $\mu$ g 的 I)4.0ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更深。

**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 3ml,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】** 精密量取本品适量(约相当于泛影葡胺与泛影酸钠总量 5g),置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,加氢氧化钠试液 30ml 与锌粉 1.0g,加热回流 30 分钟,放冷,冷凝管用少量水洗涤,滤过,烧瓶与滤器用水洗涤 3 次,每次 15ml,合并洗液与滤液,加冰醋酸 5ml 与曙红钠指示液 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 26.04mg 的泛影葡胺与泛影酸钠的总量。

**【类别】** 诊断用药。

**【规格】** 按泛影葡胺与泛影酸钠总量计 (1)1ml:0.3g (2)20ml:12g (3)20ml:15.2g

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。



## 复方乳酸钠葡萄糖注射液

Fufang Rusuanna Putaotang Zhusheye

### Compound Sodium Lactate and Glucose Injection

本品为乳酸钠、氯化钠、氯化钾、氯化钙与无水葡萄糖的灭菌水溶液。含乳酸钠( $C_3H_5NaO_3$ )应为标示量的 93.0%~107.0%、含氯化钠(NaCl)、氯化钾(KCl)、氯化钙( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ )与无水葡萄糖( $C_6H_{12}O_6$ )均应为标示量的 95.0%~110.0%。

#### 【处方】

乳酸钠	3.10g
氯化钠	6.00g
氯化钾	0.30g
氯化钙( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ )	0.20g
无水葡萄糖	50.0g
注射用水	适量
制成	1000ml

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 5ml,缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中,即发生氧化亚铜的红色沉淀。

(2)本品显钠盐鉴别(1)、钾盐、钙盐鉴别(2)、乳酸盐与氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 3.6~6.5(通则 0631)。

5-羟甲基糠醛 精密量取本品 5ml,置 50ml 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 0.25。

重金属 取本品 100ml,置水浴上蒸发至干,再缓缓灼灼至完全炭化,放冷,加硝酸 2ml 与硫酸 5 滴,用低温加热至白烟除尽,在 500~600℃灼灼使完全灰化,放冷,加盐酸 2ml,置水浴上加热 2 分钟,加酚酞指示液 1 滴,再滴加氨试液至显微红色,滤过,滤液置纳氏比色管中,加醋酸铵缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过千万分之二。

渗透压摩尔浓度 应为 540~590mOsmol/kg(通则 0632)。

砷盐 取本品 40ml,置水浴上蒸发至约 5ml,加稀硫酸 5ml 与溴试液 1ml,再在水浴上蒸发至约 5ml,放冷,加盐酸 5ml 与水 18ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.000 005%)。

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。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

【含量测定】 氯化钾 取经 105℃干燥 2 小时的氯化钾适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15μg 的溶液,作为对照品的溶液。

精密量取本品 10ml,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,作为供试品溶液。

测定法 精密量取对照品溶液 15ml、17.5ml、20ml、22.5ml 与 25ml,分别置 100ml 量瓶中,各精密加混合溶液[取乳酸钠 0.31g、氯化钠 0.60g、氯化钙( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ )0.02g 及无水葡萄糖 5.00g,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度]1.0ml,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,即得。

氯化钠 取经 110℃干燥 2 小时的氯化钠适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液,摇匀,作为对照品溶液。

精密量取本品 2ml,置 100ml 量瓶中,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,作为供试品溶液。

测定法 精密量取对照品溶液 10ml、12.5ml、15ml、17.5ml 与 20ml,分别置 100ml 量瓶中,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,按下式计算,即得。

氯化钠(NaCl) % =

$(W - 1.6165 \times \text{乳酸钠标示含量}) \div 6 \times 100\%$

式中 W 为本品 1ml 中所测得的氯化钠总量,mg。

氯化钙 对照品溶液的制备 取经 110℃干燥 2 小时的碳酸钙对照品约 0.3125g,精密称定,置 500ml 量瓶中,加 1mol/L 盐酸溶液 25ml 溶解,用水稀释至刻度,制成每 1ml 中含钙 250μg 的溶液,摇匀。

铜溶液的制备 称取氧化铜 6.6g,加盐酸 10ml 使溶解,用水稀释至 100ml,摇匀。

供试品溶液的制备 精密量取本品 10ml,置 50ml 量瓶中,加铜溶液 2ml,用水稀释至刻度,摇匀。

测定法 精密量取对照品溶液 1ml、1.5ml、2ml、2.5ml 与 3ml,分别置 50ml 量瓶中,各精密加混合溶液(取乳酸钠 0.31g、氯化钠 0.60g、氯化钾 0.03g,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀)10ml 与铜溶液 2ml,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 422.7nm 的波长处测定,计算,即得。

乳酸钠 阳离子交换树脂的制备 取钠盐状态磺酸型离子交换树脂 10~15g,置水中浸湿,在 80℃加热约 1 小时,连同水移入离子交换柱中,自顶端加 2mol/L 盐酸溶液 30~40ml,开启活塞,使加入的盐酸溶液保持每分钟 10ml 的流量流出,再用 60~70℃的热水保持每分钟 20~30ml 的流量冲洗至洗液不含氯化物为止。然后用氯化钠溶液(1→20)30ml 流过树脂柱,再用水冲洗,如此反复用 2mol/L 盐酸溶液与氯化钠溶液(1→20)处理 2~3 次,临用前再用 2mol/L 盐酸溶液处理,用新沸过的冷水约 300~500ml 冲洗至几乎不含氯化物,并取最后的洗液 100ml,加酚酞指示液 2~3 滴与氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)1 滴,如显粉红色,即可供试验用。



**测定法** 精密量取本品 25ml, 移入上述离子交换柱中, 静置 5 分钟, 用 250ml 锥形瓶作接收器, 开启活塞, 保持每分钟约 2ml 的流量流出, 待样品全部进入树脂柱后, 以同样的流量用水洗涤 2 次, 每次 20ml, 合并流出液与洗涤液, 加酚酞指示液 3~5 滴, 用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定, 减去供试量中氯所消耗的硝酸银滴定液(0.1mol/L)的量(ml), 再减去滴定游离酸所消耗的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)的量(ml), 计算, 即得。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 11.21mg 的  $C_{21}H_{28}O_2$ 。

**氯( $Cl^-$ )** 精密量取本品 25ml, 加水 30ml, 加铬酸钾指示液 1ml, 用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定, 至溶液由黄色变为红褐色, 即得。

**游离酸** 精密量取本品 25ml, 加酚酞指示液 3~5 滴, 用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定, 即得。

**无水葡萄糖** 取本品, 在 25℃ 依法测定旋光度(通则 0621), 与 1.8958 相乘, 即得供试量中  $C_6H_{12}O_6$  的重量(g)。

【类别】 酸碱平衡调节药。

【规格】 500ml

【贮藏】 密闭保存。

## 复方炔诺孕酮片

Fufang Quenuoyuntong Pian

Compound Norgestrel Tablets

本品含炔诺孕酮( $C_{21}H_{28}O_2$ )与炔雌醇( $C_{20}H_{24}O_2$ )均应为标示量的 90.0%~115.0%。

【处方】

炔诺孕酮	300mg
炔雌醇	30mg
制成	1000 片

【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】 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品 2 片, 研细, 加三氯甲烷 10ml, 充分搅拌, 滤过, 取滤液置水浴上浓缩至约 0.5ml。

**对照品溶液** 取炔诺孕酮对照品与炔雌醇对照品各适量, 用三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含炔诺孕酮 1.2mg 与炔雌醇 0.12mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板, 以三氯甲烷-甲醇(9:1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 50 $\mu$ l, 分别点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 喷以硫酸-无水乙醇(1:1), 在 105℃ 加热使显色。

**结果判定** 供试品溶液所显两个主斑点的位置和颜色应与对照品溶液相应的主斑点相同。

【检查】 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。

**内标溶液** 取醋酸甲地孕酮适量, 加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**供试品溶液** 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于炔诺孕酮 1.5mg), 置 10ml 量瓶中, 精密加内标溶液 1ml, 加流动相适量, 超声使炔诺孕酮与炔雌醇溶解, 放冷, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

**对照品溶液** 取炔诺孕酮对照品与炔雌醇对照品各适量, 精密称定, 加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含炔诺孕酮 1.5mg 与炔雌醇 0.15mg 的溶液, 精密量取上述溶液与内标溶液各 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; 以乙腈-水(60:40)为流动相; 检测波长为 220nm; 进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按炔诺孕酮峰计算不低于 3000, 各成分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】 避孕药。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

## 复方炔诺孕酮滴丸

Fufang Quenuoyuntong Diwan

Compound Norgestrel Pills

本品含炔诺孕酮( $C_{21}H_{28}O_2$ )与炔雌醇( $C_{20}H_{24}O_2$ )均应为标示量的 90.0%~115.0%。

【处方】

炔诺孕酮	300mg
炔雌醇	30mg
制成	1000 丸

【性状】 本品为糖衣丸。

【鉴别】 (1)取本品 1 丸, 除去包衣后, 加乙醇约 2ml, 微温使溶散后, 放冷, 加碱性三硝基苯酚溶液(取 0.6%三硝基苯酚的乙醇溶液、7%氢氧化钠溶液与稀乙醇各 10ml, 在临用前混合)2ml, 放置约 30 分钟后, 溶液呈棕黄色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品 1 丸, 除去包衣后, 置小烧杯中, 加水约 4ml, 微温使溶散后, 放冷, 移置分液漏斗中, 加乙醚 20ml, 振摇提取, 弃去水层, 醚层用水振摇洗涤后, 经铺有脱脂棉与无水硫酸钠的滤器滤过, 置蒸发皿内, 在水浴上低温使乙醚挥发, 加三氯甲烷 0.3ml 使溶解。

**对照品溶液** 取炔诺孕酮对照品与炔雌醇对照品各适量, 加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含炔诺孕酮 1.0mg 与炔雌醇 0.1mg 的溶液。



**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇(9:1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 30 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以硫酸-无水乙醇(1:1),在 105℃ 加热使显色。

**结果判定** 供试品溶液所显两个主斑点的位置和颜色应与对照品溶液相应的主斑点相同。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(通则 0108)。

【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 丸,除去包衣后,置 20ml 量瓶中,加乙醇约 12ml,微温使炔诺孕酮与炔雌醇溶解,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取炔诺孕酮对照品与炔雌醇对照品各适量,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含炔诺孕酮 0.15mg 与炔雌醇 15 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 炔诺孕酮 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,分置具塞锥形瓶中,各精密加乙醇 3ml 与碱性三硝基苯酚溶液 4ml,密塞,在暗处放置 80 分钟,在 490nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**炔雌醇** 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 2ml,分置具塞锥形瓶中,置冰浴中冷却 30 秒钟后,各精密加硫酸-乙醇(4:1)8ml(速度必须一致),随加随振摇,加完后继续冷却 30 秒钟,取出,在室温放置 20 分钟,在 530nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 避孕药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 复方炔诺酮片

Fufang Quenuotong Pian

### Compound Norethisterone Tablets

本品含炔诺酮( $C_{20}H_{26}O_2$ )与炔雌醇( $C_{20}H_{24}O_2$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

炔诺酮	600mg
炔雌醇	35mg
制成	1000 片

【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)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品 2 片,研细,加三氯甲烷-甲醇(9:1)5ml,充分搅拌使炔诺酮与炔雌醇溶解,滤过,滤液置水浴上浓缩至约 0.5ml。

**炔诺酮对照品溶液** 取炔诺酮对照品适量,加三氯甲烷-甲醇(9:1)溶解并稀释制成每 1ml 中含 2.4mg 的溶液。

**炔雌醇对照品溶液** 取炔雌醇对照品适量,加三氯甲烷-甲醇(9:1)溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.14mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以苯-乙酸乙酯(4:1)为展开剂。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以硫酸-无水乙醇(7:3),在 100℃ 加热 5 分钟使显色。

**结果判定** 供试品溶液所显两个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。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **含量均匀度** 取本品 1 片,置 10ml 量瓶中,加水 0.5ml 振摇使崩解,加乙醇 5ml,超声约 15 分钟使炔诺酮与炔雌醇溶解,用水稀释至刻度,摇匀,离心,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,限度均为  $\pm 20\%$ ,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 0.5% 十二烷基硫酸钠溶液 200ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转(糖衣片)或 50 转(薄膜衣片),依法操作,经 1 小时(糖衣片)或 45 分钟(薄膜衣片)取样。

**供试品溶液** 取溶出液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取炔诺酮对照品约 12mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加乙醇 10ml 使溶解,用 0.5% 十二烷基硫酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用同一溶剂稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 100 $\mu$ 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。计算每片中炔诺酮的溶出量。

**限度** 标示量的 60%(糖衣片)或 80%(薄膜衣片),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。

**供试品溶液** 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于炔诺酮 3mg),置 50ml 量瓶中,加乙醇 25ml,超声使炔诺酮与炔雌醇溶解,用水稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

**对照品溶液** 取炔诺酮对照品与炔雌醇对照品各适量,精密称定,加乙醇适量溶解后,加入与乙醇等量的水,再用乙醇-水(1:1)定量稀释制成每 1ml 中约含炔诺酮 60 $\mu$ g 与炔雌醇 3.5 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙醇-水(45:55)为流动相;检测波长为 200nm;进样体积 50 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按炔诺酮峰计算不低于 3000,炔诺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】 避孕药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 复方炔诺酮膜

Fufang Quenuotong Mo

Compound Norethisterone Pellicles

本品含炔诺酮( $C_{20}H_{26}O_2$ )与炔雌醇( $C_{20}H_{24}O_2$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

炔诺酮	600mg
炔雌醇	35mg
制成	1000 格

【制法】 将药物分散于适宜的溶剂中,均匀地涂布于可溶胀的纸上,干燥,即得。

【性状】 本品为能在水中溶胀的涂膜。

【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** 取本品 1 格,置 50ml 量瓶中,加无水乙醇适量,用玻璃棒捣碎,置热水浴中加热 30 分钟,并不时振摇使炔诺酮与炔雌醇溶解,取出,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为供试品溶液;另取炔诺酮对照品与炔雌醇对照品各适量,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含炔诺酮 12 $\mu$ g 与炔雌醇 0.7 $\mu$ 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)。

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 10 格,剪碎,置 100ml 量瓶中,加无水乙醇适量,置热水浴中加热 30 分钟,并不时振摇使炔诺酮与炔雌醇溶解,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** 取炔诺酮对照品与炔雌醇对照品各适量,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含炔诺酮 60 $\mu$ g 与炔雌醇 3.5 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(45:55)为流动相;检测波长为 200nm;进样体积 50 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按炔诺酮峰计算不低于 3000,炔诺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】 避孕药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 复方庚酸炔诺酮注射液

Fufang Gengsuan Quenuotong Zhushey

Compound Norethisterone Enanthate Injection

本品为庚酸炔诺酮与戊酸雌二醇的灭菌油溶液。含庚酸炔诺酮( $C_{27}H_{38}O_3$ )与戊酸雌二醇( $C_{23}H_{32}O_3$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

庚酸炔诺酮	50g
戊酸雌二醇	5g
溶剂	适量
制成	1000ml

【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 2 滴,加乙酸乙酯 5 滴,摇匀,加水 5 滴,摇匀,加硫酸 5 滴,即显紫红色。

(2)取本品 1 滴,加乙醇 1ml,摇匀,加硝酸银试液 3 滴,即生成白色沉淀;加甲基红指示液 1 滴,溶液显红色。

(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】 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 中含庚酸炔诺酮 0.2mg 与戊酸雌二醇 20 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取庚酸炔诺酮对照品与戊酸雌二醇对照品适量,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含庚酸炔诺酮 0.2mg 与戊酸雌二醇 20 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用辛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 222nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按庚酸炔诺酮峰计算不低于 1500,庚酸炔诺酮峰与戊酸雌二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】 长效避孕药。

【规格】 1ml: 庚酸炔诺酮 50mg 与戊酸雌二醇 5mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 复方氢氧化铝片

Fufang Qingyanghualu Pian

Compound Aluminium Hydroxide Tablets

本品每片中含氢氧化铝 $[Al(OH)_3]$ 应为 0.177~0.219g;含三硅酸镁按氧化镁(MgO)计算,应为 0.020~



0.027g。

#### 【处方】

氢氧化铝	245g
三硅酸镁	105g
颠茄流浸膏	2.6ml
制成	1000 片

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于 6 片),加稀盐酸 30ml,微温,滤过,滤液照下述方法进行(1)(2)项试验。

(1)取上述滤液 4ml,加氨试液使成碱性,即生成白色胶状沉淀,加茜素磺酸钠指示液数滴,沉淀即显樱红色。

(2)取上述滤液 4ml,加氢氧化钠试液使成碱性,即生成白色胶状沉淀;再加氢氧化钠试液 3ml,沉淀部分溶解,滤过,沉淀用水洗净后,加碘试液,即显红棕色。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 10 片,研细,粉末置具塞锥形瓶中,加氨试液 3ml,用玻璃棒将样品充分搅拌,润湿均匀,加三氯甲烷 25ml,超声约 30 分钟,过滤,滤液蒸干,残渣加甲醇 0.5ml 使溶解,微孔滤膜滤过。

对照品溶液 取硫酸阿托品对照品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(17:2:1)为展开剂。

测定法 吸取上述两种溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液,放置片刻,喷以 10%亚硝酸钠溶液。

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的主斑点一致。

【检查】 制酸力 取含量测定氢氧化铝项下的细粉适量(约相当于氢氧化铝 0.50g),置 250ml 溶出杯(通则 0931 溶出度与释放度测定法第三法装置)中,取预热至 37℃ 的水 190ml,先加入少量水使粉末均匀润湿,再边振摇边缓慢加入剩余的水,以每分钟 200 转的转速,搅拌 2 分钟后,精密加入盐酸滴定液(1mol/L)10ml,搅匀,分别于 10 分钟、20 分钟与 30 分钟时测定溶液的 pH 值(通则 0631),分别不得低于 1.6、2.0、2.7,且均不得高于 4.0。继续精密加入盐酸滴定液(1mol/L)20ml,继续搅拌反应 1 小时,停止搅拌,将溶液转移至烧杯中,用少量水分次洗涤溶出杯,洗液并入烧杯,将烧杯置磁力搅拌器上,在不断搅拌的条件下,用氢氧化钠滴定液(1mol/L)滴定至 pH 值 3.5。每片消耗盐酸滴定液(1mol/L)不得少于 6.0ml。

其他 除崩解时限应在盐酸溶液(9 $\rightarrow$ 1000)中于 10 分钟内全部崩解并通过筛网外,其他应符合片剂项下有关的规定(通则 0101)。

【含量测定】 氢氧化铝 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于 1/4 片),加盐酸 2ml 与水 50ml,煮沸,放冷,滤过,残渣用水洗涤 3 次,每次 10ml;合

并滤液与洗液,滴加氨试液至恰析出沉淀,再滴加稀盐酸使沉淀恰溶解,加醋酸-醋酸铵缓冲液(pH 6.0)10ml,精密加乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)25ml,煮沸 10 分钟,放冷,加二甲酚橙指示液 1ml,用锌滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液由黄色转变为红色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 3.900mg 的 Al(OH)<sub>3</sub>。

氧化镁 精密称取含量测定氢氧化铝项下细粉适量(约相当于 1 片),加盐酸 5ml 与水 50ml,加热煮沸,加甲基红指示液 1 滴,滴加氨试液使溶液由红色变为黄色,再继续煮沸 5 分钟,趁热滤过,滤渣用 2%氯化铵溶液 30ml 洗涤,合并滤液与洗液,放冷,加氨试液 10ml 与三乙醇胺溶液(1 $\rightarrow$ 2)5ml,再加铬黑 T 指示剂少量,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 2.015mg 的 MgO。

【类别】 抗酸药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

## 复方盐酸阿米洛利片

Fufang Yansuan Amiluoili Pian

### Compound Amiloride Hydrochloride Tablets

本品含盐酸阿米洛利(按 C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>ClN<sub>7</sub>O<sub>2</sub>·HCl 计)与氢氯噻嗪(C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>ClN<sub>4</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>)均应为标示量的 90.0%~110.0%。

#### 【处方】

盐酸阿米洛利	2.5g
氢氯噻嗪	25g
制成	1000 片

【性状】 本品为类白色至微黄色片。

【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中相应两主峰的保留时间一致。

【检查】 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺 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[约相当于盐酸阿米洛利(按 C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>ClN<sub>7</sub>O<sub>2</sub>·HCl 计)5mg],置 50ml 量瓶中,加甲醇 15ml 与 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml,超声使盐酸阿米洛利与氢氯噻嗪溶解,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,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺、氢氯噻嗪对照品与盐酸阿米洛利对照品,加流动相溶解并稀释制成每 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;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 13.6g,加水 80ml 溶解后,用磷酸调



节 pH 值至 3.0,用水稀释至 100ml)-甲醇-水(4:25:71)为流动相;检测波长为 265nm;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,理论板数按氢氯噻嗪峰计算不低于 1500,4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺峰、氢氯噻嗪峰与阿米洛利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与系统适用性溶液中 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺峰保留时间一致的峰,其峰面积不得大于对照溶液中氢氯噻嗪峰面积(1.0%)。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加甲醇 7.5ml 与 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml,照含量测定项下的方法,自“超声使盐酸阿米洛利与氢氯噻嗪溶解”起,依法测定,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 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 30 分钟时,取溶出液 20ml,滤过,取续滤液备用。

**盐酸阿米洛利 供试品溶液** 取上述续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸阿米洛利对照品,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 2.5 $\mu$ 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 365nm 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。

**氢氯噻嗪 供试品溶液** 精密量取上述续滤液 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** 取氢氯噻嗪对照品,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 2.5 $\mu$ 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 272nm 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 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺项下。

**对照品溶液** 取氢氯噻嗪对照品约 0.1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 20ml 使溶解,精密加盐酸阿米洛利对照品溶液(取盐酸阿米洛利对照品,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)10ml,加 0.1mol/L 盐酸溶液 4ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 见 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺项下。检测波长为 286nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按阿米洛利峰计算不低于 1000,阿米洛利峰与氢氯噻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,密封保存。

附:

#### 4-氨基-6-氯苯-1,3-二磺酰胺



### 复方莪术油栓

Fufang Ezhuoyou Shuan

Compound Zedoary Turmeric Oil

Suppositories

本品每粒中含硝酸益康唑( $C_{18}H_{15}Cl_3N_2O \cdot HNO_3$ )应为 45.0~55.0mg;含犍牛儿酮( $C_{15}H_{22}O$ )不得少于 15mg;含呋喃二烯( $C_{15}H_{26}O$ )不得少于 20mg。

#### 【处方】

硝酸益康唑	50g
莪术油	210ml
辅料	适量
制成	1000 粒

**【性状】** 本品为乳黄色至浅黄棕色栓;有特臭。

**【鉴别】** (1)取本品 1 粒,加乙二醇 30ml,置水浴上微温使溶解,放冷,使基质析出完全,滤过,取续滤液 1ml,加三硝基苯酚试液数滴,生成黄色沉淀。

(2)取鉴别(1)项下的滤液 2ml,在红外光灯下加热挥发乙二醇,残渣加硫酸 2 滴与二苯胺试液 1 滴,即显深蓝色。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中硝酸益康唑峰、犍牛儿酮峰与呋喃二烯峰的保留时间应分别与对照品溶液中相应峰的保留时间一致。

**【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,切碎,混匀,精密称取适量(约相当于硝酸益康唑 50mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使硝酸益康唑、犍牛儿酮与呋喃二烯溶解并稀释至刻度,摇匀(如有沉淀,滤过,取续滤液),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** 取硝酸益康唑对照品约 25mg、犍牛儿酮对照品约 10mg 与呋喃二烯对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 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;以醋酸铵溶液(取醋酸铵 0.77g,加水 1000ml 使溶解)-乙腈(25:75)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按硝酸益康唑峰计算不低于 4000,硝酸益康唑峰、牻牛儿酮峰、呋喃二烯峰与相邻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】** 妇科用药。

**【贮藏】** 密闭,在阴凉处保存。

## 复方氨基酸(15)双肽(2)注射液

Fufang Anjisuan(15)shuangtai(2) Zhusheyeye

### Compound Amino Acid(15) and Dipeptides(2) Injection

本品为 15 种氨基酸和 2 种双肽配制而成的灭菌水溶液。含各氨基酸和双肽均应为标示量的 90.0%~110.0%。

#### 【处方】

丙氨酸( $C_3H_7NO_2$ )	16.00g
精氨酸( $C_6H_{14}N_4O_2$ )	11.30g
门冬氨酸( $C_4H_7NO_4$ )	3.40g
谷氨酸( $C_5H_9NO_4$ )	5.60g
组氨酸( $C_6H_9N_3O_2$ )	6.80g
异亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	5.60g
亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	7.90g
醋酸赖氨酸( $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$ )	12.70g
甲硫氨酸( $C_5H_{11}NO_2S$ )	5.60g
苯丙氨酸( $C_9H_{11}NO_2$ )	5.85g
脯氨酸( $C_5H_9NO_2$ )	6.80g
丝氨酸( $C_3H_7NO_3$ )	4.50g
苏氨酸( $C_4H_9NO_3$ )	5.60g
色氨酸( $C_{11}H_{12}N_2O_2$ )	1.90g
缬氨酸( $C_6H_{11}NO_2$ )	7.30g
甘氨酸谷氨酰胺( $C_7H_{13}N_3O_4 \cdot H_2O$ )	30.27g
甘氨酸酪氨酸( $C_{11}H_{14}N_2O_4 \cdot 2H_2O$ )	3.45g
亚硫酸氢钠( $NaHSO_3$ )	适量
注射用水	适量
总量	1000ml

**【性状】** 本品为无色至微黄色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品 1ml,加水 10ml,加入茚三酮试液 5 滴,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中各氨基酸、甘氨酸谷氨酰胺和甘氨酸酪氨酸峰的保留时间应与对照品溶液中各相应的氨基酸、甘氨酸谷氨酰胺和甘氨酸酪氨酸峰的保留时间一致。

**【检查】 pH 值** 应为 5.4~6.0(通则 0631)。

**颜色** 取本品,与黄色 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

**氨** 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。应在 20~25℃ 进行。

**供试品溶液** 精密量取本品 5ml,置 20ml 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 20 $\mu$ g 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<sup>①</sup>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 与水 1.9ml,混匀,反应 5 分钟。以水为空白,在 340nm 的波长处测定吸光度  $A_{T1}$ ,再加入谷氨酸脱氢酶溶液(GLDH)(取谷氨酸脱氢酶适量,加水制成每 1ml 中含 1000 单位的溶液)0.02ml,混匀,20 分钟后测得吸光度  $A_{T2}$ 。按上述操作测定水与对照品溶液的吸光度,分别为  $A_{B1}$ 、 $A_{B2}$  与  $A_{R1}$ 、 $A_{R2}$ 。按下式计算。

$$C(\text{mg/L}) = C_{ST} \times \frac{(A_{T1} - A_{T2}) - (A_{B1} - A_{B2})}{(A_{R1} - A_{R2})(A_{B1} - A_{B2})} \times 4$$

式中  $C_{ST}$  为对照品溶液中氨的浓度,  $\mu$ g/ml;

4 为供试品溶液的稀释倍数。<sup>②</sup>

**限度** 含氨不得过 0.1g/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 2ml,加至离子交换柱(填料 Dowex 50Wx8 适量,置内径 1.5cm 的玻璃柱中,填充高度约为 3cm),加水淋洗,流出液速度约为每分钟 20 滴,收集流出液至 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取环-(甘氨酸谷氨酰胺)对照品、焦谷氨酸对照品与环-(甘氨酸酪氨酸)对照品各适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含环-(甘氨酸谷氨酰胺)21.2 $\mu$ g、焦谷氨酸 14 $\mu$ g 与环-(甘氨酸酪氨酸)2.4 $\mu$ 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 0.01mol/L 磷酸氢二铵(用磷酸调节 pH 值至 2.0)-甲醇(98:2)为流动相,检测波长为 205nm;流速为每分钟 0.7ml;进样体积 50 $\mu$ l。

① 2-氧代戊二酸缓冲液的制备:取 2-氧代戊二酸 220mg,用盐酸三乙醇胺缓冲液(pH 8.0)(取三乙醇胺 1ml,加无氨水 60ml,用稀盐酸溶液调节 pH 值至 8.0)60ml 溶解。

② 若  $(A_1 - A_2) > 0.5$  时,表明还原型辅酶 I 已消耗完全,应增加供试品溶液的稀释倍数。

系统适用性要求 环-(甘氨酸谷氨酰胺)、焦谷氨酸与相邻色谱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,分别注入色谱仪中,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,每 1ml 中含环-(甘氨酸谷氨酰胺)不得过 0.53mg,含焦谷氨酸不得过 0.35mg,含环-(甘氨酸酪氨酸)不得过 0.060mg。

亚硫酸氢钠 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 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 临用新制。取亚硫酸氢钠(必要时照亚硫酸氢钠含量测定项下方法标定)适量,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。

测定法 精密量取酸性品红溶液(称取酸性品红 0.34g,加硫酸 1ml,加水溶解使成 1000ml,7 天内使用)5ml,共 2 份,分别置甲、乙两个 50ml 量瓶中,各加入醋酸盐缓冲液(取乙二胺四醋酸二钠 0.4g、醋酸钠 136.1g 与冰醋酸 57ml,加水溶解使成 1000ml)约 30ml,甲瓶中精密加入对照品溶液 0.5ml,乙瓶中精密加入供试品溶液 0.5ml,立即计时,并用醋酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,放置 28℃ 水浴中保温,准确反应 15 分钟,以醋酸盐缓冲液为空白,在 549nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

限度 含亚硫酸氢钠不得过 0.055%。

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应为 950~1250mOsmol/kg。<sup>①</sup>

异常毒性 取本品,依法检查(通则 1141),按静脉注射法缓慢注射,应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1ml 中含内毒素量应小于 7.1EU。

降压物质 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射 0.5ml,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】 氨基酸、甘氨酸酪氨酸和甘氨酸谷氨酰胺

取本品,用适宜的氨基酸分析仪或高效液相色谱仪进行测定;另取各相应的氨基酸、甘氨酸酪氨酸与甘氨酸谷氨酰胺对照品各适量,制成相应浓度的对照品溶液,同法测定,按外标法以峰面积计算各氨基酸、甘氨酸酪氨酸和甘氨酸谷氨酰胺的含量。

【类别】 氨基酸/双肽类药。

【规格】 (1)500ml: 67g(氨基酸/双肽) (2)1000ml: 134g(氨基酸/双肽)

【贮藏】 25℃ 以下保存。

【标注】 本品使用说明书中应注明是否加亚硫酸氢钠及其处方量。

#### ① 渗透压摩尔浓度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)。

## 复方氨基酸注射液(18AA)

Fufang Anjisuan Zhushuye (18AA)

### Compound Amino Acid Injection (18AA)

本品为 18 种氨基酸与山梨醇配制而成的灭菌水溶液。除胱氨酸外,含其余各氨基酸均应为标示量的 80.0%~120.0%。含山梨醇应为标示量的 90.0%~110.0%。

#### 【处方】

	5%	12%
脯氨酸( $C_5H_9NO_2$ )	1.00g	2.40g
丝氨酸( $C_3H_7NO_3$ )	1.00g	2.40g
丙氨酸( $C_3H_7NO_2$ )	2.00g	4.80g
异亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	3.52g	8.45g
亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	4.90g	11.76g
门冬氨酸( $C_4H_7NO_4$ )	2.50g	6.00g
酪氨酸( $C_9H_{11}NO_3$ )	0.25g	0.60g
谷氨酸( $C_5H_9NO_4$ )	0.75g	1.80g
苯丙氨酸( $C_9H_{11}NO_2$ )	5.33g	12.80g
盐酸精氨酸( $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ )	5.00g	12.00g
盐酸赖氨酸( $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$ )	4.30g	10.32g
缬氨酸( $C_6H_{11}NO_2$ )	3.60g	8.64g
苏氨酸( $C_4H_9NO_3$ )	2.50g	6.00g
盐酸组氨酸( $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ )	2.50g	6.00g
色氨酸( $C_{11}H_{12}N_2O_2$ )	0.90g	2.16g
甲硫氨酸( $C_5H_{11}NO_2S$ )	2.25g	5.40g
胱氨酸( $C_6H_{12}N_2O_4S_2$ )	0.10g	0.24g
甘氨酸( $C_2H_5NO_2$ )	7.60g	18.24g
山梨醇( $C_6H_{14}O_6$ )	50.00g	50.00g
亚硫酸氢钠( $NaHSO_3$ )	0.4g 或 0.5g	0.5g
注射用水	适量	适量
全量	1000ml	1000ml

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加水 10ml,摇匀,加茚三酮约 3mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中各氨基酸峰的保留时间应与对照品溶液中各相应氨基酸峰的保留时间一致。

(3)取本品 1ml,加新制的 10% 儿茶酚溶液 3ml,摇匀,加硫酸 6ml,即显粉红色。

【检查】 pH 值 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

透光率 取本品,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 97.0%。



**亚硫酸氢钠** 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 0.01% 乙二胺四醋酸二钠溶液定量稀释制成每 1ml 中含亚硫酸氢钠 1 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

**对照品溶液** 取亚硫酸氢钠对照品适量,精密称定,加 0.01% 乙二胺四醋酸二钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 1 $\mu$ g 的溶液。

**空白溶液** 0.01% 乙二胺四醋酸二钠溶液。

**测定法** 精密量取上述三种溶液各 10ml,分别置 50ml 具塞试管中,依次加入 0.05% 碱性品红盐酸溶液(取碱性品红 0.1g,加盐酸 10ml 溶解,加水至 200ml)1ml 和 0.3% 甲醛溶液(取甲醛溶液 2ml,加水稀释至 250ml)1ml,摇匀,在 37℃ 水浴中加热 10 分钟,取出,放冷。在 560nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**限度** 不得过标示量的 110.0%。

**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 690~850mOsmol/kg(浓度为 5% 的规格),1390~1700mOsmol/kg(浓度为 12% 的规格)。<sup>①</sup>

**异常毒性** 取本品,用灭菌注射用水稀释制成含总氨基酸 5% 的溶液,依法检查(通则 1141),按静脉注射法缓慢注射,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。

**降压物质** 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射 0.5ml,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的各项规定(通则 0102)。

**【含量测定】氨基酸** 取本品,用适宜的氨基酸分析仪或高效液相色谱仪进行分离测定;另取相应的氨基酸对照品,制成相应浓度的对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算各氨基酸的含量。

如不能同时测定色氨酸的含量时,按以下方法测定。

**色氨酸** 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 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液(1)** 取色氨酸对照品适量,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 中含约 18.0 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

**对照品溶液(2)** 取酪氨酸对照品适量,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 中含约 5.0 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

**测定法** 取对照品溶液(2),以 280nm 为测定波长( $\lambda_2$ ),

在 303nm 波长附近(每间隔 0.2nm)选择等吸光度点波长为参比波长( $\lambda_1$ )。要求  $\Delta A = A_{\lambda_2} - A_{\lambda_1} = 0$ ,再在  $\lambda_2$  与  $\lambda_1$  波长处分别测定对照品溶液(1)与供试品溶液的吸光度,求出各自的吸光度差值( $\Delta A$ ),计算。

**山梨醇** 精密量取本品 5ml,加至离子交换柱内(交换柱内径为 10mm、高度为 25cm,内填经转型并处理至中性的钠型磺酸盐阳离子交换树脂约 10g),以每分钟 1.5~2.0ml 的流速通过柱。收集流出液于 250ml 量瓶中,再用水洗柱三次,每次 10ml,最后用水 60ml 快洗,合并洗液与流出液,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。精密量取 5ml,置碘瓶中,精密加入高碘酸钠硫酸溶液[取硫酸溶液(1→20)80ml 与已用硫酸酸化的高碘酸钠溶液(1→1000)120ml,混匀]50ml,置水浴上加热 15 分钟,放冷。加碘化钾 1g,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 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 的硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)相当于 0.9109mg 的  $C_6H_{14}O_6$ 。

**【类别】** 氨基酸类药。

**【规格】** 按总氨基酸计 (1)250ml : 12.5g (2)500ml : 25g (3)250ml : 30g

**【贮藏】** 密闭保存。

## 复方氨基酸注射液(18AA-I)

Fufang Aminosuan Zhushuye (18AA-I)

### Compound Amino Acid Injection (18AA-I)

本品为 18 种氨基酸与钾、钠、钙、镁等无机盐配制而成的灭菌水溶液。除盐酸半胱氨酸外,含酪氨酸应为标示量的 80.0%~120.0%,含其余各氨基酸均应为标示量的 85.0%~115.0%,含钠(Na)应为 45~55mmol/L,钾(K)应为 18~22mmol/L,钙(Ca)应为 2.2~2.8mmol/L,镁(Mg)应为 1.3~1.7mmol/L,氯化物以氯(Cl)计应不得过 60mmol/L。

#### 【处方】

谷氨酸( $C_5H_9NO_4$ )	9.0g
脯氨酸( $C_5H_9NO_2$ )	8.1g
丝氨酸( $C_3H_7NO_3$ )	7.5g
苯丙氨酸( $C_9H_{11}NO_2$ )	5.5g
亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	5.3g
缬氨酸( $C_6H_{11}NO_2$ )	4.3g
门冬氨酸( $C_4H_7NO_4$ )	4.1g
异亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	3.9g
盐酸赖氨酸( $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$ )	4.9g

#### ①渗透压摩尔浓度测定用标准溶液的制备

分别精密称取经 500~650℃ 干燥 40~50 分钟并置干燥器(硅胶)中放冷至室温的基准氯化钠 1.592g、3.223g、6.437g,加水使溶解并稀释至 100ml,摇匀(渗透压摩尔浓度分别为 500、1000、2000mOsmol/kg)。

测定浓度为 5% 的规格的样品时,用 500、1000mOsmol/kg 标准溶液校正仪器;测定浓度为 12% 的规格的样品时,用 1000、2000mOsmol/kg 标准溶液校正仪器。



精氨酸( $C_6H_{14}N_4O_2$ )	3.3g
苏氨酸( $C_4H_9NO_3$ )	3.0g
丙氨酸( $C_3H_7NO_2$ )	3.0g
组氨酸( $C_6H_9N_3O_2$ )	2.4g
甘氨酸( $C_2H_5NO_2$ )	2.1g
甲硫氨酸( $C_5H_{11}NO_2S$ )	1.9g
盐酸半胱氨酸( $C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$ )	0.145g
色氨酸( $C_{11}H_{12}N_2O_2$ )	1.0g
酪氨酸( $C_9H_{11}NO_3$ )	0.5g
氯化钙( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ )	0.368g
氯化钾(KCl)	0.375g
硫酸镁( $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ )	0.37g
氢氧化钠(NaOH)	2.0g
氢氧化钾(KOH)	0.84g
焦亚硫酸钠( $Na_2S_2O_5$ )	0.3g
注射用水	适量
全量	1000ml

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加水 10ml,摇匀,加茚三酮约 3mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中各氨基酸峰的保留时间应与对照品溶液中各相应氨基酸峰的保留时间一致。

(3)取本品 4ml,置试管中,加 15%碳酸钾溶液 4ml,加热至沸,滤过,取滤液 4ml,加焦锑酸钾试液 4ml,加热至沸,置冰水中冷却,用玻棒摩擦试管内壁,应有致密的沉淀生成。

(4)取本品 2ml,加 0.1%四苯硼钠溶液 1ml 与稀醋酸 0.5ml,即生成白色沉淀。

(5)取本品 2ml,显钙盐鉴别(2)的反应(通则 0301)。

(6)取本品 2ml,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 5.0~5.4(通则 0631)。

透光率 取本品,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%。

焦亚硫酸钠 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

醋酸盐缓冲液 取乙二醇四醋酸二钠 0.4g、醋酸钠 136.1g 与冰醋酸 57ml,加水溶解使成 1000ml。

供试品溶液 取本品,即得。

亚硫酸钠对照溶液 取无水亚硫酸钠(必要时照无水亚硫酸钠含量测定项下方法标定)0.440g,精密称定,加 0.04%乙二胺四醋酸二钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含约 0.44mg 的溶液(相当于每 1ml 中含  $Na_2S_2O_5$  0.33mg,临用新制)。

测定法 精密量取酸性品红溶液(精密称取酸性品红 0.34g,加硫酸 1ml,加水溶解使成 1000ml,7 天内使用)5ml,共 2 份,分别置甲、乙两个 50ml 量瓶中,各加入醋酸盐缓冲液约 40ml,甲瓶中精密加入亚硫酸钠对照溶液 2ml,乙瓶中精密加入供试品溶液 2ml,用醋酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,放置 25 分钟,以醋酸盐缓冲液为空白,立即在 549nm 的波长处

分别测定吸光度。

限度 乙瓶中溶液的吸光度应不低于甲瓶中溶液的吸光度。

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 530~720mOsmol/kg。

异常毒性 取本品,用灭菌注射用水稀释制成含总氨基酸 5%的溶液,依法检查(通则 1141),按静脉注射法缓慢注射,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。

降压物质 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射 0.5ml,应符合规定。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理,用 pH 7.0 无菌蛋白胨-氯化钠缓冲液分次冲洗(每膜不少于 300ml),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】 氨基酸 取本品,用适宜的氨基酸分析仪或高效液相色谱仪进行分离测定;另取相应的氨基酸对照品,制成相应浓度的对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算各氨基酸的含量。

如不能同时测定色氨酸含量时,按以下方法测定。

色氨酸 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 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液(1) 取色氨酸对照品适量,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 中含约 18.0 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

对照品溶液(2) 取酪氨酸对照品适量,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 中含约 5.0 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

测定法 取对照品溶液(2),以 280nm 为测定波长( $\lambda_2$ ),在 303nm 波长附近(每间隔 0.2nm)选择等吸光度点波长为参比波长( $\lambda_1$ )。要求  $\Delta A = A_{\lambda_2} - A_{\lambda_1} = 0$ ,再在  $\lambda_2$  与  $\lambda_1$  波长处分别测定对照品溶液(1)与供试品溶液的吸光度,求出各自的吸光度差值( $\Delta A$ ),计算。

钠 照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法)测定。

供试品溶液 精密量取本品 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取在 130℃干燥至恒重的氯化钠约 1.27g,精密称定,置 500ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用水稀释,分别制成每 1ml 中含钠 2.0、4.0、6.0、8.0 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

测定法 取对照品溶液与供试品溶液,在 589nm 的波长处测定,计算。

钾 照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法)测定。

供试品溶液 精密量取本品 2ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取在 130℃干燥至恒重的氯化钾约 1.14g,



精密称定,置 1000ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用水稀释,分别制成每 1ml 中约含钾 6.0、12.0、18.0、24.0 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

**测定法** 取对照品溶液与供试品溶液,在 766.5nm 的波长处测定,计算。

**钙** 照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法)测定。

**供试品溶液** 精密量取本品 10ml,置 50ml 量瓶中,加氯化铯溶液 2ml,氯化铯溶液 2ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取在 105℃干燥至恒重的碳酸钙约 0.25g,精密称定,置 1000ml 量瓶中,加少量盐酸使溶解,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5、10、15ml,分别置 50ml 量瓶中,各加氯化铯溶液(取氯化铯 6.35g,加水溶解成 100ml)2ml,氯化铯溶液[取氯化铯( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )15.25g,加水溶解成 100ml]2ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 取对照品溶液与供试品溶液,在 422.7nm 的波长处测定,计算。

**镁** 照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法)测定。

**供试品溶液** 精密量取本品 5ml,置 100ml 量瓶中,加氯化铯溶液 5ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取硫酸镁约 1.01g,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 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 0.2、4、6、8ml 分别置 100ml 量瓶中,各加上述氯化铯溶液 5ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 取对照品溶液与供试品溶液,在 285.2nm 的波长处测定,计算。

**氯化物** **供试品溶液** 精密量取本品 25ml,置 50ml 烧杯中,加 4%高锰酸钾溶液 2ml 与 1mol/L 硫酸溶液 1ml,加热至近沸(即出现第一个气泡时)立即冷却,将溶液移至 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 精密量取供试品溶液 20ml,照电位滴定法(通则 0701),用银电极作指示电极,硝酸钾盐桥-饱和甘汞电极为参比电极,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 3.545mg 的 Cl。

**【类别】** 氨基酸类药。

**【规格】** 按总氨基酸计 (1)250ml: 17.5g  
(2)500ml: 35g

**【贮藏】** 25℃以下密闭保存。不得冰冻,避免阳光直射。

## 复方氨基酸注射液(18AA-II)

Fufang Anjisuan Zhushuye (18AA-II)

### Compound Amino Acid Injection (18AA-II)

本品为 18 种氨基酸配制而成的灭菌水溶液。含酪氨酸与胱氨酸应为标示量的 80.0%~120.0%,含其余各氨基酸均应为标示量的 85.0%~115.0%。

#### 【处方】

	5%	8.5%	11.4%
门冬氨酸( $\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$ )	1.5g	2.5g	3.3g
谷氨酸( $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$ )	2.5g	4.2g	5.7g
丝氨酸( $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_3$ )	1.9g	3.4g	4.5g
组氨酸( $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2$ )	3.0g	5.0g	6.8g
甘氨酸( $\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$ )	3.5g	5.9g	7.9g
苏氨酸( $\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}_3$ )	2.5g	4.2g	5.7g
丙氨酸( $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$ )	7.2g	12.2g	16.3g
精氨酸( $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2$ )	4.9g	8.4g	11.2g
酪氨酸( $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_3$ )	0.2g	0.2g	0.3g
胱氨酸( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$ )	0.2g	0.2g	0.2g
缬氨酸( $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2$ )	3.2g	5.5g	7.3g
甲硫氨酸( $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$ )	2.5g	4.2g	5.7g
色氨酸( $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$ )	0.85g	1.4g	1.9g
苯丙氨酸( $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$ )	3.5g	5.9g	7.9g
异亮氨酸( $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_2$ )	2.5g	4.2g	5.7g
亮氨酸( $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_2$ )	3.4g	5.9g	7.9g
醋酸赖氨酸			
( $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ )	5.5g	9.5g	12.7g
脯氨酸( $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_2$ )	2.9g	5.0g	6.8g
焦亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )	0.3g	0.03g 或 0.04g	0.03g 或 0.04g
冰醋酸	1.3ml	2.5ml	2.75ml
注射用水	适量	适量	适量
全量	1000ml	1000ml	1000ml

**【性状】** 本品为无色至微黄色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品 1ml,加茚三酮约 3mg,摇匀,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中各氨基酸峰的保留时间应与对照品溶液中各相应氨基酸峰的保留时间一致。

**【检查】 pH 值** 应为 5.0~6.2(通则 0631)。

**透光率** 取本品,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%。

**焦亚硫酸钠** 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

**醋酸盐缓冲液** 取乙二胺四醋酸二钠 0.4g,醋酸钠 136.1g 与冰醋酸 57ml,加水溶解使成 1000ml。

**供试品溶液** 取本品,即得。

**亚硫酸钠对照溶液** 取无水亚硫酸钠(必要时照无水亚硫酸钠含量测定项下方法标定)适量和乙二胺四醋酸二钠 0.14g,精密称定,加水溶解使成 250ml,精密量取 5ml,用 0.04%乙二胺四醋酸二钠溶液定量稀释至 250ml,使每 1ml 中含 0.33mg(5%)、0.033mg(8.5%)和 11.4%含焦亚硫酸钠 0.03mg/ml 或 0.044mg(8.5%)和 11.4%含焦亚硫酸钠 0.04mg/ml 的  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ (临用新制)。

**测定法** 精密量取酸性品红溶液(精密称取酸性品红

0.34g,加硫酸 1ml,加水溶解使成 1000ml,7 天内使用)5ml (5%)或 2ml(8.5%、11.4%),共 2 份,分别置甲、乙两个 50ml 量瓶中,各加入醋酸盐缓冲液约 40ml,于 28℃ 水浴保温 10 分钟,甲瓶中精密加入亚硫酸钠对照溶液 2ml,乙瓶中精密加入供试品溶液 2ml,立即计时,并用醋酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,放置 28℃ 水浴中保温,准确反应 15 分钟,以醋酸盐缓冲液为空白,在 549nm 的波长处分别测定吸光度。

限度 乙瓶中溶液的吸光度应不低于甲瓶中溶液的吸光度。

**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 400~490mOsmol/kg(5%);700~860mOsmol/kg(8.5%);960~1180mOsmol/kg(11.4%)。●

**异常毒性** 取本品,用灭菌注射用水稀释制成含总氨基酸 5%的溶液,依法检查(通则 1141),按静脉注射法缓慢注射,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。

**降压物质** 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射 0.5ml,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的各项规定(通则 0102)。

**【含量测定】氨基酸** 取本品,用适宜的氨基酸分析仪或高效液相色谱仪进行分离测定;另取相应的氨基酸对照品,制成相应浓度的对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算各氨基酸的含量。

**【类别】** 氨基酸类药。

**【规格】** 按总氨基酸计 (1)250ml:12.5g  
(2)500ml:25g (3)250ml:21.25g (4)500ml:42.5g  
(5)250ml:28.5g (6)500ml:57g

**【贮藏】** 置 5~25℃ 遮光,密闭保存。

## 复方氨基酸注射液(18AA-Ⅲ)

Fufang Anjisuan Zhushuye (18AA-Ⅲ)

### Compound Amino Acid Injection (18AA-Ⅲ)

本品为 18 种结晶氨基酸配制而成的灭菌水溶液。含半胱氨酸应不少于标示量的 60%,含其余各氨基酸均应为标示

量的 85.0%~115.0%。

#### 【处方】

异亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	5.60g
亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	12.50g
醋酸赖氨酸( $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$ )	12.40g
甲硫氨酸( $C_5H_{11}NO_2S$ )	3.50g
苯丙氨酸( $C_9H_9NO_2$ )	9.35g
苏氨酸( $C_4H_9NO_3$ )	6.50g
色氨酸( $C_{11}H_{12}N_2O_2$ )	1.30g
丝氨酸( $C_3H_7NO_3$ )	2.20g
缬氨酸( $C_6H_{11}NO_2$ )	4.50g
组氨酸( $C_6H_9N_3O_2$ )	6.00g
精氨酸( $C_6H_{14}N_4O_2$ )	7.90g
丙氨酸( $C_3H_7NO_2$ )	6.20g
门冬氨酸( $C_4H_7NO_4$ )	3.80g
半胱氨酸( $C_3H_7NO_2S$ )	1.00g
谷氨酸( $C_5H_9NO_4$ )	6.50g
脯氨酸( $C_5H_9NO_2$ )	3.30g
酪氨酸( $C_9H_{11}NO_3$ )	0.35g
甘氨酸( $C_2H_5NO_2$ )	10.70g
亚硫酸氢钠( $NaHSO_3$ )	0.50g
注射用水	适量

全量 1000ml

**【性状】** 本品为无色或微黄色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品 1ml,加茚三酮试液少许,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中各氨基酸峰的保留时间应与对照品溶液中各相应氨基酸峰的保留时间一致。

**【检查】pH 值** 应为 5.2~6.8(通则 0631)。

**透光率** 取本品,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%。

**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 810~990mOsmol/kg。●

**亚硫酸氢钠** 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 0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含亚硫酸氢钠 1μg 的溶液,摇匀。

**对照品贮备液** 取无水亚硫酸氢钠适量(必要时照无水

#### ①渗透压摩尔浓度测定用标准溶液的制备

分别精密称取经 500~650℃ 干燥 40~50 分钟并置干燥器(硅胶)中放冷至室温的基准氯化钠 1.592g、3.223g、6.437g,加水使溶解并稀释至 100ml,摇匀(渗透压摩尔浓度分别为 500、1000、2000mOsmol/kg)。

测定浓度为 8.5%的样品时,用 500、1000mOsmol/kg 标准溶液校正仪器;测定浓度为 11.4%的样品时,用 1000、2000mOsmol/kg 标准溶液校正仪器。

#### ②渗透压摩尔浓度测定用标准溶液的制备

分别精密称取经 500~650℃ 干燥 40~50 分钟并置干燥器(硅胶)中放冷至室温的基准氯化钠 1.592g、3.223g,各加水使溶解并稀释至 100ml,摇匀(渗透压摩尔浓度分别为 500、1000mOsmol/kg)。



亚硫酸钠含量测定项下方法标定),精密称定,加 0.01% 乙二胺四醋酸二钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含亚硫酸氢钠 33 $\mu$ g 的溶液。

**标准曲线** 分别取对照品贮备液 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0ml,用 0.01% 乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至 100ml,分别精密量取以上浓度的对照品溶液各 10ml,置 25ml 比色管内,分别依次精密加入 0.05% 碱性品红溶液(取碱性品红 0.05g,置 100ml 量瓶中,加盐酸 5ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀)1ml 与 0.2% 甲醛溶液 1ml,密塞,摇匀,放置 40 分钟;以零号管为空白,在 557nm 的波长处分别测定吸光度,以测得的吸光度与其相应浓度计算线性回归方程。

**测定法** 精密量取供试品溶液 10ml,置 25ml 比色管中,照标准曲线项下自“分别依次精密加入 0.05% 碱性品红溶液 1ml 与 0.2% 甲醛溶液 1ml”起,同法操作,测定吸光度,由回归方程计算含亚硫酸氢钠的量。

**限度** 每 1ml 中含亚硫酸氢钠不得过 0.55mg。

**异常毒性** 取本品,用灭菌注射用水稀释制成含总氨基酸 5% 的溶液,依法检查(通则 1141),按静脉注射法缓慢注射,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。

**降压物质** 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射 0.5ml,应符合规定。

**无菌** 取本品,经薄膜滤过法处理,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】 酪氨酸与色氨酸** 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。

**对照品溶液** 分别取酪氨酸对照品与色氨酸对照品适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液使溶解并稀释制成每 1ml 中含酪氨酸 0.175mg 与色氨酸 0.65mg 的溶液,精密量取 3ml,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(10:90)(含 0.008mol/L 的磷酸二氢钾)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按色氨酸峰计算不低于 4000,各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。

**半胱氨酸** 对照品溶液 取半胱氨酸对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**测定法** 精密量取本品与对照品溶液各 1ml,分别置 100ml 量瓶中,各加甲酸 1.5ml 与 30% 过氧化氢溶液 1ml,放置 30 分钟,用水稀释至刻度,摇匀,用适宜的氨基酸分析仪进行测定,计算。

**其他氨基酸** 采用适宜的氨基酸分析法或照高效液相色谱

谱法(通则 0512)测定。

**内标溶液** 取正亮氨酸适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.8mg 的溶液,摇匀。

**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 3ml,置 10ml 量瓶中,精密加入内标溶液 2ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取异亮氨酸对照品约 50mg、亮氨酸对照品约 100mg、醋酸赖氨酸对照品约 100mg、甲硫氨酸对照品约 30mg、苯丙氨酸对照品约 80mg、苏氨酸对照品约 55mg、缬氨酸对照品约 40mg、丙氨酸对照品约 55mg、精氨酸对照品约 70mg、门冬氨酸对照品约 35mg、谷氨酸对照品约 55mg、组氨酸对照品约 50mg、脯氨酸对照品约 30mg、丝氨酸对照品约 20mg 与甘氨酸对照品约 90mg,精密称定,置同一 250ml 量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 5ml,置 10ml 量瓶中,精密加入内标溶液 2ml,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 0.1mol/L 醋酸钠溶液(用稀醋酸调节 pH 值至 6.5)-乙腈(93:7)为流动相 A,以乙腈-水(80:20)为流动相 B,进行梯度洗脱;柱温为 40℃;检测波长为 254nm;进样体积 2 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0.01	100	0
11.0	93	7
13.9	88	12
14.0	85	15
29.0	66	34
32.0	30	70
35.0	0	100
42.0	0	100
45.0	100	0
60.0	100	0

**系统适用性要求** 各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各 2ml,分别置 20ml 具塞试管中,精密加 1mol/L 三乙胺溶液-乙腈(14:86)1ml,0.1mol/L 异硫氰酸苯酯乙腈溶液 1ml,摇匀,在 50℃ 水浴中反应 45 分钟,取出,放冷,再分别精密加正己烷 1ml,摇匀,放置 30 分钟后(溶液至澄清),取澄清的下层液,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】** 氨基酸类药。

**【规格】** 250ml:25.90g(按总氨基酸计)

**【贮藏】** 置凉暗处保存。

## 复方氨基酸注射液(18AA-IV)

Fufang Amino Acid Injection (18AA-IV)

### Compound Amino Acid Injection (18AA-IV)

本品为 18 种氨基酸与葡萄糖配制成的灭菌水溶液。除盐



酸半胱氨酸外,含其余各氨基酸均应为标示量的85.0%~115.0%。含葡萄糖( $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ )应为标示量的90.0%~110.0%。

## 【处方】

异亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	1.87g
亮氨酸( $C_6H_{13}NO_2$ )	4.17g
醋酸赖氨酸( $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$ )	4.13g
甲硫氨酸( $C_5H_{11}NO_2S$ )	1.17g
苯丙氨酸( $C_9H_{11}NO_2$ )	3.11g
苏氨酸( $C_4H_9NO_3$ )	2.17g
N-乙酰-L-色氨酸( $C_{13}H_{14}N_2O_3$ )	0.52g
缬氨酸( $C_5H_{11}NO_2$ )	1.50g
组氨酸( $C_6H_9N_3O_2$ )	2.00g
精氨酸( $C_6H_{14}N_4O_2$ )	2.63g
丙氨酸( $C_3H_7NO_2$ )	2.07g
门冬氨酸( $C_4H_7NO_4$ )	1.27g
谷氨酸( $C_5H_9NO_4$ )	2.17g
脯氨酸( $C_5H_9NO_2$ )	1.10g
丝氨酸( $C_3H_7NO_3$ )	0.73g
酪氨酸( $C_9H_{11}NO_3$ )	0.116g
甘氨酸( $C_2H_5NO_2$ )	3.57g
盐酸半胱氨酸( $C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$ )	0.48g
葡萄糖( $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ )	75g
焦亚硫酸钠( $Na_2S_2O_5$ )	1.0g
注射用水	适量

全量 1000ml

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中,即产生氧化亚铜的红色沉淀。

(2)取本品5ml,加10%氢氧化钠溶液2ml,再加亚硝基铁氰化钠试液2滴,即产生红紫色。

(3)在含量测定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与对照品溶液中各相应氨基酸峰的保留时间一致。

【检查】 pH值 应为3.5~5.5(通则0631)。

透光率 取本品,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93.0%。

5-羟甲基糠醛 取本品(相当于葡萄糖1g),置具塞试管中,加硫酸铵约9g,充分振摇使成饱和溶液,静置2分钟,加乙醚5ml,振摇数次,再放置2分钟,吸取乙醚层2ml,置另一试管中,加1%间苯二酚的盐酸溶液1ml,应立即产生轻微的粉红色,不应产生樱桃红色。

重金属 取本品40ml,置50ml纳氏比色管中,加氢氧化

钠试液5ml并加水至刻度,摇匀;另取标准铅溶液2ml,同法处理并加入适量稀焦糖溶液调成与样品同样颜色,依法检查(通则0821第三法),含重金属不得过千万分之五。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(通则0632),渗透压摩尔浓度应为630~770mOsmol/kg。<sup>①</sup>

焦亚硫酸钠 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2ml,用0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至100ml,摇匀。再精密量取上述溶液3ml,加0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至50ml。

对照品贮备溶液 取标化后的分析纯焦亚硫酸钠适量(照焦亚硫酸钠含量测定项下的方法标定),精密称定,加0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液溶解并定量稀释制成每1ml中含焦亚硫酸钠20μg的溶液。

标准曲线 精密量取对照品贮备溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml,分别置50ml量瓶中,用0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至刻度,摇匀。取上述系列对照品溶液各10ml,分别置具塞试管中,加0.05%碱性品红溶液(取碱性品红0.05g,加盐酸5ml使溶解,加水稀释至100ml)与0.2%的甲醛溶液各1ml,充分振摇,放置40分钟,以0管为空白,在555nm的波长处分别测定吸光度,以测得的吸光度对相应的浓度计算回归方程。

测定法 精密量取供试品溶液10ml,照标准曲线项下自“加0.05%碱性品红溶液”起,同法测定,由回归方程计算含焦亚硫酸钠的量。

限度 每1ml中含焦亚硫酸钠不得过1.1mg。

异常毒性 取本品,用灭菌注射用水稀释制成含总氨基酸5%的溶液,依法检查(通则1141),按静脉注射法缓慢注射,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。

降压物质 取本品,依法检查(通则1145),剂量按猫体重每1kg注射0.5ml,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的各项规定(通则0102)。

【含量测定】 酪氨酸与N-乙酰-L-色氨酸 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,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取酪氨酸对照品约29mg及N-乙酰-L-色氨酸对照品约130mg,精密称定,置同一250ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取2ml,置25ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

## ①渗透压摩尔浓度测定用标准溶液的制备

分别精密称取经500~650℃干燥40~50分钟并置干燥器(硅胶)中放冷至室温的基准氯化钠1.592g、3.223g,各加水使溶解并稀释至100ml,摇匀(渗透压摩尔浓度分别为500、1000mOsmol/kg)。



**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.008mol/L的磷酸二氢钾溶液(10:90)为流动相;检测波长为280nm;进样体积20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按N-乙酰-L-色氨酸峰计算不低于2000,各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。

**其他氨基酸** 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。

**内标溶液** 取正亮氨酸适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.8mg的溶液,摇匀。

**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5ml,置10ml量瓶中,精密加入内标溶液2ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取异亮氨酸对照品约50mg、亮氨酸对照品约100mg、醋酸赖氨酸对照品约100mg、甲硫氨酸对照品约30mg、苯丙氨酸对照品约80mg、苏氨酸对照品约55mg、缬氨酸对照品约40mg、丙氨酸对照品约55mg、精氨酸对照品约70mg、门冬氨酸对照品约35mg、谷氨酸对照品约55mg、组氨酸对照品约50mg、脯氨酸对照品约30mg、丝氨酸对照品约20mg、甘氨酸对照品约90mg,精密称定,置同一250ml量瓶中,加水适量使溶解,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取5ml,置10ml量瓶中,精密加入内标溶液2ml,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0.1mol/L醋酸钠溶液(用稀醋酸调节pH值至6.5)-乙腈(93:7)为流动相A,以乙腈-水(80:20)为流动相B,按下表进行梯度洗脱;柱温为40℃;检测波长为254nm;进样体积2 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0.01	100	0
11.0	93	7
13.9	88	12
14.0	85	15
29.0	66	34
32.0	30	70
35.0	0	100
42.0	0	100
45.0	100	0
60.0	100	0

**系统适用性要求** 各氨基酸峰的理论板数均应大于2000,各峰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品溶液各2ml,分别置20ml具塞试管中,精密加入1mol/L三乙胺-乙腈(14:86)溶液1ml,0.1mol/L异硫氰酸苯酯乙腈溶液1ml,摇匀,在50℃水浴中反应45分钟,取出,放冷,再分别精密加入正己烷1ml,摇匀,放置30分钟后(溶液至澄清),取澄清的下层液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算。

**葡萄糖** 精密量取本品10ml,置于阳离子交换柱内(交换柱内径为10mm,高为22cm,内填经转型并处理至中性的钠型磺酸盐阳离子交换树脂约10g),以每分钟0.5~0.7ml的流速通过柱,收集流出液于50ml量瓶中,再用水洗柱3次,每次10ml,洗液与流出液合并,并用水稀释至刻度,摇匀。依法测定旋光度(通则0621),与10.426相乘,即得100ml供试品中C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>·H<sub>2</sub>O的含量(g)。

**【类别】** 氨基酸类药。

**【规格】** 按总氨基酸计 (1)250ml:8.70g (2)500ml:17.40g

**【贮藏】** 置凉暗处保存。

## 复方铝酸铋片

Fufang Lūsuanbī Piàn

### Compound Bismuth Aluminate Tablets

本品每片含铝酸铋以铋(Bi)计算,应为79~97mg;以铝(Al)计算,应为30.6~37.4mg。含重质碳酸镁以氧化镁(MgO)计算,应为149~183mg;含甘草浸膏粉以甘草酸(C<sub>42</sub>H<sub>62</sub>O<sub>16</sub>)计算,不得少于19.5mg。

#### 【处方】

铝酸铋	200g
重质碳酸镁	400g
碳酸氢钠	200g
甘草浸膏粉	300g
弗郎鼠李皮	25g
茴香粉	10g
辅料	适量
制成	1000片

**【性状】** 本品为淡黄色至黄褐色片。

**【鉴别】** 取本品的细粉约1g,置坩埚中,炽灼至炭化,放冷,加硝酸3ml,低温加热至硝酸气除尽,炽灼使完全灰化,残渣照下述方法试验。

(1)取残渣少许,加稀硝酸5ml,使溶解,滤过,滤液中滴加碘化钾试液,即生成棕红色沉淀,再滴加过量碘化钾试液,沉淀即溶解。

(2)取残渣少许,加稀盐酸5ml,使残渣溶解后滤过,于滤液中滴加氨试液,至生成白色沉淀,再加茜素磺酸钠指示液数滴,沉淀即显樱红色。

(3)取残渣少许,加稀盐酸3ml使溶解,用氨试液调节至中性后,加氨-氯化铵缓冲液(pH 10.0)3ml,滤过,取滤液数滴置白瓷板上,加氢氧化钠试液数滴与5%对硝基苯偶氮间苯二酚溶液1~2滴,即发生蓝色沉淀。

(4)取本品的细粉约0.5g,加水5ml与稀硫酸3ml,即煮沸,发生二氧化碳气体;此气体通入氢氧化钙试液中,即发生

白色浑浊。

(5)取本品的细粉约 0.5g,加稀硫酸 10ml,煮沸 2 分钟,趁热滤过,加乙醚 5ml,振摇提取,分取醚层,加氢氧化钠试液 2ml,振摇,水层显橙红色。

(6)取本品的细粉约 1g,加甲醇 15ml,微温提取 30 分钟,滤过,滤液置紫外光灯(254nm)下检视,显黄绿色荧光。

(7)取本品的细粉约 1g,加乙醚 10ml,振摇 10 分钟,滤于瓷蒸发皿中,待乙醚挥发干后,滴加新配制的 5%香草醛硫酸溶液 2 滴,显红紫色。

(8)取残渣少许,加稀盐酸 3ml 使溶解,显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

(9)在甘草酸含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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】除崩解时限外,应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】铋 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于铝酸铋 0.3g),置 50ml 坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷,加硝酸 3ml,低温加热至硝酸气除尽后,炽灼使完全灰化;放冷,加硝酸溶液(3→10)20ml,将残渣转移至 500ml 锥形瓶中,瓶口置小漏斗微火回流至残渣溶解(溶液微显浑浊),放冷后加水 200ml,加二甲酚橙指示液 5 滴,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液由橘红色转变为柠檬黄色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 10.45mg 的铋(Bi)。

铝 取测定铋后的溶液,滴加氨试液至恰析出沉淀,再滴加稀硝酸使沉淀恰溶解(pH 约为 6),加醋酸-醋酸铵缓冲液(pH 6.0)15ml,精密加乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)50ml,煮沸 10 分钟,放冷,加二甲酚橙指示液 5 滴,用锌滴定液(0.05mol/L)滴定,至溶液由柠檬黄色转变为橘红色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 1.349mg 的铝(Al)。

氧化镁 精密称取上述细粉适量(约相当于重质碳酸镁 0.4g),置 50ml 坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷,加硝酸 3ml,低温加热至硝酸气除尽后,使完全灰化,放冷,用稀盐酸 15ml 将残渣转移至 50ml 烧杯中,煮沸使残渣溶解,然后加水 20ml,加甲基红指示液 1 滴,滴加氨试液使溶液红色消失,再煮沸 5 分钟,趁热滤过;滤渣用微温的 2%氯化铵溶液 30ml 洗涤,合并滤液与洗液于 100ml 量瓶中,放冷,加水至刻度,摇匀,精密量取 20ml 于锥形瓶中,加水 20ml,加氨-氯化铵缓冲液(pH 10.0)及三乙醇胺溶液(1→2)各 5ml,再加铬黑 T 指示剂少量,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定,至溶液显纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 2.015mg 的 MgO。

甘草酸 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 精密称取上述细粉适量(约相当于甘草浸膏 0.1g),置 50ml 量瓶中,加流动相 40ml,超声 30 分钟,放

冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甘草酸铵对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 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;以甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸(67:33:1)为流动相;检测波长为 250nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按甘草酸铵峰计算不低于 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,并将结果乘以 0.9797。

【类别】抗酸药。

【贮藏】密封,在干燥处保存。

## 复方铝酸铋胶囊

Fufang Lūsuanbǐ Jiāonáng

### Compound Bismuth Aluminate Capsules

本品每粒含铝酸铋以铋(Bi)计算,应为 26.4~32.2mg;以铝(Al)计算,应为 10.2~12.5mg;含重质碳酸镁以氧化镁(MgO)计算,应为 49.7~60.9mg;含甘草浸膏粉以甘草酸(C<sub>42</sub>H<sub>62</sub>O<sub>15</sub>)计算,不得少于 6.0mg。

【处方】

铝酸铋	66.7g
重质碳酸镁	133.3g
碳酸氢钠	66.7g
甘草浸膏粉	100g
弗郎鼠李皮	8.3g
茴香粉	3.3g
辅料	适量
制成	1000 粒

【性状】本品内容物为淡棕色粉末。

【鉴别】取本品的内容物约 1g,置坩埚中,炽灼至炭化,放冷,加硝酸 3ml,低温加热至硝酸气除尽,炽灼使完全灰化,残渣照下述方法试验。

(1)取残渣少许,加稀硝酸 5ml,使溶解,滤过,于滤液中滴加碘化钾试液,即生成棕红色沉淀,再滴加过量碘化钾试液,沉淀即溶解。

(2)取残渣少许,加稀盐酸 5ml,使溶解,滤过,滤液中滴加氨试液,至生成白色沉淀,再加茜素磺酸钠指示液数滴,沉淀即显樱红色。

(3)取残渣少许,加稀盐酸 3ml 使溶解,用氨试液调节至中性后,加氨-氯化铵缓冲液(pH 10.0)3ml,滤过,取滤液数滴置白瓷板上,加氢氧化钠试液数滴与 5%对硝基苯偶氮间苯二酚溶液 1~2 滴,即发生蓝色沉淀。



(4)取本品的内容物约 0.5g,加水 5ml 与稀硫酸 3ml,即煮沸,发生二氧化碳气体;此气体通入氢氧化钙试液中,即发生白色浑浊。

(5)取本品的内容物约 0.5g,加稀硫酸 10ml,煮沸 2 分钟,趁热滤过,放冷,加乙醚 5ml,振摇提取,分取醚层,加氢氧化钠试液 2ml,振摇,水层显橙红色。

(6)取本品的内容物约 1g,加甲醇 15ml,微温提取 30 分钟,滤过,滤液置紫外光灯(254nm)下检视,显黄绿色荧光。

(7)取本品的内容物约 1g,加乙醚 10ml,振摇 10 分钟,滤过,滤液置瓷蒸发皿中,待乙醚挥发干后,滴加临用新制的 5%香草醛硫酸溶液 2 滴,显红紫色。

(8)取残渣少许,加稀盐酸 3ml 使溶解,显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

(9)在甘草酸含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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】应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 铋 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于铝酸铋 0.3g),置 50ml 坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷,加硝酸 3ml,低温加热至硝酸气除尽后,炽灼使完全灰化,放冷,加硝酸溶液(3→10)20ml,将残渣转移至 500ml 锥形瓶中,瓶口置小漏斗微火回流至残渣溶解(溶液微显浑浊),放冷后加水 200ml,加二甲酚橙指示液 5 滴,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液由橘红色转变为柠檬黄色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 10.45mg 的铋(Bi)。

铝 取测定铋后的溶液,滴加氨试液至恰析出沉淀,再滴加稀硝酸使沉淀恰溶解(pH 值约为 6),加醋酸-醋酸铵缓冲液(pH 6.0)15ml,精密加乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)50ml,煮沸 10 分钟,放冷,加二甲酚橙指示液 5 滴,用锌滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液由柠檬黄色转变为橘红色,并将滴定的结果用空白试验校正,每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 1.349mg 的铝(Al)。

氧化镁 精密称取上述混合均匀的内容物适量(约相当于重质碳酸镁 0.4g),置 50ml 坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷,加硝酸 3ml,低温加热至硝酸气除尽后,使完全灰化,放冷,用稀盐酸 15ml 将残渣转移至 50ml 烧杯中,煮沸使残渣溶解,然后加水 20ml,加甲基红指示液 1 滴,滴加氨试液使溶液红色消失,再煮沸 5 分钟,趁热滤过,滤渣用微温的 2%氯化铵溶液 30ml 洗涤,合并滤液与洗液,置 100ml 量瓶中,放冷,加水至刻度,摇匀,精密量取 20ml,置锥形瓶中,加水 20ml,加氨-氯化铵缓冲液(pH 10.0)与三乙醇胺溶液(1→2)各 5ml,再加铬黑 T 指示剂少量,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定,至溶液显纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 2.015mg 的 MgO。

甘草酸 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取上述混合均匀的内容物,精密称取适量

(约相当于甘草浸膏 0.1g),置 50ml 量瓶中,加流动相 40ml,超声 30 分钟,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取甘草酸铵对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 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;以甲醇-0.2mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸(67:33:1)为流动相;检测波长为 250nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按甘草酸铵峰计算不低于 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,并将结果乘以 0.9797。

【类别】 抗酸药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

## 复方维生素 C 钠咀嚼片

Fufang Weishengsu C Na Jujuepian

Compound Sodium Ascorbate

Chewable Tablets

本品含维生素 C( $C_6H_8O_6$ )与维生素 C 钠( $C_6H_7O_6Na$ )按维生素 C 计,应为标示量的 93.0%~107.0%。

【处方】

维生素 C	250g
维生素 C 钠	281g(相当于维生素 C 250g)
辅料	适量

制成	1000 片
----	--------

【性状】 本品为白色片;味酸。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于维生素 C 总量 0.2g),加水 10ml,振摇使维生素 C 与维生素 C 钠溶解,滤过,取滤液 5ml,加硝酸银试液 0.5ml,即生成银的黑色沉淀。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于维生素 C 总量 10mg),加水 10ml,振摇使维生素 C 与维生素 C 钠溶解,滤过,取滤液。

对照品溶液 取维生素 C 对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙酸乙酯-乙醇-水(5:4:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 2 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,立即(1 小时内)置紫外光灯下检视。

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。

(3)取鉴别(1)项下的滤液,应显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】除崩解时限不检查外,应符合片剂项下有关的规定(通则 0101)。

【含量测定】取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于维生素 C 总量 0.3g),置 100ml 量瓶中,加新沸过的冷水 100ml 与稀醋酸 10ml 的混合液适量,振摇使维生素 C 与维生素 C 钠溶解并稀释至刻度,摇匀,迅速滤过,精密量取续滤液 50ml,加淀粉指示液 1ml,立即用碘滴定液(0.05mol/L)滴定,至溶液显蓝色并持续 30 秒钟不褪色。每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 8.806mg 的  $C_6H_8O_6$ 。

【类别】同维生素 C。

【贮藏】遮光,密封保存。

## 复方葡萄糖酸钙口服溶液

Fufang Putaotangsuangai Koufu Rongye

Compound Calcium Gluconate Oral Solution

本品为葡萄糖酸钙与乳酸钙的水溶液,含葡萄糖酸钙( $C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$ )与乳酸钙( $C_6H_{10}CaO_6 \cdot 5H_2O$ )以钙(Ca)计应为 0.99%(g/ml)~1.21%(g/ml)。

### 【处方】

葡萄糖酸钙	50g
乳酸钙	50g
辅料	适量
水	适量

制成 1000ml

【性状】本品为几乎无色至淡黄色的液体。

【鉴别】(1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含葡萄糖酸钙 25mg 的溶液。

对照品溶液(1) 取葡萄糖酸钙对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 25mg 的溶液。

对照品溶液(2) 取乳酸钙对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 25mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板(厚度不小于 0.3mm),以乙醇-水-浓氨溶液-乙酸乙酯(30:10:10:30)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,条带点样,晾干,展开,再晾干,在 110℃ 干燥 40 分钟,放冷,喷以 8-羟基喹啉溶液(取 8-羟基喹啉 0.3g,加乙醇 60ml 与水 40ml 使溶解),晾干,再喷以氨试液,在 110℃ 加热 30 分钟后,置紫外光灯(365nm)下检视。

结果判定 供试品溶液应显 3 个荧光斑点,除中间斑点外,其余两个主斑点的位置与荧光应与相应的对照品溶液的主斑点相同。

(2)本品显钙盐和乳酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】相对密度 应为 1.05~1.10(通则 0601)。

pH 值 应为 4.0~6.0(通则 0631)。

其他 应符合口服溶液剂项下有关的规定(通则 0123)。

【含量测定】精密量取本品 2ml,置锥形瓶中,加水 80ml,氢氧化钠试液 15ml 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 2.004mg 的 Ca。

【类别】补钙药。

【规格】每 10ml 含钙元素 110mg

【贮藏】避光保存。

## 复方氯化钠注射液

Fufang Lühuana Zhushhey

Compound Sodium Chloride Injection

本品为氯化钠、氯化钾与氯化钙混合制成的灭菌水溶液。含总氯量(Cl)应为 0.52%~0.58%(g/ml),含氯化钾(KCl)应为 0.028%~0.032%(g/ml),含氯化钙( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ )应为 0.031%~0.035%(g/ml)。

### 【处方】

氯化钠	8.5g
氯化钾	0.30g
氯化钙	0.33g
注射用水	适量

制成 1000ml

【性状】本品为无色的澄明液体。

【鉴别】(1)本品显钠盐鉴别(1)、钾盐与氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

(2)取本品 100ml,蒸发至 20ml,显钙盐(2)的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】pH 值 应为 4.5~7.5(通则 0631)。

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 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三。

砷盐 取本品 20ml,加水 3ml 与盐酸 5ml,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.000 01%)。

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,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】 总氯量** 精密量取本品 10ml,加水 40ml、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 3.545mg 的 Cl。

**氯化钾** 取四苯硼钠滴定液(0.02mol/L)60ml,置烧杯中,加冰醋酸 1ml 与水 25ml,准确加入本品 100ml,置 50~55℃水浴中保温 30 分钟,放冷,再在冰浴中放置 30 分钟,用 105℃恒重的 4 号垂熔玻璃坩埚滤过,沉淀用澄清的四苯硼钠饱和溶液 20ml 分 4 次洗涤,再用少量水洗,在 105℃干燥至恒重,精密称定,所得沉淀重量与 0.2081 相乘,即得供试量中含有 KCl 的重量。

**氯化钙** 精密量取本品 100ml,置 200ml 锥形瓶中,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 15ml 和羟基萘酚蓝指示液[取羟基萘酚蓝(Hydroxynaphthol blue)0.1g,加氯化钠 9.9g,研磨均匀,取 0.5g,加水 50ml 使溶解,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 2 滴,摇匀,即得]3ml,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.025mol/L)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.025mol/L)相当于 3.676mg 的  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

**【类别】** 体液补充药。

**【规格】** (1)100ml (2)250ml (3)500ml (4)1000ml

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 复方氯化钠滴眼液

Fufang Lühuana Diyanye

### Compound Sodium Chloride Eye Drops

本品含氯化钠(NaCl)与氯化钾(KCl)均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

氯化钠	9.0g
氯化钾	0.14g
碳酸氢钠	约 0.20g
羟丙甲纤维素	适量
防腐剂	适量
注射用水	适量
制成	1000ml

**【性状】** 本品为无色的微黏稠澄明液体。

**【鉴别】** (1)本品显钠盐、氯化物鉴别(1)与钾盐鉴别(2)的鉴别反应(通则 0301)。

(2)取本品 2ml,加热即产生白色沉淀,冷却后复又澄明。

**【检查】 pH 值** 应为 6.5~8.5(通则 0631)。

**黏度** 本品的运动黏度(通则 0633 第一法),在 20℃时(毛细管内径:0.8mm)为 4.5~8.5mm<sup>2</sup>/s。

**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】 氯化钾** 对照品溶液的制备 精密称取经 130℃干燥至恒重的基准氯化钾约 0.15g,根据使用仪器的灵敏度,用适量的水配制成合适浓度的对照品贮备液,精密量取 5ml、10ml 与 15ml,分别置 3 个 100ml 量瓶中,再分别各加 10%氯化铯溶液 10ml,加水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液(1)、(2)和(3)。对照品溶液(2)的吸光度值应在 0.5 左右。

**供试品溶液的制备** 用内容量移液管精密量取本品适量,用水定量稀释制成与上述对照品贮备液浓度相当的供试品贮备液;精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,加 10%氯化铯溶液 10ml,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

**测定法** 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 第一法),在 766.5nm 的波长处测定,计算,即得。

**氯化钠** 用内容量移液管精密量取本品 10ml,置锥形瓶中,用水 50ml 分次洗出移液管内壁的附着液,洗液并入锥形瓶中,加铬酸钾指示液 10 滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至淡红色。按下式计算氯化钠标示量的百分含量,即得。

$$\frac{58.44}{9.0} \times \frac{1}{100} \times \left( 10MV - \frac{A \times 0.14}{74.55} \right) \times 100\%$$

式中 V 为消耗硝酸银滴定液(0.1mol/L)的体积,ml;

M 为硝酸银滴定液(0.1mol/L)的实际浓度;

A 为供试品中氯化钾(KCl)标示量的百分含量,%。

**【类别】** 眼科用药。

**【贮藏】** 遮光,密封,室温保存。

## 复方蒿甲醚片

Fufang Haojiami Pian

### Compound Artemether Tablets

本品含蒿甲醚( $\text{C}_{16}\text{H}_{26}\text{O}_5$ )应为标示量的 90.0%~105.0%,含本芴醇( $\text{C}_{30}\text{H}_{32}\text{Cl}_3\text{NO}$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【处方】**

蒿甲醚	20g
本芴醇	120g
辅料	适量
制成	1000 片

**【性状】** 本品为黄色片。

**【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(约相当于蒿甲醚 20mg),

加丙酮 20ml, 振摇, 滤过, 取续滤液。

**蒿甲醚对照品溶液** 取蒿甲醚对照品适量, 加丙酮溶解并稀释制成每 1ml 含 1mg 的溶液。

**本苈醇对照品溶液** 取本苈醇对照品适量, 加丙酮溶解并稀释制成每 1ml 含 6mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板, 以正己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(20:5:2.5)为展开剂。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ l, 分别点于同一薄层板上, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254nm)下检视; 再喷以 20% 硫酸甲醇溶液, 140℃ 加热 10 分钟后, 分别置日光和紫外光灯(365nm)下检视。

**结果判定** 置紫外光灯(254nm)下检视时, 供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与本苈醇对照品溶液的主斑点一致; 分别置日光和紫外光灯(365nm)下检视, 供试品溶液所显两主斑点的位置和颜色均应分别与蒿甲醚对照品溶液和本苈醇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。

以上(1)、(2)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。

**溶剂** 水-乙腈(1:1)。

**供试品溶液** 取本品 3 片, 加水 6ml 使崩解, 加乙腈 6ml, 超声 15 分钟, 以每分钟 4000 转离心, 取上清液。

**对照品贮备液** 分别取蒿甲醚对照品、 $\alpha$ -蒿甲醚对照品、双氢青蒿素对照品与蒿甲醚杂质 II 对照品各适量, 精密称定, 加溶剂适量使溶解并定量稀释制成每 1ml 中含上述四种对照品各 0.1mg 的混合溶液。

**对照品溶液(1)** 取对照品贮备液, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含蒿甲醚、 $\alpha$ -蒿甲醚、双氢青蒿素与蒿甲醚杂质 II 各 5 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(2)** 取对照品贮备液, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含蒿甲醚、 $\alpha$ -蒿甲醚、双氢青蒿素与蒿甲醚杂质 II 各 10 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(3)** 取对照品贮备液, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含蒿甲醚、 $\alpha$ -蒿甲醚、双氢青蒿素与蒿甲醚杂质 II 各 15 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(4)** 取对照品贮备液, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含蒿甲醚、 $\alpha$ -蒿甲醚、双氢青蒿素与蒿甲醚杂质 II 各 25 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(5)** 取对照品贮备液, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含蒿甲醚、 $\alpha$ -蒿甲醚、双氢青蒿素与蒿甲醚杂质 II 各 50 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(6)** 取对照品贮备液, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含蒿甲醚、 $\alpha$ -蒿甲醚、双氢青蒿素与蒿甲醚杂质 II 各 75 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取本品 3 片, 研细, 90℃ 加热 2 小时,

取出, 放冷, 加水 5ml, 乙腈 5ml, 超声 15 分钟, 以每分钟 4000 转离心, 取上清液, 加每 1ml 含双氢青蒿素 0.6mg 的溶液[以水-乙腈(1:1)为溶剂]1ml, 加每 1ml 含  $\alpha$ -蒿甲醚 0.2mg 的溶液[以水-乙腈(1:1)为溶剂]1ml, 摇匀。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板, 以正己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(20:5:2.5)为展开剂(展开前层析缸需预先饱和 15 分钟)。

**测定法** 吸取供试品溶液、对照品溶液(1)~(6)与系统适用性溶液各 20 $\mu$ l, 分别点于同一薄层板上, 冷风吹干, 避光展开 12cm, 取出, 冷风吹干, 再喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 晾干。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液应显 6 个清晰分离的斑点(按 R<sub>f</sub> 值从大到小依次为蒿甲醚、未知杂质、 $\alpha$ -蒿甲醚、蒿甲醚杂质 I、双氢青蒿素、蒿甲醚杂质 II)。

**限度** 供试品溶液如显杂质斑点,  $\alpha$ -蒿甲醚、双氢青蒿素和蒿甲醚杂质 II, 与对照品溶液中  $\alpha$ -蒿甲醚、双氢青蒿素和蒿甲醚杂质 II 斑点比较分别不得过 0.3%、1.0% 和 1.5%; 蒿甲醚杂质 I、其他单个杂质和其他杂质总量, 与对照品溶液中蒿甲醚斑点比较分别不得过 0.5%、0.2% 和 0.5%。

**有关物质 II** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**离子对溶液** 取己烷磺酸钠 5.65g 和磷酸二氢钠 2.75g, 加水 800ml 溶解, 用磷酸调节 pH 值至 2.3, 用水稀释至 1000ml, 摇匀。

**混合溶剂** 取离子对溶液 100ml, 加水 30ml, 混匀, 再加正丙醇 100ml, 用乙腈稀释至 500ml。

**供试品溶液** 取本品 5 片, 置 500ml 量瓶中, 加水 30ml, 振摇使崩解, 加正丙醇 100ml, 超声 15 分钟, 再加离子对溶液 100ml 和乙腈 200ml, 超声 30 分钟, 放冷, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 以每分钟 4000 转离心 5 分钟, 取上清液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量, 用混合溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 1.2 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取本苈醇与本苈醇杂质 I 各适量, 加混合溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含本苈醇 1.2mg 与本苈醇杂质 I 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(Agilent Nucleosil 100-5 C18, 4.0mm $\times$ 125mm, 5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱); 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, 按下表进行梯度洗脱; 检测波长为 300nm; 进样体积 5 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	25	75
14	25	75
19	0	100
25	0	100
26	25	75
35	25	75



**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,本苄醇的拖尾因子应在 0.8~5.0 之间,本苄醇峰与本苄醇杂质 I 峰之间的分离度应大于 0.5。

**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。

**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%)。

**含量均匀度** 按含量测定项下测得的每片中蒿甲醚与本苄醇的含量计算,应符合规定(通则 0941)。

**溶出度** 蒿甲醚 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 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 1 小时和 3 小时时取样。

**供试品溶液** 经 1 小时和 3 小时时各取溶出液约 10ml,静置 3 分钟,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取蒿甲醚对照品适量,精密称定,加水-乙醇(1:1)适量,超声使溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20μg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-乙醇-正丙醇-三氟乙酸(400:500:100:1)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 100μl。

**系统适用性要求** 理论板数按蒿甲醚峰计算不低于 3000。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液,照高效液相色谱法(通则 0512)试验,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中蒿甲醚的溶出量。

**限度** 在 1 小时和 3 小时时的限度分别为标示量的 45% 和 65%,应符合规定。

**本苄醇** 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%氯化苄基二甲基烷基胺的 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 45 分钟时取样。

**测定法** 取溶出液约 10ml,静置 3 分钟,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,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 342nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{30}H_{32}Cl_3NO$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 300.8 计算每片中本苄醇的溶出量。

**限度** 标示量的 60%,应符合规定。

**其他** 应符合片剂项下有关各项规定(通则 0101)。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**离子对溶液、混合溶剂** 见有关物质 II 项下。

**供试品溶液** 取本品 10 片,分别置 100ml 量瓶中,加水 6ml 使崩解,加正丙醇 20ml,超声 15 分钟,再加离子对溶液 20ml 与乙腈 40ml,超声 30 分钟,放冷,用乙腈稀释至刻度,摇匀,以每分钟 4000 转离心 5 分钟,取上清液。

**对照品溶液** 取蒿甲醚对照品与本苄醇对照品各适量,精密称定,加混合溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含蒿甲醚 0.2mg 与本苄醇 1.2mg 的混合溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以离子对溶液-乙腈(70:30)为流动相 A,离子对溶液-乙腈(30:70)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;蒿甲醚检测波长为 210nm,本苄醇检测波长为 380nm;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	60	40
28	60	40
29	0	100
45	0	100
46	60	40
55	60	40

**系统适用性要求** 蒿甲醚峰与本苄醇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每片的含量,并求得 10 片的平均含量。

**【类别】** 抗疟药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

附:

$\alpha$ -蒿甲醚、蒿甲醚杂质 I、蒿甲醚杂质 II 见蒿甲醚项下。

本苄醇杂质 I 见本苄醇项下。

## 复方酮康唑乳膏

Fufang Tongkangzuo Rugao

Compound Ketoconazole Cream

本品含酮康唑( $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ )应为标示量的 90.0%~110.0%;丙酸氯倍他索( $C_{25}H_{32}ClFO_5$ )应为标示量的 85.0%~115.0%;硫酸新霉素效价应为标示量的 90.0%~120.0%。

**【处方】**

酮康唑	10g
丙酸氯倍他索	0.25g
硫酸新霉素	500 万单位
基质	适量
制成	1000g

**【性状】** 本品为白色或类白色乳膏。

**【鉴别】** (1)在酮康唑、丙酸氯倍他索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)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品约 1.5g(相当于硫酸新霉素 7500 单位),置具塞离心管中,加三氯甲烷 10ml 与水 5ml,强烈振摇,离心,取上层清液。

**标准品溶液** 取硫酸新霉素标准品,加水制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以甲醇-三氯甲烷-氨水(13.5mol/L)(60:20:40)为展开剂。

**测定法** 取供试品溶液与标准品溶液各 5 $\mu$ l,分别点于一薄层板上,展开,晾干,喷以 1%茚三酮正丁醇溶液,在 105℃加热 2 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相同。

**【检查】** 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

**【含量测定】** 酮康唑与丙酸氯倍他索 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品约 4g,精密称定,加无水乙醇适量,置 80℃水浴中使酮康唑与丙酸氯倍他索溶解,用无水乙醇适量移至 50ml 量瓶中,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,冰浴中冷却 2 小时,滤过,取续滤液放置至室温。

**对照品溶液** 取酮康唑对照品与丙酸氯倍他索对照品适量,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含酮康唑 0.8mg 与丙酸氯倍他索 20 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(74:26)为流动相;检测波长为 239nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按酮康唑峰计算不低于 2000,酮康唑峰与丙酸氯倍他索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。

**硫酸新霉素** 取本品约 2g,精密称定,置 100ml 具塞锥形瓶中,加石油醚(沸程 90~120℃)50ml,80℃水浴加热使基质溶解或分散后,超声处理,放冷,定量转移至分液漏斗中,用含 3%氯化钠的磷酸盐缓冲液(pH 7.8)提取 4 次,每次 20ml,合并提取液,置 100ml 量瓶中,用上述缓冲液稀释至刻度,摇匀,照硫酸新霉素含量测定项下的方法测定,即得。

**【类别】** 抗真菌药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 复方硼砂含漱液

Fufang Pengsha Hanshuye

Compound Borax Gargle

本品含苯酚( $C_6H_6O$ )应为 0.25%~0.31%(g/ml)。

**【处方】**

硼砂	15g
碳酸氢钠	15g
液化苯酚[含苯酚不少于 88%(g/g),比重为 1.065]	3ml
甘油	3ml
乙二胺四醋酸二钠	0.01g
水	适量
制成	1000ml

**【性状】** 本品为无色至淡红色带有酚臭的澄清液体。

**【鉴别】** (1)取本品约 3ml,加盐酸数滴,立即发生泡沸。

(2)本品显硼酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 pH 值** 应为 8.0~10.0(通则 0631)。

**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。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  $10^2$  cfu,不得检出大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌和铜绿假单胞菌。

**其他** 应符合洗剂项下有关的各项规定(通则 0127)。

**【含量测定】** 精密量取本品 10ml,置碘瓶中,加水 25ml,精密加入溴滴定液(0.05mol/L)30ml,再加盐酸 5ml,立即密塞,振摇 30 分钟,静置 15 分钟后,迅速加碘化钾溶液(1→5)5ml(注意避免溴气逸出),立即密塞,充分振摇后,启塞,用水少许将瓶颈内附着的液体洗入瓶中,加三氯甲烷 1ml,摇匀,加淀粉指示液 1ml,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白实验校正。每 1ml 溴滴定液(0.05mol/L)相当于 1.569mg 的  $C_6H_6O$ 。

**【类别】** 消毒防腐药。

**【贮藏】** 密封保存。

## 复方新霉素软膏

Fufang Xinmeisu Ruangao

Compound Neomycin Ointment

本品含硫酸新霉素(按新霉素计算)与杆菌肽均应为标示量的 90%~120%。

**【处方】**

硫酸新霉素	200 万单位
杆菌肽	25 万单位
液状石蜡	适量
凡士林	适量
制成	1000g

**【性状】** 本品为淡黄色至黄色的软膏。

**【鉴别】** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品约 1g,置分液漏斗中,加乙醚 20ml,



振摇,使基质溶解后,用水 2ml 提取,分取水层。

**新霉素标准品溶液** 取新霉素标准品适量,加水制成每 1ml 中约含 1000 单位的溶液。

**杆菌肽标准品溶液** 取杆菌肽标准品适量,加水制成每 1ml 中约含 125 单位的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以甲醇-乙酸乙酯-丙酮-8.8%醋酸铵溶液(25:15:10:40)为展开剂。

**测定法** 取上述三种溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以 1%茚三酮的正丁醇-吡啶(99:1)溶液,于 105℃加热约 5 分钟,至出现斑点。

**结果判定** 供试品溶液应显两个主斑点,位置和颜色应分别与新霉素标准品溶液及杆菌肽标准品溶液所显主斑点的位置和颜色相同。

**【检查】** 应符合软膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

**【含量测定】 新霉素** 取本品约 2g,精密称定,置分液漏斗中,加乙醚 50ml,振摇,使基质溶解后,用含 3%氯化钠的磷酸盐缓冲液(pH 7.8)提取 4 次,每次 20ml,合并提取液,置 100ml 量瓶中,加上述缓冲液稀释至刻度,摇匀,照抗生素微生物检定法(通则 1201 第一法)测定。测定时,制备新霉素标准品溶液,需按处方比例加入杆菌肽标准品。

**杆菌肽** 取本品约 2g,精密称定,置分液漏斗中,加乙醚 50ml,振摇,使基质溶解后,用磷酸盐缓冲液(pH 6.0)提取 4 次,每次 20ml,合并提取液,置 100ml 量瓶中,加上述缓冲液稀释至刻度,摇匀,照抗生素微生物检定法(通则 1201 第一法)测定。

**【类别】** 抗生素类药。

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。

## 复方樟脑酊

Fufang Zhangnao Ding

### Compound Camphor Tincture

本品每 1ml 含吗啡( $C_{17}H_{19}NO_3$ )应为 0.425~0.575mg。

#### 【处方】

樟脑	3g
阿片酊	50ml
苯甲酸	5g
八角茴香油	3ml
乙醇(56%)	适量
制成	1000ml

**【制法】** 取苯甲酸、樟脑与八角茴香油,加 56%乙醇 900ml 溶解后,缓缓加入阿片酊与 56%乙醇适量,使全量成 1000ml,搅匀,滤过,即得。

**【性状】** 本品为黄棕色液体;有樟脑与八角茴香油的香气。

**【鉴别】** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品 2ml,加氨试液调 pH 值约为 9;加三氯甲烷-异丙醇(3:1)提取 2 次,每次用量 20ml,合并提取液,通过无水硫酸钠滤过,取滤液减压蒸干,残渣加甲醇 0.3ml 使溶解。

**对照品溶液** 取吗啡对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(17:2:1)为展开剂。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。

**结果判定** 供试品溶液所显斑点的位置和颜色应与吗啡对照品溶液斑点位置和颜色一致。

**【检查】 乙醇量** 应为 52%~60%(通则 0711 气相色谱法)。

**其他** 应符合酊剂项下有关的各项规定(通则 0120)。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**固相萃取柱前处理、系统适用性试验与要求** 取固相萃取柱 1 支(用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂),依次用甲醇-水(3:1)15ml 与水 5ml 冲洗,再用 pH 值约为 9 的氨水溶液(取水适量,滴加氨试液至 pH 值为 9)冲洗至流出液 pH 值约为 9,待用。

精密量取浓度为每 1ml 中含吗啡对照品 0.25mg 的 5%醋酸溶液 1ml,置处理后的固相萃取柱上,与供试品溶液同法洗脱,用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀,作为固相萃取柱系统适用性溶液。精密量取该系统适用性溶液与含量测定项下的对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。固相萃取柱系统适用性试验结果( $f_s$ )按下列公式计算,应在 0.97~1.03 之间。

$$\text{系统适用性试验结果}(f_s) = \frac{A_X/C_X}{A_R/C_R}$$

式中  $A_X$  为系统适用性溶液中吗啡峰面积;

$A_R$  为对照品溶液中吗啡峰面积;

$C_X$  为系统适用性溶液浓度;

$C_R$  为对照品溶液浓度。

**供试品溶液** 取本品 1 瓶,超声 10 分钟,取出摇匀;精密量取 5ml,置磨口锥形瓶中,蒸干,精密加 5%醋酸溶液 10ml,超声 10 分钟使吗啡溶解,取出,放冷,滤过;精密量取续滤液 1ml,置上述固相柱上,滴加氨试液适量使柱内溶液的 pH 值约为 9(上样前另取同体积的续滤液预先调试,以确定滴加氨试液的量),摇匀,待溶剂滴尽后,用水约 20ml 冲洗,用含 20%甲醇的 5%醋酸溶液洗脱,用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取吗啡对照品,精密称定,加含 20%甲醇的 5%醋酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含吗啡 0.05mg 的溶液。

**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-0.0025mol/L 庚烷磺酸钠水溶液-乙腈

(2 : 2 : 1) 为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按吗啡峰计算不低于 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。按外标法以吗啡峰面积计算。

**【类别】** 镇咳、镇痛药、止泻药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 复方醋酸甲地孕酮片

Fufang Cusuan Jiadiyuntong Pian

### Compound Megestrol Acetate Tablets

本品含醋酸甲地孕酮( $C_{24}H_{32}O_4$ )与炔雌醇( $C_{20}H_{24}O_2$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

#### 【处方】

醋酸甲地孕酮	1g
炔雌醇	0.035g
辅料	适量

制成 1000 片

**【性状】** 本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

**【鉴别】** (1)取本品 1 片,研细,加无水乙醇 5ml,研磨数分钟,滤过,取滤液置水浴中蒸干,残渣滴加硫酸 1ml,即显橙红色。

(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,置具塞试管中,精密加流动相 10ml,超声使醋酸甲地孕酮与炔雌醇溶解,放冷,离心,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,醋酸甲地孕酮限度为 $\pm 15\%$ ,炔雌醇限度为 $\pm 20\%$ ,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 0.5%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 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** 取醋酸甲地孕酮对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液,作为对照品贮备液(1);取炔雌醇对照品适量,精密称定,加甲醇适量,超声使溶解,放冷,并定量稀释制成每 1ml 中含 3.5 $\mu$ g 的溶液,作为对照品贮备液(2)。精密量取对照品贮备液(1)、对照品贮备液(2)各 2ml,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。醋酸甲地孕酮的检测波长为 288nm;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 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按醋酸甲地孕酮峰计算不低于 2000。

**测定法** 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

**限度** 均为标示量的 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(约相当于醋酸甲地孕酮 5mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声使醋酸甲地孕酮与炔雌醇溶解,放冷,加流动相稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

**对照品溶液** 取醋酸甲地孕酮对照品与炔雌醇对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含醋酸甲地孕酮 100 $\mu$ g 与炔雌醇 3.5 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(60 : 40)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按醋酸甲地孕酮峰计算不低于 2000,醋酸甲地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】** 避孕药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 复方醋酸地塞米松乳膏

Fufang Cusuan Disaimisong Rugao

### Compound Dexamethasone Acetate Cream

本品含醋酸地塞米松( $C_{24}H_{31}FO_6$ )、樟脑( $C_{10}H_{16}O$ )与薄荷脑( $C_{10}H_{20}O$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

#### 【处方】

醋酸地塞米松	0.75g
樟脑	10g
薄荷脑	10g
尼泊金	1g
基质	适量
纯化水	适量
制成	1000g

**【性状】** 本品为白色乳膏;有樟脑的特异芳香。

**【鉴别】** (1)在含量测定醋酸地塞米松项下记录的色谱图中,供试品溶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)在含量测定樟脑与薄荷脑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】** 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

**【含量测定】 醋酸地塞米松** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**内标溶液** 取甲睾酮适量,加甲醇溶解并稀释制成每



1ml 中约含 0.20mg 的溶液。

**供试品溶液** 取本品适量(约相当于醋酸地塞米松 1.35mg),精密称定,置烧杯中,精密加内标溶液 5ml,加甲醇 20ml,在 80℃ 水浴中加热搅拌使醋酸地塞米松溶解,在冰浴中冷却,待基质凝固后,滤过,基质再用甲醇提取两次,每次 10ml,滤过,合并三次滤液置同一 50ml 量瓶中,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。

**对照品溶液** 取醋酸地塞米松对照品约 13mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,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。

**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 240nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按醋酸地塞米松峰计算不低于 2000,醋酸地塞米松峰、内标物质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。按内标法以峰面积计算。

**樟脑与薄荷脑** 照气相色谱法(通则 0521)测定。

**内标溶液** 取萘适量,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 3.2mg 的溶液。

**供试品溶液** 取本品适量(约相当于樟脑 20mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,精密加内标溶液 5ml,加无水乙醇适量,在 80℃ 水浴加热使樟脑与薄荷脑溶解,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,置冰浴中冷却 1 小时,取出后用 0.45μm 滤膜滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取樟脑对照品与薄荷脑对照品各约 20mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,精密加内标溶液 5ml,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定相(DB-624 或效能相当的毛细管柱),柱温为 140℃;进样体积 1μl。

**系统适用性要求** 理论板数按薄荷脑峰计算不低于 5000,薄荷脑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,分别注入气相色谱仪,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。

**【规格】** (1)10g:7.5mg (2)20g:15mg

**【贮藏】** 密封,在阴凉处保存。

## 复方磺胺甲噁唑口服混悬液

Fufang Huang'anjia'ezuo Koufu Hunxuanye

Compound Sulfamethoxazole Oral Suspension

本品含磺胺甲噁唑( $C_{10}H_{11}N_3O_3S$ )与甲氧苄啶

( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

### 【处方】

	处方 1	处方 2
磺胺甲噁唑	80g	40g
甲氧苄啶	16g	8g
辅料	适量	适量
制成	1000ml	1000ml

**【性状】** 本品为淡黄色的黏稠混悬液;味甜、略苦。

**【鉴别】** (1)取本品适量(约相当于甲氧苄啶 50mg),加稀硫酸 10ml,振摇使甲氧苄啶溶解,滤过,滤液加碘试液 0.5ml,即产生棕色沉淀。

(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)取本品适量(约相当于磺胺甲噁唑 50mg),显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 pH 值** 应为 4.0~6.0(通则 0631)。

**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,用内容量移液管精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇分次洗涤移液管内壁,洗液并入量瓶中,加甲醇适量,振摇使两主成分溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 50ml(处方 1)或 25ml(处方 2)量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取磺胺甲噁唑对照品与甲氧苄啶对照品各适量,精密称定,加甲醇适量溶解后,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含磺胺甲噁唑 0.16mg 与甲氧苄啶 32μg 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-三乙胺(200:799:1)(用氢氧化钠试液或冰醋酸调节 pH 值至 5.9)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按磺胺甲噁唑峰计算不低于 4000,磺胺甲噁唑峰与甲氧苄啶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】** 磺胺类抗菌药。

**【规格】** 100ml

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 复方磺胺甲噁唑片

Fufang Huang'anjia'ezuo Pian

Compound Sulfamethoxazole Tablets

本品含磺胺甲噁唑( $C_{10}H_{11}N_3O_3S$ )与甲氧苄啶( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

磺胺甲噁唑	400g
甲氧苄啶	80g
辅料	适量
制成	1000 片

**【性状】** 本品为白色片。

**【鉴别】** (1) 取本品的细粉适量(约相当于甲氧苄啶 50mg), 加稀硫酸 10ml, 微热使甲氧苄啶溶解后, 放冷, 滤过, 滤液加碘试液 0.5ml, 即生成棕褐色沉淀。

(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(约相当于磺胺甲噁唑 0.2g), 加甲醇 10ml, 振摇, 滤过, 取滤液。

对照品溶液 取磺胺甲噁唑对照品 0.2g 与甲氧苄啶对照品 40mg, 加甲醇 10ml 溶解。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板, 以三氯甲烷-甲醇-*N,N*-二甲基甲酰胺(20:2:1) 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, 置紫外光灯(254nm) 下检视。

结果判定 供试品溶液所显两种成分的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, 供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应的两主峰的保留时间一致。

(4) 取本品的细粉适量(约相当于磺胺甲噁唑 50mg), 显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

以上(2)、(3) 两项可选做一项。

**【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 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、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。计算每片中磺胺甲噁唑与甲氧苄啶的溶出量。

限度 标示量的 70%, 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(约相当于磺胺甲噁唑 44mg), 置 100ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液适量, 超声使两主成分溶解, 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 取磺胺甲噁唑对照品与甲氧苄啶对照品各适量, 精密称定, 加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含磺胺甲噁唑 0.44mg 与甲氧苄啶 89μg 的溶液, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂; 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 5.9) 为流动相; 检测波长为 240nm; 进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按甲氧苄啶峰计算不低于 4000, 磺胺甲噁唑峰与甲氧苄啶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】** 磺胺类抗菌药。

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

## 复方磺胺甲噁唑注射液

Fufang Huang'anjia'ezuo Zhushuye

### Compound Sulfamethoxazole Injection

本品为磺胺甲噁唑和甲氧苄啶的灭菌水溶液。含磺胺甲噁唑(C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S) 与甲氧苄啶(C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>) 均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

磺胺甲噁唑	200g
甲氧苄啶	40g
注射用水	适量
制成	1000ml

**【性状】** 本品为无色至微黄色澄明液体。

**【鉴别】** (1) 取本品 0.5ml, 加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml, 再加硫酸铜试液数滴, 即发生草绿色沉淀。

(2) 取本品 0.5ml, 加氨试液 1ml、水 5ml 与三氯甲烷 10ml, 振摇提取, 取三氯甲烷层 2ml, 加硝酸溶液(1→2) 适量, 轻轻振摇, 上层液显红色, 后变为黄棕色。

(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分别与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

(4) 本品显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 pH 值** 应为 9.0~10.5(通则 0631)。

磺胺与对氨基苯磺酸 照薄层色谱法(通则 0502) 试验。

溶剂 1% 氨水的无水乙醇-甲醇混合溶液(95:5)。

供试品溶液 精密量取本品 1ml(相当于磺胺甲噁唑 0.2g), 置 20ml 量瓶中, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液(1) 取磺胺甲噁唑对照品适量, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

对照品溶液(2) 取磺胺对照品适量, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.05mg 的溶液。

对照品溶液(3) 取对氨基苯磺酸对照品适量, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.03mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板, 以无水乙醇-甲醇-正庚烷-三氯甲烷-冰醋酸(28.5:1.5:30:30:10) 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, 展开后, 晾干, 先置紫外光灯(254nm) 下检视, 再喷以对



二甲氨基苯甲醛溶液(0.1%对二甲氨基苯甲醛的乙醇溶液 100ml,加入盐酸 1ml 制成)显色后,立即检视。

**限度** 供试品溶液如显与磺胺对照品和对氨基苯磺酸对照品相应的杂质斑点,其颜色与对照品溶液(2)、对照品溶液(3)的主斑点比较,均不得更深。

**甲氧苄啶降解产物** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**溶剂** 三氯甲烷-甲醇(1:1)。

**供试品溶液** 精密量取本品 1ml(相当于甲氧苄啶 40mg),置 50ml 离心管中,加 0.06mol/L 盐酸溶液 15ml,摇匀,加三氯甲烷 15ml,振摇 30 秒钟,高速离心 3 分钟。转移水层置 125ml 分液漏斗中,三氯甲烷层再用 0.06mol/L 盐酸溶液 15ml 提取,合并水层。加入 10%氢氧化钠溶液 2ml,分别用三氯甲烷 20ml 提取 3 次,合并三氯甲烷层,氮气吹干,残渣中精密加入溶剂 1ml 使溶解。

**对照品溶液(1)** 取甲氧苄啶对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 40mg 的溶液。

**对照品溶液(2)** 取甲氧苄啶对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(97:7.5:1)为展开剂。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开后,晾干,先置紫外光灯(254nm)下检视,再喷以 10%三氯化铁-5%铁氰化钾混合溶液(1:1)(临用前混合)显色后,立即检视。

**系统适用性要求** 甲氧苄啶主斑点的比移值约为 0.5。

**限度** 供试品溶液如在比移值为 0.6~0.7 内显杂质斑点,其颜色与对照品溶液(2)的甲氧苄啶主斑点比较,不得更深(0.5%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 磺胺甲噁唑中含内毒素的量应小于 0.10EU。

**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 1ml(约相当于磺胺甲噁唑 0.2g),置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,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** 取磺胺甲噁唑对照品与甲氧苄啶对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含磺胺甲噁唑 4mg 与甲氧苄啶 0.8mg 的溶液,精密量取 1ml,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;以乙腈-三乙胺-水(200:1:799)[用醋酸溶液(1→100)调节 pH 值至 5.9±0.1]为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 甲氧苄啶峰与磺胺甲噁唑峰之间的分离度应大于 5.0,甲氧苄啶峰与磺胺甲噁唑峰的拖尾因子均不得过 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】** 磺胺类抗菌药。

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 复方磺胺甲噁唑胶囊

Fufang Huang'anjia'ezuo Jiaonang

### Compound Sulfamethoxazole Capsules

本品含磺胺甲噁唑( $C_{10}H_{11}N_3O_3S$ )与甲氧苄啶( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

磺胺甲噁唑	200g
甲氧苄啶	40g
辅料	适量
制成	1000 粒

**【性状】** 本品为胶囊剂,内容物为白色粉末。

**【鉴别】** (1)取本品的内容物适量(约相当于甲氧苄啶 50mg),加稀硫酸 10ml,微热使甲氧苄啶溶解后,放冷,滤过,滤液加碘试液 0.5ml,即生成棕褐色沉淀。

(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(约相当于磺胺甲噁唑 0.2g),加甲醇 10ml,振摇,滤过,取滤液。

**对照品溶液** 取磺胺甲噁唑对照品 0.2g 与甲氧苄啶对照品 40mg,加甲醇 10ml 溶解。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-*N,N*-二甲基甲酰胺(20:2:1)为展开剂。

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

**结果判定** 供试品溶液所显两种成分的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。

(4)取本品的内容物适量(约相当于磺胺甲噁唑 50mg),显芳香第一胺的鉴别反应(通则 0301)。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

**【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 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、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。计算每粒中磺胺甲噁唑与甲氧苄啶的溶出量。

**限度** 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。

**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(约相当于磺胺甲噁唑 22mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,超声使两主成分溶解,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** 取磺胺甲噁唑对照品与甲氧苄啶对照品各适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含磺胺甲噁唑 0.22mg 与甲氧苄啶 44μg 的溶液,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-三乙胺(200:799:1)(用氢氧化钠试液或冰醋酸调节 pH 值至 5.9)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按甲氧苄啶峰计算不低于 4000,磺胺甲噁唑峰与甲氧苄啶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】 磺胺类抗菌药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 复方磺胺甲噁唑颗粒

Fufang Huang'anjia'ezuo Keli

### Compound Sulfamethoxazole Granules

本品含磺胺甲噁唑( $C_{10}H_{11}N_3O_3S$ )与甲氧苄啶( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

#### 【处方】

	处方 1	处方 2
磺胺甲噁唑	400g	800g
甲氧苄啶	80g	160g
辅料	适量	适量
制成		1000 袋

【性状】 本品为白色或类白色颗粒。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于甲氧苄啶 50mg),加稀硫酸 10ml,微热使甲氧苄啶溶解后,放冷,滤过,滤液加碘试液 0.5ml,即生成棕褐色沉淀。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品细粉适量(约相当于磺胺甲噁唑 0.2g),加甲醇 10ml,振摇,滤过,取滤液。

**对照品溶液** 取磺胺甲噁唑对照品 0.2g 与甲氧苄啶对照品 40mg,加甲醇 10ml 溶解。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-N,N-二甲基甲酰胺(20:2:1)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,置紫外光灯(254nm)下检视。

**结果判定** 供试品溶液所显两种成分的主斑点的位置和

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,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应的两主峰的保留时间一致。

(4)取本品细粉适量(约相当于磺胺甲噁唑 50mg),显芳香第一胺的鉴别反应(通则 0301)。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【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(约相当于磺胺甲噁唑 22mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,超声使两主成分溶解,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** 取磺胺甲噁唑对照品和甲氧苄啶对照品各适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含磺胺甲噁唑 0.22mg 与甲氧苄啶 44μg 的溶液,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-三乙胺(200:799:1)(用氢氧化钠试液或冰醋酸调节 pH 值至 5.9)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按甲氧苄啶峰计算不低于 4000,磺胺甲噁唑峰与甲氧苄啶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】 磺胺类抗菌药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 小儿复方磺胺甲噁唑片

Xiao'er Fufang Huang'anjia'ezuo Pian

### Pediatric Compound Sulfamethoxazole Tablets

本品含磺胺甲噁唑( $C_{10}H_{11}N_3O_3S$ )应为标示量的 95.0%~105.0%,含甲氧苄啶( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

#### 【处方】

磺胺甲噁唑	100g
甲氧苄啶	20g
辅料	适量
制成	1000 片

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于甲氧苄啶 50mg),加稀硫酸 10ml,微热使甲氧苄啶溶解后,放冷,滤过,滤液加碘试液 0.5ml,即生成棕褐色沉淀。

(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(约相当于磺胺甲噁唑 0.2g),加甲醇 10ml,振摇,滤过,取滤液。

**对照品溶液** 取磺胺甲噁唑对照品 0.2g 与甲氧苄啶对照品 40mg,加甲醇 10ml 溶解。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-*N,N*-二甲基甲酰胺(20:2:1)为展开剂。

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

**结果判定** 供试品溶液所显两种成分的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。

(4)取本品的细粉适量(约相当于磺胺甲噁唑 50mg),显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

**【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 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,取续滤液。

**对照品溶液** 取磺胺甲噁唑对照品与甲氧苄啶对照品各适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含磺胺甲噁唑 0.2mg 与甲氧苄啶 40 $\mu$ 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。计算每片中磺胺甲噁唑与甲氧苄啶的溶出量。

**限度** 标示量的 70%,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(约相当于磺胺甲噁唑 44mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,超声使两主成分溶解,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** 取磺胺甲噁唑对照品与甲氧苄啶对照品各适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含磺胺甲噁唑 0.44mg 与甲氧苄啶 89 $\mu$ g 的溶液,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-三乙胺(200:799:1)(用氢氧化钠试液或冰醋酸调节 pH 值至 5.9)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按甲氧苄啶峰计算不低于 4000,磺胺甲噁唑峰与甲氧苄啶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】** 磺胺类抗菌药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 小儿复方磺胺甲噁唑颗粒

Xiao'er Fufang Huang'anjia'ezuo Keli

Pediatric Compound Sulfamethoxazole Granules

本品含磺胺甲噁唑(C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)应为标示量的 95.0%~105.0%,含甲氧苄啶(C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>)应为标示量的 90.0%~110.0%。

### 【处方】

磺胺甲噁唑	100g
甲氧苄啶	20g
辅料	适量
制成	1000 袋

**【性状】** 本品为白色或类白色颗粒。

**【鉴别】** (1)取本品细粉适量(约相当于甲氧苄啶 50mg),加稀硫酸 10ml,微热使甲氧苄啶溶解后,放冷,滤过,滤液加碘试液 0.5ml,即生成棕褐色沉淀。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品细粉适量(约相当于磺胺甲噁唑 0.2g),加甲醇 10ml,振摇,滤过,取滤液。

**对照品溶液** 取磺胺甲噁唑对照品 0.2g 与甲氧苄啶对照品 40mg,加甲醇 10ml 溶解。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-*N,N*-二甲基甲酰胺(20:2:1)为展开剂。

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

**结果判定** 供试品溶液所显两种成分的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,供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应的两主峰的保留时间一致。

(4)取本品细粉适量(约相当于磺胺甲噁唑 50mg),显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

**【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(约相当于磺胺甲噁唑 22mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,超声使两主成分溶解,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** 取磺胺甲噁唑对照品与甲氧苄啶对照品各适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含磺胺甲噁唑 0.22mg 与甲氧苄啶 44 $\mu$ g 的溶液,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-三乙胺(200:799:1)(用氢氧化钠试液或冰醋酸调节 pH 值至 5.9)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按甲氧苄啶峰计算不低于 4000,磺胺甲噁唑峰与甲氧苄啶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】** 磺胺类抗菌药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 复方磺胺嘧啶片

Fufang Huang'anmiding Pian

Compound Sulfadiazine Tablets

本品含磺胺嘧啶( $C_{10}H_{10}N_4O_2S$ )与甲氧苄啶( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

磺胺嘧啶	400g
甲氧苄啶	50g
辅料	适量
制成	1000 片

**【性状】** 本品为白色片。

**【鉴别】** (1)取本品的细粉适量(约相当于磺胺嘧啶 0.1g),加 0.4%氢氧化钠溶液与水各 3ml,振摇,滤过,取滤液加硫酸铜试液 0.5ml,即生成青绿色的沉淀,放置后变为紫灰色。

(2)取本品的细粉适量(约相当于甲氧苄啶 25mg),加 0.4%氢氧化钠溶液 5ml,摇匀,加三氯甲烷 5ml,振摇提取,分取三氯甲烷液加稀硫酸 5ml,振摇后,加碘试液 2 滴,在稀硫酸层生成褐色沉淀。

(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。

(4)取本品的细粉适量(约相当于磺胺嘧啶 50mg),显芳香第一胺类的鉴别反应(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 0.1mol/L 盐酸溶液 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。

**供试品溶液** 取溶出液适量,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、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。计算每片中磺胺嘧啶和甲氧苄啶的溶出量。

**限度** 标示量的 70%,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(约相当于磺胺嘧啶 80mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L

氢氧化钠溶液 10ml,振摇使磺胺嘧啶溶解,再加甲醇适量,振摇使甲氧苄啶溶解,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,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取磺胺嘧啶对照品 80mg 与甲氧苄啶对照品 10mg,精密称定,置同一 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml,振摇使磺胺嘧啶溶解,再加甲醇适量,振摇使甲氧苄啶溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含磺胺嘧啶 80 $\mu$ g 与甲氧苄啶 10 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.3%醋酸铵溶液(20:80)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按甲氧苄啶峰计算不低于 3000,磺胺嘧啶峰与甲氧苄啶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】** 磺胺类抗菌药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 复方磷酸萘酚喹片

Fufang Linsuan Naifenkui Pian

Compound Naphthoquine Phosphate Tablets

本品含磷酸萘酚喹( $C_{24}H_{28}N_3OCl \cdot 2H_3PO_4 \cdot 2H_2O$ )与青蒿素( $C_{15}H_{22}O_5$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

	I	II
磷酸萘酚喹(相当于萘酚喹)	78.3g(50g)	156.6g(100g)
青蒿素	125g	250g
辅料	适量	适量
制成	1000 片	1000 片

**【性状】** 本品为淡黄色片或薄膜衣片,除去包衣后显淡黄色。

**【鉴别】** (1)取本品的细粉适量(约相当于青蒿素 30mg),加无水乙醇 10ml,振摇使青蒿素溶解,滤过,取滤液数滴点于白瓷板上,加 1%香草醛硫酸溶液 1 滴,即显桃红色。

(2)取含量测定磷酸萘酚喹项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 341nm 与 221nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品的细粉适量(约相当于萘酚喹 50mg),加水 10ml,加热使磷酸萘酚喹溶解,滤过,取滤液 5ml,加氨试液数滴,滤过,用硫酸中和,溶液显磷酸盐鉴别(2)和(3)的反应(通则 0301)。

**【检查】 有关物质 I** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品的细粉适量(约相当于萘酚喹 50mg),加 70%甲醇溶液 30ml,充分振摇,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。

**色谱条件** 采用硅胶 HF<sub>254</sub> 薄层板, 以石油醚-乙酸乙酯-二乙胺(20:6:1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照溶液各 40 $\mu$ l, 分别点于同一薄层板上, 展开, 取出, 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, 且杂质斑点不得多于 2 个。

**有关物质 II** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品的细粉适量(约相当于青蒿素 150mg), 加丙酮 10ml, 充分振摇, 滤过, 取续滤液。

**对照溶液(1)** 精密量取供试品溶液 0.5ml, 置 100ml 量瓶中, 用丙酮稀释至刻度, 摇匀。

**对照溶液(2)** 精密量取对照溶液(1)5ml, 置 10ml 量瓶中, 用丙酮稀释至刻度, 摇匀。

**系统适用性溶液** 取青蒿素与双氢青蒿素各适量, 加丙酮溶解并稀释制成每 1ml 中含青蒿素 10mg 与双氢青蒿素 0.1mg 的混合溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板, 以石油醚(沸程 60~90℃)-丙酮-冰醋酸(8:2:0.1)为展开剂。

**测定法** 吸取上述四种溶液各 10 $\mu$ l, 分别点于同一薄层板上, 展开 15cm 以上, 取出, 晾干, 喷以含 2% 香草醛的 20% 硫酸乙醇溶液, 在 85℃ 加热 10~20 分钟至斑点清晰。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液应显青蒿素与双氢青蒿素各自的清晰斑点。

**限度** 供试品溶液如显杂质斑点, 深于对照溶液(2)主斑点颜色(0.25%)且不深于对照溶液(1)主斑点颜色(0.5%)的斑点不得多于 1 个, 其他杂质斑点均不得深于对照溶液(2)所显主斑点的颜色(0.25%)。

**溶出度** 磷酸萘酚喹 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 5ml, 滤过, 精密量取续滤液 2ml(处方 I)或 1ml(处方 II), 置 10ml 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 341nm 的波长处测定吸光度, 按  $C_{24}H_{28}N_3OCl \cdot 2H_3PO_4 \cdot 2H_2O$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 295 计算每片的溶出量。

**限度** 标示量的 70%, 应符合规定。

**青蒿素** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法)测定。

**溶出条件** 以 0.5% 十二烷基硫酸钠溶液 1000ml 为溶出介质, 转速为每分钟 100 转, 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, 加无水乙醇 5ml 和 0.2% 氢氧化钠溶液 20ml, 摇匀, 置 50℃ 水浴中加热 30 分钟, 取出, 在流水中冲凉, 放冷。在进样前用 0.08mol/L 醋酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 立即测定。

**对照品溶液** 取青蒿素对照品约 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 5ml, 置 50ml 量瓶中, 自“加无水乙醇 5ml”起制备方法同供试品溶液。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂, 以甲醇-磷酸盐缓冲溶液(pH 5.8)(50:50)为流动相; 检测波长为 260nm; 进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按青蒿素峰计算不低于 2000。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液, 照高效液相色谱法(通则 0512)测定, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以青蒿素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】** 磷酸萘酚喹 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(约相当于磷酸萘酚喹 20mg), 置 100ml 量瓶中, 加 0.01mol/L 磷酸溶液适量, 振摇使磷酸萘酚喹溶解, 用 0.01mol/L 磷酸溶液稀释至刻度, 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。

**测定法** 取供试品溶液, 在 341nm 的波长处测定吸光度, 按  $C_{24}H_{28}N_3OCl \cdot 2H_3PO_4 \cdot 2H_2O$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 295 计算。

**青蒿素** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取含量测定磷酸萘酚喹项下细粉, 精密称取适量(约相当于青蒿素 50mg), 置 25ml 量瓶中, 加乙腈适量, 振摇使青蒿素溶解, 并用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 滤过。

**对照品溶液** 取青蒿素对照品适量, 精密称定, 加乙腈溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.0mg 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(55:45)为流动相; 检测波长为 210nm; 进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按青蒿素峰计算不低于 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。

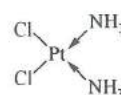
**【类别】** 抗疟药。

**【贮藏】** 密封, 在干燥处保存。

顺铂

Shunbo

Cisplatin



$Cl_2H_6N_2Pt$  300.05

本品为(Z)-二氨二氯铂。按干燥品计算,含  $\text{Cl}_2\text{H}_6\text{N}_2\text{Pt}$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为亮黄色至橙黄色的结晶性粉末,无臭。

本品在二甲基亚砷中易溶,在 N,N-二甲基甲酰胺中略溶,在水中微溶,在乙醇中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加硫酸 1ml 后,即显灰绿色。

(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。

(3)取本品,加 0.9%氯化钠溶液制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 301nm 的波长处有最大吸收,在 247nm 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 297 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,含铂量应为 64.6%~65.4%。

含氯量 取本品 30mg,精密称定,照氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏,用氢氧化钠试液 20ml 为吸收液,俟燃烧完毕后,强力振摇数分钟,用少量水冲洗瓶塞及铂丝,洗液并入吸收液中,加溴酚蓝指示液 1 滴,滴加稀硝酸至溶液变为黄色,再加稀硝酸 1ml、乙醇 20ml 与 1%二苯偕肼的乙醇溶液 5 滴,用硝酸汞滴定液(0.025mol/L)滴定,近终点时强力振摇,继续滴定至溶液显淡玫瑰红色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硝酸汞滴定液(0.025mol/L)相当于 1.773mg 的氯(Cl),含氯量应为 23.0%~24.3%。

溶液的澄清度 取本品 20mg,加 0.9%氯化钠溶液 20ml 溶解后,溶液应澄清。

酸度 取溶液的澄清度项下的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.0。

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,加 0.9%氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用 0.9%氯化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.003mol/L 庚烷磺酸钠的 0.9%氯化钠溶液为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按顺铂峰计算不低于 3000,顺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 2 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,相对保留时间约为 0.87 的杂质峰面积乘以 0.569 后不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%),相对保留时间约为 1.2 的杂质峰面积乘以 1.356 后不得大于对照溶液的主峰面积(2.0%),其他

杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.25 倍(0.5%)。

干燥失重 取本品约 0.1g,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。避光操作。

供试品溶液 取本品适量,精密称定,加 0.9%氯化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取顺铂对照品,精密称定,加 0.9%氯化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ 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】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 注射用顺铂

## 注射用顺铂

Zhusheyong Shunbo

### Cisplatin for Injection

本品为顺铂的无菌粉末或无菌冻干品。按平均装量计算,含顺铂( $\text{Cl}_2\text{H}_6\text{N}_2\text{Pt}$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为亮黄色至橙黄色的结晶性粉末,或微黄色至黄色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 取本品,照顺铂项下的鉴别试验[若为无菌冻干品,鉴别项除(4)外],显相同的结果。

【检查】 酸度与干燥失重 照顺铂项下的方法检查,应符合规定。

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 0.9%氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含顺铂 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用 0.9%氯化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见顺铂有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,相对保留时间约为 0.87 的杂质峰面积乘以 0.569 后不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%),相对保留时间约为 1.2 的杂质峰面积乘以 1.356 后不得大于对照溶液的主峰面积(2.0%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 顺铂中含内毒素的量应小于 1.7EU。



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 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加 0.9%氯化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见顺铂含量测定项下。

【类别】 同顺铂。

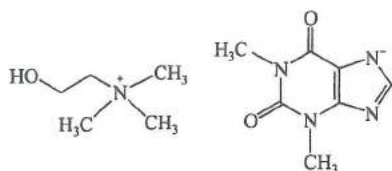
【规格】 (1)10mg (2)20mg (3)30mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 胆茶碱

Danchajian

Choline Theophyllinate



$C_{12}H_{21}N_5O_3$  283.33

本品为 1,3-二甲基-3,7-二氢-1H-嘌呤-2,6-二酮 N,N,N-三甲基-2-羟基乙铵盐。按干燥品计算,含  $C_{12}H_{21}N_5O_3$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;微有胺臭。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在乙醚中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 187~192℃(测定时每 3.0℃上升的温度为 3.0℃ $\pm$ 0.5℃)。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加盐酸 1ml 溶解后,加氯酸钾 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,紫色即消失。

(2)取本品 0.5g,加水 2ml 溶解后,加氢氧化钠试液 3ml,煮沸,即发生三甲胺臭。

(3)取本品,加 0.01mol/L 氢氧化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ g 的溶液,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】 溶液的澄清晰度与颜色 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显色,与同体积的对照液(取比色用重铬酸钾液 1.0ml,加水使成 160ml)比较,不得更深。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加乙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,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 HF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-乙醇

(95:5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,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,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,加水 50ml 与氨试液 8ml,置水浴上缓缓加热,使溶解,精密滴加硝酸银滴定液(0.1mol/L)20ml,摇匀后,继续置水浴上加热 15 分钟,放冷至 5~10℃,20 分钟后,用垂熔玻璃漏斗滤过,滤渣用水洗涤 3 次,每次 10ml,合并滤液与洗液,加硝酸使成酸性后,再加硝酸 3ml,放冷,加硫酸铁铵指示液 2ml,用硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 28.33mg 的  $C_{12}H_{21}N_5O_3$ 。

【类别】 平滑肌松弛药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 胆茶碱片

## 胆茶碱片

Danchajian Pian

Choline Theophyllinate Tablets

本品含胆茶碱( $C_{12}H_{21}N_5O_3$ )应为标示量的 94.0%~106.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量,加水浸渍后,滤过,滤液照胆茶碱项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量,加 0.01mol/L 氢氧化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含胆茶碱 15 $\mu$ 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 275nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量(相当于胆茶碱 0.1g),加乙醇 10ml,振摇 10 分钟使胆茶碱溶解,过滤,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中含胆茶碱 0.1mg 的溶液。

色谱条件与测定法 见胆茶碱有关物质项下。

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。

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(约相当于胆茶碱 0.5g),置 100ml 量瓶中,加水 70ml,时时

## Meglumine Adipidone Injection

Danyingpu'an Zhusheyey

## 胆影葡胺注射液

于 25.50mg 的  $C_{20}H_{14}I_6N_2O_8 \cdot 2C_7H_{17}NO_3$ 。

【类别】 诊断用药。

【规格】 (1) 1ml : 0.3g (2) 20ml : 6g (3) 20ml : 10g

【贮藏】 遮光, 密闭保存。

 $(C_{20}H_{14}I_6N_2O_8 \cdot 2C_7H_{17}NO_3)$  应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色至黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1) 取本品约 1ml, 蒸干后, 小火加热, 产生紫色

的碘蒸气。

(2) 取本品 0.1ml, 加三氯化铁试液 1ml, 滴加 20% 氢

氧化钠溶液 2ml, 初显棕红色沉淀, 随即溶解成棕红色

溶液。

(3) 照薄层色谱法(通则 0502) 试验。

供试品溶液 取本品适量, 用水稀释制成每 1ml 中含胆

影葡胺 3mg 的溶液。

对照品溶液 取胆影酸对照品 20mg, 加 0.04% 氢氧化

钠溶液 10ml 使溶解。

色谱条件 采用硅胶  $HF_{254}$  薄层板, 以正丁醇-冰醋酸-水

(4 : 1 : 5) 为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l, 分别点

于同一薄层板上, 展开, 晾干, 置紫外光灯(254nm) 下检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的位置应与对照品溶

液主斑点相同。

【检查】 pH 值 应为 6.5~8.0(通则 0631)。

颜色 取本品, 与标准比色液(通则 0901 第一法) 比较;

规格为 20ml : 10g 的, 不得较黄色 8 号标准比色液更深; 规格

为 1ml : 0.3g 或 20ml : 6g 的, 不得较黄色 6 号标准比色液

更深。

游离碘 取本品适量(相当于胆影葡胺 1.0g), 用水稀

释至 10ml, 照胆影酸游离碘项下的方法检查, 应符合

规定。

碘化物 取本品适量(相当于胆影葡胺 0.80g), 用水稀释

至 10ml, 滴加稀硝酸 3ml, 搅拌数分钟, 使析出沉淀, 滤过, 沉

淀用水 5ml 洗涤, 合并滤液与洗涤液, 重复滤过, 加入三氯甲烷

与浓过氧化氢溶液各 1ml, 振荡, 静置分层后, 三氯甲烷层如

显色, 与 0.0013% 碘化钾溶液(每 1ml 相当于 10 $\mu$ l 的 1.6.0ml

用同一方法制成的对照液比较, 不得更深。

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 3ml, 应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的规定(通则 0102)。

【含量测定】 精密量取本品适量(约相当于胆影葡胺

5g), 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 10ml,

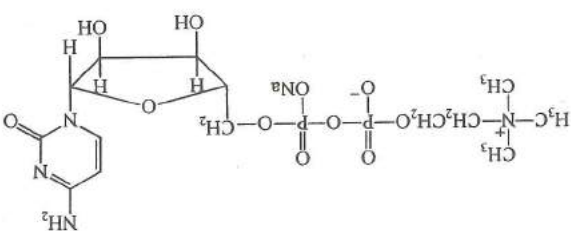
照胆影酸含量测定项下的方法, 自“加氢氧化钠试液 30ml 与锌

粉 1.0g”起, 依法测定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L) 相当

## 胞磷胆碱钠

Baolindanjianna

## Citicoline Sodium

 $C_{14}H_{25}N_4NaO_{11}P_2$  510.31

本品为胆碱胞嘧啶核苷二磷酸酯的单钠盐, 按干燥品计

算, 含胞磷胆碱钠( $C_{14}H_{25}N_4NaO_{11}P_2$ ) 不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末, 无臭。

本品在水中易溶, 在乙醇、丙酮中不溶。

【鉴别】 (1) 取本品约 1mg, 加稀盐酸 3ml, 溴试液 1ml,

水浴中加热 30 分钟, 置通风处, 待溴除去后, 加 3,5-二羟基甲

苯乙醇溶液(1→10) 0.2ml, 再加入硫酸亚铁铵的盐酸溶液

(1→1000) 3ml, 水浴加热 20 分钟, 溶液显绿色。

(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。

(3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1096

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 6.0~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g, 加水 8ml 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。

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 制成的对照品溶液比较, 不得更深(0.05%)。

铵盐 取本品 0.20g, 依法检查(通则 0808), 与标准氯化

铵溶液 10.0ml 制成的对照品溶液比较, 不得更深(0.05%)。

铁盐 取本品 0.20g, 依法检查(通则 0807), 与标准铁溶

液 2.0ml 制成的对照品溶液比较, 不得更深(0.01%)。

磷酸盐 取本品 0.10g, 加水 10ml 溶解, 加钼酸铵溶液

(取钼酸铵 1g, 加 0.5mol/L 硫酸溶液 40ml 溶解) 1ml, 1-氨基-

2-萘酚-4-磺酸试液 0.5ml, 放置 5 分钟, 与标准磷溶液(精密

称取在 105℃ 干燥至恒重的磷酸二氢钾 0.286g, 置 1000ml 量



瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,临用前精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。每 1ml 相当于  $20\mu\text{g}$  的  $\text{PO}_4^{3-}$ 。5.0ml 同法制成的对照液比较,颜色不得更深 (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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml,置 500ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**5'-胞苷酸对照品溶液** 取 5'-胞苷酸对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 7.5 $\mu\text{g}$  的溶液。

**胞磷胆碱钠对照品溶液** 取胞磷胆碱钠对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取 5'-胞苷酸对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液,与胞磷胆碱钠对照品溶液等量混合,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[0.1mol/L 的磷酸二氢钾溶液和四丁基胺溶液(取 0.01mol/L 四丁基氢氧化铵溶液用磷酸调节 pH 值至 4.5)等量混合]-甲醇(95:5)为流动相;检测波长为 276nm;系统适用性溶液进样体积 20 $\mu\text{l}$ ,其他溶液进样体积 10 $\mu\text{l}$ 。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,胞磷胆碱峰与 5'-胞苷酸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 5'-胞苷酸对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主峰保留时间的 2.5 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,含 5'-胞苷酸不得过 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%);其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍(0.7%)。

**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,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

**供试品溶液** 取本品 0.75g,精密称定,置 50ml 量瓶中,精密加内标溶液 5ml 溶解并用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

**对照品溶液** 取甲醇、乙醇与丙酮适量,精密称定,置同一量瓶中,用水定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.45mg、0.75mg 与 0.75mg 的溶液作为对照品贮备液;精密量取对照品贮备液 5ml 与内标溶液 5ml,置同一 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

**色谱条件** 以聚乙二醇(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 60℃;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 45

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** 分别取供试品溶液与对照品溶液顶空进样,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。

**干燥失重** 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 100℃减压干燥 5 小时,减失重量不得过 6.0%(通则 0831)。

**重金属** 取本品 2.0g,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之五。

**砷盐** 取本品 2.0g,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 胞磷胆碱钠中含内毒素的量应小于 0.30EU。

**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】** 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 0.25mg 的溶液。

**对照品溶液** 见有关物质项下胞磷胆碱钠对照品溶液。  
**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】** 细胞代谢改善药。  
**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)胞磷胆碱钠片 (2)胞磷胆碱钠注射液 (3)胞磷胆碱钠葡萄糖注射液 (4)胞磷胆碱钠氯化钠注射液 (5)注射用胞磷胆碱钠 (6)注射用胞磷胆碱钠肌苷

## 胞磷胆碱钠片

Baolindanjianna Pian

Citicoline Sodium Tablets

本品含胞磷胆碱钠( $\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{N}_4\text{NaO}_{11}\text{P}_2$ )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】** 取本品细粉适量(约相当于胞磷胆碱钠 1mg),照胞磷胆碱钠项下的鉴别(1)、(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。

**供试品溶液** 取含量测定项下的细粉适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含胞磷胆碱钠 2.5mg 的



振摇 30 分钟使胆茶碱溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 50ml,加氨试液 8ml,置水浴上缓缓加热后,照胆茶碱含量测定项下的方法自“精密滴加硝酸银滴定液(0.1mol/L) 20ml”起,依法测定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 28.33mg 的  $C_{12}H_{21}N_5O_3$ 。

【类别】 同胆茶碱。

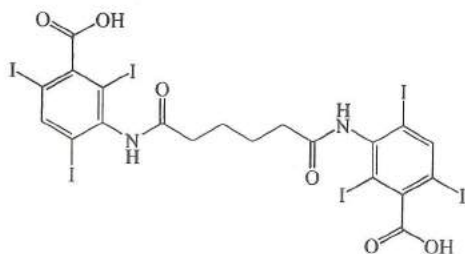
【规格】 0.1g

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

## 胆影酸

Danyingsuan

Adiiodone



$C_{20}H_{14}I_6N_2O_6$  1139.76

本品为 3,3'-[(1,6-二碘代-1,6-亚己基)二亚氨基]双(2,4,6-三碘)苯甲酸。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{14}I_6N_2O_6$  不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色粉末,无臭,味微苦。

本品在乙醇中微溶,在水、三氯甲烷或乙醚中几乎不溶;在氢氧化钠溶液中溶解。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,置坩埚中,小火加热,即产生紫色的碘蒸气。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加 0.08% 氢氧化钠的甲醇溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含约 1mg 的溶液。

对照品溶液 取胆影酸对照品适量,加 0.08% 氢氧化钠的甲醇溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含约 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶  $HF_{254}$  薄层板,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)为展开剂。

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

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。

【检查】 碱性溶液的澄清度与颜色 取本品 2.0g,加氢氧化钠试液 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 2 号或棕红色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

游离碘 取碱性溶液的澄清度与颜色检查项下的溶

液 5.0ml,用水稀释至 10ml,加稀醋酸至对石蕊试纸显酸性,加碘化钾 0.5g,振摇溶解后,加淀粉指示液 1ml,摇匀;如显色,与对照液(取等量供试品,用同一方法操作,但以水 1ml 代替淀粉指示液 1ml)比较,不得更深或有差异。

卤化物 取本品 2.0g,加氢氧化钠试液 4ml 溶解后,加稀硝酸 4ml 与水 30ml 的混合液,振摇数分钟,使胆影酸析出,滤过,沉淀用少量水洗涤,合并洗液与滤液用水稀释至 50ml,摇匀,必要时重复滤过,分取滤液 20ml,照氯化物检查法(通则 0801)检查,与标准氯化钠溶液 8.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.01%)。

碘化物 取卤化物项下剩余的滤液 20ml,加三氯甲烷 1ml,稀硝酸 3ml 与浓过氧化氢溶液 1ml,振摇,静置分层后,三氯甲烷层如显色,与 0.0013% 碘化钾溶液(每 1ml 相当于 10 $\mu$ g 的 I)2.0ml,加水使成 20ml 后,用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.0025%)。

氨基化合物 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,加水 5ml 与氢氧化钠试液 5ml 使溶解,加水稀释至 100ml。

测定法 精密量取供试品溶液 10ml,加 0.1mol/L 亚硝酸钠溶液 5ml 与盐酸溶液(9 $\rightarrow$ 100)10ml,摇匀,放置 10 分钟,加 2.5% 氨基磺酸铵溶液 5ml,摇匀,放置 5 分钟,加碱性  $\beta$ -萘酚试液 2ml 与氢氧化钠试液 15ml,加水至 50ml,摇匀,在 485nm 的波长处测定吸光度。

限度 吸光度不得过 0.34。

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%。

铁盐 取炽灼残渣项下遗留的残渣,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,滤过,坩埚用水洗涤,合并滤液与洗液并加水使成 25ml,依法检查(通则 0807),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%)。

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】 取本品约 0.3g,精密称定,加氢氧化钠试液 30ml 与锌粉 1.0g,加热回流 30 分钟,放冷,冷凝管用少量水洗涤,滤过,烧瓶与滤器用水洗涤 3 次,每次 15ml,合并洗液与滤液,加冰醋酸 5ml 与曙红钠指示液 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 19.00mg 的  $C_{20}H_{14}I_6N_2O_6$ 。

【类别】 诊断用药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 胆影葡胺注射液



溶液,滤过,取续滤液。

**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。

5'-胞苷酸对照品溶液、胞磷胆碱钠对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见胞磷胆碱钠有关物质项下。

**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,含 5'-胞苷酸不得过胞磷胆碱钠标示量的 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%),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(0.7%)。

**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 25 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);或精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含胞磷胆碱钠 0.11mg 的溶液(0.2g 规格)。

**对照品溶液** 取胞磷胆碱钠对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.11mg 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,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于胞磷胆碱钠 0.125g),置 100ml 量瓶中,加水适量,振摇,使胞磷胆碱钠溶解,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** 见胞磷胆碱钠含量测定项下。

**【类别】** 同胞磷胆碱钠。

**【规格】** (1)0.1g (2)0.2g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 胞磷胆碱钠注射液

Baolindanjianna Zhusheyue

Citicoline Sodium Injection

本品为胞磷胆碱钠的灭菌水溶液。含胞磷胆碱钠( $C_{14}H_{25}N_4NaO_{11}P_2$ )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,照胞磷胆碱钠项下的鉴别(1)、(2)与

(4)试验,显相同的结果。

**【检查】 pH 值** 应为 6.0~8.0(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,用水定量稀释制成每 1ml 中约含胞磷胆碱钠 2.5mg 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。

5'-胞苷酸对照品溶液、胞磷胆碱钠对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见胞磷胆碱钠有关物质项下。

**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,含 5'-胞苷酸不得过胞磷胆碱钠标示量的 0.3%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.4 倍(0.7%)。

**细菌内毒素** 取本品,照胞磷胆碱钠项下的方法检查,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** 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含胞磷胆碱钠 0.25mg 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** 见胞磷胆碱钠含量测定项下。

**【类别】** 同胞磷胆碱钠。

**【规格】** (1)2ml : 0.1g (2)2ml : 0.25g (3)2ml : 0.5g

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 胞磷胆碱钠葡萄糖注射液

Baolindanjianna Putaotang Zhusheyue

Citicoline Sodium and Glucose Injection

本品为胞磷胆碱钠与葡萄糖的灭菌水溶液。含胞磷胆碱钠( $C_{14}H_{25}N_4NaO_{11}P_2$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。含葡萄糖( $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ )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,照胞磷胆碱钠项下的鉴别(2)、(4)试验,显相同的结果。

(2)取本品 1ml,缓缓滴入 5ml 微温的碱性酒石酸铜试液中,即生成氧化亚铜的红色沉淀。

**【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。

**供试品溶液** 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含胞磷胆碱钠 2.5mg 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。



5'-胞苷酸对照品溶液、胞磷胆碱钠对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见胞磷胆碱钠有关物质项下。

**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,含 5'-胞苷酸不得过胞磷胆碱钠标示量的 0.3%;除 5-羟甲基糠醛峰外,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.4 倍(0.7%)。

**5-羟甲基糠醛** 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(约相当于葡萄糖 0.25g),置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**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 2.4μg 的溶液。

5'-胞苷酸对照品溶液、胞磷胆碱钠对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见胞磷胆碱钠有关物质项下。检测波长为 284nm。

**测定法** 精密量取供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主峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含 5-羟甲基糠醛的量不得过葡萄糖标示量的 0.024%。

**重金属** 取本品适量(约相当于葡萄糖 3.0g),蒸发至约 20ml,放冷,加醋酸盐缓冲溶液(pH 3.5)2.0ml 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** 应为 260~320mOsmol/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,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。

**其他** 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

**【含量测定】** 胞磷胆碱钠 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 中约含胞磷胆碱钠 0.25mg 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** 见胞磷胆碱钠含量测定项下。

**葡萄糖** 取本品,在 25℃ 依法测定旋光度(通则 0621),与 2.0852 相乘,即得供试量中含有  $C_6H_{12}O_5 \cdot H_2O$  的重量(g)。

**【类别】** 同胞磷胆碱钠。

**【规格】** (1)50ml:胞磷胆碱钠 0.25g 与葡萄糖 2.5g (2)100ml:胞磷胆碱钠 0.25g 与葡萄糖 5.0g (3)100ml:胞磷胆碱钠 0.5g 与葡萄糖 5.0g (4)200ml:胞磷胆碱钠 0.5g 与葡萄糖 10g

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 胞磷胆碱钠氯化钠注射液

Baolindanjianna Lühuana Zhushēyē

### Citicoline Sodium and Sodium Chloride Injection

本品为胞磷胆碱钠与氯化钠的灭菌水溶液。含胞磷胆碱钠( $C_{14}H_{25}N_4NaO_{11}P_2$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。含氯化钠(NaCl)应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【性状】** 本品为无色澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品适量,加 1% 三氯化铁盐酸溶液 2ml 及 6% 3,5-二羟基甲苯的 0.01mol/L 盐酸溶液 2ml,置水浴中加热,即显绿色。

(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。

(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 5.5~7.5(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** 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含胞磷胆碱钠 1.0mg 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。

5'-胞苷酸对照品溶液 取 5'-胞苷酸对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 3.0μg 的溶液。

胞磷胆碱钠对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见胞磷胆碱钠有关物质项下。

**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,含 5'-胞苷酸不得过胞磷胆碱钠标示量的 0.3%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.4 倍(0.7%)。

**重金属** 取本品 50ml,蒸发至约 20ml,放冷,加醋酸盐缓冲溶液(pH 3.5)2.0ml 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三。

**渗透压摩尔浓度** 应为 260~320mOsmol/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,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。

**其他** 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

**【含量测定】** 胞磷胆碱钠 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 中约含胞磷胆碱钠 0.25mg 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** 见胞磷胆碱钠含量测定项下。

**氯化钠** 精密量取本品 10ml,置锥形瓶中,加铬酸钾指



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。

【类别】 同胞磷胆碱钠。

【规格】 (1)50ml:胞磷胆碱钠 0.5g 与氯化钠 0.45g  
(2)100ml:胞磷胆碱钠 0.25g 与氯化钠 0.9g (3)100ml:胞磷胆碱钠 0.5g 与氯化钠 0.9g (4)250ml:胞磷胆碱钠 0.25g 与氯化钠 2.25g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 注射用胞磷胆碱钠

Zhusheyong Baolindanjianna

Citicoline Sodium for Injection

本品为胞磷胆碱钠的无菌冻干品或无菌粉末。按平均装量计算,含胞磷胆碱钠( $C_{14}H_{25}N_4NaO_{11}P_2$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或白色结晶或结晶性粉末。

【鉴别】 取本品,照胞磷胆碱钠项下的鉴别(1)、(2)、(4)试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含胞磷胆碱钠 0.050g 的溶液,依法检查(通则 0902 第一法和通则 0901 第一法),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,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 500ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5'-胞苷酸对照品溶液、胞磷胆碱钠对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见胞磷胆碱钠有关物质项下。

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,含 5'-胞苷酸不得过胞磷胆碱钠标示量的 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%),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(0.7%)。

酸碱度、干燥失重与细菌内毒素 取本品,照胞磷胆碱钠项下的方法检查,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 支,分别精密称定内容物的重量,将各容器内容物加水溶解完全后,全量转移至同一适宜量瓶中,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 中约含胞磷胆碱钠 0.25mg 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 见胞磷胆碱钠含量测定项下。

【类别】 同胞磷胆碱钠。

【规格】 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 注射用胞磷胆碱钠肌苷

Zhusheyong Baolindanjianna Jigan

Citicoline Sodium and Inosine for Injection

本品为胞磷胆碱钠与肌苷的无菌冻干品。含胞磷胆碱钠( $C_{14}H_{25}N_4NaO_{11}P_2$ )和肌苷( $C_{10}H_{12}N_4O_5$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【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 1 支,加水 2ml 溶解,加氨制硝酸银试液 3 滴,即产生白色胶状沉淀。

(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的两主峰的保留时间一致。

(3)取本品 1 支,加碳酸钠 1g,炽灼灰化,加水溶解,滤过,滤液显磷酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸碱度 取本品,每支加水 2ml 溶解并混匀,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.0~7.5。

溶液的透光率 取本品 1 支,加 0.9%氯化钠溶液 5ml 使溶解,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 403nm 的波长处测定透光率,不得低于 97.0%。

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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含胞磷胆碱钠 2.5mg 的溶液。

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

5'-胞苷酸对照品溶液 取 5'-胞苷酸对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 7.5μg 的溶液。

胞磷胆碱钠对照品溶液 取胞磷胆碱钠对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.05mg 的溶液。

系统适用性溶液 取 5'-胞苷酸对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液,取适量,与胞磷胆碱钠对照品溶液等量混合,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[0.1mol/L 的磷酸二氢钾溶液和四丁基铵溶液(取 0.01mol/L 四丁基氢氧化铵溶液用磷酸调节 pH 值至 4.5)等量混合]-甲醇(95:5)为流动相;检测波长为 254nm;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,胞磷胆碱峰与 5'-胞苷酸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 5'-胞苷酸对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至肌苷色谱峰保留时间的 2 倍。



**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以峰面积计算,含 5'-胞苷酸不得过胞磷胆碱钠标示量的 0.3%;其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两主峰面积之和的 0.7 倍(0.7%)。

**干燥失重** 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 7.0%(通则 0831)。

**热原** 取本品,每支加氯化钠注射液 2ml 使溶解,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 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。

**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(约相当于胞磷胆碱钠 0.25g),置 100ml 量瓶中,加水振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,滤过。

**肌苷对照品溶液** 取肌苷对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.05mg 的溶液。

**胞磷胆碱钠对照品溶液、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胞磷胆碱钠与肌苷的含量。

**【类别】** 细胞代谢改善药。

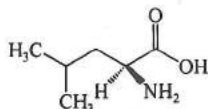
**【规格】** 0.3g(胞磷胆碱钠 250mg 与肌苷 50mg)

**【贮藏】** 密闭保存。

## 亮氨酸

Liang'ansuan

Leucine



$C_6H_{13}NO_2$  131.17

本品为 L-2-氨基-4-甲基戊酸。按干燥品计算,含  $C_6H_{13}NO_2$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在甲酸中易溶,在水中略溶,在乙醇或乙醚中极微溶解。

**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 40mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +14.9° 至 +16.0°。

**【鉴别】** (1)取本品与亮氨酸对照品各适量,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 987 图)一致。

**【检查】 酸度** 取本品 0.50g,加水 50ml,加热使溶解,放冷,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~6.5。

**溶液的透光率** 取本品 0.50g,加水 50ml,加热使溶解,放冷,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,加水溶解并定量稀释制成每 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** 取亮氨酸对照品与缬氨酸对照品各适量,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 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开后,晾干,喷以茚三酮的丙酮溶液(1 $\rightarrow$ 50),在 80℃ 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℃ 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 1.5g,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 5ml,加硫酸 1ml 与亚硫酸 10ml,在水浴上加热至体积约剩 2ml,加水 5ml,滴加氨试液至对酚酞指示液显中性,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%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1g 亮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 0.1g,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 13.12mg 的  $C_6H_{13}NO_2$ 。

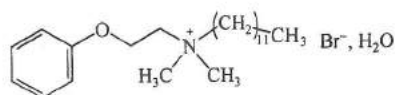
【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 度米芬

Dumifen

### Domiphen Bromide



$C_{22}H_{40}BrNO \cdot H_2O$  432.49

本品为溴化 *N,N*-二甲基-*N*-(2-苯氧乙基)-1-十二烷铵一水合物。按干燥品计算,含  $C_{22}H_{40}BrNO$  不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色片状结晶;无臭或微带特臭;振摇水溶液,则发生泡沫。

本品在乙醇中极易溶解,在水中易溶,在丙酮中略溶,在乙醚中几乎不溶。

熔点 取本品,80℃减压干燥 5 小时后,立即依法测定(通则 0612),熔点为 108~118℃。

【鉴别】 (1)取本品 10mg,加水 10ml 溶解后,加曙红钠指示液 0.5ml,再加水 100ml,即显桃红色。

(2)取本品,置 80℃干燥 1 小时,红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 299 图)一致。

(3)取本品 1%水溶液 10ml,加稀硝酸 0.5ml,即生成白色沉淀,滤过,沉淀加乙醇即溶解;滤液显氯化物的鉴别反应(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 5.0~7.0。

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。

非季铵类物 精密量取含量测定项下的溶液 25ml,照含量测定项下方法,自“置分液漏斗中”起,用盐酸滴定液(0.1mol/L)10ml 代替氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)10ml,同法操作。计算每 1g 度米芬在含量测定与非季铵类物两项滴定消耗的碘酸钾滴定液(0.05mol/L) 体积之差,不得大于 0.5ml。

干燥失重 取本品,在 80℃干燥至恒重,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品 2.0g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,精密量取 25ml,置分液漏斗中,加三氯甲烷 25ml 与氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)10ml,精密加新制的 5% 碘化钾溶液 10ml,振摇,静置使分层,分取水层用三氯甲烷振摇洗涤 3 次,每次 10ml,弃去三氯甲烷层,水层移入 250ml 具塞锥形瓶中,用水约 15ml 分 3 次淋洗分液漏斗,洗液并入锥形瓶

中,加盐酸 40ml,放冷,用碘酸钾滴定液(0.05mol/L) 滴定至淡棕色,加三氯甲烷 2ml,继续滴定并剧烈振摇至三氯甲烷层红色消失;精密量取新制的 5% 碘化钾溶液 10ml,加水 20ml 以及盐酸 40ml,同法操作,作空白试验。每 1ml 碘酸钾滴定液(0.05mol/L)相当于 41.45mg 的  $C_{22}H_{40}BrNO$ 。

【类别】 消毒防腐药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 度米芬滴丸

## 度米芬滴丸

Dumifen Diwan

### Domiphen Bromide Pills

本品含度米芬( $C_{22}H_{40}BrNO \cdot H_2O$ )应为标示量的 85.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色滴丸。

【鉴别】 (1)取本品,照度米芬项下的鉴别(1)、(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】 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 粒,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含度米芬 0.8mg 的溶液,必要时滤过。

对照品溶液 取度米芬对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.8mg 的溶液。

色谱条件 用磺化交联的苯乙烯-二乙烯基共聚物为填充剂;以甲醇-0.05mol/L 醋酸钠溶液(80:20)为流动相;检测波长为 274nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按度米芬峰计算不低于 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,将结果乘以 1.0434。

【类别】 同度米芬。

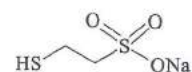
【规格】 20mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 美司钠

Meisina

Mesna



$C_2H_5NaO_3S_2$  164.18

本品为 2-巯乙磺酸钠。按干燥品计算,含  $C_2H_5NaO_3S_2$  应为 96.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶性粉末,有引湿性。

本品在水中易溶,在甲醇中略溶,在乙醇中微溶,在丙酮、三氯甲烷或乙醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 2ml 溶解后,加亚硝酸钠少许和稀硫酸 10 滴,振摇,溶液显红色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1174)一致。

(3)本品显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

【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 4.0~6.0。

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。

氯化物 取本品 0.2g,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(0.025%)。

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%)。

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 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 0.012mg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I (双硫化合物)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。

系统适用性溶液 取供试品溶液与对照品溶液各适量,加流动相稀释制成每 1ml 中含美司钠和杂质 I 分别约为 0.18mg 和 0.005mg 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 0.8 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Gemini C18 色谱柱,4.6mm $\times$ 250mm,5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 2.94g、磷酸氢二钾 2.94g、四丁基硫酸氢铵 2.6g 溶于 660ml 水中,用磷酸调 pH 值为 2.3)(34:66)为流动相;检测波长为 235nm;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,美司钠峰与杂质 I 峰的分离度应大于 5.0;灵敏度溶液色谱图中,美司钠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 3.0%;与美司钠峰(保留时间约为 4.8 分钟)比较,相对保留时间约为 0.6(可能包含杂质 II、杂质 III 或杂质 IV,按总和计)及 0.8(杂质 V)的杂质峰,按校正后的峰面积计算(均乘以校正因子 0.01),均不得大于对照溶液主峰面积(0.3%);其他单个未知

杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1/3(0.1%),其他单个未知杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.3%)。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(0.02%)。

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 60 $^{\circ}$ C 减压干燥 2 小时,减失重量不得过 1.0%(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十。

【含量测定】 取本品约 0.12g,精密称定,加水 10ml,振摇使溶解,加稀硫酸 10ml,精密加入碘滴定液(0.05mol/L)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 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(0.1mol/L)相当于 16.42mg 的  $C_2H_5NaO_3S_2$ 。

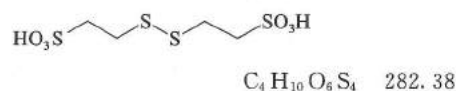
【类别】 抗肿瘤辅助药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 美司钠注射液

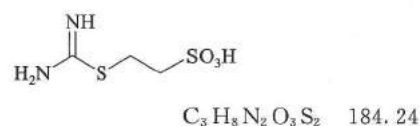
附:

杂质 I (双硫化合物)



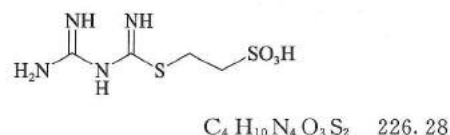
2-(2-磺乙基二硫基)乙磺酸

杂质 II



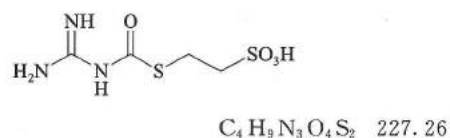
2-(脒基硫基)乙磺酸

杂质 III



2-[[ (胍基)(亚胺基)甲基]硫基]乙磺酸

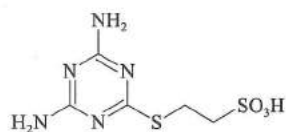
杂质 IV



2-(脒基氨基甲酰基硫基)乙磺酸



## 杂质 V


 $C_5H_8N_5O_3S_2$  251.29

2-(4,6-二氨基-1,3,5-三嗪-2-基)-硫基乙磺酸

## 美司钠注射液

Meisina Zhushaye

Mesna Injection

本品为美司钠的灭菌水溶液。含美司钠( $C_2H_5NaO_3S_2$ )应为标示量的 90.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加水 1ml、亚硝酸钠少许与稀硫酸 10 滴,振摇,溶液显红色。

(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】 pH 值 应为 4.0~6.0 或 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 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.012mg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

空白溶液 取乙二胺四乙酸二钠适量,精密称定,用流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.01mg 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 0.8 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见美司钠有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液、对照品溶液与空白溶液,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 5.0%;与美司钠峰(保留时间约为 4.8 分钟)比较,相对保留时间约为 0.6(可能包含杂质 II、杂质 III 或杂质 IV,按总和计)及 0.8(杂质 V)的杂质峰,按校正后的峰面积计算(均乘以校正因子 0.01),均不得大于对照溶液主峰面积(0.3%);其他单个未知杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2/3(0.2%),除乙二胺四乙酸二钠色谱峰外,其他未知杂质峰面积的和不得大

于对照溶液主峰面积的  $1\frac{2}{3}$ (0.5%)。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(0.02%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 美司钠中含内毒素的量应小于 0.03EU。

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。

对照品溶液 取美司钠对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4mg 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】 同美司钠。

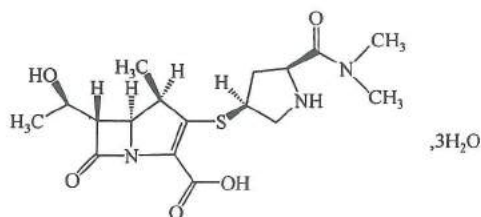
【规格】 (1)2ml:0.2g (2)4ml:0.4g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 美罗培南

Meiluoopenan

Meropenem


 $C_{17}H_{25}N_3O_5S \cdot 3H_2O$  437.51

本品为(-)-(4R,5S,6S)-3-[(3S,5S)-5-(二甲基胺基)-3-吡咯烷]硫-6-[(1R)-1-羟乙基]-4-甲基-7-氧-1-氮杂双环[3.2.0]庚-2-烯-2-羧酸三水合物。按无水物计算,含美罗培南(按 $C_{17}H_{25}N_3O_5S$ 计)应不少于 98.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇中溶解,在水中略溶,在丙酮、乙醇或乙醚中不溶;在 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中溶解,在 0.1mol/L 盐酸溶液中略溶。

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),比旋度应为 $-17^{\circ}$ 至 $-21^{\circ}$ 。

【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 997 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 10mg 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,分别加入澄清的 2% 碳酸钠溶液制成每 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 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。

**0.1%三乙胺溶液** 取三乙胺 1.0ml,加水 900ml,用磷酸溶液(1→10)调节 pH 值至  $5.0 \pm 0.1$ ,加水稀释至 1000ml。

**供试品溶液** 取本品,加 0.1%三乙胺溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用 0.1%三乙胺溶液定量稀释制成每 1ml 中含 25 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取美罗培南对照品适量,加 0.1%三乙胺溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,取适量,置水浴中加热 1 小时。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.1%三乙胺溶液-乙腈(93.5:6.5)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,美罗培南峰保留时间约为 7 分钟,出峰顺序依次为美罗培南开环物、美罗培南,美罗培南峰与美罗培南开环物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,主峰前最大杂质峰面积与主峰后最大杂质峰面积均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 0.2 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** 照残留溶剂测定法(通则 0861 第一法)测定。

**内标溶液** 取乙醇适量,加水制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**供试品溶液** 取本品约 0.4g,精密称定,置 10ml 量瓶中,精密加入内标溶液 2ml,用 1%碳酸钠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** 取丙酮、乙腈、二氯甲烷、乙酸乙酯、四氢呋喃各适量,精密称定,加水定量稀释制成每 1ml 中分别约含 1.0mg、0.5mg、0.3mg、0.5mg、0.3mg 的混合溶液。精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,精密加入内标溶液 10ml,用水稀释至刻度,摇匀,得每 1ml 中分别约含乙醇、丙酮、乙腈、二氯甲烷、乙酸乙酯、四氢呋喃为 0.2mg、0.1mg、0.05mg、0.03mg、0.05mg、0.03mg 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;柱温为 50℃;进样口温度为 140℃,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,出峰顺序依次为乙醇、丙酮、乙腈、二氯甲烷、乙酸乙酯、四氢呋喃,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** 按内标法以峰面积比值计算,丙酮、乙腈、二氯甲烷、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,含水量应为 11.4%~13.4%。

**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。

**可见异物** 取本品 5 份,每份各 0.50g,加 2%碳酸钠溶液(经 0.45 $\mu$ m 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 2%碳酸钠溶液(经 0.45 $\mu$ 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 $\mu$ m 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。(供无菌分装用)

**细菌内毒素** 取本品适量,依法检查(通则 1143),每 1mg 美罗培南(按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计)中含内毒素的量应小于 0.12EU。(供注射用)

**无菌** 取本品,加 2%无菌碳酸钠溶液(每 1g 美罗培南,按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计,加 12.5ml)充分溶解,再加 0.1%无菌蛋白胍水溶液稀释成每 1ml 中含 20mg 的溶液,经薄膜过滤法处理,用 0.1%无菌蛋白胍水溶液分次冲洗(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。

**供试品溶液** 取本品适量,精密称定,加 0.1%三乙胺溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含美罗培南(按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计)0.5mg 的溶液。

**对照品溶液** 取美罗培南对照品适量,精密称定,加 0.1%三乙胺溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含美罗培南(按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计)0.5mg 的溶液。

**0.1%三乙胺溶液、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】**  $\beta$ -内酰胺类抗生素。

**【贮藏】** 密封,在凉暗干燥处保存。

**【制剂】** 注射用美罗培南



## 注射用美罗培南

Zhusheyong Meiluoepen

## Meropenem for Injection

本品为美罗培南加适量无水碳酸钠制成的灭菌粉末。按平均含量计算,含美罗培南(按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计)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】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 1 瓶,加水 5ml 振摇使溶解,再用 75% 的乙醇制成每 1ml 中约含美罗培南(按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计)10mg 的溶液。

对照品溶液 取美罗培南对照品适量,先加少量 pH 7.0 的磷酸盐缓冲液使溶解,再用 75% 的乙醇制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

系统适用性溶液 取美罗培南对照品与头孢唑林对照品各适量,置同一容器中,先加少量 pH 7.0 的磷酸盐缓冲液使溶解,再用 75% 的乙醇制成每 1ml 中各约含 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙酸乙酯-丙酮-冰醋酸-水(5:2:2:1)为展开剂。

测定法 取上述三种溶液各 2μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,先置紫外光灯(254nm)下检视,再置碘蒸气中显色,立即检视。

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。

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。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 碱度 取本品,加水制成每 1ml 中含美罗培南(按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计)5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.0~8.5。

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,溶液均应澄清无色,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 0.1% 三乙胺溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含美罗培南(按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计)5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用 0.1% 三乙胺

溶液定量稀释制成每 1ml 中含美罗培南(按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计)25μg 的溶液。

0.1% 三乙胺溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见美罗培南有关物质项下。

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%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品,在 60℃ 减压干燥至恒重,减失重量应为 9.0%~12.0%(通则 0831)。

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)。

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 粒,含 25μm 及 25μm 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 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。

细菌内毒素 照美罗培南项下的方法检查,应符合规定。

无菌 取本品,加 0.1% 无菌蛋白胨水溶液溶解并稀释制成每 1ml 含 20mg 的溶液,照美罗培南项下的方法检查,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 取本品 10 瓶,分别加 0.1% 三乙胺溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含美罗培南(按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计)0.5mg 的溶液。

0.1% 三乙胺溶液、对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见美罗培南含量测定项下。

测定法 见美罗培南含量测定项下。求出 10 瓶的平均含量。

【类别】 同美罗培南。

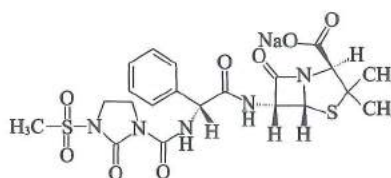
【规格】 按  $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  计 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 密闭,在凉暗干燥处保存。

## 美洛西林钠

Meiluoixinna

## Mezlocillin Sodium



$C_{21}H_{24}NaN_5O_8S_2$  561.56



本品为(2*S*, 5*R*, 6*R*)-3, 3-二甲基-6-[(2*R*)-[3-(甲磺酰基)-2-氧代-1-咪唑烷甲酰氨基]-2-苯乙酰氨基]-7-氧代-4-硫杂-1-氮杂双环[3.2.0]庚烷-2-甲酸钠盐。按无水物计算, 含美洛西林( $C_{21}H_{25}N_5O_8S_2$ )应为 91.0%~97.8%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶; 无臭或稍带特异臭; 有引湿性。

本品在水或甲醇中易溶, 在乙醇中微溶, 在丙酮中极微溶解, 在异丙醇、乙酸乙酯或乙醚中几乎不溶。

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 +175°至 +195°。

【鉴别】 (1)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 中含 4mg 的溶液。

对照品溶液 取美洛西林对照品, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 4mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板, 以甲醇-三氯甲烷-水-吡啶(90:80:30:10)为展开剂。

测定法 10 分钟内吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 $\mu$ l, 分别点于同一薄层板上, 展开后, 取出, 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 627 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 4.5~7.5。

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 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。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 0.6mg 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。

系统适用性溶液 取美洛西林钠适量, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.6mg 的溶液, 水浴加热 5~8 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(取磷酸二氢钾 4.9g 和磷酸氢二钾 0.45g, 加水溶解并稀释至 1000ml)-乙腈(80:20)为流动相; 检测波长为 210nm; 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, 美洛西林

峰与其相对保留时间 0.93 处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的 1.5 倍(1.5%), 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%)。

美洛西林聚合物 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 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 取美洛西林对照品约 20mg, 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 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。

色谱条件 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120 $\mu$ m)为填充剂; 玻璃柱内径 1.0~1.4cm, 柱长 30~40cm; 以 pH 8.0 的 0.05mol/L 磷酸盐缓冲液[0.05mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液(95:5)]为流动相 A, 以水为流动相 B; 流速每分钟 1.5ml; 检测波长为 254nm; 进样体积 100~200 $\mu$ 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, 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 按外标法以美洛西林峰面积计算, 含美洛西林聚合物不得过 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 0.3g, 精密称定, 置顶空瓶中, 精密加水 3ml 使溶解, 密封。

对照品溶液 分别取甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇、乙酸乙酯、吡啶与甲苯各适量, 精密称定, 用水定量稀释制成每 1ml 中分别含甲醇 0.3mg、乙醇 0.5mg、丙酮 0.5mg、异丙醇 0.5mg、乙酸乙酯 0.5mg、吡啶 20 $\mu$ g、甲苯 89 $\mu$ g 的溶液, 精密量取 3ml, 置顶空瓶中, 密封。

色谱条件 以 100%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 40℃, 维持 6 分钟, 再以每分钟 20℃的速率升温至 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, 按甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇、乙酸乙酯、吡啶、甲苯的顺序出峰, 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、丙酮、异丙醇、乙酸乙酯、吡啶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 6.0%。

**可见异物** 取本品 5 份,每份各 4.0g,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 20mg 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 美洛西林中含内毒素的量应小于 0.060EU。(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 中约含美洛西林 0.15mg 的溶液。

**对照品溶液** 取美洛西林对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含美洛西林 0.15mg 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出供试品中  $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}_2$  的含量。

**【类别】** 抗生素类药。

**【贮藏】** 密封,在凉暗干燥处保存。

**【制剂】** 注射用美洛西林钠

## 注射用美洛西林钠

Zhusheyong Meiluo西林na

Mezlocillin Sodium for Injection

本品为美洛西林钠的无菌粉末或无菌冻干品。含美洛西林( $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}_2$ )按无水物计算,不得少于 91.0%;按平均装量计算,含美洛西林( $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}_2$ )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结晶或疏松块状物。

**【鉴别】** 取本品,照美洛西林钠项下的鉴别(1)、(2)、(4)项试验,显相同的结果。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

**【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 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** 取装量差异项下的内容物适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含美洛西林 0.6mg 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。

**系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度** 见美洛西林钠有关物质项下。

**美洛西林聚合物** 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

**供试品溶液** 取本品适量(约相当于美洛西林 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** 见美洛西林钠美洛西林聚合物项下。

**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 20mg 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  $10\mu\text{m}$  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** 照美洛西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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含美洛西林 0.15mg 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** 见美洛西林钠含量测定项下。

**【类别】** 同美洛西林钠。

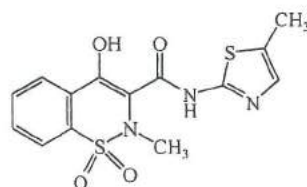
**【规格】** 按  $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}_2$  计 (1)0.5g (2)1.0g (3)1.5g (4)2.0g (5)2.5g (6)3.0g (7)3.5g (8)4.0g

**【贮藏】** 密封,在凉暗干燥处保存。

## 美洛昔康

Meiluo昔康

Meloxicam



$\text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$  351.42



本品为 2-甲基-4-羟基-N-(5-甲基-2-噻唑基)-2H-1,2-苯并噻嗪-3-甲酰胺-1,1-二氧化物。按干燥品计算,含  $C_{14}H_{13}N_3O_4S_2$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为微黄色至淡黄色或微黄绿色至淡黄绿色的结晶性粉末;无臭。

本品在二甲基甲酰胺中溶解,在丙酮中微溶,在甲醇或乙醇中极微溶解,在水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 30mg,置试管中,炽灼,产生的气体能使湿润的醋酸铅试纸显黑色。

(2)取本品约 10mg,加三氯甲烷 5ml 溶解后,加三氯化铁试液 1 滴,振摇,放置后,三氯甲烷层显淡紫红色。

(3)取本品,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液溶解并制成每 1ml 中约含 7 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 270nm 与 362nm 的波长处有最大吸收,在 312nm 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 998 图)一致。

【检查】 溶液的澄清度 取本品 2.5g,加二甲基甲酰胺 50ml 使溶解,溶液应澄清。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 取 40% 甲醇溶液 100ml,加 0.4mol/L 氢氧化钠溶液 6ml,混匀。

供试品溶液 取本品,加溶剂溶解并稀释制成每 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;以甲醇-0.1mol/L 醋酸铵溶液(1:1)为流动相;检测波长为 270nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按美洛昔康峰计算不低于 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 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 取本品适量,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 中约含 0.1g 的溶液,精密量取 10ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 取乙醇、N,N-二甲基甲酰胺、四氢呋喃、二氯甲烷、甲苯与二甲苯各适量,精密称定,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含乙醇 0.5mg、N,N-二甲基甲酰胺 88 $\mu$ g、四氢呋喃 72 $\mu$ g、二氯甲烷 60 $\mu$ g、甲苯 89 $\mu$ g 与二甲苯 0.217mg 的混合溶液,精密量取 10ml,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 30℃ 的速率升温至 150℃,维持 10 分钟;进样口温度为 230℃;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 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、N,N-二甲基甲酰胺、四氢呋喃、二氯甲烷、甲苯与二甲苯的残留量均应符合规定。

氯化物 取无水碳酸钠 2g,铺于坩埚底部及四周,取本品 1.0g,置无水碳酸钠上,用少量水湿润,干燥后,用小火灼烧使完全灰化,放冷,加水适量使溶解,滤过,用水洗净坩埚及滤器,合并滤液和洗液,加水使成 20ml,摇匀,取滤液 1.0ml,滴加硝酸使成中性,再加硝酸 1 滴,摇匀,置 75~85℃ 水浴中加热,除尽硫化氢,放冷,滴加 1% 碳酸钠溶液使呈中性,加水使成 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(0.1%)。

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。

砷盐 取本品 1.0g,加氢氧化钙 1g,混匀,滴加水 2ml,混匀,干燥后,先用小火灼烧使炭化,再在 500~600℃ 炽灼使灰化,放冷,加盐酸 5ml 与水 23ml,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 0.4g,精密称定,精密加氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)25ml,微温溶解,放冷,加中性乙醇(对溴麝香草酚蓝指示液显中性)100ml,加溴麝香草酚蓝指示液 10 滴,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 35.14mg 的  $C_{14}H_{13}N_3O_4S_2$ 。

【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)美洛昔康片 (2)美洛昔康分散片 (3)美洛昔康胶囊

## 美洛昔康片

Meiluoqikang Pian

Meloxicam Tablets

本品含美洛昔康( $C_{14}H_{13}N_3O_4S_2$ )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，除去包衣后显淡黄色或黄色。

【鉴别】 (1) 取本品细粉适量(约相当于美洛昔康 15mg)，加三氯甲烷 10ml，振摇使美洛昔康溶解，滤过，滤液加三氯化铁试液 3 滴，振摇，放置后即显淡紫红色。

(2) 取本品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 270nm 与 362nm 波长处有最大吸收，在 312nm 的波长处有最小吸收。

(3) 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于美洛昔康 20mg)，加三氯甲烷 10ml，超声使美洛昔康溶解，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取美洛昔康对照品适量，加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板，以三氯甲烷-甲醇-二乙胺(60:5:7.5)为展开剂。

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

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。

(4) 取本品细粉与美洛昔康对照品适量，加碱性甲醇溶液(取 40% 甲醇溶液 100ml，加 0.4mol/L 氢氧化钠溶液 6ml，混匀)溶解并稀释制成每 1ml 中约含美洛昔康 0.1mg 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，供试品溶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 取本品细粉适量，加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含美洛昔康 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 见美洛昔康有关物质项下。

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 0.30 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(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片，置 100ml 量瓶中，加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 70ml，照含量测定项下的方法，自“超声使美洛昔康溶解”起，依法测定，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 以磷酸盐缓冲液(pH 7.4)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 取美洛昔康对照品约 20mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml，超声使溶解，再用溶出介质稀释至刻度，摇匀，精密量取 2ml，置 50ml 量瓶(7.5mg 规格)或 25ml 量瓶(15mg 规格)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 362nm 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(约相当于美洛昔康 7.5mg)，置 100ml 量瓶中，加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml 与甲醇 40ml，超声使美洛昔康溶解，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 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取美洛昔康对照品适量，精密称定，制备方法同供试品溶液，溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 7.5 $\mu$ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，在 362nm 的波长处分别测定吸光度，计算。

【类别】 同美洛昔康。

【规格】 (1)7.5mg (2)15mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

## 美洛昔康分散片

Meiluoqixiang Fensanpian

Meloxicam Dispersible Tablets

本品含美洛昔康(C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>)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(约相当于美洛昔康 15mg)，加三氯甲烷 10ml，振摇使美洛昔康溶解，滤过，滤液加三氯化铁试液 3 滴，振摇，放置后显淡紫红色。

(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 270nm 与 362nm 的波长处有最大吸收，在 312nm 的波长处有最小吸收。

(3) 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于美洛昔康 20mg)，加三氯甲烷 10ml，超声使美洛昔康溶解，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取美洛昔康对照品适量，加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。



**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-二乙胺(60:5:7.5)为展开剂。

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

**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。

(4)取本品细粉与美洛昔康对照品,加碱性甲醇溶液(取 40%甲醇溶液 100ml,加 0.4mol/L 氢氧化钠溶液 6ml,混匀)溶解并稀释制成每 1ml 中约含美洛昔康 0.1mg 的溶液,作为供试品溶液和对照品溶液,照有关物质项下方法试验,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。

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** 取本品细粉适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含美洛昔康 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** 见美洛昔康有关物质项下。

**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 0.30 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(1.0%)。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液约 70ml,照含量测定项下的方法,自“超声使美洛昔康溶解”起,依法测定,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** 以磷酸盐缓冲液(pH 7.4)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,取续滤液。

**对照品溶液** 取美洛昔康对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml,超声使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,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 362nm 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(约相当于美洛昔康 7.5mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液约 70ml,超声使美洛昔康溶解,放冷,用

0.1mol/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 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取美洛昔康对照品适量,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 中约含 7.5 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 362nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 同美洛昔康。

**【规格】** 7.5mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 美洛昔康胶囊

Meiluoqixiang Jiaonang

Meloxicam Capsules

本品含美洛昔康(C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>)应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品内容物为淡黄色或黄色颗粒或粉末。

**【鉴别】** (1)取本品的内容物适量(约相当于美洛昔康 15mg),加三氯甲烷 10ml,振摇使美洛昔康溶解,滤过,滤液加三氯化铁试液 3 滴,振摇,放置后显淡紫红色。

(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 270nm 与 362nm 的波长处有最大吸收,在 312nm 的波长处有最小吸收。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品内容物适量(约相当于美洛昔康 20mg),加三氯甲烷 10ml,超声使美洛昔康溶解,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取美洛昔康对照品适量,加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-二乙胺(60:5:7.5)为展开剂。

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

**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。

(4)取本品内容物细粉与美洛昔康对照品,加碱性甲醇溶液(取 40%甲醇溶液 100ml,加 0.4mol/L 氢氧化钠溶液 6ml,混匀)溶解并稀释制成每 1ml 中约含美洛昔康 0.1mg 的溶液,作为供试品溶液和对照品溶液,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。

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 取本品内容物的细粉适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含美洛昔康 1mg 的溶液。

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。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见美洛昔康有关物质项下。

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 0.30 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(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 粒,将内容物置 100ml 量瓶中,用少量 0.1mol/L 氢氧化钠溶液洗涤囊壳,洗液并入量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液约 70ml,照含量测定项下的方法,自“超声使美洛昔康溶解”起,依法测定,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,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取美洛昔康对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml,超声使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,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 362nm 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,倾出内容物,混匀,研细,精密称取适量(约相当于美洛昔康 7.5mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液约 70ml,超声使美洛昔康溶解,放冷,用 0.1mol/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 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取美洛昔康对照品适量,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 中约含 7.5μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 362nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同美洛昔康。

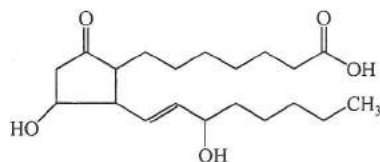
【规格】 7.5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 前列地尔

Qianliedi'er

Alprostadil



$C_{20}H_{34}O_5$  354.48

本品为 11α,15(S)-二羟基-9-癸基-13-反前列烯酸。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{34}O_5$  应为 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色针状结晶或结晶性粉末。

本品在乙醇中易溶,在水中微溶;在磷酸盐缓冲液(pH 7.4~8.0)中溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 113~118℃。

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 -60°至 -70°。

【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 988 图)一致。

【检查】 乙醇溶液的澄清度 取本品 5mg,加乙醇 5ml,振摇使溶解,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。

溶剂 乙腈-水(9:1)。

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。

前列地尔对照品溶液 取前列地尔对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

前列腺素 A<sub>1</sub> 杂质对照品溶液 取前列腺素 A<sub>1</sub> 杂质对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15μg 的溶液。

前列腺素 B<sub>1</sub> 杂质对照品溶液 取前列腺素 B<sub>1</sub> 杂质对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液。

系统适用性溶液 分别取前列地尔对照品溶液、前列腺素 A<sub>1</sub> 与前列腺素 B<sub>1</sub> 杂质对照品溶液各适量,按(1:1:1)混合,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);以磷酸盐缓冲液(pH 6.3)[取磷酸二氢钾 9.07g,加水 1000ml 使溶解,用无水磷酸氢二钠溶液(9.46g→1000ml)调节 pH 值至 6.3,临用前稀释 10 倍]-乙腈-甲醇



(36 : 11 : 3) 为流动相;流速为每分钟 1.5ml;柱温为 40℃;检测波长为 200nm;进样体积 25 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,前列地尔峰的保留时间约为 11~13 分钟,前列腺素 A<sub>1</sub> 峰与前列腺素 B<sub>1</sub> 峰之间的分离度应符合要求。

**测定法** 精密量取供试品溶液、前列腺素 A<sub>1</sub> 杂质对照品溶液、前列腺素 B<sub>1</sub> 杂质对照品溶液与前列地尔对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录供试品溶液的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,按外标法以峰面积计算,含前列腺素 A<sub>1</sub> 与前列腺素 B<sub>1</sub> 分别不得过 1.5% 与 0.5%;其他杂质以前列地尔对照品溶液中的前列地尔峰面积计算,单个杂质不得过 1.0%;杂质总量不得过 2.0%,小于 0.01% 的色谱峰忽略不计。

**干燥失重** 取本品 0.2g,置五氧化二磷干燥器中,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** 取本品约 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取前列地尔对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 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;以乙腈-0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(pH 4.9)(40 : 60)为流动相;检测波长为 214nm;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,前列地尔峰与前列腺素 A<sub>1</sub> 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。

**【类别】** 前列腺素药。

**【贮藏】** 密封,冷处保存。

**【制剂】** 注射用前列地尔

## 注射用前列地尔

Zhusheyong Qianliedi'er

Alprostadil for Injection

本品为前列地尔与适量赋形剂制成的无菌冻干品。按平均含量计算,含前列地尔(C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub>)应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为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】** 溶液的澄清度 取本品 1 瓶,加 0.9% 氯化钠溶

液溶解并稀释制成每 1ml 中含前列地尔 20 $\mu$ g 的溶液,依法检查(通则 0902 第一法),溶液应澄清。

**前列腺素 A<sub>1</sub>** 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 25% 乙醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含前列地尔 0.1mg 的溶液。

**前列腺素 A<sub>1</sub> 杂质对照品溶液** 取前列腺素 A<sub>1</sub> 杂质对照品适量,精密称定,加 25% 乙醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 3 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取含量测定项下对照品溶液与前列腺素 A<sub>1</sub> 杂质对照品溶液各适量,按(1 : 5)混合,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(pH 4.9)(40 : 60)为流动相;检测波长为 214nm;系统适用性溶液进样体积 20 $\mu$ l,其他溶液进样体积 50 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,前列地尔峰的保留时间约为 11~13 分钟,前列地尔峰与前列腺素 A<sub>1</sub> 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前列腺素 A<sub>1</sub> 杂质对照品溶液,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,含前列腺素 A<sub>1</sub> 不得过前列地尔标示量的 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 1.5%。

**含量均匀度** 以含量测定项下分别测定的 10 瓶结果计算,限度为 $\pm 20\%$ ,应符合规定(通则 0941)。

**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 0.1mg 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 1 $\mu$ g 前列地尔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** 取本品 10 瓶,分别精密加入 25% 乙醇溶液 1ml,振摇使内容物溶解完全。

**对照品溶液** 取前列地尔对照品适量,精密称定,加 25% 乙醇溶液溶解并定量稀释制成与供试品溶液浓度相当的溶液。

**色谱条件** 见前列地尔含量测定项下。进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性溶液与系统适用性要求** 见前列腺素 A<sub>1</sub> 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瓶的含量及 10 瓶的平均含量。

**【类别】** 同前列地尔。

**【规格】** (1) 20 $\mu$ g (2) 30 $\mu$ g (3) 80 $\mu$ g (4) 100 $\mu$ g



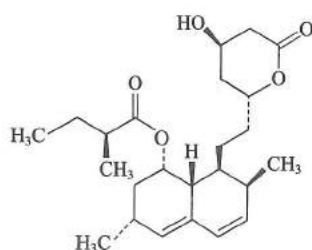
(5) 200 $\mu$ g

【贮藏】 密封,遮光,阴凉处保存。

## 洛伐他汀

Luofatating

Lovastatin

 $C_{24}H_{36}O_5$  404.55

本品为(S)-2-甲基丁酸(4R,6R)-6-[2-[(1S,2S,6R,8S,8aR)-1,2,6,7,8,8a-六氢-8-羟基-2,6-二甲基-1-萘基]乙基]四氢-4-羟基-2H-吡喃-2-酮-8-酯。按干燥品计算,含洛伐他汀( $C_{24}H_{36}O_5$ )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、无味,略有引湿性。

本品在三氯甲烷中易溶,在丙酮中溶解,在乙醇、乙酸乙酯或乙腈中略溶,在水中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每1ml中含5mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度为 $+325^{\circ}$ 至 $+340^{\circ}$ 。

【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)取本品,加乙腈溶解并定量稀释制成每1ml中含10 $\mu$ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在230nm、238nm与246nm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802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中含0.4mg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0.4 $\mu$ g的溶液。

系统适用性溶液 取辛伐他汀1mg,置50ml量瓶中,加乙腈溶解后,再加供试品溶液5ml,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相A为0.01%磷酸溶液,流动相B为乙腈;流速为每分钟1.0ml,照下表进行梯度洗脱;柱温为40 $^{\circ}$ C;检测波长为238nm;进样体积10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
6	40	60
24	5	95
34	5	95
40	40	60
50	40	60

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,洛伐他汀峰与辛伐他汀峰的分度应大于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10倍(1.0%)。

干燥失重 取本品,在60 $^{\circ}$ C减压干燥3小时,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0.2%。

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 取本品约20mg,精密称定,置100ml量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取洛伐他汀对照品适量,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-0.01%磷酸(60:40)为流动相;检测波长为238nm;进样体积10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按洛伐他汀峰计算不低于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】 降血脂药。

【贮藏】 遮光、密封保存。

【制剂】 (1)洛伐他汀片 (2)洛伐他汀胶囊 (3)洛伐他汀颗粒

## 洛伐他汀片

Luofatating Pian

Lovastatin Tablets

本品含洛伐他汀( $C_{24}H_{36}O_5$ )应为标示量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)取本品的细粉适量,加乙醇使洛伐他汀溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛伐他汀  $10\mu\text{g}$  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 230nm、238nm 与 246nm 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,加乙腈使洛伐他汀溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛伐他汀 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,用乙腈稀释至刻度,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洛伐他汀有关物质项下。

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%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中(10mg 规格)或置 100ml 量瓶中(20mg 规格),加乙腈适量,超声约 10 分钟使洛伐他汀溶解,放冷,用乙腈稀释至刻度,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,依法测定并计算每片的含量,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 第二法)测定。

溶出条件 以含 2% 十二烷基硫酸钠的磷酸盐溶液(取磷酸二氢钠 1.38g,加水 900ml 使溶解,用氢氧化钠试液调节 pH 值至 7.0,加水至 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,取续滤液。

对照品溶液 取洛伐他汀对照品,精密称定,加乙腈适量使溶解,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含  $10\mu\text{g}$ (10mg 规格)或  $20\mu\text{g}$ (20mg 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 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(约相当于洛伐他汀 20mg),置 100ml 量瓶中,加乙腈约 80ml,振摇使洛伐他汀溶解,用乙腈稀释至刻度,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 见洛伐他汀含量测定项下。

【类别】 同洛伐他汀。

【规格】 (1)10mg (2)20mg

【贮藏】 避光,密封保存。

## 洛伐他汀胶囊

Luofatating Jiaonang

Lovastatin Capsules

本品含洛伐他汀( $\text{C}_{24}\text{H}_{36}\text{O}_5$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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,加乙醇使洛伐他汀溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛伐他汀  $10\mu\text{g}$  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 230nm、238nm 与 246nm 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,混合均匀,取适量,加乙腈使洛伐他汀溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛伐他汀 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,用乙腈稀释至刻度,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洛伐他汀有关物质项下。

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 3 倍(3.0%)。

含量均匀度 取本品 1 粒,倾出内容物,置 50ml(规格 10mg)或 100ml(规格 20mg)量瓶中,加乙腈适量,超声约 10 分钟使洛伐他汀溶解,放冷,用乙腈稀释至刻度,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,依法测定并计算每粒含量,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 以含 2% 十二烷基硫酸钠的磷酸盐溶液(取磷酸二氢钠 1.38g,加水 900ml 使溶解,用氢氧化钠试液调节 pH 值至 7.0,加水至 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,取续滤液。

对照品溶液 取洛伐他汀对照品,精密称定,加乙腈适量使溶解,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含  $10\mu\text{g}$ (10mg 规格)或  $20\mu\text{g}$ (20mg 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,计算平均装量。取内容物混合均匀,精密称取适量(约相当于洛伐他汀 20mg),置 100ml 量瓶中,加乙腈约 80ml,振摇使洛伐他汀溶解,用乙腈稀释至刻度,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** 见洛伐他汀含量测定项下。

【类别】 同洛伐他汀。

【规格】 (1) 10mg (2) 20mg

【贮藏】 密封,阴凉处保存。

## 洛伐他汀颗粒

Luofatating Keli

Lovastatin Granules

本品含洛伐他汀( $C_{24}H_{36}O_5$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品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)取本品的细粉适量,加乙醇使洛伐他汀溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛伐他汀 10 $\mu$ 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 230nm、238nm 与 246nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 **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 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,混合均匀,研细,精密称取适量(约相当于洛伐他汀 20mg),置 100ml 量瓶中,加流动相约 80ml,振摇使洛伐他汀溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取洛伐他汀对照品适量,精密称定,用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;以乙腈-磷酸盐缓冲液(pH 4.0)(取磷酸二氢钾 3.45g,溶于水 900ml 中,用稀磷酸调节 pH 值至 4.0,加水稀释至 1000ml)-甲醇(5:3:1)为流动相;检测波长为 238nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按洛伐他汀峰计算不低于 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】 同洛伐他汀。

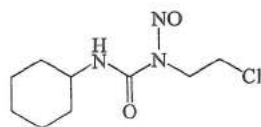
【规格】 20mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 洛莫司汀

Luomositing

Lomustine



$C_9H_{16}ClN_3O_2$  233.70

本品为 N-(2-氯乙基)-N'-环己基-N-亚硝基脲。按干燥品计算,含  $C_9H_{16}ClN_3O_2$  应为 98.5%~101.5%。

【性状】 本品为淡黄色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在乙醇或四氯化碳中溶解,在环己烷中略溶,在水中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 88~91℃。

【鉴别】 (1)取本品 10~20mg,加乙醇 1ml 使溶解,加 1%碘胺的稀盐酸溶液 1ml,置水浴上加热 10 分钟,冷却,加碱性  $\beta$ -萘酚试液 2ml,即显橙红色。

(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)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 300 图)一致。

(4)取本品约 10mg,加氢氧化钠试液 5ml,置水浴上加热 5 分钟,用硝酸酸化后,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 **氯化物** 取本品 0.50g,加水 40ml,充分振摇,滤过,分取滤液 20ml,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 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;以甲醇-水(70:30)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按洛莫司汀峰计算不低于 3000,洛莫司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 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(1.0%)。

**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 0.5%(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,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** 取洛莫司汀对照品,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,在冷处保存。

**【制剂】** 洛莫司汀胶囊

## 洛莫司汀胶囊

Luomositing Jiaonang

Lomustine Capsules

本品含洛莫司汀( $C_9H_{15}ClN_2O_2$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品的内容物为淡黄色结晶或结晶性粉末。

**【鉴别】** 取本品的内容物,照洛莫司汀项下的鉴别(1)、(2)、(4)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** 取本品的内容物适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛莫司汀 10mg 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、系统适用性要求与测定法** 见洛莫司汀有关物质项下。

**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的主峰面积的 2 倍(2.0%)。

**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。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,加流动相使洛莫司汀溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含洛莫司汀 0.1mg 的溶液,滤过。

**对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见洛莫司汀含量测定项下。

**【类别】** **【贮藏】** 同洛莫司汀。

**【规格】** (1)40mg (2)100mg

## 浓戊二醛溶液

Nong Wu'erquan Rongye

Strong Glutaral Solution

$C_5H_8O_2$  100.12

本品为戊二醛的水溶液。含戊二醛( $C_5H_8O_2$ )应为标示

量的 95.0%~105.0%。

**【性状】** 本品为无色至淡黄色的澄清溶液,有刺激性特臭。

本品能与水或乙醇任意混合。

**【鉴别】** (1)取本品 1ml,置试管中,加氨制硝酸银试液 1ml,置水浴上加热数分钟后,生成细微的灰色沉淀,或在管壁生成光亮的银镜。

(2)取本品 5 滴,加 1%水杨酸的硫酸溶液,即显棕红色。

**【检查】 pH 值** 应为 2.5~3.5(通则 0631)。

**溶液的澄清度** 取本品 10.0ml(25%)或 12.5ml(20%),加水至 100ml,摇匀,溶液应澄清(通则 0902 第一法)。

**游离酸** 精密量取本品 5ml,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,并持续 15 秒钟不褪,消耗氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)不得超过 3.8ml。

**【含量测定】** 取本品适量(约相当于戊二醛 0.2g),精密称定,精密加 6.5%三乙醇胺溶液 20ml 与盐酸羟胺的中性溶液(取盐酸羟胺 17.5g,加水 75ml 溶解,加异丙醇稀释至 500ml,摇匀,加 0.04%溴酚蓝乙醇溶液 15ml,用 6.5%三乙醇胺溶液滴定至溶液显蓝绿色)25ml,摇匀,放置 1 小时,用硫酸滴定液(0.25mol/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 硫酸滴定液(0.25mol/L)相当于 25.03mg 的  $C_5H_8O_2$ 。

**【类别】** 消毒防腐药。

**【规格】** (1)20%(g/g) (2)25%(g/g)

**【贮藏】** 遮光,密封,在凉暗处保存。

**【制剂】** 稀戊二醛溶液

## 稀戊二醛溶液

Xi Wu'erquan Rongye

Dilute Glutaral Solution

本品系由浓戊二醛溶液加适量强化剂稀释制成的溶液。含戊二醛( $C_5H_8O_2$ )应为 1.80%~2.20%(g/ml)。

**【性状】** 本品为无色至微黄色的澄清溶液;有特臭。

**【鉴别】** 取本品,照浓戊二醛溶液项下的鉴别试验,显相同的反应。

**【检查】 pH 值** 应为 3.0~4.0(通则 0631)。

**装量** 取本品,依法检查(通则 0942),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】** 精密量取本品 10ml,照浓戊二醛溶液含量测定项下的方法测定。每 1ml 硫酸滴定液(0.25mol/L)相当于 25.03mg 的  $C_5H_8O_2$ 。



【类别】 【贮藏】 同浓戊二醛溶液。

【规格】 2%

浓过氧化氢溶液

Nong Guoyanghuaqing Rongye

Strong Hydrogen Peroxide Solution

$\text{H}_2\text{O}_2$  34.01

本品含过氧化氢( $\text{H}_2\text{O}_2$ )应为 26.0%~28.0%(g/g)。

【性状】 本品为无色澄清液体;无臭或有类似臭氧的臭气;遇氧化物或还原物即迅速分解并发生泡沫,遇光易变质。

【鉴别】 (1)取本品 0.1ml,加水 10ml 与稀硫酸 1 滴,再加乙醚 2ml 与重铬酸钾试液数滴,振摇,乙醚层即显蓝色。

(2)取本品,加氢氧化钠试液使成碱性后,加热,即分解,发生泡沸并释放出氧。

【检查】 酸度 取本品 10g,加水至 100ml,加酚酞指示液数滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至淡红色。消耗氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)不得过 1.0ml。

钡盐 取本品 10ml,加稀硫酸 2 滴,10 分钟内不得发生浑浊。

稳定剂 取本品 100ml,加三氯甲烷-乙醚(3:2)混合溶液提取 3 次(50ml、25ml 与 25ml),合并提取液在室温下除去溶剂,残渣在干燥器中干燥 2 小时,遗留残渣不得过 50mg(0.05%)。

不挥发物 取本品 10ml,置水浴上蒸干,并在 105℃干燥至恒重,遗留残渣不得过 15mg。

【含量测定】 取本品 2ml,精密称定,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取 10ml,置锥形瓶中,加稀硫酸 20ml,用高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)滴定。每 1ml 高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)相当于 1.701mg 的  $\text{H}_2\text{O}_2$ 。

【类别】 消毒防腐药。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 过氧化氢溶液

过氧化氢溶液

Guoyanghuaqing Rongye

Hydrogen Peroxide Solution

本品含过氧化氢( $\text{H}_2\text{O}_2$ )应为 2.5%~3.5%(g/ml)。

【性状】 本品为无色澄清液体;无臭或有类似臭氧的臭气;遇氧化物或还原物即迅速分解并发生泡沫,遇光易变质。

【鉴别】 (1)取本品 1ml,加水 10ml 与稀硫酸 1 滴,再加乙醚 2ml 与重铬酸钾试液数滴,振摇,乙醚层即显蓝色。

(2)取本品,加氢氧化钠试液使成碱性后,加热,即分解,发生泡沸并释放出氧。

【检查】 酸度 取本品 10ml,加酚酞指示液数滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至淡红色。消耗氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)不得过 1.0ml。

钡盐 取本品 10ml,加稀硫酸 2 滴,10 分钟内不得发生浑浊。

稳定剂 取本品 100ml,加三氯甲烷-乙醚(3:2)混合溶液提取 3 次(50ml、25ml 与 25ml),合并提取液在室温下除去溶剂,残渣在干燥器中干燥 2 小时,遗留残渣不得过 50mg(0.05%)。

不挥发物 取本品 10ml,置水浴上蒸干,并在 105℃干燥至恒重,遗留残渣不得过 15mg。

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 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取 10ml,置锥形瓶中,加稀硫酸 20ml,用高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)滴定。每 1ml 高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)相当于 1.701mg 的  $\text{H}_2\text{O}_2$ 。

【类别】 同浓过氧化氢溶液。

【规格】 3%

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

稀氨溶液

Xi'an Rongye

Dilute Ammonia Solution

本品含氨( $\text{NH}_3$ )应为 9.5%~10.5%(g/ml)。

【处方】

浓氨溶液 420ml

水 适量

制成 1000ml

【性状】 本品为无色的澄清液体;有刺激性特臭;显碱性反应。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)为 0.955~0.962。

【鉴别】 取本品少量,另用玻璃棒蘸取盐酸,接近本品的液面,即发生白色的浓烟。

【检查】 应符合涂剂项下有关的各项规定(通则 0118)。

【含量测定】 精密量取本品 5ml,置贮有水 25ml 的具塞锥形瓶中,加甲基红指示液 2 滴,用硫酸滴定液(0.5mol/L)滴定。每 1ml 硫酸滴定液(0.5mol/L)相当于 17.03mg 的  $\text{NH}_3$ 。

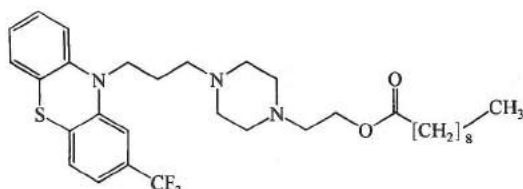
【类别】 刺激药。

【贮藏】 密封,在 30℃以下保存。

# 癸氟奋乃静

Guifufennojing

Fluphenazine Decanoate



$C_{32}H_{44}F_3N_3O_2S$  591.78

本品为 2-[4-[3-[2-(三氟甲基)-10H-吩噻嗪-10-基]丙基]-1-哌嗪基]乙醇癸酸酯。按干燥品计算,含  $C_{32}H_{44}F_3N_3O_2S$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为淡黄色至黄棕色黏稠液体,遇光,色渐变深。

本品在甲醇、乙醇、三氯甲烷、无水乙醚或植物油中极易溶解,在水中不溶。

【鉴别】 (1)取本品 15~20mg,加碳酸钠与碳酸钾各约 0.1g,混匀,在 600℃ 炽灼 15~20 分钟,放冷,加水 2ml 使溶解,加盐酸溶液(1→2)酸化,滤过,滤液加茜素锆试液 0.5ml,应显黄色。

(2)取本品约 50mg,加甲醇 2ml 溶解后,加 0.1% 氯化钡溶液 3ml,即有沉淀生成,并显红色,再加过量的氯化钡溶液,颜色变深。

(3)取本品,加乙醇制成每 1ml 含 10μg 的溶液,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)本品的红外光吸收图谱与对照的图谱(光谱集 280 图)一致。

【检查】 丙酮溶液的颜色 取本品适量,加丙酮制成 5.0% 的溶液,与黄色 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 取本品约 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A-流动相 B(9:1)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸氟奋乃静对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙腈-水(95:5)溶解并稀释至刻度,精密量取 2ml,置 50ml 量瓶中,用乙腈-水(95:5)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取癸氟奋乃静对照品约 5mg,加 30% 的过氧化氢溶液 0.1ml,超声混匀,置 50℃ 的水浴中 20 分钟,使产生氧化降解物 I、II,加乙腈溶解并移至 100ml 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂

(Kromasil C18, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱);流动相 A 为乙腈-甲醇(1:1);流动相 B 为 0.5% 碳酸铵溶液(用稀盐酸调节 pH 值至 7.5);检测波长为 260nm;按下表进行梯度洗脱;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	90	10
10	90	10
11	95	5
45	95	5
46	90	10

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为降解物 I、II 与癸氟奋乃静,癸氟奋乃静的保留时间约为 24 分钟,降解物 I、II 与癸氟奋乃静的相对保留时间约为 0.58 与 0.66,降解物 I、II 两峰间的分离度应大于 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。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液中氟奋乃静保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算含氟奋乃静不得过 2.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 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%)。

干燥失重 取本品,经 60℃ 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 0.2%。

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 0.25g,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 29.59mg 的  $C_{32}H_{44}F_3N_3O_2S$ 。

【类别】 抗精神病药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 癸氟奋乃静注射液

## 癸氟奋乃静注射液

Guifufennojing Zhushuye

Fluphenazine Decanoate Injection

本品为癸氟奋乃静的灭菌油溶液。含癸氟奋乃静( $C_{32}H_{44}F_3N_3O_2S$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为黄色至橙黄色的澄明油状液体。

【鉴别】 (1)取本品,照癸氟奋乃静项下鉴别(2)、(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。

【检查】 颜色 取本品,与黄色 10 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 用内容量移液管精密量取本品 2ml,置 10ml 量瓶中,加三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 50ml 量瓶中,用乙腈-三氯甲烷(2:1)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,用乙腈-三氯甲烷(2:1)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸氟奋乃静对照品约 12mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 20ml 的量瓶中,用乙腈-三氯甲烷(2:1)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取癸氟奋乃静对照品约 5mg,加 30% 的过氧化氢溶液 0.1ml,超声混匀,置 50℃ 的水浴中 20 分钟,使产生氧化降解物 I、II,加乙腈-三氯甲烷(2:1)溶解并移至 100ml 量瓶中,用乙腈-三氯甲烷(2:1)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(Inertsil ODS-3,4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以[1% 碳酸铵溶液-甲醇(75:450),用醋酸调节 pH 值至 7.5±0.1]-乙腈(525:450)为流动相;检测波长为 260nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为降解物 I、II 与癸氟奋乃静,癸氟奋乃静的保留时间约为 22 分钟,降解物 I、II 与癸氟奋乃静的相对保留时间约为 0.50 与 0.56,降解物 I、II 两峰间的分离度应大于 2.0。理论板数按癸氟奋乃静峰计算不低于 5000。

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对照品溶液中氟奋乃静保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算含氟奋乃静不得过癸氟奋乃静标示量的 3.0%;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(3.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(8.0%)。

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。避光操作。

供试品溶液 用内容量移液管精密量取本品 2ml,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,置 100ml 量瓶中,用乙腈-三氯甲烷(2:1)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取癸氟奋乃静对照品约 10mg,精密称定,

置 100ml 量瓶中,加乙腈-三氯甲烷(2:1)适量,振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 10ml 量瓶中,用乙腈-三氯甲烷(2:1)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】 同癸氟奋乃静。

【规格】 1ml:25mg

【贮藏】 遮光,密闭,在凉暗处保存。

## 绒 促 性 素

Rongcuxingsu

Chorionic Gonadotrophin

本品为孕妇尿中提取的绒毛膜促性腺激素。每 1mg 的效价不得少于 4500 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。本品在生产过程中需经适宜的工艺方法进行病毒安全性控制,以使任何病毒如肝炎病毒、人免疫缺陷病毒等去除或灭活。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末。

本品在水中溶解,在乙醇、丙酮或乙醚中不溶。

【鉴别】 照效价测定项下的方法,测定结果应能使未成年雌性小鼠子宫增重。

【检查】 雌激素类物质 取体重 18~20g 的雌性小白鼠 3 只,摘除卵巢。2~3 周后,皮下注射每 1ml 中含本品 1250 单位的氯化钠注射液 4 次,每次 0.2ml,第一日下午,第二日上午、下午,第三日上午各 1 次;分别在第四日、第五日、第六日上午用少量氯化钠注射液洗涤各小鼠阴道,制成阴道涂片,在低倍显微镜下观察,不得呈阳性反应(阳性反应系指涂片内绝大部分为角化细胞或上皮细胞)。

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 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 2ml 使溶解,密封。

对照品溶液 取无水乙醇适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中含 0.25mg 的溶液,精密量取 2ml,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;起始温度为 60℃,维持 5 分钟,以每分钟 50℃ 的速率升温至 200℃,维持 15 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。

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 1)测定,含水分不得过 5.0%。

**乙肝表面抗原** 取本品,加 0.9%氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,按试剂盒说明书测定,应为阴性。

**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 2000 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 单位绒促性素中含内毒素的量应小于 0.010EU。

**【效价测定】** 精密称取本品和绒促性素标准品适量,按标示效价,分别加含 0.1%牛血清白蛋白的 0.9%氯化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 个单位的溶液,临用新配。照绒促性素生物检定法(通则 1209)测定,测得的结果应为标示值的 80%~125%。

**【类别】** 促性腺激素药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在冷处保存。

**【制剂】** 注射用绒促性素

## 注射用绒促性素

Zhusheyong Rongcuxingsu

### Chorionic Gonadotrophin for Injection

本品为绒促性素加适宜的赋形剂经冷冻干燥的无菌制品。其效价应为标示量的 80%~125%。

**【性状】** 本品为白色的冻干块状物或粉末。

**【检查】干燥失重** 取本品约 0.1g,置五氧化二磷干燥器中,室温减压干燥至恒重,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

**异常毒性与细菌内毒素** 照绒促性素项下的方法检查,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)。

**【效价测定】** 取本品 5 支,按标示效价分别加适量含 0.1%牛血清白蛋白的 0.9%氯化钠溶液溶解,全量转移至同一 100ml 量瓶中,用上述溶液稀释至刻度,摇匀。精密量取适量,用上述溶液定量稀释制成每 1ml 中含 10 单位的溶液,临用新配;精密称取绒促性素标准品适量,同法配制。照绒促性素生物检定法(通则 1209)测定。

**【类别】** 同绒促性素。

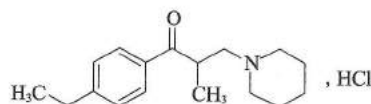
**【规格】** (1)500 单位 (2)1000 单位 (3)2000 单位 (4)3000 单位 (5)5000 单位

**【贮藏】** 密闭,在凉暗处保存。

## 盐酸乙哌立松

Yansuan Yipailisong

### Eperisone Hydrochloride



$C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$  295.85

本品为 1-(4-乙基苯基)-2-甲基-3-(哌啶-1-基)-1-丙酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末;有特殊的气味。

本品在水或甲醇中易溶,在丙酮中极微溶解;在 0.1mol/L 盐酸溶液中易溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 168~174℃。熔融同时分解。

**【鉴别】** (1)取本品约 50mg,加水 5ml 使溶解,加新制的硫氰酸铬铵试液 5 滴,即生成粉红色絮状沉淀。

(2)取本品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液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)测定,在 261nm 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的图谱一致(通则 0402)。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】酸度** 取本品适量,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 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** 取本品约 25mg,置 10ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,超声使溶解,放冷,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**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 5μg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸乙哌立松约 10mg,置 10ml 具塞试管中,加 30%过氧化氢溶液 2ml,置水浴上加热至剩余约 1ml,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 1.25μg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Agilent C18, 250mm×4.6mm, 5μm 或效能相当的色谱柱);以甲醇-水-二乙胺(700:300:5,用冰醋酸调节 pH 值至 7.5)为流动相;检测波长为 254nm;系统适用性溶液与灵敏度溶液进样体积 10μl,其他溶液进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按盐酸乙哌立松峰计算不低于 2000,盐酸乙哌立松峰与相对保留时间约为 1.2 的杂质峰之间的分离度应大于 2。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(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 0.2g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 1ml 使溶解,密封。

**对照品溶液** 取三氯甲烷适量,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 0.6mg 的溶液,另取丙酮和异丙醇各适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 10mg 的混合溶液,精密量取上述两种溶液各适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含丙酮 1mg、异丙醇 1mg 与三氯甲烷 12 $\mu$ g 的混合溶液,精密量取 1ml,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 5 分钟,以每分钟 30℃的速率升温至 200℃,维持 2 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 15 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、异丙醇与三氯甲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减压干燥 24 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二。

**【含量测定】** 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 10ml 溶解后,加醋酐 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 29.58mg 的  $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$ 。

**【类别】** 中枢性骨骼肌松弛剂。

**【贮藏】** 密封,在凉暗干燥处保存。

**【制剂】** 盐酸乙哌立松片

## 盐酸乙哌立松片

Yansuan Yipailisong Pian

Eperisone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸乙哌立松( $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$ )应为标示量的

93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为白色片或薄膜衣片或糖衣片,薄膜衣片和糖衣片除去包衣后显白色或类白色。

**【鉴别】** (1)取本品细粉适量(约相当于盐酸乙哌立松 50mg),加甲醇 25ml,充分振摇,滤过,取滤液置水浴上蒸干,残渣加水 5ml 使溶解,加新制的硫氰铬铵试液 5 滴,即生成粉红色絮状沉淀。

(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 261nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品细粉适量,加水适量,充分振摇,滤过,续滤液显氯化物鉴别(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** 取本品细粉适量(约相当于盐酸乙哌立松 250mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,超声使溶解,放冷,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 12.5 $\mu$ 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 1.25 $\mu$ 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盐酸乙哌立松有关物质项下。

**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%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

**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** 取溶液适量,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** 取盐酸乙哌立松对照品适量,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** 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(必要时除去包衣),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸乙哌立松 50mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,振摇使盐酸乙哌立松溶解,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸乙哌立松对照品适量,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 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 261nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸乙哌立松。

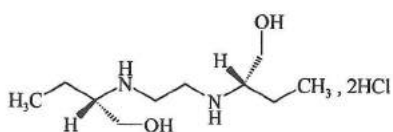
【规格】 50mg

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

## 盐酸乙胺丁醇

Yansuan Yi'andingchun

Ethambutol Hydrochloride



$C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$  277.23

本品为[2R,2[S-(R\*,R\*)]-R]-(+)-2,2'-(1,2-乙二基二氨基)-双-1-丁醇二盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭或几乎无臭;略有引湿性。

本品在水中极易溶解,在乙醇中略溶,在三氯甲烷中极微溶解,在乙醚中几乎不溶。

**比旋度** 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.10g 的溶液。在 25℃ 时,依法测定(通则 0621),比旋度为 +6.0° 至 +7.0°。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水 2ml 溶解后,加硫酸铜试液 2~3 滴,摇匀,再加氢氧化钠试液 2~3 滴,显深蓝色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 311 图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 **酸度** 取本品适量,加水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.4~4.0。

(+)-2-氨基丁醇(杂质 I) 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 中约含 0.5mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸乙胺丁醇对照品与杂质 I 对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸乙胺丁醇 5mg 与杂质 I 0.5mg 的混合溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以甲醇-水-浓氨溶液(75:15:10)为展开剂。

**系统适用性要求** 在系统适用性溶液色谱图中应显两个

清晰分离的斑点。

**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,取出,晾干,于 110℃ 加热 10 分钟,放冷,喷以茚三酮溶液(取茚三酮 1.0g,加乙醇 50ml 使溶解,再加入冰醋酸 10ml,摇匀),在 110℃ 加热 5 分钟。

**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%)。

**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 20mg,精密称定,置 20ml 量瓶中,加乙腈约 10ml、三乙胺 0.5ml,超声 5 分钟使溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀,精密量取 4ml,置 10ml 量瓶中,精密加入 (R)-(+)-α-甲基苄基异氰酸酯 15μl,密塞,摇匀,置 70℃ 水浴保温 20 分钟,放冷,摇匀。

**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。

**系统适用性溶液** 取乙胺丁醇系统适用性对照品约 4mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,精密加入乙腈 4ml 和三乙胺 0.1ml,超声 5 分钟使溶解,精密加入 (R)-(+)-α-甲基苄基异氰酸酯 15μl,置 70℃ 水浴保温 20 分钟,放冷,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为甲醇-水(50:50),流动相 B 为甲醇,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 215nm;柱温为 40℃;进样体积 10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	71	29
30	71	29
35	0	100
37	0	100
38	71	29

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,乙胺丁醇衍生物峰的保留时间约为 14 分钟,乙胺丁醇衍生物峰与相对保留时间约为 1.3 处的杂质 II 衍生物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。

**限度** 供试品溶液色谱图中,在相对乙胺丁醇衍生物保留时间 0.75~1.5 之间如有杂质峰,杂质 II 衍生物峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 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 0.2 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 倍的杂质峰可忽略不计。

**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** 不得过 0.1%(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



属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水 20ml 使溶解,加硫酸铜试液 1.8ml,边振摇边加入氢氧化钠试液 7ml,用水稀释至刻度,摇匀,离心(每分钟 4500 转),精密量取上清液 10ml,加氨-氯化铵缓冲液(pH 10.0)(取氯化铵 70g,加水 300ml 溶解后,加浓氨溶液 100ml,再加水稀释至 1000ml,用浓氨溶液调节 pH 值至 10.0)10ml 与水 100ml,加 Cu-PAN 试液<sup>①</sup> 0.15ml,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液由蓝紫色经浅红色至浅黄色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.01mol/L)相当于 2.7723mg 的  $C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$ 。

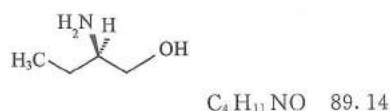
【类别】 抗结核病药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸乙胺丁醇片 (2)盐酸乙胺丁醇胶囊

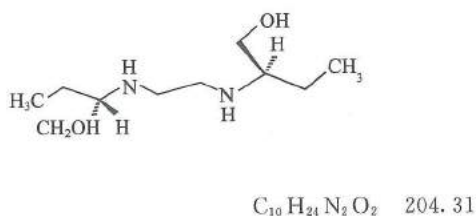
附:

杂质 I



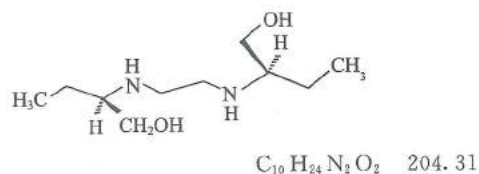
(+)-2-氨基丁醇

杂质 II (内消旋-乙胺丁醇)



(2R,2'S)-2,2'-(乙二基二亚氨基)-双-1-丁醇

杂质 III [(R,R)-乙胺丁醇]



(2R,2'R)-2,2'-(乙二基亚氨基)-双-1-丁醇

## 盐酸乙胺丁醇片

Yansuan Yi'andingchun Pian

Ethambutol Hydrochloride Tablets

本品含盐酸乙胺丁醇( $C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片或薄膜衣片,薄膜衣片除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于盐酸乙胺丁醇 0.1g),加水 10ml,振摇使盐酸乙胺丁醇溶解,滤过,取滤液 2ml,加硫酸铜试液 2~3 滴,摇匀,再加氢氧化钠试液 2~3 滴,显深蓝色。

(2)取本品细粉适量(约相当于盐酸乙胺丁醇 0.05g),加甲醇 5ml,超声使盐酸乙胺丁醇溶解,滤过,滤液挥干,残留物的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 311 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】 (+)-2-氨基丁醇(杂质 I) 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量,精密称定,加甲醇使盐酸乙胺丁醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含盐酸乙胺丁醇 50mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液与系统适用性要求 见盐酸乙胺丁醇(+)-2-氨基丁醇(杂质 I)项下。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-冰醋酸-盐酸-水(11:7:1:1)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 2μl,分别点于同一薄层板上,展开约 10cm,取出,晾干,在 105℃干燥 30 分钟,放冷,喷以茚三酮试液,再在 105℃加热 30 分钟。

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%)。

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(约相当于盐酸乙胺丁醇 0.2g),置 20ml 量瓶中,加水超声使盐酸乙胺丁醇溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 20ml 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀,精密量取 4ml,精密加入三乙胺 0.1ml 与(R)-(+)-α-甲基苄基异氰酸酯 15μl,混匀,于 70℃水浴加热 20 分钟,放冷。

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。

① Cu-PAN 试液的配制:称取 1-(2-联氮吡啶)-2-萘酚 1.0g 与乙二胺四乙酸铜钠四水合物( $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$ )11.1g,混匀,得到一种灰橙黄色或灰红棕色或亮灰紫色的粉末。取混合物 0.5g,置 50ml 量瓶中,用 1,4-二氧六环溶液(1→2)溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

Cu-PAN 试液的纯度测定:精密量取 Cu-PAN 试液 1ml,置 100ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),以水为空白,在 470nm 的波长处测定吸光度,应不低于 0.48。



系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见盐酸乙胺丁醇有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中,在相对乙胺丁醇衍生物保留时间 0.75~1.5 之间如有与盐酸乙胺丁醇杂质Ⅱ衍生物保留时间一致的色谱峰,其面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 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 0.2 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。

**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 5ml,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(约相当于盐酸乙胺丁醇 0.25g),置 100ml 量瓶中,加水超声使盐酸乙胺丁醇溶解,放冷,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。

**对照品溶液** 取盐酸乙胺丁醇对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵/醋酸铜溶液(取醋酸铵 50g 和醋酸铜 0.2g,加水溶解并稀释至 1000ml,用冰醋酸调节 pH 值至 5.0)-甲醇(88:12)为流动相;检测波长为 270nm;柱温为 40℃;进样体积 10μl。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,乙胺丁醇峰拖尾因子应不大于 1.6。

**测定法** 精密量取供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】** 同盐酸乙胺丁醇。

**【规格】** 0.25g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸乙胺丁醇胶囊

Yansuan Yi'andingchun Jiaonang

Ethambutol Hydrochloride Capsules

本品含盐酸乙胺丁醇( $C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品内容物为白色结晶性粉末。

**【鉴别】** (1)取本品内容物约 20mg,加水 2ml 溶解,加硫酸铜试液 2~3 滴,摇匀,再加氢氧化钠试液 2~3 滴,显深蓝色。

(2)取本品内容物适量(约相当于盐酸乙胺丁醇

0.05g),加甲醇 5ml,超声使盐酸乙胺丁醇溶解,滤过,滤液挥干,残留物的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 311 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】** (十)2-氨基丁醇(杂质 I) 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品内容物适量,精密称定,加甲醇使盐酸乙胺丁醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸乙胺丁醇 50mg 的溶液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液、系统适用性溶液与系统适用性要求** 见盐酸乙胺丁醇(十)2-氨基丁醇(杂质 I)项下。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-冰醋酸-盐酸-水(11:7:1:1)为展开剂。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 2μl,分别点于同一薄层板上,展开约 10cm,取出,晾干,在 105℃ 干燥 30 分钟,放冷,喷以茚三酮试液,再在 105℃ 加热 30 分钟。

**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%)。

**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** 取本品内容物适量(约相当于盐酸乙胺丁醇 0.2g),置 20ml 量瓶中,加水超声使盐酸乙胺丁醇溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 20ml 量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀,精密量取 4ml,精密加入三乙胺 0.1ml 与(R)-(+)-α-甲基苄基异氨酸酯 15μl,混匀,于 70℃ 水浴加热 20 分钟,放冷。

**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。

**系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸乙胺丁醇有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中,在相对乙胺丁醇衍生物保留时间为 0.75~1.5 之间如有与盐酸乙胺丁醇杂质Ⅱ衍生物保留时间一致的色谱峰,其面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(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 0.2 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。

**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(约相当于盐酸乙胺丁醇 0.25g),置 100ml 量瓶中,加水超声使盐酸乙胺丁醇溶解,放冷,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。

**对照品溶液** 取盐酸乙胺丁醇对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵/醋酸铜溶液(取醋酸铵 50g 与醋酸铜 0.2g,加水溶解并稀释至 1000ml,用冰醋酸调节 pH 值至 5.0)-甲醇(88:12)为流



动相;检测波长为 270nm;柱温为 40℃;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,乙胺丁醇峰拖尾因子应小于 1.6。

**测定法** 精密量取供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】 同盐酸乙胺丁醇。

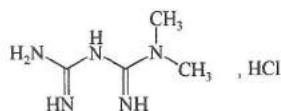
【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

## 盐酸二甲双胍

Yansuan Erjiashuanggua

Metformin Hydrochloride



$C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$  165.63

本品为 1,1-二甲基双胍盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$  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,在甲醇中溶解,在乙醇中微溶,在三氯甲烷或乙醚中不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 220~225℃。

**吸收系数** 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 5 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 233nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 778~818。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 10ml 溶解后,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)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 631 图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

**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 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 1 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸二甲双胍与三聚氰胺适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸二甲双胍 0.25mg 与三聚氰胺 0.1mg 的溶液,取 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用磺胺基阳离子交换键合硅胶为填充剂;以 1.7%磷酸二氢铵溶液(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 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,二甲双胍峰与三聚氰胺峰之间的分离度应大于 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,记录色谱图至二甲双胍峰保留时间的 2 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与双胍保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,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 0.2 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%)。

**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,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 60mg,精密称定,加无水甲酸 4ml 使溶解,加醋酐 50ml,充分混匀,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 8.282mg 的  $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ 。

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸二甲双胍片 (2)盐酸二甲双胍肠溶片 (3)盐酸二甲双胍肠溶胶囊 (4)盐酸二甲双胍胶囊

## 盐酸二甲双胍片

Yansuan Erjiashuanggua Pian

Metformin Hydrochloride Tablets

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%。

【性状】 本品为糖衣或薄膜衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml 使盐酸二甲双胍溶解,滤过,照盐酸二甲双胍项下鉴别(1)、(3)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 233nm 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(约相当于盐酸二甲双胍 0.5g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声 15 分钟使盐酸二甲双胍溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,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。

**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** 见盐酸二甲双胍有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与双胍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 0.02%，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的 1.2 倍(0.6%)。

**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 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，弃去初滤液 10ml，精密量取续滤液适量，用水定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ 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(约相当于盐酸二甲双胍 0.1g)，置 100ml 量瓶中，加水适量，超声 15 分钟使盐酸二甲双胍溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液 20ml，精密量取续滤液适量，用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 $\mu$ 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，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ 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。

**【类别】** 同盐酸二甲双胍。

**【规格】** (1)0.25g (2)0.5g

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸二甲双胍肠溶片

Yansuan Erjiashuanggua Changrongpian

Metformin Hydrochloride Enteric-coated

Tablets

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%。

**【性状】** 本品为肠溶衣片，除去包衣后显白色。

**【鉴别】** (1)取本品细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg)，加水 10ml 使盐酸二甲双胍溶解，滤过，照盐酸二甲双胍项下鉴别(1)、(3)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 233nm 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(约相当于盐酸二甲双胍 0.5g)，精密称定，置 100ml 量瓶中，加流动相适量，超声 15 分钟使盐酸二甲双胍溶解，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 200ml 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、色谱条件与系统适用性要求 见盐酸二甲双胍有关物质项下。

**测定法** 见盐酸二甲双胍有关物质项下。记录色谱图至盐酸二甲双胍峰保留时间的 4 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 0.02%，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的 1.2 倍(0.6%)。

**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 小时时取样。

**供试品溶液** 取溶出液 20ml，滤过，弃去初滤液 10ml，取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸二甲双胍对照品适量，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 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 见含量测定项下。计算每片的溶出量。

**限度** 不得大于标示量的 5%，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 $\pm$ 0.5 $^{\circ}$ C 的磷酸盐缓冲液(pH 6.8)(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 $\pm$ 0.05)900ml 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 20ml，滤过，弃去初滤液 10ml，精密量取续滤液适量，用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 $\mu$ 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。

**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 0.1g)，置 100ml 量瓶中，加水 75ml，充分振摇 15 分钟使盐酸二甲双胍溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液 20ml，精密量取续滤液适量，用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 $\mu$ 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，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ 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。

**【类别】** 同盐酸二甲双胍。

**【规格】** (1)0.25g (2)0.5g (3)0.85g

**【贮藏】** 密封保存。



## 盐酸二甲双胍肠溶胶囊

Yansuan Erjiashuanggua Changrongjiaonang

Metformin Hydrochloride

Enteric Capsules

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%。

**【性状】** 本品内容物为白色结晶性粉末或白色至类白色肠溶微丸。

**【鉴别】** (1)取本品内容物,研细,取细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml 使盐酸二甲双胍溶解,滤过,照盐酸二甲双胍项下鉴别(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。

**供试品溶液** 取装量差异检查项下的内容物,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 0.25g),置 50ml 量瓶中,加 0.05%磷酸溶液适量,超声 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,用 0.05%磷酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 1ml,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。

**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 中含 0.08 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以 0.05%庚烷磺酸钠溶液(用 10%磷酸溶液调节 pH 值至 4.0)-乙腈(84:16)为流动相;检测波长为 218nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按双胍胺峰计算不低于 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,记录色谱图至二甲双胍峰保留时间的 3 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 0.02%,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的 1.2 倍(0.6%)。

**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 以盐酸溶液(9 $\rightarrow$ 1000)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 20ml,滤过,弃去初滤液 10ml,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、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** 不得大于标示量的 10%,应符合规定。

**缓冲液中溶出量** 溶出条件 酸中溶出量项下 2 小时取

样后,在溶出杯中立即加入预热至 37 $\pm$ 0.5 $^{\circ}$ C 的 0.2mol/L 磷酸钠溶液 250ml,混匀,用 2mol/L 盐酸溶液或 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.8,继续溶出,经 30 分钟时(内容物为白色结晶性粉末者适用)或 45 分钟(内容物为白色至类白色肠溶微丸者适用)时取样。

**供试品溶液** 取溶出液 20ml,滤过,弃去初滤液 10ml,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 20 $\mu$ g 的溶液。

**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(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 200ml 量瓶中,加缓冲液(0.1mol/L 盐酸溶液 750ml,加 0.2mol/L 磷酸钠溶液 250ml,混匀,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)100ml,振摇 10 分钟使盐酸二甲双胍溶解,用上述缓冲液稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液 20ml,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 20 $\mu$ 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,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。检测波长为 233nm。

**系统适用性要求** 理论板数按二甲双胍峰计算不低于 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】** 同盐酸二甲双胍。

**【规格】** (1) 0.25g (2) 0.5g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸二甲双胍胶囊

Yansuan Erjiashuanggua Jiaonang

Metformin Hydrochloride Capsules

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%。

**【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(约相当于盐酸二甲双胍 10mg),加水 10ml 使盐酸二甲双胍溶解,滤过,照盐酸二甲双胍项下鉴别(1)、(3)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 233nm 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(约相当于盐酸二甲双胍 0.5g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声 15 分钟使盐酸二甲双胍溶解并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。

**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** 见盐酸二甲双胍有关物质项下。

**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 0.02%,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的 1.2 倍(0.6%)。

**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 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,弃去初滤液 10ml,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ 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 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,混合均匀,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 0.1g),置 100ml 量瓶中,加水适量,振摇使盐酸二甲双胍溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液 20ml,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 $\mu$ 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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ 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。

**【类别】** 同盐酸二甲双胍。

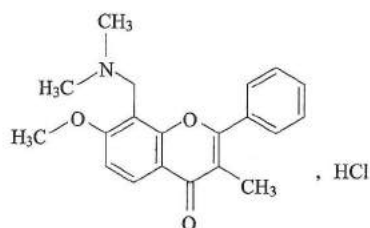
**【规格】** 0.25g

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸二甲弗林

Yansuan Erjiafulin

Dimeflin Hydrochloride



$C_{20}H_{21}NO_3 \cdot HCl$  359.85

本品为 3-甲基-7-甲氧基-2-苯基-8-[(二甲氨基)亚甲基]-4H-1-苯并吡喃-4-酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{21}NO_3 \cdot HCl$  应为 97.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末;几乎无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在乙醚中几乎不溶。

**【鉴别】** (1)取本品 2% 溶液 4ml,加碘试液 1ml,即产生棕色沉淀,渐变为紫色沉淀。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 8 $\mu$ 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。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

**【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 4.0~6.0。

**溶液的澄清度** 取本品 0.30g,加水 30ml 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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.16mg 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;以乙腈-水-乙二胺(50:25:0.2)为流动相;检测波长为 243nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按二甲弗林峰计算不低于 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,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,精密加水 5ml,摇匀。

**对照品溶液** 取无水乙醇适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中。

**色谱条件** 用聚乙二醇为固定液的毛细管色谱柱;柱温为 40℃,维持 8 分钟,以每分钟 40℃ 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。

**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。

**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** 取本品 0.5g,加水适量使溶解,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,用水稀释至 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】** 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 16 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸二甲弗林对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 16 $\mu$ 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。

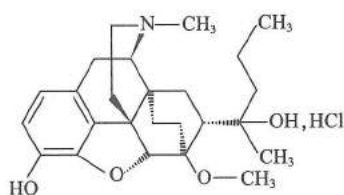
**【类别】** 中枢兴奋药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸二氢埃托啡

Yansuan Erqing'aituofei

Dihydroetorphine Hydrochloride



$C_{25}H_{35}NO_4 \cdot HCl$  450.02

本品为 7 $\alpha$ -[1-(R)-羟基-1甲基丁基]-6,14-内乙桥四氢东罂粟碱的盐酸盐,按干燥品计算,含  $C_{25}H_{35}NO_4 \cdot HCl$  不得少于 97.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末。

本品在甲醇中溶解,在水或乙醇中微溶,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 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-64.5^{\circ}$  至  $-69.0^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品约 1mg,加甲醛硫酸试液 1 滴,即显紫堇色。

(2)取本品约 1mg,加稀铁氰化钾试液 1 滴,即显蓝绿色。

(3)取本品约 1mg,置试管中,加枸橼酸醋酐试液 2 滴,置水浴中加热,显紫红色。

(4)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 286nm 的波长处有最大吸收,在 258nm 的波长处有最小吸收。

(5)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1179 图)一致。

(6)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 溶液的澄清度** 取本品 10mg,加水 10ml 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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 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 0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值为 3.0 $\pm$ 0.1)-甲醇(60:40)为流动相;柱温为 30 $^{\circ}$ C;检测波长为 215nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按二氢埃托啡峰计不低于 2000,二氢埃托啡峰与相邻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,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** 取本品适量,精密称定,加二甲基亚砜溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,精密量取 4ml,置顶空瓶中,密封。

**对照品溶液** 取苯、甲醇、乙醇与乙醚各适量,精密称定,用二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中含苯 0.1 $\mu$ g、甲醇 0.15mg、乙醇 0.25mg 与乙醚 0.25mg 的溶液,精密量取 4ml,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 1 分钟,以每分钟 5 $^{\circ}$ C 的速率升温至 120 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟,再以每分钟 5 $^{\circ}$ C 的速率升温至 180 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C;分流模式为不分流。顶空瓶平衡温度为 100 $^{\circ}$ 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,各成分峰之间的分度均应符合要求。

**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,苯、甲醇、乙醇与乙醚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,室温减压干燥至恒重,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 中含 20 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸二氢埃托啡对照品适量,精密称定,

加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ 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】** 镇痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉通风处保存。

**【制剂】** 盐酸二氢埃托啡舌下片

## 盐酸二氢埃托啡舌下片

Yansuan Erqing'aituofei Shexiapian

Dihydroetorphine Hydrochloride

Sublingual Tablets

本品含盐酸二氢埃托啡( $C_{25}H_{35}NO_4 \cdot HCl$ )应为标示量的 85.0%~115.0%。

**【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 5 片,研细,加水 2ml 与稀硝酸 1 滴,振摇使盐酸二氢埃托啡溶解,滤过,滤液加硝酸银试液 1 滴,即产生白色浑浊,并能在氨试液中溶解。

**【检查】 含量均匀度** 取本品 1 片,置 10ml 量瓶中,加流动相适量,振摇,使崩解,照含量测定项下的方法,自“超声 5 分钟”起,依法测定。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】** 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(约相当于盐酸二氢埃托啡 20 $\mu$ g),置 10ml 量瓶中,加流动相适量,超声 5 分钟,使盐酸二氢埃托啡溶解,取出,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸二氢埃托啡对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 2.0 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值为 3.0 $\pm$ 0.1)-甲醇(60:40)为流动相,检测波长为 215nm;进样体积 100 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按二氢埃托啡峰计算不低于 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】** 同盐酸二氢埃托啡。

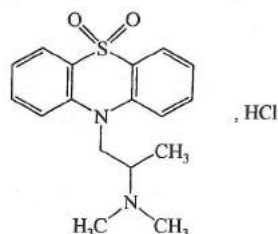
**【规格】** (1)20 $\mu$ g (2)40 $\mu$ g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸二氧丙嗪

Yansuan Eryangbingqin

Dioxopromethazine Hydrochloride



$C_{17}H_{20}N_2O_2S \cdot HCl$  352.88

本品为 10-(2-二甲氨基-丙基)吩噻嗪-5,5-二氧化物的盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{20}N_2O_2S \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色至微黄色的粉末或结晶性粉末;无臭。

本品在水中溶解,在乙醇中极微溶解。

**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 中含 10 $\mu$ 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 350~370。

**【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 227nm、264nm、290nm 与 328nm 的波长处有最大吸收。在 328nm 波长处的吸光度为 0.15~0.18。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 322 图)一致。

(3)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 0.50g,加水 25ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.2~5.1。

**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;如显色,与黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

**硫酸盐** 取本品 1.2g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 3ml 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 中约含 0.3mg 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 3 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸盐缓冲液(取 0.05mol/L 的醋酸铵溶液 1000ml,加三乙胺 1ml,用醋酸调节 pH 值至 6.5)-乙腈(75:25)为流动相;检测波长为 258nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按二氧丙嗪峰计算不低于 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十。

**【含量测定】** 取本品约 0.3g,精密称定,加冰醋酸 25ml 与醋酸汞试液 10ml,微温使溶解,放冷,加结晶紫指示液 1~2 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 35.29mg 的  $C_{17}H_{20}N_2O_2S \cdot HCl$ 。

**【类别】** 镇咳药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸二氧丙嗪片

## 盐酸二氧丙嗪片

Yansuan Eryangbingqin Pian

### Dioxopromethazine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸二氧丙嗪( $C_{17}H_{20}N_2O_2S \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色片或糖衣片,除去包衣后显白色。

**【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 227nm、264nm、290nm 与 328nm 波长处有最大吸收。

(2)本品水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 含量均匀度** 取本品 1 片,研细,加 0.1mol/L 盐酸溶液 40ml,分次研磨并定量转移至 50ml 量瓶中,振摇约 15 分钟,使盐酸二氧丙嗪溶解,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 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)。

**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 12 片,置 200ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液约 150ml,振摇使盐酸二氧丙嗪溶解,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,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,在 264nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{17}H_{20}N_2O_2S \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 362 计算。

**【类别】** 同盐酸二氧丙嗪。

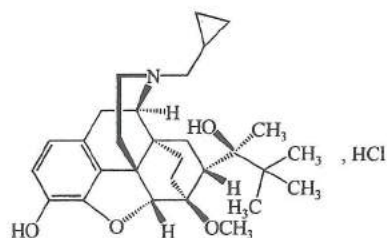
**【规格】** 5mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸丁丙诺啡

Yansuan Dingbingnuofei

### Buprenorphine Hydrochloride



$C_{29}H_{41}NO_4 \cdot HCl$  504.11

本品为 21-环丙基-7 $\alpha$ [(S)-1-羟基-1,2,2-三甲基丙基]-6,14-桥亚乙基-6,7,8,14-四氢东罂粟碱盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{29}H_{41}NO_4 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇中溶解,在三氯甲烷中略溶,在水中极微溶解。

**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 5mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度应为  $-95^{\circ}$  至  $-101^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品约 2mg,加水 5ml 溶解后,加溴试液数滴,即生成黄色沉淀。

(2)取本品适量,加水制成每 1ml 含 0.16mg 的溶液,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。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 633 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 8.0mg,加水 25ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.0。

**溶液的澄清度** 取本品约 8.0mg,加水 25ml 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。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-1%醋酸铵(85:15)为流动相;检测波长为 288nm;柱温为 40℃;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按丁丙诺啡峰计算不低于 4000,丁丙诺啡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%)。

**干燥失重** 取本品,置五氧化二磷干燥器中,在 60℃ 减压干燥 4 小时,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

**【含量测定】** 取本品约 0.4g,精密称定,加冰醋酸 40ml 和醋酸酐 10ml 使溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 50.41mg 的  $C_{23}H_{41}NO_4 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 镇痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸丁丙诺啡舌下片 (2)盐酸丁丙诺啡注射液

## 盐酸丁丙诺啡舌下片

Yansuan Dingbingnuofei Shexiapian

**Buprenorphine Hydrochloride**

**Sublingual Tablets**

本品含盐酸丁丙诺啡( $C_{23}H_{41}NO_4 \cdot HCl$ )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,加乙醇 8ml 振摇使盐酸丁丙诺啡溶解,滤过,滤液蒸干,残渣加 5% 盐酸溶液 2ml 使溶解,加碘化铋钾试液 1 滴,即生成红棕色沉淀。

(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 10 片,加水 10ml 与稀硝酸 1 滴,振摇使溶解,滤过,滤液加硝酸银试液 2 滴,即生成白色沉淀。

**【检查】 含量均匀度** 取本品 1 片,研细,用水 5ml (0.4mg 规格)或 2ml (0.2mg 规格)定量转移至 25ml 量瓶(0.4mg 规格)或 10ml 量瓶(0.2mg 规格)中,加甲醇 5ml 振摇均匀后,照含量测定项下的方法,自“超声 10 分钟”起,依法测定含量,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(约相当于盐酸丁丙诺啡 0.4mg),置 25ml 量瓶中,加水 5ml、甲醇 5ml,振摇均匀后,超声 10 分钟,使盐酸丁丙诺啡溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸丁丙诺啡对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**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-冰醋酸(60:10:40:5)为流动相;检测波长为 288nm;进样体积 50 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按丁丙诺啡峰计算不低于 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】** 同盐酸丁丙诺啡。

**【规格】** (1)0.2mg (2)0.4mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸丁丙诺啡注射液

Yansuan Dingbingnuofei Zhushuye

**Buprenorphine Hydrochloride Injection**

本品为盐酸丁丙诺啡与葡萄糖的灭菌水溶液。含盐酸丁丙诺啡( $C_{23}H_{41}NO_4 \cdot HCl$ )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,加溴试液数滴,即生成黄色沉淀。

(2)取本品,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。

(3)取本品 1ml,加稀硝酸使成酸性,加硝酸银试液,即产生白色浑浊,并能在氨试液中溶解。

**【检查】 pH 值** 应为 3.0~5.5(通则 0631)。

**5-羟甲基糠醛** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**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 中含 10.0 $\mu$ g 的溶液。

**供试品溶液与色谱条件** 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 5-羟甲基糠醛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。

**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 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;以甲醇-乙腈-2%醋酸铵溶液-冰醋酸(60:10:40:5)为流动相;检测波长为 286nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按丁丙诺啡峰计算不低于 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 2 倍。

**限度** 除 5-羟甲基糠醛峰及葡萄糖峰外,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(4.0%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1 $\mu$ g 盐酸丁丙诺啡中含内毒素的量应小于 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】** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 精密量取本品,用水定量稀释制成每 1ml 中含 0.15mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸丁丙诺啡对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.15mg 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】** 同盐酸丁丙诺啡。

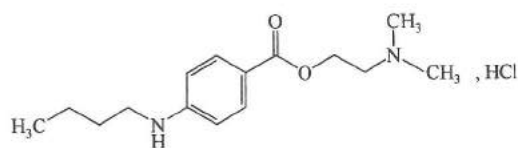
**【规格】** (1)1ml:0.15mg (2)1ml:0.3mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸丁卡因

Yansuan Dingkayin

Tetracaine Hydrochloride



$C_{15}H_{24}N_2O_2 \cdot HCl$  300.83

本品为 4-(丁氨基)苯甲酸-2-(二甲氨基)乙酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{15}H_{24}N_2O_2 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在乙醚中不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 147~150℃(升温速率为每分钟 1.5℃)。

**【鉴别】** (1)取本品约 0.1g,加 5%醋酸钠溶液 10ml 溶解后,加 25%硫氰酸铵溶液 1ml,即析出白色结晶;滤过,结晶用水洗涤,在 80℃干燥,依法测定(通则 0612 第一法),熔点约为 131℃。

(2)取本品约 40mg,加水 2ml 溶解后,加硝酸 3ml,即显黄色。

(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)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 酸度** 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 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 1.0g,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,不得更深。

**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(2:8)。

**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,用溶剂稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 20ml 量瓶,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 分别取杂质 I 对照品与杂质 II 对照品各适量,精密称定,加乙腈适量使溶解并用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含杂质 I 0.5 $\mu$ g 与杂质 II 1 $\mu$ g 的混合溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸丁卡因约 10mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,用对照品溶液稀释至刻度,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 $\times$ 250mm,5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.36g,加磷酸 0.5ml,加水溶解并稀释至 1000ml)为流动相 A,乙腈为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;流速为每分钟 1.2ml;柱温为 30℃;检测波长为 300nm;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,出峰顺序依次为杂质 I 峰、丁卡因峰与杂质 II 峰,各相邻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、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,杂质 I 不得过 0.05%,杂质 II 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%),杂质总量不得过 0.2%,小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	80	20
3	80	20
18	40	60
23	40	60
24	80	20
35	80	20

**易炭化物** 取本品 0.50g,依法检查(通则 0842),与橙黄色 3 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,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 0.25g,精密称定,加乙醇 50ml 振摇使溶解,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml,摇匀,照电位滴定法(通

则 0701), 用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定, 两个突跃点体积的差作为滴定体积。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 30.08mg 的  $C_{15}H_{24}N_2O_2 \cdot HCl$ 。

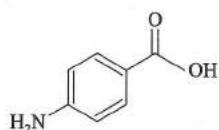
【类别】 局麻药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 注射用盐酸丁卡因

附:

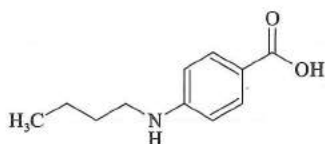
杂质 I



$C_7H_7NO_2$  137.14

对氨基苯甲酸

杂质 II



$C_{11}H_{15}NO_2$  193.25

对丁氨基苯甲酸

## 注射用盐酸丁卡因

Zhusheyong Yansuan Dingkayin

**Tetracaine Hydrochloride for Injection**

本品为盐酸丁卡因的无菌冻干品。含盐酸丁卡因( $C_{15}H_{24}N_2O_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色的疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品 1 瓶,加水 2ml 溶解后,加硝酸 3ml,溶液显黄色。

(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 227nm 与 310nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 溶液的颜色 取本品 1 瓶,加水 5ml 使溶解,溶液应无色。

酸度 取溶液的颜色项下的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~6.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂、供试品溶液、对照溶液、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 见盐酸丁卡因有关物质项下。

限度 供试品溶液的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,杂质 I 不得过 0.05%,杂质 II 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的 2 倍(0.2%),杂质总量不得过 0.5%,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 3.0%。

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 盐酸丁卡因中含内毒素的量应小于 0.70EU;用于鞘内注射应小于 0.15EU。

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 10 瓶,分别加水溶解,并分别定量转移至 250ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸丁卡因对照品适量,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。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 3ml,分别置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(1→200)5ml 与磷酸盐缓冲液(pH 6.0)(取磷酸氢二钾 20g 与磷酸二氢钾 80g,加水溶解并稀释至 1000ml,用 6mol/L 磷酸溶液或 10mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.0)10ml,用水稀释至刻度,摇匀,在 310nm 的波长处分别测定吸光度,计算每瓶的含量,并求得 10 瓶的平均含量。

【类别】 同盐酸丁卡因。

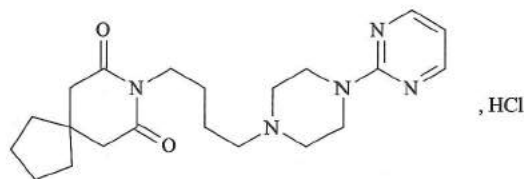
【规格】 50mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸丁螺环酮

Yansuan Dingluohuantong

**Buspirone Hydrochloride**



$C_{21}H_{31}N_5O_2 \cdot HCl$  421.96

本品为 N-[4-[4-(2-嘧啶基)-1-哌嗪基]丁基]-8-氮杂螺[4,5]癸烷-7,9-二酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{31}N_5O_2 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭。



本品在水、甲醇或三氯甲烷中易溶,在乙醇中溶解;在乙醚中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 202~206℃。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg,加水 2ml 溶解后,加钼酸铵试液 3 滴,即生成白色絮状沉淀。

(2)取本品,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 214nm 与 233nm 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的图谱一致(通则 0402)。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 1 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.36g,加水溶解并稀释成 1000ml,用磷酸调节 pH 值至 3.5)(30:70)为流动相;检测波长为 238nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按丁螺环酮峰计算不低于 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 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(1.0%)。

**含氯量** 取本品约 0.4g,精密称定,加水 50ml 溶解后,加糊精溶液(1 $\rightarrow$ 50)5ml、碳酸钙 0.1g 与荧光黄指示液 5~8 滴,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 3.54mg 的 Cl。含氯量应为 8.0%~8.8%。

**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 0.15g,精密称定,加冰醋酸 20ml 与醋酸汞试液 5ml 溶解后,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显绿色,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 21.10mg 的 C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>5</sub>O<sub>2</sub>·HCl。

**【类别】** 抗焦虑药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸丁螺环酮片

## 盐酸丁螺环酮片

Yansuan Dingluohuantong Pian

Buspirone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸丁螺环酮(C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>5</sub>O<sub>2</sub>·HCl)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(约相当于盐酸丁螺环酮 20mg),置试管中,加水 5ml 振摇使溶解,滤过,取滤液 2ml,加钼酸铵试液 3 滴,即生成白色絮状沉淀。

(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 214nm 与 233nm 的波长处有最大吸收。

(3)取鉴别(1)项下的滤液,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【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,振摇使盐酸丁螺环酮溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过。照含量测定项下的方法,自“精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中”起,依法测定,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 600ml 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** 见含量测定项下。

**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(约相当于盐酸丁螺环酮 10mg),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** 取盐酸丁螺环酮对照品适量,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 10 $\mu$ 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。

**【类别】** 同盐酸丁螺环酮。

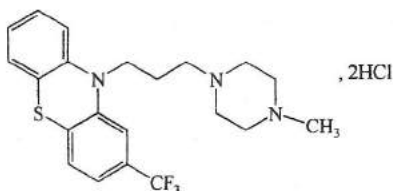
**【规格】** 5mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸三氟拉嗪

Yansuan Sanfulaquin

### Trifluoperazine Hydrochloride



$C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2HCl$  480.42

本品为 10-[3-(4-甲基-1-哌嗪基)丙基]-2-(三氟甲基)吩噻嗪二盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色的结晶性粉末;无臭或几乎无臭;微有引湿性;遇光渐变色。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在三氯甲烷中微溶,在乙醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水 5ml 溶解后,加稀硝酸 1ml,生成微带红色的白色沉淀;放置后,红色变深,加热后变为黄色。

(2)取重铬酸钾的硫酸溶液(1→100)约 1ml,置小试管中,转动试管,溶液应能均匀涂于管壁;然后加本品的细粉约数毫克,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。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 317 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 1.0g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 1.7~2.6。

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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 2.5μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 1.45%D-樟脑磺酸溶液(用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 3.0)-甲醇(1:4)为流动相;检测波长为 259nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按三氟拉嗪峰计算不低于 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%)。

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 0.2g,精密称定,加无水甲酸 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 24.02mg 的  $C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2HCl$ 。

【类别】 抗精神病药、镇吐药。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

【制剂】 盐酸三氟拉嗪片

## 盐酸三氟拉嗪片

Yansuan Sanfulaquin Pian

### Trifluoperazine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸三氟拉嗪( $C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品,除去包衣,研细,取细粉适量(约相当于盐酸三氟拉嗪 10mg),加水 5ml,振摇使盐酸三氟拉嗪溶解,滤过,取滤液加硝酸 1ml,溶液由粉红色变为棕色,加热后溶液显黄色。

(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 256nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(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 取本品的细粉适量,加流动相溶解并制成每 1ml 中约含盐酸三氟拉嗪 0.5mg 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。

空白对照溶液 取糊精适量,加流动相制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸三氟拉嗪有关物质项下。

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 避光操作。取本品 1 片,置乳钵中,加盐酸溶液(1→20)适量,研磨,使盐酸三氟拉嗪溶解,除去不溶物,用盐酸溶液(1→20)定量稀释制成每 1ml 中含 10μg 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 第一法



(5mg 规格)或第三法(1mg 规格)]测定。避光操作。

**溶出条件** 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml(5mg 规格)或 200ml(1mg 规格)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 256nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 630 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。避光操作。

**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(约相当于盐酸三氟拉嗪 10mg),置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(1→20)适量使盐酸三氟拉嗪溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液,用盐酸溶液(1→20)定量稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 取供试品溶液,在 256nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 630 计算。

**【类别】** 同盐酸三氟拉嗪。

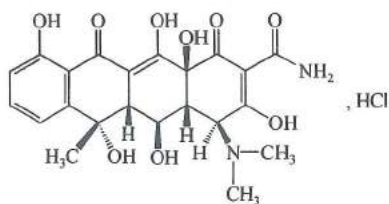
**【规格】** (1)1mg (2)5mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸土霉素

Yansuan Tumeisu

### Oxytetracycline Hydrochloride



$C_{22}H_{24}N_2O_9 \cdot HCl$  496.90

本品为 6-甲基-4-(二甲氨基)-3,5,6,10,12,12a-六羟基-1,11-二氧代-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-八氢-2-并四苯甲酰胺盐酸盐。按无水物计算,含土霉素( $C_{22}H_{24}N_2O_9$ )不得少于 88.0%。

**【性状】** 本品为黄色结晶性粉末;无臭,有引湿性;在日光下颜色变暗,在碱溶液中易破坏失效。

本品在水中易溶,在甲醇或乙醇中略溶,在乙醚中不溶。

**比旋度** 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 10mg 的溶液,依法测定(通则

0621),比旋度为 $-188^{\circ}$ 至 $-200^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品约 0.5mg,加硫酸 2ml,即显深朱红色;再加水 1ml,溶液变为黄色。

(2)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 1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取土霉素对照品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取土霉素与盐酸四环素对照品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 1mg 的混合溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G(H) $F_{254}$  薄层板<sup>①</sup>,以水-甲醇-二氯甲烷(6:35:59)为展开剂。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 1 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,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完全分离的斑点。

**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主斑点的位置和荧光相同。

(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)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

**【检查】 酸度** 取本品,加水制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.3~2.9。

**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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 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 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取 4-差向四环素对照品适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液;取土霉素对照品(约含 3%的 2-乙酰-2-去酰胺土霉素)适量,加少量 0.1mol/L 盐酸溶液溶解,用水稀释制成每 1ml 中约含土霉素 0.5mg 的溶液;取上述两种溶液(1:24)混合制成每 1ml 中约含 4-差向四环素 20 $\mu$ g 和土霉素 480 $\mu$ g(约含 2-乙酰-2-去酰胺土霉素 14.5 $\mu$ g)的混合溶液。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵溶液[0.25mol/L 醋酸铵溶液-0.05mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液-三乙胺(100:10:1),用醋酸调节 pH 值至 7.5]-乙腈(88:12)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积为 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序为:4-差向四环素峰(与土霉素峰相对保留时间约为 0.9)、土

<sup>①</sup>G(H) $F_{254}$  薄层板,用 10%乙二胺四醋酸二钠溶液(10mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0)10ml 均匀喷在板上,平放晾干,110 $^{\circ}$ C 干燥 1 小时后备用。



霉素峰、2-乙酰-2-去酰胺土霉素峰(与土霉素峰相对保留时间约为 1.1)。土霉素峰的保留时间约为 12 分钟。4-差向四环素峰与土霉素峰之间的分离度应大于 2.0,土霉素峰与 2-乙酰-2-去酰胺土霉素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 4 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,2-乙酰-2-去酰胺土霉素的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.75 倍(3.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

**杂质吸光度** 取本品,加 0.1mol/L 盐酸甲醇溶液(1→100)溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 2.0mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),于 1 小时内,在 430nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.50。另取本品,加上述盐酸甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,在 490nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.20。

**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%。

**【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(约相当于土霉素 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至刻度,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。

**对照品溶液** 取土霉素对照品,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 0.1mg 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出供试品中  $C_{22}H_{24}N_2O_9$  的含量。

**【类别】** 四环素类抗生素。

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

**【制剂】** 盐酸土霉素片

## 盐酸土霉素片

Yansuan Tumeisu Pian

### Oxytetracycline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸土霉素按土霉素( $C_{22}H_{24}N_2O_9$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为黄色片或糖衣片;除去包衣后显黄色。

**【鉴别】** 取本品细粉适量(约相当于盐酸土霉素 25mg),加热乙醇 25ml,浸渍 20 分钟后,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照盐酸土霉素项下的鉴别试验,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** 取本品细粉适量(约相当于土霉素 50mg),置 100ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液使盐酸土霉素溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度** 见盐酸土霉素有关物质项下。

**其他** 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

**【含量测定】** 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(约相当于土霉素 0.25g),置 500ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液使盐酸土霉素溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用 0.01mol/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** 见盐酸土霉素含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸土霉素。

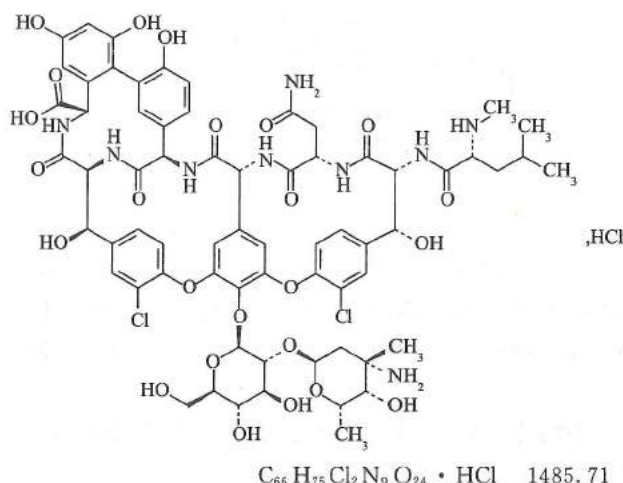
**【规格】** 按  $C_{22}H_{24}N_2O_9$  计 (1)0.125g (2)0.25g

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

## 盐酸万古霉素

Yansuan Wangumeisu

### Vancomycin Hydrochloride



本品为 (Sa)-(3S,6R,7R,22R,23S,26S,36R,38aR)-44-[[[2-O-(3-氨基-2,3,6-三脱氧-3-C-甲基-α-L-来苏己吡喃糖基)-β-D-葡吡喃糖基]氧]-3-(氨基甲酰基甲基)-10,19-二氯-2,3,4,5,6,7,23,24,25,26,36,37,38,38a-十四氢-7,22,28,30,32-五羟基-6-[(2R)-4-甲基-2-(甲氨基)戊酰氨基]-2,5,24,38,39-五氧代-22H-8,11:18,21-二亚乙烯基-23,36-(亚



氨基亚甲基)-13,16:31,35-二亚甲基-1*H*,16*H*-[1,6,9]氧杂二氮杂环十六烷并[4,5-*m*][10,2,16]苯并氧杂二氮杂环二十四烷-26-羧酸盐。按无水物计算,每1mg的效价不得少于1050万古霉素单位。

【性状】 本品为白色或类白色粉末;易吸湿。

本品在水中易溶,在甲醇中极微溶解,在乙醇或丙酮中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品与万古霉素标准品适量,分别加有关物质项下的流动相A溶解并稀释制成每1ml中含0.2mg的溶液,作为供试品溶液与标准品溶液,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标准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1180图)一致。

(3)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,加水制成每1ml中约含50mg的溶液,依法测定(通则0631),pH值应为2.5~4.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品5份,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,与黄色或橙黄色6号标准比色液(通则0901第一法)比较,均不得更深。

吸光度 取本品适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.10g的溶液,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0.10。

有关物质 照高效液相色谱法(通则0512)测定。所有溶液必须在配制后4小时内使用。

供试品溶液(a) 取本品约10mg,精密称定,置5ml量瓶中,加流动相A溶解并稀释至刻度,摇匀。

供试品溶液(b) 精密量取供试品溶液(a)2ml,置50ml量瓶中,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(b)2.5ml,置100ml量瓶中,用流动相A稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取万古霉素标准品适量,加水溶解并制成每1ml中含0.5mg的溶液,在65℃加热24小时,冷却。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以三乙胺缓冲液(取三乙胺4ml,加水至2000ml,用磷酸调节pH值至3.2)-乙腈-四氢呋喃(92:7:1)为流动相A,以三乙胺缓冲液-乙腈-四氢呋喃(70:29:1)为流动相B,按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟1.0ml;检测波长为280nm;进样体积20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
13	100	0
22	0	100
26	0	100

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,两个主峰间的分离度应大于5.0。对照溶液色谱图中,主峰峰高的信噪比应大于5.0。供试品溶液(b)色谱图中,万古霉素B峰的拖尾因子应小于1.6。

测定法 精密量取供试品溶液(a)、供试品溶液(b)与对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,按公式2计算。

$$\text{公式 1: } 100A_b / (A_b + A_i / 25)$$

$$\text{公式 2: } 100(A_i / 25) / (A_b + A_i / 25)$$

式中  $A_b$  为供试品溶液(b)中万古霉素B的峰面积;

$A_i$  为供试品溶液(a)中各杂质峰面积之和;

$A_i$  为供试品溶液(a)中各杂质峰面积。

限度 单个杂质不得过4.0%,杂质总量不得过7.0%。供试品溶液(a)色谱图中小于对照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第一法)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 取无水乙醇适量,精密称定,用水定量稀释制成每1ml约含0.2mg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50℃;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。

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1)测定,含水分不得过5.0%。

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%。

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。

万古霉素B 照高效液相色谱法(通则0512)测定。所有溶液必须在配制后4小时内使用。

供试品溶液(a)、供试品溶液(b)、对照溶液、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 见有关物质项下。按公式1计算出供试品中万古霉素B的含量。

限度 应不少于93.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则1143),每1mg万古霉素中含内毒素的量应小于0.25EU。(供注射用)

【含量测定】 取本品适量,精密称定,用灭菌水溶解并定量稀释制成每1ml中约含1000万古霉素单位的溶液,照抗生素微生物检定法(通则1201第一法)测定。

【类别】 肽类抗生素。



【贮藏】 密封,在 2~8℃ 保存。

【制剂】 注射用盐酸万古霉素

## 注射用盐酸万古霉素

Zhusheyong Yansuan Wangumeisu

### Vancomycin Hydrochloride for Injection

本品为盐酸万古霉素与适宜的赋形剂制成的无菌冻干品,按无水物计算,每 1mg 的效价不得少于 1000 万古霉素单位。按平均装量计算,含万古霉素应为标示量的 90.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或疏松块状物。

【鉴别】 取本品,照盐酸万古霉素项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的结果。

【检查】 酸度 取本品,按标示量加水制成每 1ml 中含 5 万单位的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.5~4.5。

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 10 万单位的溶液,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,与黄色或橙黄色 4 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

吸光度 取本品适量,按标示量加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 万单位的溶液,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 0.10。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。所有溶液必须在配制后 4 小时内使用。

供试品溶液(a) 取本品约 10mg,精密称定,置 5ml 量瓶中,加流动相 A 溶解并稀释至刻度,摇匀。

供试品溶液(b) 精密量取供试品溶液(a) 2ml,置 50ml 量瓶中,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(b) 2.5ml,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 见盐酸万古霉素有关物质项下。

万古霉素 B 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。所有溶液必须在配制后 4 小时内使用。

供试品溶液(a)、供试品溶液(b)、对照溶液、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 见有关物质项下。按公式 1 计算出供试品中万古霉素 B 的含量。

限度 应不少于 93.0%。

不溶性微粒 取本品,分别加氯化钠注射液 10ml,使溶解;待溶液澄清后,依法检查(通则 0903),每个供试品容器中 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。

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。

水分与细菌内毒素 照盐酸万古霉素项下的方法检查,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,照盐酸万古霉素项下的方法测定,即得。

【类别】 同盐酸万古霉素。

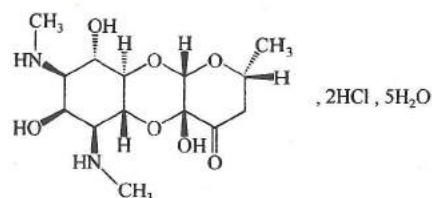
【规格】 0.5g(50 万单位)(按  $C_{68}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$  计)

【贮藏】 密闭,在 30℃ 以下保存。

## 盐酸大观霉素

Yansuan Daguanmeisu

### Spectinomycin Hydrochloride



$C_{14}H_{24}N_2O_7 \cdot 2HCl \cdot 5H_2O$  495.35

本品为[2R-(2α,4αβ,5αβ,6β,7β,8β,9α,9aa,10αβ)]十氢-4a,7,9-三羟基-2-甲基-6,8-二甲氨基-4H-吡喃并[2,3-b][1,4]苯并二氧六环-4-酮二盐酸盐五水合物。按无水物计算,含大观霉素( $C_{14}H_{24}N_2O_7$ )不得少于 77.9%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在水中易溶,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 100mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +15°至 +21°。

【鉴别】 (1)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1007 图)一致。

(2)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0512)。

【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 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.8~5.6。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.75g,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 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 中约含大观霉素 3.5mg 的溶液。

对照品溶液(1) 取大观霉素对照品适量,精密称定,加



水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含大观霉素 17 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(2)** 取大观霉素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含大观霉素 80 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(3)** 取大观霉素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含大观霉素 170 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取大观霉素对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含大观霉素 3.5mg 的溶液。

**灵敏度溶液** 取大观霉素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含大观霉素 10 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(pH 值范围 0.8~8.0);以 0.1mol/L 三氟醋酸溶液为流动相;流速为每分钟 0.6ml;用蒸发光散射检测器检测(高温不分流模式检测器的参考条件:漂移管温度为 110 $^{\circ}$ C,载气流速为每分钟 2.6L,增益系数为 1;低温分流模式检测器的参考条件:漂移管温度为 70 $^{\circ}$ C,载气流量为 20psi,增益系数为 100,喷雾器模式为加热,动力级别 60%;其他模式的检测器可根据实际情况设定);进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液的色谱图应与大观霉素标准图谱一致,大观霉素峰与杂质 E 峰(相对保留时间约为 0.9)之间的分离度应不小于 1.0。灵敏度溶液色谱图中,大观霉素峰峰高的信噪比应大于 10。对照品溶液(1)~(3)色谱图中,以对照品溶液浓度的对数值与相应峰面积的对数值计算线性回归方程,相关系数( $r$ )应不小于 0.99。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液(1)~(3),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,用线性回归方程计算,含杂质 D(相对保留时间约为 0.7)和杂质 E(相对保留时间约为 0.9)均不得过 4.0%,其他单个杂质不得过 1.0%,杂质总量不得过 6.0%,并计算(4R)-双氢大观霉素的含量(相对保留时间约为 1.6)的含量。

**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 16.0%~20.0%。

**炽灼残渣** 不得过 1.0%(通则 0841)。

**抽针试验** 取本品 2.0g,加苯甲醇注射液 3.2ml,使成混悬液,用装有 7 号针头的注射器抽取,应能顺利通过,不得阻塞。

**可见异物** 取本品 5 份,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,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中,含 10 $\mu$ m 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。(供无菌分装用)

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 大观霉素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 中约含大观霉素 0.35mg 的溶液。

**对照品溶液(1)** 取大观霉素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含大观霉素 0.15mg 的溶液。

**对照品溶液(2)** 取大观霉素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含大观霉素 0.35mg 的溶液。

**对照品溶液(3)** 取大观霉素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含大观霉素 0.70mg 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(1)~(3),分别注入液相色谱仪,记录色谱图。用线性回归方程计算供试品中大观霉素( $C_{14}H_{24}N_2O_7$ )的含量,并将其与有关物质检查项下测得的(4R)-双氢大观霉素的含量之和作为  $C_{14}H_{24}N_2O_7$  的含量。

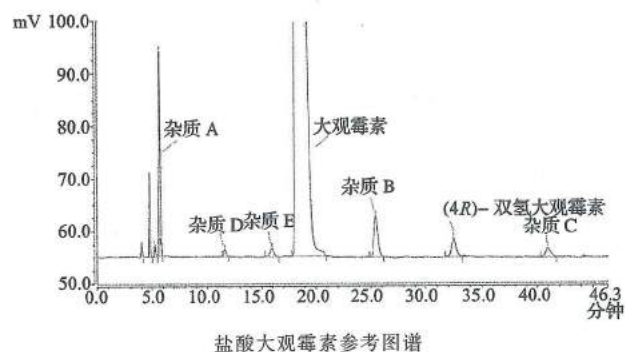
**【类别】** 氨基糖苷类抗生素。

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

**【制剂】** 注射用盐酸大观霉素

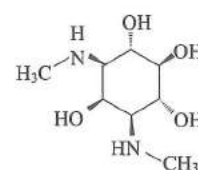
附:

## 1. 色谱图



## 2. 杂质

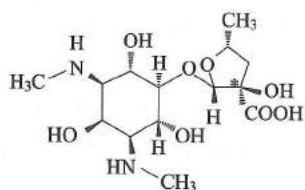
杂质 A(放线菌胺)



$C_8H_{18}N_2O_4$  206.24

1,3-二脱氧-1,3-双(甲氨基)-肌醇

## 杂质 B(壮观霉素)

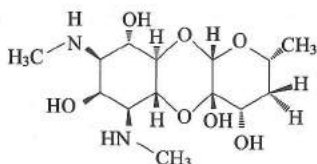


及在C\*位的差向异构体

 $C_{14}H_{26}N_2O_8$  350.36

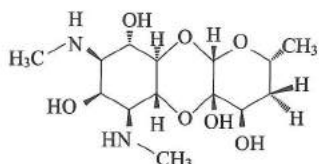
(2S,3RS,5R)-3-羟基-5-甲基-2-[[[(1r,2R,3S,4r,5R,6S)-2,4,6-三羟基-3,5-双(甲氨基)环己基]氧基]-四氢呋喃-3-羧酸

## 杂质 C [(4S)-双氢大观霉素]

 $C_{14}H_{26}N_2O_7$  334.37

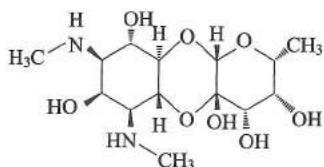
(2R,4S,4aS,5aR,6S,7S,8R,9S,9aR,10aS)-2-甲基-6,8-双(甲氨基)十氢-2H-吡喃并[2,3-b][1,4]苯并二噁英-4,4a,7,9-四醇

(4R)-双氢大观霉素(活性小组分)

 $C_{14}H_{26}N_2O_7$  334.37

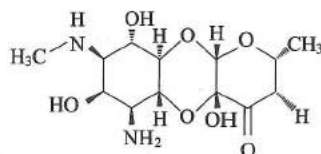
(2R,4R,4aS,5aR,6S,7S,8R,9S,9aR,10aS)-2-甲基-6,8-双(甲氨基)十氢-2H-吡喃并[2,3-b][1,4]苯并二噁英-4,4a,7,9-四醇

## 杂质 D(双羟大观霉素)

 $C_{14}H_{26}N_2O_8$  350.36

(2R,3R,4S,4aS,5aR,6S,7S,8R,9S,9aR,10aS)-2-甲基-6,8-双(甲氨基)十氢-2H-吡喃并[2,3-b][1,4]苯并二噁英-3,4,4a,7,9-五醇

## 杂质 E(N-去甲基大观霉素)

 $C_{13}H_{22}N_2O_7$  318.32

(2R,4aR,5aR,6S,7R,8R,9S,9aR,10aS)-6-氨基-4a,7,9-三羟基-2-甲基-8-(甲氨基)十氢-4H-吡喃并[2,3-b][1,4]苯并二噁英-4-酮

## 注射用盐酸大观霉素

Zhushengyong Yansuan Daguanmeisu

## Spectinomycin Hydrochloride for Injection

本品为盐酸大观霉素的无菌粉末。按无水物计算,含大观霉素( $C_{14}H_{24}N_2O_7$ )不得少于 77.9%;按平均装量计算,含大观霉素( $C_{14}H_{24}N_2O_7$ )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】 照盐酸大观霉素项下的鉴别试验,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 0.12g 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 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 中约含大观霉素 3.5mg 的溶液。

对照品溶液(1)~(3)、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 见盐酸大观霉素有关物质项下。

悬浮时间与抽针试验 取本品 1 瓶,加苯甲醇注射液 3.2ml 使成悬浮液,摇匀,静置 2 分钟,不得有颗粒下沉或明显的分层,用装有 7 号针头的注射器抽取,应能顺利通过,不得阻塞。

酸度、水分、细菌内毒素与无菌 照盐酸大观霉素项下的方法检查,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,混合均匀,精密称取适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含大观霉素



0.35mg 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** 见盐酸大观霉素含量测定项下。

**测定法** 见盐酸大观霉素含量测定项下。1mg 的  $C_{14}H_{24}N_2O_7$  相当于 1000 大观霉素单位。

**【类别】** 同盐酸大观霉素。

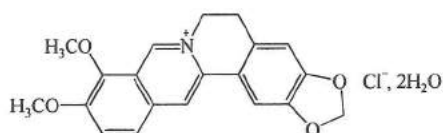
**【规格】** 2g(200 万单位)(按  $C_{14}H_{24}N_2O_7$  计)

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

## 盐酸小檗碱

Yansuan Xiaobojian

Berberine Hydrochloride



$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$  407.85

本品为 5,6-二氢-9,10-二甲氧苄并[*g*]-1,3-苯并二氧戊环[5,6- $\alpha$ ]喹啉盐酸盐二水合物。按无水物计算,含  $C_{20}H_{18}ClNO_4$  提取品不得少于 97.0%,合成品不得少于 98.0%。

**【性状】** 本品为黄色结晶性粉末;无臭。

本品在热水中溶解,在水或乙醇中微溶,在乙醚中不溶。

**【鉴别】** (1)取本品约 0.1g,加水 10ml,缓缓加热溶解后,加氢氧化钠试液 4 滴,放冷(必要时滤过),加丙酮 8 滴,即发生浑浊。

(2)取本品约 5mg,加稀盐酸 2ml,搅拌,加漂白粉少量,即显樱红色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 320 图)一致。

(4)取本品约 0.1g,加水 20ml,缓缓加热溶解后,加硝酸 0.5ml,冷却,放置 10 分钟,滤过,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。

**对照品溶液(1)** 取盐酸药根碱对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液(2)** 取盐酸巴马汀对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 2ml 与对照品溶液(1)、对照品溶液(2)各 10ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取对照品溶液(2)1ml,用供试品溶液稀释至 10ml,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.01mol/L 磷酸二氢铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.8)-乙腈(75:25)为流动相;检测波长为 345nm;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,巴马汀峰与小檗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,如有与药根碱峰和巴马汀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 1.0%;其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中小檗碱峰的峰面积(2.0%)。

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

**有机腈** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取研细的本品约 0.25g,精密称定,置 25ml 具塞锥形瓶中,加无水乙醚 5ml,振摇 5 分钟,用垂熔漏斗(G5)滤过,用无水乙醚洗涤 3~4 次(每次 2ml),合并滤液与洗液,浓缩至约 0.5ml。

**对照品溶液** 取胡椒乙腈对照品适量,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G(厚度 0.5mm)薄层板,以苯-冰醋酸(25:0.1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液全量与对照品溶液 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以 5%钼酸铵硫酸溶液,在 105℃加热 10~20 分钟,检视。

**限度** 供试品溶液在与对照品溶液所显主斑点的相应位置上,不得显杂质斑点(合成品)。

**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 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%(提取品)或 0.1%(合成品)。

**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(合成品)。

**【含量测定】** 取本品约 0.3g,精密称定,置烧杯中,加沸水 150ml 使溶解,放冷,移置 250ml 量瓶中,精密加重铬酸钾滴定液(0.016 67mol/L)50ml,加水稀释至刻度,振摇 5 分钟,用干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 100ml,置 250ml 具塞锥形瓶中,加碘化钾 2g,振摇使溶解,加盐酸溶液(1→2)10ml,密塞,摇匀,在暗处放置 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,溶液显亮绿色,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 12.39mg 的  $C_{20}H_{18}ClNO_4$ 。

**【类别】** 抗菌药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸小檗碱片 (2)盐酸小檗碱胶囊



## 盐酸小檗碱片

Yansuan Xiaobojian Pian

## Berberine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸小檗碱( $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为黄色片、糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显黄色。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于盐酸小檗碱 0.1g),加水 10ml,缓缓加热使盐酸小檗碱溶解,滤过,取滤液,照盐酸小檗碱项下的鉴别(1)、(2)、(4)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 第一法)测定。

溶出条件 以水 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 120 转,依法操作,经 45 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,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸小檗碱  $5\mu g$  的溶液,摇匀。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 263nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 724 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,如为糖衣片,除去糖衣,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于盐酸小檗碱 40mg),置 100ml 量瓶中,加沸水适量使盐酸小檗碱溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液约 8ml,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 取盐酸小檗碱对照品适量,精密称定,用沸水溶解,放冷,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸小檗碱(按  $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$  计)40 $\mu g$  的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液[0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液和 0.05mol/L 庚烷磺酸钠溶液(1:1),含 0.2% 三乙胺,并用磷酸调节 pH 值至 3.0]-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积为 20 $\mu l$ 。

系统适用性要求 理论板数按小檗碱峰计算不低于 3000,小檗碱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】 同盐酸小檗碱。

【规格】 (1)0.025g (2)0.05g (3)0.1g (4)0.15g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸小檗碱胶囊

Yansuan Xiaobojian Jiaonang

## Berberine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸小檗碱( $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为黄色粉末或颗粒。

【鉴别】 取本品内容物适量(约相当于盐酸小檗碱 0.1g),加水 10ml,缓缓加热使盐酸小檗碱溶解,滤过,照下述方法试验。

(1)取滤液 5ml,加氢氧化钠试液 2 滴,显橙红色,放冷,加丙酮 4 滴,即发生浑浊,放置后,生成黄色沉淀;取上清液,加丙酮 1 滴,如仍发生浑浊,再加丙酮适量使沉淀完全,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

(2)取滤液 0.5ml,加稀盐酸 2ml,搅拌,加漂白粉少量,即显樱红色。

(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】 水分 取本品内容物,混合均匀,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 以水 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 120 转,依法操作,经 45 分钟时取样。

测定法 取溶出液适量,滤过,取续滤液 2ml,置 25ml 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 263nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 724 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(约相当于盐酸小檗碱 40mg),置 100ml 量瓶中,加沸水适量,使盐酸小檗碱溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液约 8ml,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 取盐酸小檗碱对照品适量,精密称定,加沸水溶解,放冷,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸小檗碱(按  $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$  计)32 $\mu g$  的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液[0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液和 0.05mol/L 庚烷磺酸钠溶液(1:1),含 0.2% 三乙胺,并用磷酸调节 pH 值至 3.0]-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积 20 $\mu l$ 。

系统适用性要求 理论板数按小檗碱峰计算不低于



3000, 小柴碱峰与相邻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。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同盐酸小柴碱。

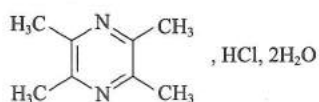
【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光, 密封保存。

## 盐酸川芎嗪

Yansuan Chuanxiongqin

Ligustrazine Hydrochloride



$C_8H_{12}N_2 \cdot HCl \cdot 2H_2O$  208.69

本品为 2,3,5,6-四甲基吡嗪盐酸盐二水合物。按无水物计算, 含  $C_8H_{12}N_2 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在水中易溶, 在乙醇和三氯甲烷中溶解。

**熔点** 取本品, 不经干燥, 依法测定(通则 0612), 熔点为 86.5~90℃。

【鉴别】 (1) 取本品约 10mg, 加水 5ml 溶解后, 加碘化铋钾试液 2 滴, 即生成橙红色沉淀。

(2) 取本品, 加水制成每 1ml 中约含 12μg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 295nm 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 1098 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】 **氯化物** 取本品 0.15g, 精密称定, 加水 25ml 溶解后, 加溴酚蓝指示液 5 滴, 用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定, 至溶液显灰紫色。每 1ml 的硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 3.545mg 的 Cl, 含氯化物应为 16.5%~17.5%。

**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 1ml, 置 200ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

**系统适用性溶液** 取盐酸川芎嗪 2mg 与杂质 I 对照品 12mg, 置同一 100ml 量瓶中, 加甲醇 2ml 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-水(45:55)为流动相; 检测波长为 295nm; 进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中, 理论板数按川芎嗪峰计算不低于 2000, 川芎嗪峰与杂质 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(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 0.5g, 精密称定, 置顶空瓶中, 精密加入水 5ml 使溶解, 密封。

**对照品溶液** 取丙酮约 50mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5ml, 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; 起始温度为 50℃, 维持 5 分钟, 再以每分钟 50℃ 的速率升温至 180℃, 维持 2 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, 理论板数按丙酮峰计算不低于 1000。

**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。

**水分** 取本品, 照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定, 水分应为 16.5%~18.5%。

**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】 取本品约 0.15g, 精密称定, 加醋酐 40ml, 照电位滴定法(通则 0701), 用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 17.27mg 的  $C_8H_{12}N_2 \cdot HCl$ 。

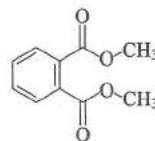
【类别】 血管扩张药。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

【制剂】 盐酸川芎嗪注射液

附:

杂质 I



$C_{10}H_{10}O_4$  194.18

邻苯二甲酸二甲酯

## 盐酸川芎嗪注射液

Yansuan Chuanxiongqin Zhushuye

## Ligustrazine Hydrochloride Injection

本品为盐酸川芎嗪的灭菌水溶液。含盐酸川芎嗪( $C_8H_{12}N_2 \cdot HCl \cdot 2H_2O$ )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)取本品约 10ml,加碘化铋钾试液 2 滴,即生成橘红色沉淀。

(2)取本品,用水稀释制成每 1ml 中约含盐酸川芎嗪 0.02mg 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。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 2.0~3.0(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,用水稀释制成每 1ml 中含盐酸川芎嗪 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、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸川芎嗪有关物质项下。

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的主峰面积(0.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸川芎嗪中含内毒素的量应小于 3.75EU。

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(约相当于盐酸川芎嗪 10mg),置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸川芎嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 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】 同盐酸川芎嗪。

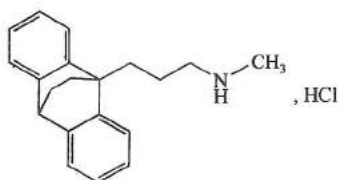
【规格】 (1)2ml:40mg (2)10ml:40mg

【贮藏】 遮光,密闭,在阴凉处保存。

## 盐酸马普替林

Yansuan Maputilin

## Maprotiline Hydrochloride


 $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$  313.87

本品为 *N*-甲基-9,10-桥亚乙基苾-9(10*H*)-丙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭。

本品在甲醇或三氯甲烷中易溶,在水中微溶,在正庚烷中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加水 5ml 溶解后,加碘化铋钾试液数滴,即生成橙黄色沉淀。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 264nm 与 271nm 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 634 图)一致。

(4)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 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 20mg 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 0.2mg 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 0.1mg 的溶液。

对照溶液(3) 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 0.05mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板(预先用三氯甲烷展开,并在 100℃干燥 30 分钟),以异丁醇-乙酸乙酯-2mol/L 氢氧化铵溶液(6:3:1)为展开剂(层析缸底部放一盛有浓氨溶液 4ml 的小烧杯,加入展开剂并预先平衡 1 小时)。

测定法 吸取上述四种溶液各 15μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,将薄层板置浓盐酸蒸气中熏 30 分钟,取出,置紫外光灯(254nm)下照射 10 分钟后,在紫外光灯(365nm)下检视。

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(1)~(3)所显的主斑点比较,杂质总量不得



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%(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 25ml 与醋酸汞试液 5ml 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 31.39mg 的  $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ 。

**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 盐酸马普替林片

## 盐酸马普替林片

Yansuan Maputilin Pian

### Maprotiline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸马普替林( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )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,加水适量,振摇使盐酸马普替林溶解,滤过,取滤液照盐酸马普替林项下的鉴别(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】 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 第一法)测定。

**溶出条件** 以盐酸溶液(9→10000)500ml 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** 取盐酸马普替林对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 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 10 片,分别置 50ml 量瓶中,加流动

相适量,超声 10 分钟并充分振摇使盐酸马普替林溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸马普替林对照品适量,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。

**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 10.5g 与三乙胺 2ml,加水 1000ml 使溶解,用稀硫酸调节 pH 值至 4.0)-甲醇(40:60)为流动相;检测波长为 230nm;柱温为 35℃;进样体积 10μl。

**系统适用性要求** 理论板数按马普替林峰计算不低于 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每片的含量,求出平均含量。

**【类别】** 同盐酸马普替林。

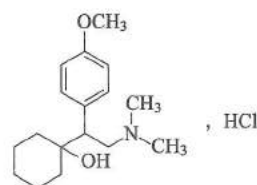
**【规格】** 25mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸文拉法辛

Yansuan Wenlafaxin

### Venlafaxine Hydrochloride



$C_{17}H_{27}NO_2 \cdot HCl$  313.87

本品为(±)-1-[2-(N,N-二甲氨基)-1-(4-甲氧苯基)乙基]环己醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{27}NO_2 \cdot HCl$  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,在乙醇中溶解,在乙醚中几乎不溶,在稀盐酸中易溶。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg,加枸橼酸-醋酐试液约 0.5ml,摇匀,置沸水浴中加热数分钟,即显血红色。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 225nm 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 1265 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 0.50g,加水 10ml 溶解后,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,加流动相溶解并制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1mol/L 磷酸二氢钾溶液(25:75)为流动相;检测波长为 225nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按文拉法辛峰计算不低于 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 0.1 倍(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.2%)。

**残留溶剂** 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

**供试品溶液** 取本品约 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加 50%N,N-二甲基甲酰胺溶液 2ml 使溶解,密封。

**对照品溶液** 分别取甲醇、乙醇、乙醚、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、四氢呋喃、环己烷与甲苯各适量,精密称定,用 50%N,N-二甲基甲酰胺溶液定量稀释制成每 1ml 中分别含甲醇 0.15mg、乙醇 0.25mg、乙醚 0.25mg、丙酮 0.25mg、异丙醇 0.25mg、二氯甲烷 30 $\mu$ g、正己烷 14.5 $\mu$ g、乙酸乙酯 0.25mg、四氢呋喃 36 $\mu$ g、环己烷 0.194mg 与甲苯 44.5 $\mu$ g 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℃,维持 10 分钟,以每分钟 10℃的速率升温至 140℃,然后以每分钟 30℃的速率升温至 220℃,维持 2 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、乙醚、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、四氢呋喃、环己烷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二十。

**【含量测定】** 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 10ml 与醋酐 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 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 31.39mg 的

C<sub>17</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>2</sub>·HCl。

**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

**【制剂】** (1)盐酸文拉法辛胶囊 (2)盐酸文拉法辛缓释片

## 盐酸文拉法辛胶囊

Yansuan Wenlafaxin Jiaonang

### Venlafaxine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸文拉法辛(C<sub>17</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>2</sub>·HCl)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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸文拉法辛 20 $\mu$ g 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 225nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品内容物适量,加水溶解,滤过,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** 取本品细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸文拉法辛 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。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸文拉法辛有关物质项下。

**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%)。

**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(25mg 规格),或精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸文拉法辛 28 $\mu$ g 的溶液(50mg 规格)。

**对照品溶液** 取盐酸文拉法辛对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 28 $\mu$ 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,混匀,精密称取适量(约相当于盐酸文拉法辛 5mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸文拉法辛溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸文拉法辛对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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】 同盐酸文拉法辛。

【规格】 (1)25mg (2)50mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

## 盐酸文拉法辛缓释片

Yansuan Wenlafaxin Huanshipian

Venlafaxine Hydrochloride

Sustained-release Tablets

本品含盐酸文拉法辛( $C_{17}H_{27}NO_2 \cdot HCl$ )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】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸文拉法辛 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。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸文拉法辛有关物质项下。

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%)。

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 2 小时、4 小时、6 小时、8 小时、12 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 2 小时、4 小时、6 小时、8 小时、12 小时时的溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸文拉法辛对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 100 $\mu$ g(75mg 规格)或 50 $\mu$ g(37.5mg 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 274nm 的波长处分别测定吸光度,分别计算每片在不同时间的溶出量。

限度 每片在 2 小时、4 小时、6 小时、8 小时和 12 小时时的溶出量应分别为标示量的 25% 以下、25%~50%、40%~65%、55%~80% 和 75% 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 20 片,除去包衣,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于盐酸文拉法辛 5mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸文拉法辛溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸文拉法辛对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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】 同盐酸文拉法辛。

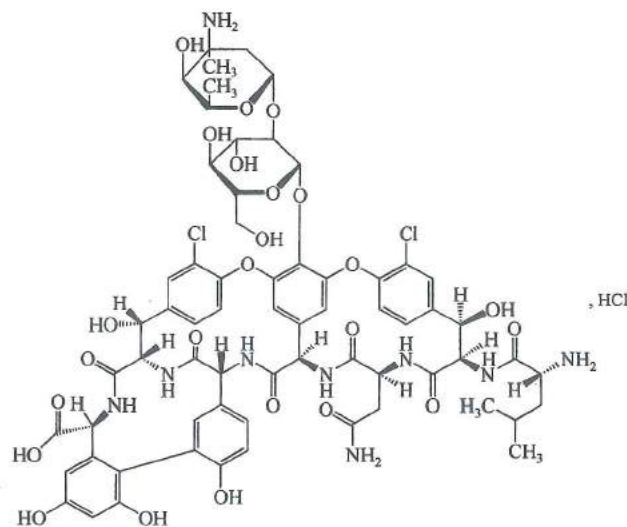
【规格】 (1)37.5mg (2)75mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

## 盐酸去甲万古霉素

Yansuan Qujiawangumeisu

Norvancomycin Hydrochloride



$C_{65}H_{78}Cl_2N_9O_{24} \cdot HCl$  1471.71

本品为 (Sa)-(3S, 6R, 7R, 22R, 23S, 26S, 36R, 38aR)-44-[2-O-(3-氨基-2,3,6-三脱氧-3-C-甲基- $\alpha$ -L-来苏- $\beta$ -吡喃

糖基)-β-D-葡吡喃糖基]氧]-3-(氨基甲酰基甲基)-10,19-二氢-2,3,4,5,6,7,23,24,25,26,36,37,38,38a-十四氢-7,22,28,30,32-五羟基-6-[(2R)-4-甲基-2-(氨基)戊酰氨基]-2,5,24,38,39-五氧代-22H-8,11:18,21-二亚乙烯基-23,36-(亚氨基亚甲基)-13,16:31,35-二亚甲基-1H,16H-[1,6,9]噁二氮杂环十六基[4,5-m][10,2,16]-苯并氧杂二氮杂环二十四素-26-羧酸盐。按无水物计算,含去甲万古霉素( $C_{65}H_{73}Cl_2N_9O_{24}$ )不得少于 88.0%。

【性状】 本品为白色至淡棕色粉末;无臭。

本品在水中易溶,在甲醇中微溶,在丙酮、丁醇或乙醚中不溶;在溶液中能被多种重金属盐类沉淀。

【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 盐酸溶液制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 280nm 的波长处有最大吸收。

(3)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,加水制成每 1ml 中含 50mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.8~4.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.30g,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。

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;以三乙胺缓冲液(取三乙胺 6ml,加水 2000ml,用磷酸调节 pH 值至 3.2)-乙腈-四氢呋喃(96:3:1)为流动相 A,以三乙胺缓冲液-乙腈-四氢呋喃(70:29:1)为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;检测波长为 280nm;进样体积为 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
23	100	0
38	0	100
40	0	100
41	100	0
50	100	0

系统适用性要求 适当调整流动相 A 中乙腈的量,使去甲万古霉素主峰的保留时间控制在 18~22 分钟。理论板数按去甲万古霉素峰计算不低于 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。

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 4 倍(4.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 12 倍(12.0%)。

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 不得过 1.0%(通则 0841)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 去甲万古霉素中含内毒素的量应小于 0.25EU。(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 中约含去甲万古霉素 1mg 的溶液。

对照品溶液 取去甲万古霉素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含去甲万古霉素 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出供试品中  $C_{65}H_{73}Cl_2N_9O_{24}$  的含量。每 1mg 的  $C_{65}H_{73}Cl_2N_9O_{24}$  相当于 1000 去甲万古霉素单位。

【类别】 肽类抗生素。

【贮藏】 严封,在凉暗处保存。

【制剂】 注射用盐酸去甲万古霉素

## 注射用盐酸去甲万古霉素

Zhusheyong Yansuan Qujiawangumeisu

### Norvancomycin Hydrochloride for Injection

本品为盐酸去甲万古霉素的无菌粉末或无菌冻干品。按无水物计算,含去甲万古霉素( $C_{65}H_{73}Cl_2N_9O_{24}$ )不得少于 88.0%;按平均装量计算,含去甲万古霉素( $C_{65}H_{73}Cl_2N_9O_{24}$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至淡棕色粉末或冻干块状物。

【鉴别】 取本品,照盐酸去甲万古霉素项下的鉴别试验,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 50mg 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。

供试品溶液 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含去甲万古霉素 2mg 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、测定法与限度** 见盐酸去甲万古霉素有关物质项下。

**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 7.0%。

**酸度、细菌内毒素与无菌** 照盐酸去甲万古霉素项下的方法检查, 均应符合规定。

**其他** 除装量差异限度不得过±7%外, 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 中约含去甲万古霉素 1mg 的溶液。

**对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求** 见盐酸去甲万古霉素含量测定项下。

**测定法** 见盐酸去甲万古霉素含量测定项下。每 1mg 的  $C_{65}H_{73}Cl_2N_9O_{24}$  相当于 1000 去甲万古霉素单位。

**【类别】** 同盐酸去甲万古霉素。

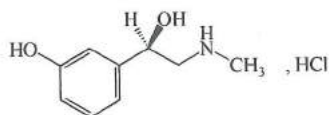
**【规格】** 0.4g(40 万单位)(按  $C_{65}H_{73}Cl_2N_9O_{24}$  计)

**【贮藏】** 密闭, 在凉暗处保存。

## 盐酸去氧肾上腺素

Yansuan Quyangshenshangxiansu

Phenylephrine Hydrochloride



$C_9H_{13}NO_2 \cdot HCl$  203.67

本品为(R)-(-)- $\alpha$ -[(甲氨基)甲基]-3-羟基苯甲醇盐酸盐。

按干燥品计算, 含  $C_9H_{13}NO_2 \cdot HCl$  应为 98.5%~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, 在三氯甲烷或乙醚中不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 140~145℃。

**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-42°至-47°。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg, 加水 1ml 溶解后, 加硫酸铜试液 1 滴与氢氧化钠试液 1ml, 摇匀, 即显紫色; 加乙醚 1ml 振摇, 乙醚层应不显色。

(2)取本品约 10mg, 加水 1ml 溶解后, 加三氯化铁试液 1 滴, 即显紫色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 819 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 0.50g, 加水 50ml 溶解后, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 4.5~5.5。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.20g, 加水 10.0ml 使溶解, 溶液应澄清无色。

**酮体** 取本品 2.0g, 置 100ml 量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 取 10ml, 置 50ml 量瓶中, 用 0.01mol/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 310nm 的波长处测定吸光度, 不得大于 0.20。

**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, 加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量, 用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.10mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板, 以异丙醇-三氯甲烷-浓氨溶液(80:5:15)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照溶液各 10 $\mu$ l, 分别点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 喷以重氮苯磺酸试液使显色。

**限度** 供试品溶液如显杂质斑点, 与对照溶液的主斑点比较, 颜色不得更深(0.5%)。

**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 0.2%(通则 0841)。

**【含量测定】** 取本品约 0.1g, 精密称定, 置碘瓶中, 加水 20ml 使溶解, 精密加溴滴定液(0.05mol/L) 50ml, 再加盐酸 5ml, 立即密塞, 放置 15 分钟并时时振摇, 注意微开瓶塞, 加碘化钾试液 10ml, 立即密塞, 振摇后, 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 3.395mg 的  $C_9H_{13}NO_2 \cdot HCl$ 。

**【类别】**  $\alpha$  肾上腺素受体激动药。

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

**【制剂】** 盐酸去氧肾上腺素注射液

## 盐酸去氧肾上腺素注射液

Yansuan Quyangshenshangxiansu Zhushhey

Phenylephrine Hydrochloride Injection

本品为盐酸去氧肾上腺素的灭菌水溶液。含盐酸去氧肾上腺素( $C_9H_{13}NO_2 \cdot HCl$ )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, 照盐酸去氧肾上腺素项下的鉴别(1)试验, 显相同的反应。

(2)取有关物质项下的供试品溶液, 另取盐酸去氧肾上腺素对照品适量, 加甲醇制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液, 作为对照品溶液。照有关物质项下的方法试验, 自“照薄层色谱法

(通则 0502) 试验”起, 同法操作。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。

(3) 本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 3.0~5.0(通则 0631)。

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, 置水浴上蒸干, 加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸去氯羟嗪 20mg 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 0.20mg 的溶液。

色谱条件与测定法 见盐酸去氯羟嗪有关物质项下。

限度 供试品溶液如显杂质斑点, 与对照溶液的主斑点比较, 颜色不得更深(1.0%)。

细菌内毒素 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1mg 盐酸去氯羟嗪中含内毒素的量应小于 25EU。供鞘内注射用应小于 4.0EU。

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 5ml, 置碘瓶中, 加稀盐酸 1ml, 小心煮沸至近干, 放冷, 加水 20ml, 精密加溴滴定液(0.05mol/L) 25ml, 再加盐酸 2ml, 立即密塞, 摇匀, 放置 15 分钟并时时振摇, 注意微开瓶塞, 加碘化钾试液 7ml, 立即密塞, 振摇后, 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 3.395mg 的  $C_{21}H_{28}N_2O_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸去氯羟嗪。

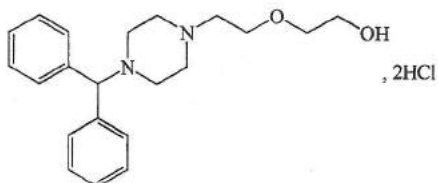
【规格】 1ml: 10mg

【贮藏】 遮光, 密闭保存。

## 盐酸去氯羟嗪

Yansuan Qulüqiangqin

Decloxizine Hydrochloride



$C_{21}H_{28}N_2O_2 \cdot 2HCl$  413.39

本品为 2-[2-[4-(二苯基甲基)-1-哌嗪基]乙氧基]乙醇二盐酸盐。按干燥品计算, 含  $C_{21}H_{28}N_2O_2 \cdot 2HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末; 无臭; 有引湿性。

本品在水中极易溶解, 在乙醇中易溶, 在三氯甲烷中略溶, 在丙酮中极微溶解, 在乙醚中不溶。

【鉴别】 (1) 取本品约 20mg, 置干燥试管中, 加丙二酸 30mg 与醋酐 0.5ml, 加热, 即显红棕色。

(2) 取本品, 加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401) 测定, 在 225nm 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 820 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】 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 0.8mg 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 8 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-水-三乙胺(42:58:0.5)(用磷酸调节 pH 值至 3.0) 为流动相; 检测波长为 225nm; 进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按去氯羟嗪峰计算不低于 4000, 去氯羟嗪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 3.5 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 $^{\circ}$ 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)。

重金属 取本品 0.50g, 加水少许溶解后, 加稀醋酸 2ml, 用水稀释至 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 0.15g, 精密称定, 加冰醋酸 15ml 溶解后, 加醋酸汞试液 5ml 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 20.67mg 的  $C_{21}H_{28}N_2O_2 \cdot 2HCl$ 。

【类别】 抗组胺药。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

【制剂】 盐酸去氯羟嗪片

## 盐酸去氯羟嗪片

Yansuan Qulüqiangqin Pian

Decloxizine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸去氯羟嗪( $C_{21}H_{28}N_2O_2 \cdot 2HCl$ ) 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; 易吸湿。

【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 224nm 的波长处有最大吸收。

(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】 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(约相当于盐酸去氯羟嗪 20mg),置 25ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸去氯羟嗪溶解,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 中含 8 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸去氯羟嗪有关物质项下。

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%)。

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(约相当于盐酸去氯羟嗪 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,振摇使盐酸去氯羟嗪溶解并用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸去氯羟嗪对照品适量,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 20 $\mu$ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 224nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸去氯羟嗪。

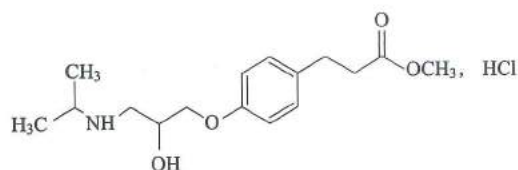
【规格】 (1)25mg (2)50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸艾司洛尔

Yansuan Aisiluo'er

Esmolol Hydrochloride



$C_{16}H_{25}NO_4 \cdot HCl$  331.84

本品为 4-[2-羟基-3-(异丙氨基)丙氧基]苯基丙酸甲酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{16}H_{25}NO_4 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在乙醇或三氯甲烷中易溶,在乙酸

乙酯中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 85~92℃(测定时,每分钟上升的温度为 0.5℃)。

【鉴别】 (1)取本品约 0.3g,加水 1ml 溶解后,加盐酸羟胺试液 2ml 与 28% 氢氧化钾乙醇溶液 1ml,加热至沸,放冷,加稀盐酸使成酸性,滴加三氯化铁试液,溶液即显紫红色。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 222nm 与 274nm 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 635 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 1.0g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.5~4.5。

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,不得更浓;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。

硫酸盐 取本品 0.50g,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(0.03%)。

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 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 2 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸艾司洛尔约 10mg,置 10ml 量瓶中,加 1mol/L 盐酸溶液 1ml,放置 30 分钟,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml 中和,用流动相 A 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(CAPCELL PAK C18 MG Ⅲ柱,4.6mm×250mm,5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以乙腈-甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 3.0g,加水溶解并稀释至 650ml)(15:20:65)为流动相 A,以甲醇为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;检测波长为 222nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
15	100	0
30	65	35
50	65	35
51	100	0
58	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,艾司洛尔峰保留时间约为 12 分钟,杂质 I 相对保留时间约为 0.35。



**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 1.5 倍(0.3%),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%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计(0.02%)。

**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 1.0g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加 *N,N*-二甲基乙酰胺适量溶解并稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 分别取甲醇、乙醚、乙酸乙酯与甲苯各适量,精密称定,用 *N,N*-二甲基乙酰胺适量溶解并定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 30 $\mu$ g、乙醚 200 $\mu$ g、乙酸乙酯 500 $\mu$ g 与甲苯 90 $\mu$ g 的混合溶液。

**色谱条件** 以聚乙二醇为固定液;初始温度为 40 $^{\circ}$ C,维持 6 分钟,以每分钟 30 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C,维持 2 分钟;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C;进样体积 1 $\mu$ 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,甲醇的残留量不得过 0.03%,乙醚的残留量不得过 0.2%,乙酸乙酯与甲苯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** 不得过 0.1%(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二十。

**【含量测定】** 取本品约 0.25g,精密称定,加醋酐 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 33.18mg 的  $C_{15}H_{23}NO_4 \cdot HCl$ 。

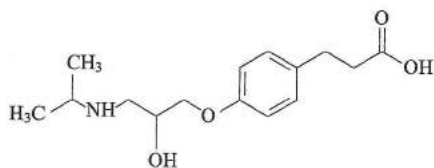
**【类别】**  $\beta$  肾上腺素受体阻断药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 注射用盐酸艾司洛尔

附:

杂质 I



$C_{15}H_{23}NO_4$  281.35

4-[2-羟基-3-(异丙氨基)丙氧基]苯基丙酸

## 注射用盐酸艾司洛尔

Zhusheyong Yansuan Aisiluo'er

### Esmolol Hydrochloride for Injection

本品为盐酸艾司洛尔与适量赋形剂制成的无菌冻干品。按平均装量计算,含盐酸艾司洛尔( $C_{15}H_{23}NO_4 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

**【鉴别】** (1)取本品适量(约相当于盐酸艾司洛尔 0.3g),加水 1ml 溶解后,加盐酸羟胺试液 2ml 与 28%氢氧化钾乙醇溶液 1ml,加热至沸,放冷,加稀盐酸使成酸性,滴加三氯化铁试液,溶液即显紫红色。

(2)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸艾司洛尔 0.1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 222nm 与 274nm 的波长处有最大吸收,在 245nm 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】 酸度** 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸艾司洛尔 20mg 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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸艾司洛尔 20mg 的溶液,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。

**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 中约含盐酸艾司洛尔 1.0mg 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 中约含盐酸艾司洛尔 2 $\mu$ 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盐酸艾司洛尔有关物质项下。

**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 1.5 倍(0.3%),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%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计(0.02%)。

**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 1.0%(通则 0831)。

**热原** 取本品,加 0.9%无热原氯化钠灭菌注射用水溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸艾司洛尔 2mg 的溶液,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 缓慢注射 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。

**供试品溶液** 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加水使盐酸艾司洛尔溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸



艾司洛尔 50 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸艾司洛尔对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸艾司洛尔 50 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 3.0g,加水溶解并稀释至 650ml)(15:20:65)为流动相;流速为每分钟 1.0ml;检测波长为 222nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按艾司洛尔峰计算不低于 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】 同盐酸艾司洛尔。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸可卡因

Yansuan Kekayin

Cocaine Hydrochloride



$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HCl$  339.82

本品为 8-甲基-3-(苯甲酰氧基)-8-氮杂双环[3.2.1]辛烷-2-甲酸甲酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在乙醇中易溶,在三氯甲烷中溶解,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 中含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-71^{\circ}$  至  $-73^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,置试管中,加硫酸 1ml,置水浴中加热 5 分钟,趁热沿管壁小心加水 2ml,即发生苯甲酸甲酯的香气;放冷后,渐渐析出苯甲酸的结晶。

(2)取本品的水溶液(1 $\rightarrow$ 50)5ml,加三氧化铬溶液(1 $\rightarrow$ 20)5 滴,即生成黄色的沉淀,振摇即溶解;再加盐酸 1ml,即生成持久的橙黄色沉淀。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 326 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 0.50g,加水 10ml 溶解后,加甲基红指示液 1 滴,如显红色,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L) 0.50ml,应变为黄色。

**肉桂酰可卡因与其他易氧化物** 取本品 0.10g,加水 5ml

溶解后,加 5% 硫酸溶液 0.3ml 与高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)0.10ml,密塞,在 15~20 $^{\circ}$ C 的暗处放置 30 分钟,紫色不得完全消失。

**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)。

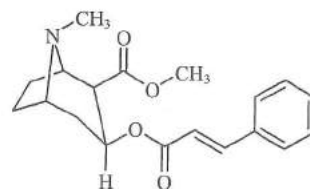
【含量测定】 取本品 0.3g,精密称定,加冰醋酸 10ml 溶解后,加醋酸汞试液 5ml 与结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显纯蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 33.98mg 的  $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ 。

【类别】 局麻药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

附:

肉桂酰可卡因



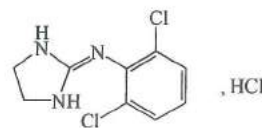
$C_{19}H_{23}NO_4$  329.39

(1R,2R,3S,5S)-8-甲基-3-[[*(E)*-3-苯丙烯酰基]氧基]-8-氮杂双环[3.2.1]辛烷-2-羧酸甲酯

## 盐酸可乐定

Yansuan Keleding

Clonidine Hydrochloride



$C_9H_9Cl_2N_2 \cdot HCl$  266.56

本品为 2-[(2,6-二氯苯基)亚氨基]咪唑烷盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_9H_9Cl_2N_2 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水或乙醇中溶解,在三氯甲烷中极微溶解,在乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 1mg,加水 2ml 溶解后,加新制的 5% 亚硝基铁氰化钠溶液 1ml、氢氧化钠试液 2ml 与碳酸氢钠 1g,振摇后,溶液变为紫色,放置后颜色更深。

(2)取本品,加 0.01mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 与 279nm 的波长处有最大吸收,其吸光度分别约为 0.55 与 0.47。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 327 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 0.10g,加水 10ml,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.0。

溶液的澄清度 取本品 0.10g,加水 10ml 使溶解,溶液应澄清。

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 50 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正丁醇-水-冰醋酸 [(4:5:1),振摇,静置分层后,取上层液滤过]为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 3 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以稀碘化铋钾试液后,立即轻轻喷洒 5%亚硝酸钠溶液适量。

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,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

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二十。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加冰醋酸 10ml 与醋酸汞试液 3ml,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 26.66mg 的  $C_9H_9Cl_2N_3 \cdot HCl$ 。

【类别】 抗高血压药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸可乐定片 (2)盐酸可乐定注射液  
(3)盐酸可乐定滴眼液

## 盐酸可乐定片

Yansuan Keleding Pian

Clonidine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸可乐定( $C_9H_9Cl_2N_3 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸可乐定 0.25mg),加水 5ml 使盐酸可乐定溶解,加 30%氢氧化钠溶液 1ml,振摇,加乙醚 5ml,振摇,分取乙醚液,俟挥发至约 0.5ml 时,取乙醚液 1 滴,滴在沾有新制的碱性亚硝基铁氰化钠溶液

(取亚硝基铁氰化钠 0.2g,加水 4ml 与氢氧化钠试液 1ml,混匀)的干燥滤纸上,再加 8%碳酸氢钠溶液 1 滴,即生成紫色斑点。

(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对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇 30 分钟使盐酸可乐定溶解,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(约相当于盐酸可乐定 0.15mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇 30 分钟使盐酸可乐定溶解,加流动相稀释至刻度,滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸可乐定对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 3 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.22%辛烷磺酸钠-甲醇-磷酸[(500:500:1),用 1mol/L 氢氧化钠溶液或磷酸调节 pH 值至 3.0]为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 50 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按可乐定峰计算不低于 3500,拖尾因子不得过 1.5。

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。

【类别】 同盐酸可乐定。

【规格】 (1)75 $\mu$ g (2)0.1mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸可乐定注射液

Yansuan Keleding Zhusheye

Clonidine Hydrochloride Injection

本品为盐酸可乐定的灭菌水溶液。含盐酸可乐定( $C_9H_9Cl_2N_3 \cdot HCl$ )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 6ml,置水浴上蒸发至约 2ml,照盐酸可乐定项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品 5ml,加 1mol/L 盐酸溶液 1 滴,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 与 279nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 pH 值 应为 4.0~6.0(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** 取盐酸可乐定对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 3μg 的溶液。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂; 以 0.22% 辛烷磺酸钠-甲醇-磷酸[(500:500:1), 用 1mol/L 氢氧化钠溶液或磷酸调节 pH 值至 3.0] 为流动相; 检测波长为 220nm; 进样体积 50μl。

**系统适用性要求** 理论板数按可乐定峰计算不低于 3500, 拖尾因子不得过 1.5。

**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。

**【类别】** 同盐酸可乐定。

**【规格】** 1ml: 0.15mg

**【贮藏】** 遮光, 密闭保存。

## 盐酸可乐定滴眼液

Yansuan Keleding Diyanye

### Clonidine Hydrochloride Eye Drops

本品含盐酸可乐定( $C_9H_9Cl_2N_3 \cdot HCl$ )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 0.5ml, 加水 2ml, 摇匀后, 照盐酸可乐定项下的鉴别(1)项试验, 显相同的反应。

(2) 取本品溶液, 加 0.01mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中含 0.3mg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 272nm 与 279nm 的波长处有最大吸收。

**【检查】 pH 值** 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

**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, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中含盐酸可乐定 2.5μg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸可乐定对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.5μg 的溶液。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂; 以 0.22% 辛烷磺酸钠-甲醇-磷酸[(500:500:1), 用 1mol/L 氢氧化钠溶液或磷酸调节 pH 值至 3.0] 为流动相; 检测波长为 220nm; 进样体积 50μl。

**系统适用性要求** 理论板数按可乐定峰计算不低于 3500, 拖尾因子不得过 1.5。

**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。

**【类别】** 眼科用药。

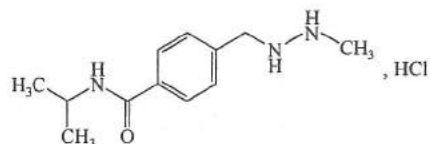
**【规格】** 5ml: 12.5mg

**【贮藏】** 遮光, 密闭保存。

## 盐酸丙卡巴肼

Yansuan Bingkabajing

### Procabazine Hydrochloride



$C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$  257.76

本品为 *N*-(1-甲基乙基)-4-[(2-甲基苯基)甲基]苯甲酰胺盐酸盐。按干燥品计算, 含  $C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$  不得少于 98.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末。

本品在水中易溶, 在乙醇中略溶, 在乙醚中几乎不溶。

**【鉴别】** (1) 取本品约 10mg, 加水溶解后, 加碳酸钠试液 1ml 与高锰酸钾试液数滴, 振摇后, 高锰酸钾的颜色即消失。

(2) 取本品, 用 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 232nm 的波长处有最大吸收, 吸光度约为 0.49。

(3) 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 1.0g, 加水 100ml 使溶解, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 3.0~4.0。

**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】** 取本品约 0.25g, 精密称定, 加水 50ml 溶解后, 加硝酸 3ml, 精密加硝酸银滴定液(0.1mol/L) 20ml, 再加邻苯二甲酸二丁酯约 3ml, 强力振摇后, 加硫酸铁铵指示液 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 25.78mg 的  $C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$ 。

**【类别】** 抗肿瘤药。

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

**【制剂】** 盐酸丙卡巴肼肠溶片

## 盐酸丙卡巴肼肠溶片

Yansuan Bingkabajing Changrongpian

### Procabazine Hydrochloride Enteric-coated Tablets

本品含盐酸丙卡巴肼( $C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为肠溶糖衣片, 除去包衣后显白色。

**【鉴别】** (1) 取本品细粉适量(约相当于盐酸丙卡巴肼 50mg), 加水 20ml, 振摇, 使盐酸丙卡巴肼溶解, 滤过, 滤液

照盐酸丙卡巴肼项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的反应。

(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 中含盐酸丙卡巴肼 10 $\mu$ g 的溶液,滤过,滤液照紫外-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】应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】取本品 20 片(50mg 规格)或 40 片(25mg 规格),除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸丙卡巴肼 0.25g),照盐酸丙卡巴肼含量测定项下的方法,自“加水 50ml 溶解后”起,依法测定。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 25.78mg 的  $C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$ 。

【类别】同盐酸丙卡巴肼。

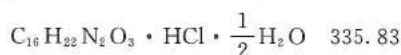
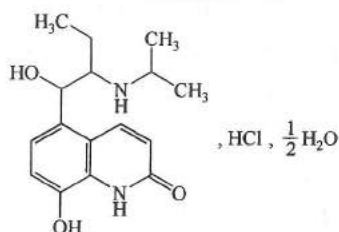
【规格】(1)25mg (2)50mg

【贮藏】遮光,密封保存。

### 盐酸丙卡特罗

Yansuan Bingkateluo

Procaterol Hydrochloride



本品为 5-(1-羟基-2-异丙氨基丁基)-8-羟基喹诺酮盐酸盐半水合物。按无水物计算,含  $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水或甲醇中溶解,在乙醇中微溶,在乙醚中几乎不溶;在甲酸中溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 193~198℃,熔融时同时分解。

【鉴别】(1)取本品约 2mg,加水 5ml 使溶解,加三氯化铁试液 1 滴,溶液显深绿色。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 7 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 234nm、259nm 与 295nm 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 637 图)一致。

(4)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【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 4.0~5.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50g,加水 15ml 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 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。

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(取磷酸二氢钠 11.04g,加水 1000ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.1 $\pm$ 0.05)-甲醇(83:17)为流动相;检测波长为 259nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按丙卡特罗峰计算不低于 2500,丙卡特罗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,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%)。

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 2.5%~3.3%。

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,加少量水,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 第二法),应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】取本品约 0.25g,精密称定,加甲酸 2ml,加热溶解,精密加高氯酸滴定液(0.1mol/L)15ml 与醋酐 1ml,置水浴上加热 30 分钟,冷却后,加醋酐 60ml,照电位滴定法(通则 0701),用醋酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 32.68mg 的  $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$ 。

【类别】 $\beta_2$  肾上腺素受体激动药。

【贮藏】遮光,密封保存。

【制剂】(1)盐酸丙卡特罗片 (2)盐酸丙卡特罗胶囊

### 盐酸丙卡特罗片

Yansuan Bingkateluo Pian

Procaterol Hydrochloride Tablets

本品含盐酸丙卡特罗(按  $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  计)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(约相当于盐酸丙卡特罗,按  $C_{15}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  计 0.25mg),加盐酸溶液(1→6)4ml,充分振摇,使盐酸丙卡特罗溶解,滤过,取滤液,加亚硝酸钠结晶 10mg,振摇溶解,加氢氧化钠溶液(1→5)1ml,应显橙黄色。

(2)取本品的细粉适量(约相当于盐酸丙卡特罗,按  $C_{15}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  计 0.1mg),加盐酸溶液(9→1000)20ml,充分振摇,使盐酸丙卡特罗溶解,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 259nm 与 295nm 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】 含量均匀度** 取本品 1 片,置 10ml 量瓶中,加流动相 5ml,充分振摇 10 分钟,使盐酸丙卡特罗溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取盐酸丙卡特罗对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 2.5 $\mu$ g(25 $\mu$ g 规格)或 5 $\mu$ g(50 $\mu$ g 规格)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** 以盐酸溶液(3→50000)100ml 为溶出介质,转速为每分钟 70 转,依法操作,经 10 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** 取盐酸丙卡特罗对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25 $\mu$ g(25 $\mu$ g 规格)或 0.5 $\mu$ g(50 $\mu$ g 规格)的溶液。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 100 $\mu$ 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 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 30 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸丙卡特罗,按  $C_{15}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  计 0.25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇,使盐酸丙卡特罗溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸丙卡特罗对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠 11.04g,加水 1000ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.1±0.05)-甲醇(83:17)为流动相;检测波长为 259nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按丙卡特罗峰计算不低于 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】** 同盐酸丙卡特罗。

**【规格】** 按  $C_{15}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  计 (1)25 $\mu$ g (2)50 $\mu$ g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸丙卡特罗胶囊

Yansuan Bingkateluo Jiaonang

### Procaterol Hydrochloride Capsules

本品含盐酸丙卡特罗(按  $C_{15}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  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颗粒或粉末。

**【鉴别】** (1)取本品的内容物适量(约相当于盐酸丙卡特罗,按  $C_{15}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  计 0.25mg),研细,加盐酸溶液(1→6)4ml,充分研磨,使盐酸丙卡特罗溶解,滤过,取滤液,加亚硝酸钠结晶 10mg,振摇溶解,加氢氧化钠溶液(1→5)1ml,摇匀,溶液应显橙黄色。

(2)取本品的内容物适量(约相当于盐酸丙卡特罗,按  $C_{15}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  计 0.1mg),加盐酸溶液(9→1000)20ml,充分振摇,使盐酸丙卡特罗溶解,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 259nm 与 295nm 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】 含量均匀度** 取本品 1 粒,将内容物倾入 10ml 量瓶中,加流动相 5ml,充分振摇 10 分钟,使盐酸丙卡特罗溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取盐酸丙卡特罗对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 2.5 $\mu$ 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** 以盐酸溶液(3→50000)100ml 为溶出介质,转速为每分钟 70 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,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸丙卡特罗对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 100 $\mu$ 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** 取本品 30 粒,精密称定,计算平均装量。取内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于盐酸丙卡特罗,按  $C_{15}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  计 0.25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相

适量,充分振摇,使盐酸丙卡特罗溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸丙卡特罗对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠 11.04g,加水 1000ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.1 $\pm$ 0.05)-甲醇(83:17)为流动相;检测波长为 259nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按丙卡特罗峰计算不低于 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】** 同盐酸丙卡特罗。

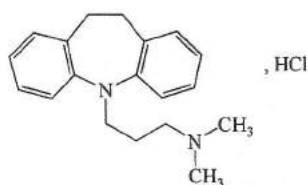
**【规格】** 25 $\mu$ g(按 C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·HCl 计)

**【贮藏】** 密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸丙米嗪

Yansuan Bingmiqin

Imipramine Hydrochloride



C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>·HCl 316.88

本品为 N,N-二甲基-10,11-二氢-5H-二苯并[b,f]氮杂草-5-丙胺盐酸盐。按干燥品计算,含 C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>·HCl 不得少于 98.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭或几乎无臭;遇光渐变色。

本品在水、乙醇或三氯甲烷中易溶,在乙醚中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 170~175℃。

**【鉴别】** (1)取本品约 5mg,加硝酸 2ml 溶解后,溶液即显深蓝色。

(2)取本品,加盐酸溶液(9→1000)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 251nm 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 638 图)一致。

(4)取本品约 50mg,加水溶解后,加氨试液使成碱性,滤过,滤液加硝酸使成酸性后,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】** 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 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 3 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

**酸度** 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.2~5.2。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**溶剂** 水-乙腈(11:9)。

**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 1ml,置 100ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取亚氨基联苄对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸去甲丙米嗪与盐酸丙米嗪对照品各适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 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 0.06mol/L 高氯酸钠溶液-乙腈-三乙胺(55:45:0.1)(用高氯酸调节 pH 值至 3.0)为流动相;流速为每分钟 1.5ml;柱温为 40℃;检测波长为 269nm;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,理论板数按丙米嗪峰计算不低于 2000,去甲丙米嗪峰与丙米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、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对照品溶液色谱图中亚氨基联苄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的 0.5 倍(0.5%),杂质总量不得过 1.0%。

**干燥失重** 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 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 10ml 与醋酐 25ml 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 31.69mg 的 C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>·HCl。

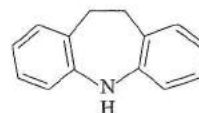
**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸丙米嗪片

附:

亚氨基联苄

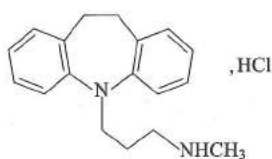


C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N 195.26

10,11-二氢-5H-二苯并[b,f]氮杂草



## 盐酸去甲丙米嗪


 $C_{18}H_{22}N_2 \cdot HCl$  302.85

N-甲基-10,11-二氢-5H-二苯并[b,f]氮杂茛-5-丙胺盐酸盐

## 盐酸丙米嗪片

Yansuan Bingmiqin Pian

## Imipramine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸丙米嗪( $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ )应为标示量的93.0%~107.0%。

【性状】 本品为糖衣或薄膜衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品,除去包衣,研细,称取适量(约相当于盐酸丙米嗪0.1g),加三氯甲烷10ml,研磨,滤过,滤液蒸发至干,照盐酸丙米嗪项下的鉴别(1)、(4)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251nm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,精密称定,加溶剂使盐酸丙米嗪溶解并定量稀释制成每1ml中约含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1ml,置100ml量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

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 见盐酸丙米嗪有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液色谱图中亚氨基联苄保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸丙米嗪标示量的0.1%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),杂质总量不得过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。

测定法 取溶出液约10ml,滤过,取续滤液,立即测定。照紫外-可见分光光度法(通则0401),在251nm的波长处测定吸光度,按 $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ 的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为264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,除去糖衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸丙米嗪75mg),置250ml量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)约80ml,振摇使盐酸丙米嗪溶解,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251nm的波长处测定吸光度,按 $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ 的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为264计算。

【类别】 同盐酸丙米嗪。

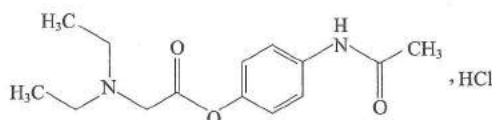
【规格】 (1)12.5mg (2)25mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸丙帕他莫

Yansuan Bingpatamo

## Propacetamol Hydrochloride


 $C_{14}H_{20}N_2O_3 \cdot HCl$  300.78

本品为2-(N,N-二乙基)乙酸-4-乙酰氨基苯酯盐酸盐。按干燥品计算,含 $C_{14}H_{20}N_2O_3 \cdot HCl$ 应为98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在丙酮中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约0.1g,加水10ml溶解后,加藻红少许,振摇,即显浅红色,加二氯甲烷5ml,振摇,二氯甲烷层显浅红色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则0402)。

(3)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1.0g,加水10ml溶解后,依法测定(通则0631),pH值应为2.5~4.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品1.75g,加水10ml使溶解,溶液应澄清无色;如显色,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在390nm的波长处测定吸光度,不得过0.05。

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2.0g,精密称定,精密加乙腈10ml,振摇10分钟,滤过,精密量取续滤液2ml,置10ml量瓶中,用辛烷磺酸钠溶液(取辛烷磺酸钠2.16g,加水溶解并稀释至1000ml,用冰醋酸调节pH值至3.0)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,加乙腈溶解并定量稀释制成每1ml中约含

对氨基酚 0.1mg 与对乙酰氨基酚 0.8mg 的混合溶液,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;以辛烷磺酸钠溶液(取辛烷磺酸钠 2.16g,加水溶解并稀释至 1000ml,用冰醋酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈(70:30)为流动相;检测波长为 246nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,出峰顺序依次为对乙酰氨基酚、对氨基酚,对乙酰氨基酚峰、对氨基酚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品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至对氨基酚峰保留时间的 2 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以峰面积计算,含对氨基酚不得过 0.0025%,含对乙酰氨基酚不得过 0.02%,其他单个杂质峰面积乘以相对校正因子 1.6 后不得大于对照品溶液中对乙酰氨基酚峰面积的 3.2 倍(0.1%),其他杂质峰面积的和乘以相对校正因子 1.6 后不得大于对照品溶液中对乙酰氨基酚峰面积的 6.4 倍(0.2%),小于对照品溶液中对乙酰氨基酚峰面积 0.01 倍的色谱峰(峰面积乘以相对校正因子 1.6)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** 分别取甲醇、乙醇、丙酮与二氯甲烷各适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中分别含甲醇 0.3mg、乙醇 0.5mg、丙酮 0.5mg 与二氯甲烷 60 $\mu$ 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)为固定液的毛细管色谱柱;起始温度为 50 $^{\circ}$ C,维持 7 分钟,以每分钟 25 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟;进样口温度为 150 $^{\circ}$ C;检测器温度为 250 $^{\circ}$ 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、丙酮与二氯甲烷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 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。

**细菌内毒素** 取本品,用细菌内毒素检查用水制成每 1ml 中含盐酸丙帕他莫 1.65mg 的溶液,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸丙帕他莫中含内毒素的量应小于 0.050EU。(供注射用)

**无菌** 取本品,用灭菌注射用水制成每 1ml 中含 0.2g 的溶液,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 0.25g,精密称定,加冰醋酸与醋酐各 25ml 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 30.08mg 的  $C_{14}H_{20}N_2O_3 \cdot HCl$ 。

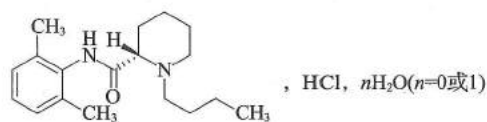
**【类别】** 解热镇痛、非甾体抗炎药。

**【贮藏】** 密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸左布比卡因

Yansuan Zuobubikayin

Levobupivacaine Hydrochloride



$C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl$  324.89

$C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl \cdot H_2O$  342.91

本品为(2S)-1-丁基-N-(2,6-二甲基苯基)哌啶-2-甲酰胺盐酸盐(或一水合物)。按干燥品计算,含  $C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇中易溶,在水中溶解,在三氯甲烷中微溶,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 50mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-11.0^{\circ}$  至  $-14.0^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品,精密称定,按干燥品计算,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.40mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 263nm 与 271nm 的波长处有最大吸收,吸光度分别为 0.53~0.58 与 0.43~0.48。

(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)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 0.10g,加水 10ml 使溶解,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 0.10g,加水 10ml 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,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 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 I 对照品 10mg,精密称定,加乙腈 2ml 使溶解,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 0.02μg 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** 取杂质 I 对照品与盐酸左布比卡因各适量,加乙腈适量使溶解,用水稀释制成每 1ml 中约含杂质 I 0.3mg 与盐酸左布比卡因 1mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Agela Technologies Promosil C18, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱),以 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 2.72g 与氢氧化钠 0.75g,加水 1000ml 使溶解,调节 pH 值为 8.0)-乙腈(35:65)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,主成分色谱峰的保留时间约为 12 分钟,杂质 I 峰的保留时间约为 4 分钟。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 2.5 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,不得大于 0.001%;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 5 倍(0.5%),除杂质 I 外,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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5μg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸布比卡因对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液。

**色谱条件** 用 α<sub>1</sub>-酸糖蛋白键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 2.72g,加水 800ml 使溶解,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0,用水稀释至 1000ml)-异丙醇(90:10)为流动相;检测波长为 215nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为杂质 II(右布比卡因)与左布比卡因,左布比卡因峰与杂质 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和对照溶液,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 第二法)测定。

**内标溶液** 称取正丙醇适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.05mg 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** 取异丙醇适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 0.05mg 的溶液,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 60℃,维持 5 分钟,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℃。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,异丙醇与内标物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,异丙醇的残留量不得过 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%(C<sub>18</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O·HCl),或应为 4.5%~6.0%(C<sub>18</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O·HCl·H<sub>2</sub>O)(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,600℃ 炽灼至完全炭化,取残渣,加盐酸 2ml,置水浴上蒸干,再加稀盐酸 4ml,微温溶解后,加水 30ml 与过硫酸铵 50mg,依法检查(通则 0807),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%)。

**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 20ml 与醋酐 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 32.49mg 的 C<sub>18</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O·HCl。

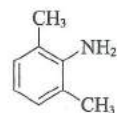
**【类别】** 局麻药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸左布比卡因注射液

附:

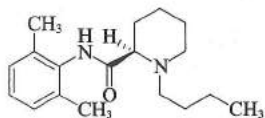
杂质 I



C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N 121.18

2,6-二甲基苯胺

杂质Ⅱ(光学异构体,右布比卡因)



$C_{18}H_{28}N_2O$  288.43

(2R)-1-丁基-N-(2,6-二甲基苯基)哌啶-2-甲酰胺

## 盐酸左布比卡因注射液

Yansuan Zuobubikayin Zhushuye

### Levobupivacaine Hydrochloride Injection

本品为盐酸左布比卡因的灭菌水溶液。含盐酸左布比卡因( $C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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0.01mol/L盐酸溶液稀释制成每1ml中约含盐酸左布比卡因0.4mg的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在263nm与271nm的波长处有最大吸收。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则0301)。

【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,用流动相定量稀释制成每1ml中约含盐酸左布比卡因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,精密量取1ml,置10ml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5ml,置10ml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 见盐酸左布比卡因有关物质项下。

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,不得大于盐酸左布比卡因标示量的0.001%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的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5倍(0.5%),除杂质Ⅰ外,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,用水稀释制成每1ml中约含盐酸左布比卡因0.1mg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0.5μg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 见盐酸左布比卡因光学异构体项下。

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%)。

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285~310mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则1143),每1mg盐酸左布比卡因中含内毒素的量应小于0.080EU。

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中约含盐酸左布比卡因20μg的溶液。

对照品溶液 取盐酸左布比卡因对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液。

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】 同盐酸左布比卡因。

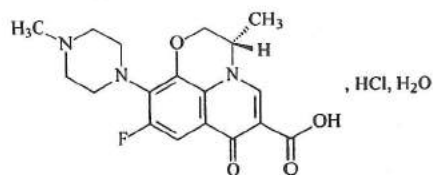
【规格】 (1)5ml:37.5mg (2)10ml:50mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸左氧氟沙星

Yansuan Zuoyangfushaxing

### Levofloxacin Hydrochloride



$C_{18}H_{20}FN_3O_4 \cdot HCl \cdot H_2O$  415.85

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-羧酸盐一水合物。按干燥品计算,含左氧氟沙星(按 $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ 计)应为89.5%~92.5%。

【性状】 本品为类白色至淡黄色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在甲醇中略溶,在乙醇中微溶,在乙醚或石油醚中几乎不溶。

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20mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度应为-47°至-52°。

【鉴别】 (1)取本品及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中含左氧氟沙星



(按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计) 0.01mg 与氧氟沙星 0.02mg 的溶液, 作为供试品溶液和对照品溶液。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) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1012 图)一致。

(3) 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 0.10g, 加水 10ml 溶解后, 依法检查(通则 0631), pH 值应为 3.5~5.0。

**溶液的澄清度** 取本品 5 份, 各 0.10g, 分别加水 10ml 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, 均不得更浓。

**吸光度** 取本品 5 份, 各 0.10g, 分别精密加水 10ml 溶解后, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)在 450nm 的波长处测定吸光度, 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) 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、环丙沙星对照品与杂质 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、环丙沙星与杂质 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 中约含左氧氟沙星(按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计) 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; 进样体积为 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、对照溶液与杂质 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) 10μg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取左氧氟沙星与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 与氧氟沙星 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 中约含左氧氟沙星(按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计) 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%)。

**干燥失重** 取本品, 在 105℃干燥至恒重, 减失重量应为 3.5%~5.0%(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 0.1%。

**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(约相当于左氧氟沙星, 按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计 50mg), 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加 0.1mol/L

盐酸溶液溶解并定量稀释至刻度,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、环丙沙星对照品与杂质 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、环丙沙星与杂质 E 各 5 $\mu$ 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;以醋酸铵高氯酸钠溶液(取醋酸铵 4.0g 与高氯酸钠 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 10 $\mu$ l。

**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  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  的含量。

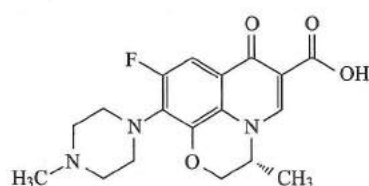
【类别】喹诺酮类抗菌药。

【贮藏】遮光、密封保存。

【制剂】(1)盐酸左氧氟沙星片 (2)盐酸左氧氟沙星胶囊

附:

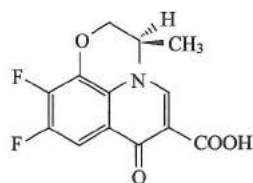
右氧氟沙星



$C_{18}H_{20}FN_3O_4$  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

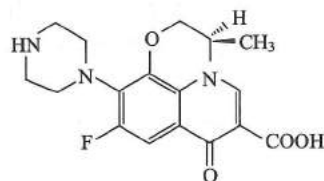


和对映异构体

$C_{18}H_{20}F_2NO_4$  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

## 盐酸左氧氟沙星片

Yansuan Zuoyangfushaxing Pian

### Levofloxacin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸左氧氟沙星以左氧氟沙星(按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计)计应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】本品为类白色至淡黄色片或薄膜衣片,除去包衣后显类白色至淡黄色。

【鉴别】(1)取本品细粉适量(约相当于左氧氟沙星,按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计 10mg),置干燥具塞试管中,加丙二酸约 10mg 与醋酐 0.5ml,在水浴中加热 5~10 分钟,溶液显红棕色。

(2)取本品细粉适量,用 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)0.1mg 的溶液,滤过,取续滤液适量,用流动相稀释制成每 1ml 中含左氧氟沙星(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 中含 0.02mg 的溶液,作为对照品溶液。照盐酸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。

(3)取本品细粉适量,加水振摇使盐酸左氧氟沙星溶解,滤过,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。

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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 见盐酸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 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** 见盐酸左氧氟沙星含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸左氧氟沙星。

**【规格】** 按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计 (1)0.1g (2)0.2g (3)0.5g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸左氧氟沙星胶囊

Yansuan Zuoyangfushaxing Jiaonang

Levofloxacin Hydrochloride Capsules

本品含盐酸左氧氟沙星以左氧氟沙星(按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计)计应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【鉴别】** (1)取本品的内容物适量(约相当于左氧氟沙星,按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计 10mg),置干燥具塞试管中,加丙二酸约 10mg 与醋酐 0.5ml,在水浴中加热 5~10 分钟,溶液显红棕色。

(2)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 中约含左氧氟沙星(按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计)0.1mg 的溶液,滤过,取续滤液适量,用流动相稀释制成每 1ml 中含左氧氟沙星(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 中含 0.02mg 的溶液,作为对照品溶液。照盐酸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。

(3)取本品的内容物适量,加水振摇使盐酸左氧氟沙星溶解,滤过,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** 取本品内容物适量,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。

**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** 见盐酸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 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 见盐酸左氧氟沙星含量测定项下。

【类别】 同盐酸左氧氟沙星。

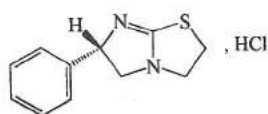
【规格】 按  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  计 (1) 0.1g (2) 0.2g  
(3) 0.25g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸左旋咪唑

Yansuan Zuoxuanmizuo

Levamisole Hydrochloride



$C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$  240.76

本品为(S)-(-)-6-苯基-2,3,5,6-四氢咪唑并[2,1-b]噻唑盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色的针状结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在乙醇中易溶,在三氯甲烷中微溶,在丙酮中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 225~230℃。

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 50mg 的溶液。依法测定(通则 0621),比旋度为不低于 -121.5°。

【鉴别】 (1)取本品约 60mg,加水 20ml 溶解后,加氢氧化钠试液 2ml,煮沸 10 分钟,放冷,加亚硝基铁氰化钠试液数滴,即显红色;放置后,色渐变浅。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 325 图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 溶液的澄清度 取本品 2.0g,加水 50ml,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。

酸度 取溶液的澄清度项下的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~5.0。

吸光度 取本品,用盐酸甲醇滴定液(0.2mol/L)制成每 1ml 中含 1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 310nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.20。

2-亚氨基噻唑烷衍生物 取本品 50mg,加稀乙醇 10ml 与水 25ml 使溶解,再加氨试液 5ml,置 50℃ 水浴中加热 5 分钟,用硝酸银试液 2ml 与水适量制成 50ml,摇匀,置 50℃ 水浴中继续加热 10 分钟;如显浑浊,与对照液(取标准氯化钠溶液 2ml,用水稀释成约 40ml 后,加硝酸 1ml 与硝酸银试液 1ml,再加水适量制成 50ml,摇匀,在暗处放置 5 分钟)比较,不得更浓。

2,3-二氢-6-苯基咪唑[2,1-b]噻唑盐酸盐 照薄层色谱

法(通则 0502)试验。

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 0.10g 的溶液。

对照品溶液 取 2,3-二氢-6-苯基咪唑[2,1-b]噻唑盐酸盐对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.50mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以甲苯-甲醇-冰醋酸(45:8:4)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,取出,晾干,置碘蒸气中显色。

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 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 0.2g,精密称定,加乙醇 30ml 溶解,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 24.08mg 的  $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ 。

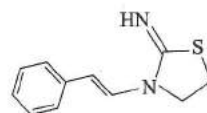
【类别】 驱肠虫药、生物反应调节药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸左旋咪唑片 (2)盐酸左旋咪唑肠溶片  
(3)盐酸左旋咪唑颗粒 (4)盐酸左旋咪唑糖浆

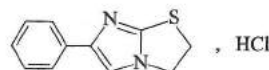
附:

### 2-亚氨基噻唑烷



$C_{11}H_{12}N_2S$  204.29

3-[(E)-2-苯乙烯基]噻唑-2-亚胺



$C_{11}H_{10}N_2S \cdot HCl$  238.78

2,3-二氢-6-苯基咪唑并[2,1-b]噻唑 盐酸盐

## 盐酸左旋咪唑片

Yansuan Zuoxuanmizuo Pian

Levamisole Hydrochloride Tablets

本品含盐酸左旋咪唑( $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片或糖衣片,除去包衣后显白色。



【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于盐酸左旋咪唑 0.15g),加水 50ml,振摇使盐酸左旋咪唑溶解,滤过,滤液照盐酸左旋咪唑项下的鉴别(1)、(3)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 5ml,置 10ml(25mg 规格)或 20ml(50mg 规格)量瓶中,用 0.2mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸左旋咪唑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 1ml、2ml、3ml、4ml、5ml,分别置 100ml 量瓶中,各加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,以 0.1mol/L 氢氧化钠溶液为空白,在 220~250nm 的波长区间绘制一阶导数光谱,量取峰零振幅  $D$  值,求得  $D$  值与浓度  $c$  的回归方程。

测定法 取供试品溶液,按标准曲线项下的方法测定,量取振幅值,从标准曲线的回归方程,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,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸左旋咪唑 0.2g),置分液漏斗中,加水 10ml,振摇使盐酸左旋咪唑溶解,加氢氧化钠试液 5ml,稍振摇后,精密加入三氯甲烷 50ml,振摇提取,静置分层后,分取三氯甲烷液,经干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 25ml,加冰醋酸 15ml 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 24.08mg 的  $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸左旋咪唑。

【规格】 (1)25mg (2)50mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸左旋咪唑肠溶片

Yansuan Zuoxuanmizuo Changrongpian

Levamisole Hydrochloride

Enteric-coated Tablets

本品含盐酸左旋咪唑( $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ )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】 取本品的细粉适量(约相当于盐酸左旋咪唑 0.15g),加水 50ml,振摇使盐酸左旋咪唑溶解,滤过,滤液照盐酸左旋咪唑项下的鉴别(1)、(3)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

第一法方法 1)测定。

溶出条件 转速为每分钟 100 转,缓冲液中溶出量项中的运转时间为 60 分钟。

供试品溶液(1) 取酸中溶出量项下的滤液 3.0ml,加 0.2mol/L 磷酸钠溶液 1.0ml,摇匀。

供试品溶液(2) 取缓冲液中溶出量项下的滤液。

对照品溶液 取盐酸左旋咪唑对照品适量,精密称定,加 pH(6.8±0.05)的溶液[取盐酸溶液(9→1000)750ml,加 0.2mol/L 磷酸钠溶液 250ml,调节 pH 值至 6.8±0.05]溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25μg 的溶液。

测定法 精密量取供试品溶液(1)、供试品溶液(2)与对照品溶液各 2ml,分别置分液漏斗中,各加溴甲酚绿溶液(取溴甲酚绿 50mg 与 0.2mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液 50ml,加 0.2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 4.5,再用水稀释至 100ml,摇匀,必要时滤过)3.0ml,摇匀,精密加三氯甲烷 10ml,振摇 1 分钟,静置分层后,分取三氯甲烷液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 420nm 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。

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(约相当于盐酸左旋咪唑 0.2g),置分液漏斗中,加水 10ml,振摇使盐酸左旋咪唑溶解,加氢氧化钠试液 5ml,稍振摇后,精密加入三氯甲烷 50ml,振摇提取,静置分层后,分取三氯甲烷液,经干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 25ml,加冰醋酸 15ml 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 24.08mg 的  $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸左旋咪唑。

【规格】 (1)25mg (2)50mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸左旋咪唑颗粒

Yansuan Zuoxuanmizuo Keli

Levamisole Hydrochloride Granules

本品含盐酸左旋咪唑( $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸左旋咪唑 0.1g),置分液漏斗中,加水 25ml,振摇使盐酸左旋咪唑溶解,加氢氧化钠试液 3ml 与三氯甲烷 10ml,振摇提取,分取三氯甲烷液置水浴上蒸干,残渣加稀盐酸 2ml 使溶解,加水 20ml 与氢氧化钠试液 3ml,煮沸 10 分钟,放冷,加亚硝基铁氰化钠试液数



滴,即显红色,放置后,色渐变浅。

(2)取本品 1g,加水 10ml 溶解,溶液显氯化物鉴别(1)的反应(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)。

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,研细,精密称取适量(约相当于盐酸左旋咪唑 0.2g),置分液漏斗中,加水 10ml,振摇使盐酸左旋咪唑溶解,加氢氧化钠试液 5ml,稍振摇后,精密加入三氯甲烷 50ml,振摇提取,静置分层后,分取三氯甲烷液,经干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 25ml,加冰醋酸 15ml 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 24.08mg 的  $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸左旋咪唑。

【规格】 10g : 50mg

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸左旋咪唑糖浆

Yansuan Zuoxuanmizuo Tangjiang

Levamisole Hydrochloride Syrup

本品含盐酸左旋咪唑( $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为棕色澄清的黏稠液体。

【鉴别】 取本品 10ml,加氢氧化钠试液 4ml,加三氯甲烷 30ml,充分振摇,放置,分取三氯甲烷液,蒸干,提取物加水溶解后,加氢氧化钠试液 2ml,煮沸 10 分钟,放冷(必要时滤过),加亚硝基铁氰化钠试液数滴,即显红色,放置后,色渐变浅。

【检查】 相对密度 本品的相对密度(通则 0601)应为 1.20~1.30。

其他 应符合糖浆剂项下有关的各项规定(通则 0116)。

【含量测定】 用内容量移液管,精密量取本品 25ml,置分液漏斗中,以水洗出移液管内的附着液,加水 10ml,振摇使盐酸左旋咪唑溶解,加氢氧化钠试液 5ml,稍振摇后,精密加入三氯甲烷 50ml,振摇提取,静置分层后,分取三氯甲烷液,经干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 25ml,加冰醋酸 15ml 与结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液[0.05mol/L 或 0.02mol/L (10ml : 20mg)规格]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(0.05mol/L)或(0.02mol/L)分别相当于 12.04mg 或 4.815mg 的  $C_{11}H_{12}N_2S \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸左旋咪唑。

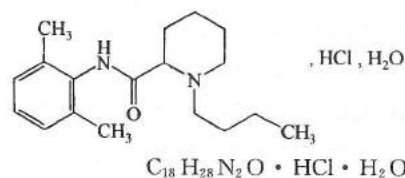
【规格】 (1)10ml : 20mg (2)100ml : 0.8g (3)500ml : 4.0g (4)2000ml : 16.0g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸布比卡因

Yansuan Bubikayin

Bupivacaine Hydrochloride



本品为 1-丁基-N-(2,6-二甲苯基)-2-哌啶甲酰胺盐酸盐一水合物。按干燥品计算,含  $C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末,无臭。

本品在乙醇中易溶,在水中溶解,在三氯甲烷中微溶,在乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品,精密称定,按干燥品计算,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.40mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 263nm 与 271nm 的波长处有最大吸收,其吸光度分别为 0.53~0.58 与 0.43~0.48。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 324 图)一致。

(3)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 0.10g,加水 10ml 使溶解,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 1.0g,加水 50ml 溶解后,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,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。

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(取磷酸二氢钾 6.8g 与氢氧化钠 1.87g,加水 1000ml 使溶解,调节 pH 值至 8.0)-乙腈(35 : 65)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 $\mu$ 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主峰面积(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量应为 4.5%~6.0%(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%。

铜盐 取本品 0.25g,加水 10ml 溶解后,加 0.05mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 0.25ml,摇匀,放置 2 分钟,加枸橼酸 0.20g、氨试液 1.0ml 与二乙基二硫代氨基甲酸钠试液 1.0ml,摇匀,加四氯化碳 5ml 振摇提取 2 分钟;四氯化碳层如显色,



与标准硫酸铜溶液(每 1ml 相当于 10 $\mu$ g 的 Cu)3.0ml,加水至 400ml,摇匀,吸取 10ml,用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.0003%)。

**铁盐** 取炽灼残渣项下遗留的残渣,加盐酸 2ml,置水浴上蒸干,再加稀盐酸 4ml,微温溶解后,加水 30ml 与过硫酸铵 50mg,依法检查(通则 0807),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 0.2g,精密称定,加冰醋酸 20ml 与醋酐 20ml 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 32.49mg 的  $C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl$ 。

**【类别】** 局麻药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸布比卡因注射液

## 盐酸布比卡因注射液

Yansuan Bubikayin Zhushuye

### Bupivacaine Hydrochloride Injection

本品为盐酸布比卡因的灭菌水溶液。含盐酸布比卡因,按  $C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl$  计,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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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)量取本品适量(约相当于盐酸布比卡因 25mg),加 13.5mol/L 氨溶液 2ml,振摇,滤过,沉淀用水洗涤,于 60℃ 减压干燥 4 小时,再加 0.01mol/L 的盐酸甲醇溶液 10ml,使沉淀物溶解,置水浴上,搅拌,蒸干,取残渣在 105℃ 干燥后,照盐酸布比卡因项下的鉴别(2)项试验,显相同的结果。

**【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** 取本品,用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸布比卡因 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。

**色谱条件与测定法** 见盐酸布比卡因有关物质项下。

**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,可用 0.06EU/ml 以上的高灵敏度鲎试剂,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸布比卡因中含内毒素的量应小于 0.080EU。

**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 25 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸布比卡因对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂(pH 值适应范围大于 8.0);以 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 2.72g 与氢氧化钠 0.75g,加水 1000ml 使溶解,调节 pH 值至 8.0)-乙腈(35:65)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 布比卡因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】** 同盐酸布比卡因。

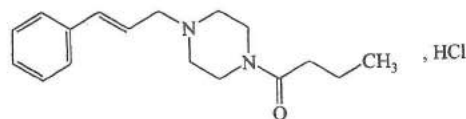
**【规格】** 按  $C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl$  计 (1)2ml:15mg (2)5ml:12.5mg (3)5ml:25mg (4)5ml:37.5mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸布桂嗪

Yansuan Buguiqin

### Bucinnazine Hydrochloride



$C_{17}H_{24}N_2O \cdot HCl$  308.85

本品为 1-正丁酰基-4-肉桂基哌嗪盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{24}N_2O \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末;有异臭。

本品在水或三氯甲烷中易溶,在乙醇中溶解。

**【鉴别】** (1)取本品约 50mg,加水 1ml 溶解后,加溴试液,颜色即消褪。

(2)取本品约 50mg,加水 2ml 溶解后,加硝酸银试液,即产生白色沉淀。

(3)取本品约 50mg,加水 1ml 溶解后,加 1%三硝基苯酚试液数滴,即产生黄色沉淀。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 315 图)一致。

**【检查】 酸度** 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.10g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~4.0。

**溶液的澄清度** 取本品 1.0g,加水 10ml 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** 取本品适量,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 500ml 量瓶中,

用流动相稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取本品约 50mg,加 1mol/L 盐酸溶液 5ml 使溶解,放置 24 小时,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,摇匀,取 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 0.1mol/L 醋酸铵溶液(用氨试液调节 pH 值至 7.0)-甲醇(25:75)为流动相;检测波长为 252nm;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,出峰顺序依次为杂质 I 峰与布桂嗪峰,两峰之间的分离度应大于 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与杂质 I 保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以 0.68 后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 0.5 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(0.2%)。

**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)。

**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 10ml 与醋酸汞试液 5ml 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 30.89mg 的  $C_{17}H_{24}N_2O \cdot HCl$ 。

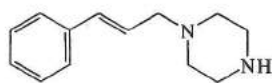
**【类别】** 镇痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸布桂嗪片 (2)盐酸布桂嗪注射液

附:

杂质 I (苯丙烯基哌嗪)



$C_{13}H_{18}N_2$  202.30

4-(1-苯基-1-丙烯基)哌嗪

## 盐酸布桂嗪片

Yansuan Buguiqin Pian

Bucinnazine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸布桂嗪( $C_{17}H_{24}N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色片。

**【鉴别】** 取本品的细粉适量(约相当于盐酸布桂嗪 0.1g),加水 5ml 振摇使盐酸布桂嗪溶解,滤过,滤液照盐酸布

桂嗪项下的鉴别(1)、(2)和(3)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,加流动相适量,充分振摇使盐酸布桂嗪溶解,并用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸布桂嗪 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 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取本品细粉适量(约相当于盐酸布桂嗪 50mg),加 1mol/L 盐酸溶液 5ml 使溶解,放置 24 小时,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,摇匀,滤过,量取 1ml,置 50ml 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** 见盐酸布桂嗪有关物质项下。

**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,其峰面积乘以 0.68 后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%)。

**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 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 5ml,置 25ml 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 252nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{17}H_{24}N_2O \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 671 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(约相当于盐酸布桂嗪 30mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液,振摇使盐酸布桂嗪溶解,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 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,在 252nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{17}H_{24}N_2O \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 671 计算。

**【类别】** 同盐酸布桂嗪。

**【规格】** 30mg

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

## 盐酸布桂嗪注射液

Yansuan Buguiqin Zhushuye

Bucinnazine Hydrochloride Injection

本品为盐酸布桂嗪的灭菌水溶液。含盐酸布桂嗪( $C_{17}H_{24}N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。



【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 取本品,照盐酸布桂嗪项下的鉴别(1)、(2)和(3)项试验,显相同的反应。

【检查】 pH 值 应为 3.0~4.5(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 中约含盐酸布桂嗪 0.1mg 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 取本品适量(约相当于盐酸布桂嗪 50mg),加 1mol/L 盐酸溶液 5ml,放置 24 小时,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,摇匀,滤过,量取 1ml,置 50ml 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 见盐酸布桂嗪有关物质项下。

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,其峰面积乘以 0.68 后不得大于对照溶液主峰面积的 2 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(0.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸布桂嗪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(约相当于盐酸布桂嗪 50mg),置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀;精密量取 2ml,置 200ml 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 252nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{17}H_{24}N_2O \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 671 计算。

【类别】 同盐酸布桂嗪。

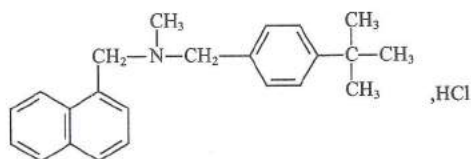
【规格】 (1)1ml : 50mg (2)2ml : 50mg (3)2ml : 100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸布替萘芬

Yansuan Butinaifen

Butenafine Hydrochloride



$C_{23}H_{27}N \cdot HCl$  353.94

本品为 *N*-甲基-*N*-[4-(叔丁基)苄基]-1-萘甲胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;微有异臭。

本品在甲醇中易溶,在乙醇中溶解,在丙酮中微溶,在水或乙醚中几乎不溶;在盐酸溶液(9→10)中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加 5%硫酸溶液 5ml,超声处理,滤过,取续滤液,滴加硅钨酸试液,即产生乳白色沉淀。

(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 1185 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】 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 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。

系统适用性溶液 取盐酸布替萘芬对照品与盐酸特比萘芬对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.15mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 18g、冰醋酸 9.8ml,用水稀释至 1000ml)-甲醇-异丙醇(17 : 70 : 13)为流动相;检测波长为 282nm;进样体积为 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按布替萘芬峰计算不低于 2000,布替萘芬峰与特比萘芬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(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 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 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸布替萘芬对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 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】 抗真菌药。



【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸布替萘芬乳膏 (2)盐酸布替萘芬喷雾剂 (3)盐酸布替萘芬凝胶

### 盐酸布替萘芬乳膏

Yansuan Butinaifen Rugao

#### Butenafine Hydrochloride Cream

本品含盐酸布替萘芬( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸布替萘芬 15mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇约 70ml,在 60℃ 水浴中加热 5 分钟,充分振摇使盐酸布替萘芬溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,置冰浴中冷却 1 小时,取出,迅速滤过,取续滤液放至室温。

**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** 见盐酸布替萘芬含量测定项下。

【类别】 同盐酸布替萘芬。

【规格】 (1) 5g : 0.05g (2) 10g : 0.1g (3) 15g : 0.15g (4) 20g : 0.2g

【贮藏】 密封,阴凉处保存。

### 盐酸布替萘芬喷雾剂

Yansuan Butinaifen Penwuji

#### Butenafine Hydrochloride Spray

本品为多剂量、非定量外用喷雾剂。含盐酸布替萘芬( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为无色至微黄色的澄清液体。

【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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 应符合喷雾剂项下有关的各项规定(通则 0112)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 精密量取本品内容物适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸布替萘芬 0.15mg 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** 见盐酸布替萘芬含量测定项下。

【类别】 同盐酸布替萘芬。

【规格】 10ml : 0.1g

【贮藏】 密封,在阴凉处保存。

### 盐酸布替萘芬凝胶

Yansuan Butinaifen Ningjiao

#### Butenafine Hydrochloride Gel

本品含盐酸布替萘芬( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色透明凝胶。

【鉴别】 (1)取本品适量,加甲醇制成每 1ml 中约含盐酸布替萘芬 20 $\mu$ g 的溶液,滤过,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 244nm 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。

**供试品溶液** 照含量测定项下供试品溶液的制备方法,自“取本品适量”起,至“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** 取盐酸布替萘芬适量,加甲醇溶解并稀释制成每 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-醋酸钠溶液(取醋酸钠 6.8g,加三乙胺 0.6ml,加水溶解并稀释至 1000ml,再滴加冰醋酸,调节 pH 值至 4.0)(73 : 27)为流动相;检测波长为 282nm;进样体积为 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按布替萘芬峰计算不低于 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 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%)。

**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(约相当于盐酸布替萘芬 25mg),精密称定,置 50ml 烧杯中,加饱和氯化钠溶液 2.5ml,搅拌使凝胶变稀、分散,加入少量甲醇,待凝胶收缩成团后,将溶液转移至 50ml 量瓶中,再用甲醇适量分 4~5 次洗涤残留物,洗液并入量瓶中,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,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸布替萘芬对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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】 同盐酸布替萘芬。

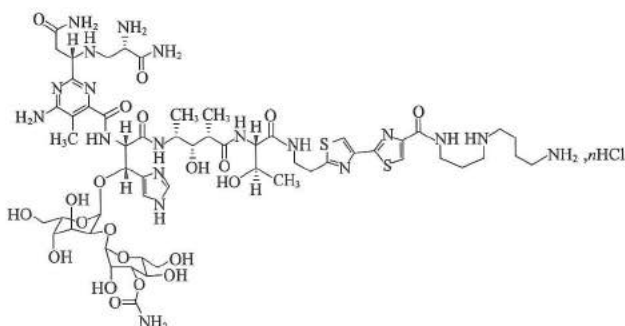
【规格】 (1)6g:0.06g (2)10g:0.1g (3)15g:0.15g

【贮藏】 密封,在阴凉处保存,并应防止冰冻。

## 盐酸平阳霉素

Yansuan Pingyangmeisu

Bleomycin A5 Hydrochloride



$C_{57}H_{89}N_{19}O_{21}S_2 \cdot nHCl$

本品为  $N'$ -[3-[(4-氨基丁基)氨基]丙基]博来霉素酰肼酸盐。按干燥品计算,含盐酸平阳霉素( $C_{57}H_{89}N_{19}O_{21}S_2 \cdot nHCl$ )不得少于 85.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末;无臭或几乎无臭;引湿性较强。

本品在水或甲醇中易溶,在乙醇中微溶,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 中含 0.04mg 的溶液,取 10ml,加 3%硫酸铜溶液 0.05ml,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 242nm 与 291nm 的波长处有最大吸收。

(3)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,加水制成每 1ml 中约含 4mg 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 10mg,分别加水 2ml 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,与黄色或黄绿色 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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 2.0mg 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** 取盐酸平阳霉素两份,每份约 8mg,一份加 1mol/L 盐酸溶液 1.0ml,另一份加 30%过氧化氢溶液 1.0ml,摇匀,放置 1 小时后,混合,加水 2ml,摇匀,得每 1ml 中约含盐酸平阳霉素 2.0mg 及其酸降解物(约含 10%)或其氧化降解物(约含 15%)的混合溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以己烷磺酸钠溶液(取己烷磺酸钠 7.53g 与乙二胺四醋酸二钠 3.72g,加 0.08mol/L 醋酸溶液使溶解并稀释至 1000ml,用氨溶液调节 pH 值至 4.3)为流动相 A,以甲醇-乙腈(7:3)为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 254nm;进样体积为 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	70	30
15	68	32
35	60	40
36	70	30
40	70	30

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序为酸降解物峰、平阳霉素峰、氧化降解物峰(相对保留时间分别约为 0.94、1.0、1.1),平阳霉素峰的保留时间约为 20 分钟;酸降解物峰与平阳霉素峰之间的分离度应大于 1.0,平阳霉素峰与氧化降解物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,最大杂质峰面积不得大于校正后对照溶液主峰面积的 3.5 倍(7.0%),其他单个杂质峰面积不得大于校正后对照溶液主峰面积的 2.5 倍(5.0%),各杂质峰面积的和不得大于校正后对照溶液主峰面积的 7.5 倍(15.0%),小于对照溶液主峰面积 0.025 倍的峰忽略不计。(对照溶液主峰面积除以供试品的含量,即为校正后的对照溶液主峰面积)。

**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 6.0%(通则 0831)。

**铜盐** 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

**供试品溶液** 取本品约 15mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 3ml 使溶解,加入 3%阿拉伯胶溶液 0.4ml,摇匀,再加二乙基二硫代氨基甲酸试液 2ml,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照溶液** 精密量取铜对照溶液[精密称取硫酸铜( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )1.965g,置 1000ml 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 500ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度。每 1ml 中含铜 0.005mg]3ml,置 10ml 量瓶中。自“加入 3%阿拉伯胶溶液 0.4ml”起,制备方法同供试品溶液。

**空白溶液** 精密量取 0.1mol/L 盐酸溶液 3ml, 置 10ml 量瓶中。自“加入 3% 阿拉伯胶溶液 0.4ml”起, 制备方法同供试品溶液。

**测定法** 以空白溶液作为空白, 取供试品溶液与对照溶液, 在 450nm 的波长处分别测定吸光度。

**限度** 含铜量不得过 0.1%。

**异常毒性** 取本品, 加氯化钠注射液制成每 1ml 中含 2mg 的溶液, 依法检查(通则 1141), 观察 7 天, 应符合规定。(供注射用)

**细菌内毒素** 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1mg 盐酸平阳霉素中含内毒素的量应小于 5.0EU。(供注射用)

**降压物质** 取本品适量, 依法检查(通则 1145), 剂量按猫体重每 1kg 注射盐酸平阳霉素 0.3mg, 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** 取本品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸平阳霉素对照品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 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】** 抗肿瘤抗生素类药。

**【贮藏】** 密封, 2~8℃ 避光保存。

**【制剂】** 注射用盐酸平阳霉素

## 注射用盐酸平阳霉素

Zhusheyong Yansuan Pingyangmeisu

Bleomycin A5 Hydrochloride for Injection

本品为盐酸平阳霉素或加适量明胶制成的无菌冻干品。含盐酸平阳霉素( $C_{57}H_{89}N_{19}O_{21}S_2 \cdot nHCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色疏松块状物或粉末。

**【鉴别】** 取本品, 照盐酸平阳霉素项下的鉴别试验, 显相同的结果。

**【检查】 酸度** 取本品, 加水制成每 1ml 中含盐酸平阳霉素 4mg 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 瓶, 按标示量分别加水制成每 1ml 中约含 4mg 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 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, 按标示量加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.0mg 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、测定法与限度** 见盐酸平阳霉素有关物质项下。

**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)。

**铜盐** 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(约相当于盐酸平阳霉素 15mg), 置 10ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液 3ml 使溶解, 加入 3% 阿拉伯胶溶液 0.4ml, 摇匀, 再加二乙基二硫代氨基甲酸钠试液 2ml, 用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀。

**对照溶液、空白溶液、测定法与限度** 见盐酸平阳霉素铜盐项下。

**干燥失重与细菌内毒素** 照盐酸平阳霉素项下的方法检查, 均应符合规定。

**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, 按标示量分别加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液(8mg 规格定量稀释制成每 1ml 中约含 0.32mg 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** 见盐酸平阳霉素含量测定项下。

**测定法** 见盐酸平阳霉素含量测定项下。求出 10 瓶的平均含量。

**【类别】** 同盐酸平阳霉素。

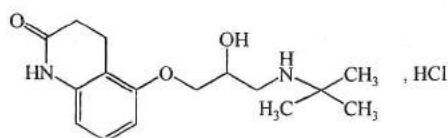
**【规格】** (1)4mg (2)8mg

**【贮藏】** 密封, 在凉暗干燥处保存。

## 盐酸卡替洛尔

Yansuan Katiluo'er

Carteolol Hydrochloride



$C_{16}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$  328.84

本品为 5-[3-[(1,1-二甲基乙基)氨基]-2-羟丙氧基]-3,4-二氢-2(1H)-喹诺酮盐酸盐。按干燥品计算, 含  $C_{16}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$



不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末。

本品在水中溶解,在甲醇中略溶,在乙醇中极微溶解,在乙醚中几乎不溶;在冰醋酸中极微溶解。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加水 5ml 使溶解,加硫氰酸铬铵试液 5 滴,即生成淡红色沉淀。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 8 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 215nm 与 252nm 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 817 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 1.0g,加水 100ml 溶解后,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 30ml 溶解后,溶液应澄清无色。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 0.20g,加甲醇 10ml 使溶解。

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,再精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(50:20:1)为展开剂。

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

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 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十。

砷盐 取本品 1.0g,置坩埚中,加硝酸镁的乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 50)10ml,点火燃烧后,缓缓加热灰化,如有炭化物残留,用少量硝酸润湿,再强热灰化,放冷,加盐酸 3ml,置水浴上加热溶解,用少量水移至发生瓶中,加甲基橙指示液 1 滴,再用氨试液或稀盐酸中和,作为供试品溶液,依法检查(通则 0822 第二法),用标准砷溶液 2ml 制备标准砷对照液,应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】 取本品约 0.5g,精密称定,加冰醋酸 30ml,在水浴上加热溶解,放冷,加醋酐 70ml,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 32.88mg 的 C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·HCl。

【类别】  $\beta$  肾上腺素受体阻滞剂。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 盐酸卡替洛尔滴眼液

## 盐酸卡替洛尔滴眼液

Yansuan Katiluo'er Diyanye

### Carteolol Hydrochloride Eye Drops

本品含盐酸卡替洛尔(C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·HCl)应为标示量的 95.0%~105.0%。

本品加适量苯扎氯铵为抑菌剂。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品,用水稀释制成每 1ml 中约含盐酸卡替洛尔 8 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 215nm 与 252nm 的波长处有最大吸收。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,用水稀释制成每 1ml 中约含盐酸卡替洛尔 5mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸卡替洛尔对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(50:20:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 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。

限度 供试品溶液主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

【检查】 pH 值 应为 6.2~7.2(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,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸卡替洛尔 16 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸卡替洛尔对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸卡替洛尔 16 $\mu$ 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】 同盐酸卡替洛尔。

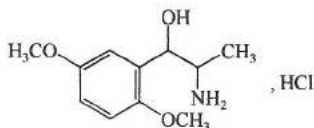
【规格】 (1)5ml:50mg (2)5ml:100mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸甲氧明

Yansuan Jiayangming

Methoxamine Hydrochloride

 $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$  247.72

本品为  $\alpha$ -(1-氨基乙基)-2,5-二甲氧基苯甲醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭或几乎无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

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 30 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 290nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 133~141。

【鉴别】 (1)取本品约 1mg,加甲醛硫酸试液 3 滴,即显紫色,渐变为棕色,最后成绿色。

(2)取本品约 20mg,加水 2ml,加硝酸银试液 0.5ml,即生成白色的凝乳状沉淀,能在氨试液中溶解,但在硝酸中不溶。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 329 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 0.20g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.0。

酮胺 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 1.5mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 347nm 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,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 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 0.005mol/L 庚烷磺酸钠溶液(用 0.1mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 3.5)-甲醇(58:42)为流动相;检测波长为 226nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按甲氧明峰计算不低于 3000,甲氧明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的主峰面积(1.0%)。

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 不得过 0.2%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加水 50ml 使溶解,加硝酸 1ml,照电位滴定法(通则 0701),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 24.77mg 的  $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$ 。

【类别】  $\alpha$  肾上腺素受体激动药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 盐酸甲氧明注射液

## 盐酸甲氧明注射液

Yansuan Jiayangming Zhusheye

Methoxamine Hydrochloride Injection

本品为盐酸甲氧明的灭菌水溶液。含盐酸甲氧明( $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$ )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 2~3 滴,置瓷蒸发皿中,在水浴上蒸干,放冷,加甲醛硫酸试液 3 滴,即显紫色,渐变为棕色,最后成绿色。

(2)取本品 1ml,加硝酸银试液 0.5ml,即发生白色的凝乳状沉淀,能在氨试液中溶解,但在硝酸中不溶。

【检查】 pH 值 应为 3.0~5.5(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,用流动相稀释制成每 1ml 中含盐酸甲氧明 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。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸甲氧明有关物质项下。

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的主峰面积(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸甲氧明中含内毒素的量应小于 7.5EU。

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(约相当于盐酸甲氧明 100mg),置 250ml 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。

测定法 取供试品溶液,在 290nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 137 计算。

【类别】 同盐酸甲氧明。

【规格】 (1)1ml:10mg (2)1ml:20mg

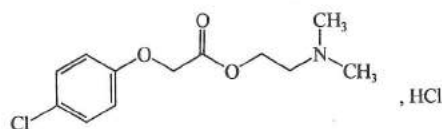
【贮藏】 密闭保存。



## 盐酸甲氯芬酯

Yansuan Jialüfenzhi

## Meclofenoxate Hydrochloride

 $C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$  294.18

本品为 2-(二甲基氨基)乙基对氯苯氧基乙酸酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末,略有特异臭。

本品在水中极易溶解,在三氯甲烷中溶解,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 137~142℃。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加枸橼酸醋酐试液 1ml,小火加热,渐显深紫红色。

(2)取本品约 10mg,加水 1ml 溶解后,加溴试液数滴,即产生淡黄色沉淀或浑浊。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 331 图)一致。

(4)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品 0.20g,加水 20ml 使溶解,pH 值应为 3.5~4.5(通则 0631)。

溶液的澄清度 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清。(供注射用)

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 4.8ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.048%)。

有机酸 取本品 2.0g,加乙醚 50ml,振摇 10 分钟。用 G3 垂熔漏斗滤过,残渣用乙醚洗涤 2 次,每次 5ml,洗液与滤液合并,加中性乙醇 50ml 与酚酞指示液 5 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)不得超过 0.54ml。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂 水(用磷酸调 pH 值至 2.5)-乙腈(40:60)。

供试品溶液 取本品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使溶解,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。

系统适用性溶液 取盐酸甲氯芬酯约 10mg,置 10ml 量瓶中,加水 4ml 溶解,置水浴中加热 5 分钟,用乙腈稀释至刻度,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 辛烷磺酸钠(用磷酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(65:35)为流动相;检测波长为 225nm;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,甲氯芬酯峰与水解产物峰(相对保留时间约 0.6)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 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 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 1.0%(供口服用)或 0.5%(供注射用)(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 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十。

无菌 取本品,用灭菌水制成每 1ml 中约含 25mg 的溶液,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。(供注射用)

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 15ml 溶解后,加醋酐 45ml,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 29.42mg 的  $C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$ 。

【类别】 脑代谢改善药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸甲氯芬酯胶囊 (2)注射用盐酸甲氯芬酯

## 盐酸甲氯芬酯胶囊

Yansuan Jialüfenzhi Jiaonang

## Meclofenoxate Hydrochloride Capsules

本品含盐酸甲氯芬酯( $C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【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,照盐酸甲氯芬酯项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品的内容物适量(约相当于盐酸甲氯芬酯 20mg),加水 20ml,振摇使盐酸甲氯芬酯溶解,滤过,取滤液,照盐酸甲氯芬酯项下的鉴别(2)、(4)项试验,显相同的反应。

(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。临用新制。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,精密称取适量(约相当于盐酸甲氯芬酯 50mg),置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使盐酸甲氯芬酯溶解,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 1ml, 置 100ml 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** 见盐酸甲氯芬酯有关物质项下。

**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%)。

**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(约相当于盐酸甲氯芬酯 50mg), 置 50ml 量瓶中, 加溶剂适量, 振摇使盐酸甲氯芬酯溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸甲氯芬酯对照品适量, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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。

**【类别】** 同盐酸甲氯芬酯。

**【规格】** (1)0.1g (2)0.2g

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

## 注射用盐酸甲氯芬酯

Zhusheyong Yansuan Jialüfenzhi

### Meclofenoxate Hydrochloride for Injection

本品为盐酸甲氯芬酯的无菌粉末或结晶性粉末或无菌冻干制品。按平均装量计算, 含盐酸甲氯芬酯( $C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末, 或为白色或类白色疏松块状物或粉末。

**【鉴别】** (1)照盐酸甲氯芬酯项下的鉴别(1)、(2)、(4)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, 加水制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液, 依法测定, pH 值应为 3.5~4.5(通则 0631)。

**溶液的澄清度** 取本品, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 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。

**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, 精密称取适量(约相当于盐酸甲氯芬酯 50mg), 置 50ml 量瓶中, 加溶剂适量, 振摇使盐酸甲氯芬酯溶解, 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。

**溶剂、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸甲氯芬酯有关物质项下。

**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%)。

**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)。

**细菌内毒素** 取本品, 依法检查(通则 1143), 每 1mg 盐酸甲氯芬酯中含内毒素的量应小于 1.0EU。

**无菌** 取本品, 用 0.9% 无菌氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 15mg 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 300ml), 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, 混合均匀, 精密称取适量(约相当于盐酸甲氯芬酯 50mg), 置 50ml 量瓶中, 加溶剂适量, 振摇使盐酸甲氯芬酯溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸甲氯芬酯对照品适量, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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。

**【类别】** 同盐酸甲氯芬酯。

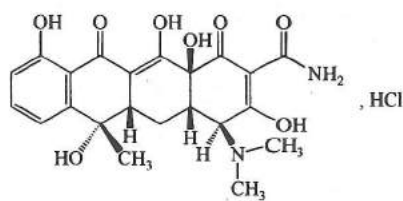
**【规格】** (1)0.06g (2)0.1g (3)0.2g (4)0.25g

**【贮藏】** 遮光, 密闭保存。

## 盐酸四环素

Yansuan Sihuan-su

### Tetracycline Hydrochloride



本品为(4S, 4aS, 5aS, 6S, 12aS)-6-甲基-4-(二甲氨基)-3, 6, 10, 12, 12a-五羟基-1, 11-二氧代-1, 4, 4a, 5, 5a, 6, 11,



12a-八氢-2-并四苯甲酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含盐酸四环素( $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ )不得少于 95.0%。

**【性状】** 本品为黄色结晶性粉末;无臭;略有引湿性;遇光色渐变深,在碱性溶液中易破坏失效。

本品在水中溶解,在乙醇中微溶,在乙醚中不溶。

**比旋度** 取本品,精密称定,加 0.01mol/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 $-240^{\circ}$ 至 $-258^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品约 0.5mg,加硫酸 2ml,即显深紫色,再加三氯化铁试液 1 滴,溶液变为红棕色。

(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。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 332 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,加水制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 1.8~2.8。

**溶液的澄清度** 取本品 5 份,各 50mg,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。(供注射用)

**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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.8mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取 4-差向四环素对照品、土霉素对照品、差向脱水四环素对照品、盐酸金霉素对照品及脱水四环素对照品各约 3mg 与盐酸四环素对照品约 48mg,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml 使溶解后,用水稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵溶液[0.15mol/L 醋酸铵溶液-0.01mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液-三乙胺(100:10:1),用醋酸调节 pH 值至 8.5]-乙腈(83:17)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积为 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序为:4-差向四环素、土霉素、差向脱水四环素、四环素、金霉素、脱水四环素,四环素峰的保留时间约为 14 分钟;4-差向四环素峰、土霉素峰、差向脱水四环素峰、四环素峰、金霉素峰各峰间的分离度均应符合要求,金霉素峰与脱水四环素峰之间的分离度应大于 1.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分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,土霉素、4-差向

四环素、盐酸金霉素、脱水四环素、差向脱水四环素按校正后的峰面积(分别乘以校正因子 1.0、1.42、1.39、0.48 与 0.62)分别不得大于对照溶液主峰面积的 0.25 倍(0.5%)、1.5 倍(3.0%)、0.5 倍(1.0%)、0.25 倍(0.5%)、0.25 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 0.5 倍(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

**杂质吸光度** 取本品,在 20~25 $^{\circ}$ C 时,加 0.8%氢氧化钠溶液制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),置 4cm 的吸收池中,自加 0.8%氢氧化钠溶液起 5 分钟时,在 530nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.12。(供注射用)

**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%(供口服用)或 0.5%(供注射用)(通则 0831)。

**热原** 取本品,加氯化钠注射液制成每 1ml 中含 5mg 的溶液,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 缓慢注射 2ml,应符合规定。(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** 取本品约 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至刻度,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。

**对照品溶液** 取盐酸四环素对照品适量,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 0.1mg 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】** 四环素类抗生素。

**【贮藏】** 遮光,密封或严封,在干燥处保存。

**【制剂】** (1)盐酸四环素片 (2)盐酸四环素胶囊 (3)注射用盐酸四环素

## 盐酸四环素片

Yansuan Sihuan Su Pian

Tetracycline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸四环素( $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为黄色片或糖衣片。

**【鉴别】** 取本品的细粉适量(约相当于盐酸四环素 25mg),加热乙醇 25ml,浸渍 20 分钟后滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照盐酸四环素项下的鉴别(1)、(2)、(4)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。临用新制。

**供试品溶液** 取本品细粉适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸四环素 0.8mg 溶液,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 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,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盐酸四环素有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,4-差向四环素、脱水四环素、差向脱水四环素按校正后的峰面积(分别乘以校正因子 1.42、0.48 与 0.62)分别不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(8.0%)、0.5 倍(1.0%)、0.5 倍(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

**溶出度** 糖衣片 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 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,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸四环素 15 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸四环素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ 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 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 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(约相当于盐酸四环素 0.25g),置 250ml 量瓶中,加 0.01mol/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 0.01mol/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** 见盐酸四环素含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸四环素。

**【规格】** (1)0.125g (2)0.25g

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

## 盐酸四环素胶囊

Yansuan Sihuan su Jiaonang

Tetracycline Hydrochloride Capsules

本品含盐酸四环素( $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ )应为标示量的

90.0%~110.0%。

**【鉴别】** 取本品的内容物,照盐酸四环素项下的鉴别(1)、(2)、(4)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。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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸四环素 0.8mg 溶液,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 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸四环素有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,4-差向四环素、脱水四环素、差向脱水四环素按校正后的峰面积(分别乘以校正因子 1.42、0.48 与 0.62)分别不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(8.0%)、0.5 倍(1.0%)、0.5 倍(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

**干燥失重** 取本品的内容物,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 2.5%(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** 以水 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,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸四环素 15 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸四环素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ 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 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 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(约相当于盐酸四环素 0.25g),加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸四环素 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** 见盐酸四环素含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸四环素。

**【规格】** 0.25g

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。



## 注射用盐酸四环素

Zhushengyong Yansuan Sihuan

## Tetracycline Hydrochloride for Injection

本品为盐酸四环素加适量的维生素 C 或枸橼酸作为稳定剂的无菌粉末。按平均装量计算,含盐酸四环素( $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为黄色混有白色的结晶性粉末。

【鉴别】 取本品,照盐酸四环素项下的鉴别(1)、(2)、(4)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 10mg 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。

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 取本品装量差异项下的内容物,混合均匀,称取适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸四环素 0.8mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见盐酸四环素有关物质项下。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得超过 0.8%(通则 0831)。

酸度、杂质吸光度、热原与无菌 照盐酸四环素项下的方法检查,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约 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至刻度,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。

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 见盐酸四环素含量测定项下。

【类别】 同盐酸四环素。

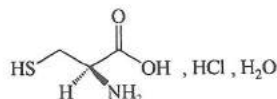
【规格】 (1)0.125g (2)0.25g (3)0.5g

【贮藏】 遮光,密闭,在干燥处保存。

## 盐酸半胱氨酸

Yansuan Banguang'ansuan

## Cysteine Hydrochloride


 $C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$  175.64

本品为 L-2-氨基-3-巯基丙氨酸盐酸盐一水合物。按干燥品计算,含  $C_3H_7NO_2S \cdot HCl$  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;有臭。

本品在水中易溶,在乙醇中略溶,在丙酮中几乎不溶。

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 80mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +5.5° 至 +7.0°。

【鉴别】 (1)取其他氨基酸项下的供试品溶液与盐酸半胱氨酸对照品贮备液各 10ml,分别用水稀释至 25ml,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 816 图)一致。

【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 1.5~2.0。

溶液的透光率 取本品 0.5g,加水 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%。

含氯量 取本品约 0.25g,精密称定,加水 10ml 与硝酸溶液(1→2)10ml 溶解后,精密加入硝酸银滴定液(0.1mol/L)25ml 与 1%高锰酸钾溶液 50ml,在水浴上加热 30 分钟,放冷,滴加 30%过氧化氢溶液至溶液成无色,然后加硫酸铁铵指示剂 8ml 和硝基苯 1ml,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 3.545mg 的 Cl。含氯量应为 19.8%~20.8%。

硫酸盐 取本品 0.7g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.4ml 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 0.20g,置 10ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,取 5ml,加 4%N-乙基顺丁烯二酰亚胺乙醇溶液 5ml,混匀,放置 5 分钟。

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。

盐酸半胱氨酸对照品贮备液 取盐酸半胱氨酸对照品 20mg,加水 10ml 使溶解,加 4%N-乙基顺丁烯二酰亚胺乙醇溶液 10ml,混匀,放置 5 分钟。

系统适用性溶液 取酪氨酸对照品 10mg,置 25ml 量瓶



中,加水适量使溶解,加盐酸半胱氨酸对照品贮备液 10ml,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** 吸取供试品溶液、对照溶液与系统适用性溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开至少 15cm,晾干,80℃加热 30 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 105℃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,以五氧化二磷为干燥剂,减压干燥 24 小时,减失重量应为 8.0%~12.0%(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 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 15mg 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 0.25g,精密称定,置碘瓶中,加水 20ml 与碘化钾 4g,振摇溶解后,加稀盐酸 5ml,精密加入碘滴定液(0.05mol/L)25ml,于暗处放置 15 分钟,再置冰浴中冷却 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 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 15.76mg 的  $C_{16}H_{17}N_9O_5S_3 \cdot HCl$ 。

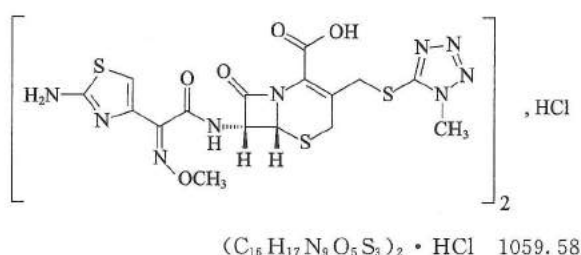
**【类别】** 氨基酸类药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸头孢甲肟

Yansuan Toubaojiawo

Cefmenoxime Hydrochloride



本品为(6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-氨基-4-噻唑基)-2-甲氧亚氨基乙酰氨基]-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-甲酸盐盐酸盐(2:1)。按无水物计算,含头孢甲肟(C<sub>16</sub>H<sub>17</sub>N<sub>9</sub>O<sub>5</sub>S<sub>3</sub>)不得少于 89.0%。

**【性状】** 本品为白色至淡黄色结晶或结晶性粉末;有引湿性。

本品在甲酰胺中易溶,在甲醇中微溶,在水中极微溶解,在乙醇中不溶;在 pH 6.8 磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.4g 与磷酸氢二钠 18.9g,加水 750ml 溶解,用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.8±0.1,加水稀释至 1000ml)中易溶。

**比旋度** 取本品,精密称定,加上述 pH 6.8 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-27°至-35°。

**吸收系数** 取本品,精密称定,加上述 pH 6.8 磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ 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,吸收系数(E<sub>1%</sub><sup>1cm</sup>)为 335~360。

**【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)。

(3)取本品 10mg,加 0.5%碳酸钠溶液 1ml 溶解,再加冰醋酸 5ml 及硝酸银试液 2 滴,生成白色沉淀。

**【检查】** **酸度** 取本品,加水制成每 1ml 中约含 10mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.5~4.0。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 5 份,各 0.55g,分别加 2%碳酸钠溶液 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 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。

**pH 6.8 磷酸盐缓冲液** 取磷酸二氢钾 6.4g 与磷酸氢二钠 18.9g,加水 750ml 溶解,用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.8±0.1,加水稀释至 1000ml。

**供试品溶液** 取本品约 20mg,精密称定,加 pH 6.8 磷酸盐缓冲液 4ml 使溶解后,用流动相 A 定量稀释制成每 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 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 2 $\mu$ g 的溶液。

**1-甲基-5-巯基四氮唑对照品溶液** 取 1-甲基-5-巯基四氮唑对照品适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液(1)** 取头孢甲肟对照品 10mg,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 0.5ml,放置 30 分钟,加 1mol/L 盐酸溶液 0.5ml 中和,加 pH 6.8 磷酸盐缓冲液 2ml 使溶解,用流动相 A 稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。



**系统适用性溶液(2)** 取头孢甲肟对照品约 20mg,加 pH 6.8 磷酸盐缓冲液 4ml 使溶解,用 1-甲基-5-巯基四氮唑对照品溶液稀释制成每 1ml 中约含头孢甲肟 0.2mg 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,5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以水-冰醋酸-乙腈(85:1.7:15)为流动相 A,以水-冰醋酸-乙腈(50:1.7:50)为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 254nm;进样体积为 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	100	0
40	0	100
50	0	100
51	100	0
60	100	0

**系统适用性要求** 系统适用性溶液(1)色谱图中,头孢甲肟峰的保留时间约为 10 分钟,头孢甲肟峰与相邻分解产物峰(相对保留时间约为 0.77)之间的分离度应大于 4.5。系统适用性溶液(2)色谱图中,头孢甲肟峰与 1-甲基-5-巯基四氮唑峰之间的分离度应大于 12.0。

**测定法** 精密量取供试品溶液、对照溶液与 1-甲基-5-巯基四氮唑对照品溶液,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,含 1-甲基-5-巯基四氮唑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(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 2 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

**头孢甲肟聚合物** 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 与无水碳酸钠 50mg,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** 取头孢甲肟对照品约 21mg,精密称定,置 500ml 量瓶中,加 pH 7.0 磷酸盐缓冲液 5ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

**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)** 取盐酸头孢甲肟约 0.2g 与无水碳酸钠 40mg,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 $\mu$ m)为填充剂,玻璃柱内径 1.0~1.4cm,柱长 30~45cm;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 1.0ml;检测波长为 254nm;进样体积 100~200 $\mu$ 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 700,拖尾因子均应小于 2.0,保留时间的比值应在 0.93~1.07 之间。系统适用性溶液(2)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 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** 按外标法以头孢甲肟峰面积计算,头孢甲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** 分别取四氢呋喃、二氯甲烷、乙酸乙酯与乙醇各适量,精密称定,用 N,N-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中分别约含 0.036mg、0.03mg、0.25mg 与 0.25mg 的混合溶液,精密量取 2.0ml,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(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,再以每分钟 20℃的速率升温至 180℃,维持 2 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 200℃;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、二氯甲烷、乙酸乙酯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 1)测定,含水分不得过 1.5%。

**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 0.5%碳酸钠溶液(经 0.45 $\mu$ m 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 0.5%碳酸钠溶液(经 0.45 $\mu$ m 滤膜滤过)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法检查(通则 0903),每 1g 样品中含 10 $\mu$ m 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。(供无菌分装用)

**细菌内毒素** 取本品,加碳酸钠溶液(称取经 170℃加热 4 小时以上的碳酸钠 2.0g,加注射用水溶解并稀释至 100ml)溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢甲肟 80mg 的溶液,依法检



查(通则 1143),每 1mg 头孢甲肟中含内毒素的量应小于 0.083EU。(供注射用)

**无菌** 取本品,加 2% 无菌碳酸钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 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 800ml),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 6.8 磷酸盐缓冲液** 见有关物质项下。

**供试品溶液** 取本品约 20mg,精密称定,加 pH 6.8 磷酸盐缓冲液 4ml 使溶解,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含头孢甲肟 40 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取头孢甲肟对照品,精密称定,加 pH 6.8 磷酸盐缓冲液 4ml 使溶解,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含头孢甲肟 40 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取头孢甲肟对照品 10mg,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 0.5ml,放置 30 分钟,加 1mol/L 盐酸溶液 0.5ml 中和,加 pH 6.8 磷酸盐缓冲液 2ml 使溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-冰醋酸-乙腈(85:1.7:15)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,头孢甲肟峰的保留时间约为 10 分钟,头孢甲肟峰与相邻分解产物峰(相对保留时间约为 0.77)之间的分离度应大于 4.5。

**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  $C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$  的含量。

**【类别】**  $\beta$ -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】** 注射用盐酸头孢甲肟

## 注射用盐酸头孢甲肟

Zhusheyong Yansuan Toubaojiawo

### Cefmenoxime Hydrochloride for Injection

本品为盐酸头孢甲肟加适量无水碳酸钠为助溶剂制成的无菌粉末。按平均装量计算,含头孢甲肟( $C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色至淡黄色结晶或结晶性粉末。

**【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)取本品适量,加盐酸头孢甲肟项下 pH 6.8 磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢甲肟 15 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见光光度法(通则 0401)测定,在 232nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品适量,加稀酸,即泡腾,发生二氧化碳,导入氢氧化钙试液中,即生成白色沉淀。

**【检查】 酸碱度** 取本品,加水制成每 1ml 中约含头孢甲肟 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.4~7.9。

**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 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** 取本品内容物适量,精密称定,加水适量使盐酸头孢甲肟溶解,再用流动相 A 稀释制成每 1ml 中约含头孢甲肟 0.2mg 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 中约含头孢甲肟 2 $\mu$ g 的溶液。

1-甲基-5-巯基四氮唑对照品溶液、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盐酸头孢甲肟有关物质项下。

**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的 1.5 倍(1.5%),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%)。

**头孢甲肟聚合物** 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。临用新制。

**供试品溶液** 取本品内容物适量(相当于头孢甲肟约 0.2g),精密称定,置 10ml 量瓶中,加水使盐酸头孢甲肟溶解并稀释至刻度,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** 见盐酸头孢甲肟头孢甲肟聚合物项下。

**限度** 按外标法以头孢甲肟峰面积计算,头孢甲肟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 3 小时,减失重量不得过 1.5%(通则 0831)。

**不溶性微粒** 取本品,按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中约含 20mg 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 及 10 $\mu$ m 以上微粒不得过 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)的每个供试品容器中含 10 $\mu$ m 及 10 $\mu$ m 以上微粒不得过 6000 粒,含 25 $\mu$ m 及 25 $\mu$ m 以上的微粒不得过 600 粒。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢甲肟中含内毒素的量应小于 0.083EU。

**无菌** 取本品,加 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,经薄膜过滤法处理,用上述缓冲液分次冲洗(每膜不少于 800ml),以大肠埃希菌为阳性对照菌,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,混合均匀,精密称取适量,加水适量使盐酸头孢甲酯溶解,再用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含头孢甲酯 40 $\mu$ 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 见盐酸头孢甲酯含量测定项下。

【类别】 同盐酸头孢甲酯。

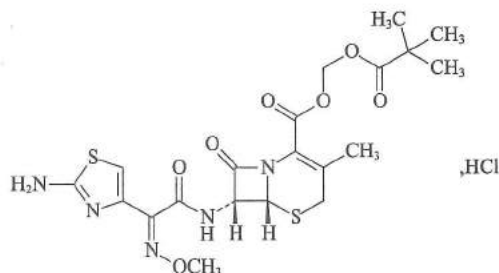
【规格】 按  $C_{16}H_{17}N_5O_5S_2$  计 (1)0.25g (2)0.5g (3)1.0g (4)2.0g

【贮藏】 遮光,密闭,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸头孢他美酯

Yansuan Toubaoameizhi

Cefetamet Pivoxil Hydrochloride



$C_{20}H_{25}N_5O_7S_2 \cdot HCl$  548.04

本品为(6R,7R)-3-甲基-7-[(Z)-2-(2-氨基-4-噻唑基)-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-甲酸新戊酰氧甲酯盐酸盐。按无水物计算,含头孢他美( $C_{14}H_{15}N_5O_5S_2$ )不得少于 69.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶性粉末,无臭。

本品在甲醇中极易溶解,在乙醇中易溶,在水或乙醚中几乎不溶。

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 +78°至 +86°。

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 14 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 263nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 327~347。

【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)。

(3)取本品 50mg,加甲醇 2ml 溶解后,加稀硝酸使成酸性后,滴加硝酸银试液,即生成白色凝乳状沉淀。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中约含 10mg 的

混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~4.0。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂 乙腈溶液(9→20)。

磷酸盐缓冲液 取无水磷酸氢二钠 5.8g 与磷酸二氢钾 3.5g,加水溶解并稀释成 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 1.4mg 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 14 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 精密称取杂质 I 对照品适量,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 14 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取头孢他美酯对照品适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.4mg 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 0.7 $\mu$ 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×250mm,5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以乙腈-甲醇-水-磷酸盐缓冲液(180:47.5:750:67.5)为流动相 A,以乙腈-甲醇-水-磷酸盐缓冲液(540:142.5:250:22.5)为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;柱温为 30℃;检测波长为 263nm。进样体积为 10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
2	100	0
40	0	100
50	0	100
51	100	0
60	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,头孢他美酯峰的保留时间约为 29 分钟,头孢他美酯峰与相对保留时间约为 0.97 和 1.03 处杂质峰之间的分离度均应不小于 2.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰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%,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%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(4.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

残留溶剂 异丙醇、乙酸乙酯与丙酮 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,精密加入二甲基亚砜 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 分别取异丙醇、乙酸乙酯与丙酮适量,精密称定,加二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.2mg 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 50℃,维持 5 分钟,以每分钟 30℃ 的速率升温至 200℃,维持 3 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 230℃;顶空瓶平衡温度为 60℃,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,异丙醇、乙酸乙酯与丙酮的残留量均应符合规定。

**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 中约含 50mg 的溶液。

**对照品溶液** 取 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 中约含 45μg 的溶液。

**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 100℃,维持 6 分钟,以每分钟 30℃ 的速率升至 200℃,维持 5 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 230℃;进样体积 1.0μl。

**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,N,N-二甲基甲酰胺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,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 0.2mg 的溶液。

**对照品溶液** 取头孢他美酯对照品,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 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-磷酸盐缓冲液(360:95:500:45)为流动相;检测波长为 263nm;进样体积 10μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,头孢他美酯峰与相对保留时间约为 0.9 和 1.1 处杂质峰间的分离度均应符合规定。

**溶剂、磷酸盐缓冲液与系统适用性溶液** 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他美(C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>)的含量。

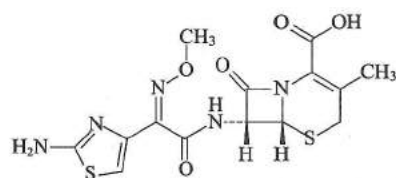
**【类别】** β-内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

**【贮藏】** 遮光、密封,在阴凉干燥处保存。

**【制剂】** (1)盐酸头孢他美酯干混悬剂 (2)盐酸头孢他美酯片 (3)盐酸头孢他美酯胶囊

附:

杂质 I



C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub> 397.43

(6R,7R)-3-甲基-7-[(Z)-2-(2-氨基-4-噻唑基)-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(头孢他美酸)

## 盐酸头孢他美酯干混悬剂

Yansuan Toubaotameizhi Ganhunxuanji

### Cefetamet Pivoxil Hydrochloride for Suspension

本品含盐酸头孢他美酯按头孢他美(C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>)计算,应为标示量的 90.0%~120.0%。

**【性状】** 本品为类白色至淡黄色粉末;气芳香。

**【鉴别】** (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品的内容物适量,加无水乙醇制成每 1ml 中约含头孢他美 12.5mg 的溶液,静置,取上清液。

**对照品溶液** 取头孢他美酯对照品适量,加无水乙醇制成每 1ml 中约含头孢他美 12.5mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙酸乙酯-乙醚-二氯甲烷-甲酸(5:4:5:4)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 2μl,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)取本品的内容物适量(约相当于头孢他美 35mg),加甲醇 2ml,振摇使盐酸头孢他美酯溶解,滤过,滤液加稀硝酸使成酸性后,滴加硝酸银试液,即生成白色凝乳状沉淀。

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** 取本品的内容物适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 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,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美  $10\mu\text{g}$  的溶液。

**对照品溶液** 精密称取杂质 I 对照品适量,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含  $20\mu\text{g}$  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 中约含头孢他美  $0.5\mu\text{g}$  的溶液。

**溶剂、磷酸盐缓冲液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸头孢他美酯有关物质项下。杂质 I 测定如存在辅料干扰,杂质 I 检测波长改为 300nm 测定,其他杂质测定方法不变。

**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的 2 倍(2.0%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(5.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

**水分** 取本品的内容物适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 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 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,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美  $10\mu\text{g}$  的溶液。

**对照品溶液** 取头孢他美酯对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美  $10\mu\text{g}$  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 263nm 的波长处分别测定吸光度,计算出每袋的溶出量。

**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,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(约相当于头孢他美 0.1g),置 100ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使盐酸头孢他美酯溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 0.2mg 的溶液。

**溶剂、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** 见盐酸头孢他美酯含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸头孢他美酯。

**【规格】** 按  $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}_2$  计 (1)90.65mg

(2)181.3mg

**【贮藏】** 遮光、密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸头孢他美酯片

Yansuan Toubaoameizhi Pian

### Cefetamet Pivoxil Hydrochloride Tablets

本品含盐酸头孢他美酯按头孢他美( $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}_2$ )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** 取本品的细粉适量,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 12.5mg 的溶液,静置,取上清液。

**对照品溶液** 取头孢他美酯对照品适量,加无水乙醇制成每 1ml 中约含头孢他美 12.5mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙酸乙酯-乙醚-二氯甲烷-甲酸(5:4:5:4)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 2 $\mu\text{l}$ ,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)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液振摇使盐酸头孢他美酯溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢他美  $10\mu\text{g}$  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 263nm 的波长处有最大吸收。

(4)取本品细粉适量(约相当于头孢他美 35mg),加甲醇 2ml,振摇使盐酸头孢他美酯溶解,滤过,滤液加稀硝酸使成酸性后,滴加硝酸银试液,即生成白色凝乳状沉淀。

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** 取本品的细粉适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 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,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美  $10\mu\text{g}$  的溶液。

**对照品溶液** 精密称取杂质 I 对照品适量,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含  $20\mu\text{g}$  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 中约含头孢他美  $0.5\mu\text{g}$  的溶液。

**溶剂、磷酸盐缓冲液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适**



用性要求与测定法 见盐酸头孢他美酯有关物质项下。

**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,不得过标示量的 2.0%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(5.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

**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 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 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 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 中约含头孢他美 10 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取头孢他美酯对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 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 263nm 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 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于头孢他美 0.1g),置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使盐酸头孢他美酯溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 0.2mg 的溶液。

**溶剂、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** 见盐酸头孢他美酯含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸头孢他美酯。

**【规格】** 按  $C_{14}H_{15}N_5O_5S_2$  计 (1)90.65mg  
(2)181.3mg

**【贮藏】** 遮光、密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸头孢他美酯胶囊

Yansuan Toubatameizhi Jiaonang

### Cefetamet Pivoxil Hydrochloride Capsules

本品含盐酸头孢他美酯按头孢他美( $C_{14}H_{15}N_5O_5S_2$ )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** 取本品的内容物适量,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 12.5mg 的溶液,静置,取上清液。

**对照品溶液** 取头孢他美酯对照品适量,加无水乙醇制成每 1ml 中约含头孢他美 12.5mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙酸乙酯-乙醚-二氯甲烷-甲酸(5:4:5:4)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 2 $\mu$ 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)取本品的内容物适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液振摇使盐酸头孢他美酯溶解并稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 10 $\mu$ 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 263nm 的波长处有最大吸收。

(4)取本品的内容物适量(约相当于头孢他美 35mg),加甲醇 2ml,振摇使盐酸头孢他美酯溶解,滤过,滤液加稀硝酸使成酸性后,滴加硝酸银试液,即生成白色凝乳状沉淀。

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** 取本品的内容物适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 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,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 10 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 精密称取杂质 I 对照品适量,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ 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 中约含头孢他美 0.5 $\mu$ g 的溶液。

**溶剂、磷酸盐缓冲液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸头孢他美酯有关物质项下。

**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,不得过标示量的 2.0%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍(5.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

**水分** 取本品的内容物适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 3.0%。

**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 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 中约含头孢他美 10 $\mu$ g 的



溶液。

**对照品溶液** 取头孢他美酯对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中含头孢他美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 263nm 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 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** 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢他美 0.1g),置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使盐酸头孢他美酯溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含头孢他美 0.2mg 的溶液。

溶剂、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 见盐酸头孢他美酯含量测定项下。

【类别】 同盐酸头孢他美酯。

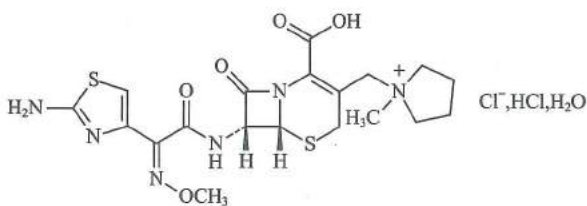
【规格】 按  $C_{14}H_{15}N_5O_5S_2$  计 (1)90.65mg  
(2)181.3mg

【贮藏】 遮光、密封，在阴凉干燥处保存。

## 盐酸头孢吡肟

Yansuan Toubaoobiwo

## Cefepime Hydrochloride


$$\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{ClN}_6\text{O}_5\text{S}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O} \quad 571.50$$

本品为氯化 1-[[ (6R, 7R)-7-[(2Z)-(2-氨基噻唑-4-基)-2-(甲氧亚氨基)乙酰氨基]-2-羧基-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-3-基]甲基]-1-甲基吡咯烷鎓一盐酸盐一水合物。按无水物计算, 含头孢吡肟 ( $C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$ ) 应为 82.5%~91.1%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末或结晶性粉末；微臭，有引湿性。

本品在水或甲醇中易溶,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10mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度为 $+39^{\circ}$ 至 $+47^{\circ}$ 。

**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15 $\mu$ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在259nm的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为310~340。

【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 1184 图)一致。

(3)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，加水制成每1ml中含10mg的溶液，依法测定(通则0631)，pH值应为1.6~2.1。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 5 份,各 1.2g,分别加水 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,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色或橙黄色 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。溶液应临用新制或于 4~8℃ 冷藏 12 小时内进样。

磷酸盐缓冲液(pH 5.0) 取磷酸二氢钾 0.68g,加水溶解并稀释至 1000ml,用 0.5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5.0。

**供试品溶液** 取本品约 70mg, 置 50ml 量瓶中, 加流动相 A 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 A 稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取头孢吡肟对照品与头孢吡肟 *E* 异构体对照品各适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中含 1.2mg 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 5.0)-乙腈(90:10)为流动相 A,以磷酸盐缓冲液(pH 5.0)-乙腈(50:50)为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;检测波长为 254nm;进样体积为 10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	100	0
30	50	50
35	50	50
36	100	0
45	100	0

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,头孢吡肟峰与头孢吡肟 *E* 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,头孢吡肟 E 异构体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(1.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

**N-甲基吡咯烷** 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 0.125g,精密称定,置 25ml 量瓶中,加 0.01mol/L 硝酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取 N-甲基吡咯烷对照品适量,精密称定,用 0.01mol/L 硝酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含 15 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸头孢吡肟与 N-甲基吡咯烷各适量,加 0.01mol/L 硝酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含头孢吡肟 5mg 与 N-甲基吡咯烷 15 $\mu$ g 的混合溶液。

**色谱条件** 用羧基键合硅胶为填充剂;以 0.01mol/L 硝酸溶液-乙腈(99:1)为流动相;流速为每分钟 0.8ml;柱温为 35℃;电导检测;进样体积为 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液用于供试品溶液中 N-甲基吡咯烷峰的定位。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** 精密量取供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 0.3%。

**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,用水稀释至刻度,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。

**对照品贮备液** 分别取甲醇 0.15g、丙酮 0.25g,精密称定,置 50ml 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。

**对照品溶液** 精密量取对照品贮备液 1ml 置顶空瓶中,再精密加供试品贮备液 1ml,摇匀,密封。

**系统适用性溶液** 精密量取对照品贮备液 1ml 置顶空瓶中,再精密加水 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;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,出峰顺序依次为:甲醇、丙酮,甲醇峰与丙酮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** 用标准加入法以峰面积计算,甲醇与丙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,含水分应为 3.0%~4.5%。

**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。

**可见异物** 取本品 5 份,每份为制剂最大规格量,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 $\mu$ m 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。(供无菌分装用)

**细菌内毒素** 取本品,加 2% 无内毒素的碳酸钠溶液适量,使溶解,依法检查(通则 1143),每 1mg 头孢吡肟中含内毒素的量应小于 0.060EU。(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 中含 20mg 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 400ml),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** 取本品约 70mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取头孢吡肟对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢吡肟 1.2mg 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 5.0)-乙腈(90:10)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**磷酸盐缓冲液(pH 5.0)、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 C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>6</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub> 的含量。

**【类别】**  $\beta$ -内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

**【贮藏】** 遮光,密封,在凉暗干燥处保存。

**【制剂】** 注射用盐酸头孢吡肟

## 注射用盐酸头孢吡肟

Zhusheyong Yansuan Toubaobiwo

### Cefepime Hydrochloride for Injection

本品为盐酸头孢吡肟加适量精氨酸制成的无菌粉末。按无水、无精氨酸物计算,含头孢吡肟(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>6</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>)应为 82.5%~91.1%;按平均装量计算,含头孢吡肟(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>6</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>)应为标示



量的 90.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末。

【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】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含头孢吡肟 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 瓶,分别加水制成每 1ml 中含头孢吡肟 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,与黄色或黄绿色或橙黄色 10 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。溶液应临用新制或于 4~8℃ 冷藏 12 小时内进样。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物,混合均匀,取适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中含头孢吡肟 1.4mg 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。

磷酸盐缓冲液(pH 5.0)、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸头孢吡肟有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,头孢吡肟 E 异构体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 0.5 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 倍(2.0%)。

N-甲基吡咯烷 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(约相当于头孢吡肟 0.125g),置 25ml 量瓶中,加 0.01mol/L 硝酸溶液使溶解并稀释至刻度,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 见盐酸头孢吡肟 N-甲基吡咯烷项下。

限度 按外标法以峰面积计算,含 N-甲基吡咯烷不得过标示量的 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 4.0%。

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 $\mu$ m 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 及 25 $\mu$ 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 头孢吡肟中含内毒素的量应小于 0.060EU。

无菌 取本品,照盐酸头孢吡肟项下的方法检查,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 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢吡肟 60mg),置 200ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取头孢吡肟对照品和精氨酸对照品各适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢吡肟 0.3mg 和精氨酸 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;以含 0.015mol/L 辛酸磺酸钠的 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(用氢氧化钠试液调节 pH 值至 5.0)-甲醇(92:8)为流动相;流速为每分钟 1.5ml;检测波长为 206nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,头孢吡肟峰与精氨酸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<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>6</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub> 与 C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub> 的含量。

【类别】 同盐酸头孢吡肟。

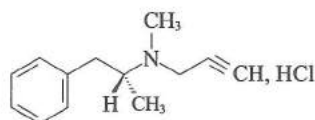
【规格】 按 C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>6</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub> 计 (1)0.5g (2)1.0g

【贮藏】 遮光,密闭,在凉暗处保存。

## 盐酸司来吉兰

Yansuan Silaijilan

### Selegiline Hydrochloride



C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>N · HCl 223.75

本品为(R)-N,  $\alpha$ -二甲基-N-2-丙炔基苯乙胺盐酸盐。按干燥品计算,含 C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>N · HCl 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。

本品在水、甲醇或乙醇中易溶,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 141~145℃。

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 中含 100mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -10.0°至 -12.0°。

【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)取本品,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),于 200~300nm 的波长范围内测定吸光度,在 252nm、257nm 与 263nm 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 821 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 0.20g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~4.5。

**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 中含盐酸司来吉兰 1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸甲基安非他明对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.01mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸司来吉兰与盐酸甲基安非他明各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.1mg 的混合溶液,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 磷酸二氢铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.1)-乙腈(80:20)为流动相;检测波长为 205nm;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,理论板数按司来吉兰峰计算不低于 2000,司来吉兰峰与甲基安非他明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盐酸甲基安非他明峰,按外标法以峰面积计算,其含量不得大于 1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于总峰面积的 0.2%,其他各杂质峰面积的和不得大于总峰面积的 1.0%。

**S-异构体** 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 10ml 量瓶中,加异丙醇 1ml 与正丁胺 10 $\mu$ l,振摇使盐酸司来吉兰溶解,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 10 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取消旋盐酸司来吉兰对照品 8mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加入异丙醇 1ml 与正丁胺 10 $\mu$ l,振摇使溶解,用流动相稀释至刻度。

**色谱条件** 用涂有纤维素-三(3,5-二甲苯基氨基甲酸酯)的硅胶为填充剂(OD-H 或效能相当的色谱柱);以环己烷-异丙醇(99.8:0.2)为流动相;检测波长为 220nm;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,司来吉兰与 S-异构体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显 S-异构体的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

**残留溶剂** 乙醇、乙醚与甲苯 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 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入二甲基亚砷 5ml 使溶解。

**对照品溶液** 分别取无水乙醇、无水乙醚与甲苯适量,精密称定,置同一量瓶中,加二甲基亚砷溶解并定量稀释制成每

1ml 中约含乙醇 60 $\mu$ g、乙醚 4.0 $\mu$ g 与甲苯 18 $\mu$ g 的溶液,精密量取 5ml 置顶空瓶中。

**色谱条件** 以 5%苯基-95%甲基硅氧烷基共聚物为固定液与 6%氰丙基苯基-94%甲基硅氧烷基共聚物为固定液串联的毛细管柱为色谱柱;柱温起始温度为 50 $^{\circ}$ C,维持 17 分钟,以每分钟 10 $^{\circ}$ C 的速率升温至 100 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟,再以每分钟 40 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C,维持 20 分钟。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,理论板数按甲苯峰计算不低于 1000,各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在 90 $^{\circ}$ C 加热 30 分钟后,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。

**三氯甲烷** 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 50mg,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** 取三氯甲烷适量,精密称定,加二甲基亚砷定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 以 6%氰丙基苯基-94%甲基硅氧烷基共聚物为固定液的毛细管柱为色谱柱(DB624 或极性相近);柱温起始温度为 50 $^{\circ}$ C,维持 12 分钟,再以每分钟 40 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C,维持 15 分钟;用电子捕获检测器检测;进样体积 1 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,理论板数按三氯甲烷峰计算不低于 1000。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

**限度** 按外标法以峰面积计算,应符合规定。

**干燥失重** 取本品,在 60 $^{\circ}$ C 减压干燥 3 小时,依法检查(通则 0831),减失重量不得过 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 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸司来吉兰对照品适量,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】** B 型单胺氧化酶抑制药。

**【贮藏】** 遮光,密封,干燥处保存。

**【制剂】** 盐酸司来吉兰片



## 盐酸司来吉兰片

Yansuan Silajilan Pian

## Selegiline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸司来吉兰( $C_{13}H_{17}N \cdot HCl$ )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 取本品细粉适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含盐酸司来吉兰 1mg 的溶液,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 见盐酸司来吉兰有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有盐酸甲基安非他明峰,按外标法以峰面积计算,其含量不得大于盐酸司来吉兰标示量的 2.0%;其他单个杂质峰面积不得大于总峰面积的 0.5%,其他各杂质峰面积的和不得大于总峰面积的 2.0%。

S-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(约相当于盐酸司来吉兰 20mg),置 10ml 量瓶中,加入异丙醇 1ml 与正丁胺 10 $\mu$ l,振摇使盐酸司来吉兰溶解,用流动相稀释至刻度,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 中约含盐酸司来吉兰 10 $\mu$ 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 见盐酸司来吉兰 S-异构体项下。

限度 供试品溶液色谱图中如显 S-异构体的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸司来吉兰溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,取溶液适量,离心 10 分钟,取上清液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法,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 取盐酸司来吉兰对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ 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(约相当于盐酸司来吉兰 25mg),加流动相使盐酸司来吉兰溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸司来吉兰 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 见盐酸司来吉兰含量测定项下。

【类别】 同盐酸司来吉兰。

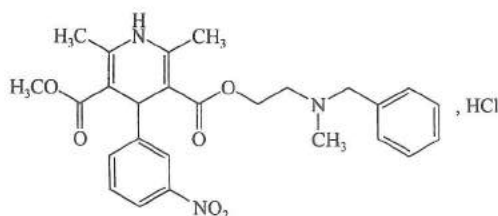
【规格】 5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸尼卡地平

Yansuan Nikadiping

## Nicardipine Hydrochloride



$C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$  515.99

本品为 2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)-1,4-二氢吡啶-3,5-二羧酸,3-[ $\beta$ -(N-苄基-N-甲基氨基)乙酯-5-甲酯]盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为淡黄色粉末或黄色结晶性粉末;无臭,几乎无味。

本品在甲醇中溶解,在乙醇、三氯甲烷中略溶,在水或乙醚中几乎不溶;在冰醋酸中溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 179~185 $^{\circ}C$ ,熔融时同时分解。

吸收系数 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 8 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 236nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 507~539。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加甲醇 3ml 使溶解,加硫氰酸铬铵试液数滴,即生成粉红色沉淀。

(2)取吸收系数项下的溶液适量,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 219nm 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 334 图)一致。

(4)取本品约 10mg,加甲醇 4ml 使溶解,溶液显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品,精密称定,加甲醇适量使溶解,用



流动相定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 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 50 $\mu$ g 的溶液,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** 取盐酸尼卡地平对照品与杂质 I 对照品各适量,加甲醇适量使溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中各约含 0.5mg 与 1 $\mu$ 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-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(72:28)为流动相;检测波长为 236nm;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,尼卡地平峰与杂质 I 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 0.5 倍(0.5%);杂质总量不得过 1.0%。

**干燥失重** 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 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 0.4g,精密称定,加冰醋酸 20ml 与醋酸汞试液 6ml,微温使溶解,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 51.60mg 的  $C_{26}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ 。

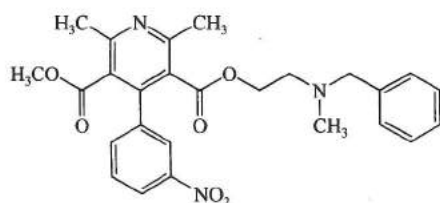
**【类别】** 血管扩张药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸尼卡地平片 (2)盐酸尼卡地平注射液 (3)盐酸尼卡地平葡萄糖注射液

附:

杂质 I



$C_{26}H_{27}N_3O_6$  477.51

2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)-3,5-吡啶二羧酸-2-(N-苄基-N-甲基)-乙酯甲酯

## 盐酸尼卡地平片

Yansuan Nikadiping Pian

### Nicardipine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸尼卡地平( $C_{26}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为微黄色片或糖衣片,除去包衣后,显微黄色。

**【鉴别】** (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸尼卡地平 20mg),加甲醇 8ml 使盐酸尼卡地平溶解,滤过,滤液分为两份,照盐酸尼卡地平项下的鉴别(1)、(4)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)取含量测定项下的供试品溶液 1ml,加甲醇至 5ml,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 219nm 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** 取含量测定项下的细粉适量(约相当于盐酸尼卡地平 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使盐酸尼卡地平溶解,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 50 $\mu$ 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盐酸尼卡地平有关物质项下。

**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,不得过盐酸尼卡地平标示量的 0.5%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%);杂质总量不得过 2.0%。

**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 50ml 量瓶中,超声约 15 分钟使盐酸尼卡地平溶解,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 25ml 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)。

**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(约相当于盐酸尼卡地平 10mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 15 分钟使盐酸尼卡地平溶解,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 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸尼卡地平对照品,精密称定,加流动



相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按尼卡地平峰计算不低于 1500, 尼卡地平峰与相邻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。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同盐酸尼卡地平。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光, 密封保存。

## 盐酸尼卡地平注射液

Yansuan Nikadiping Zhusheye

### Nicardipine Hydrochloride Injection

本品为盐酸尼卡地平的灭菌水溶液, 含盐酸尼卡地平( $C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄绿色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 4ml, 加硫氰酸铬铵试液数滴, 即生成粉红色沉淀。

(2)取含量测定项下的供试品溶液 1ml, 加甲醇至 5ml, 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 219nm 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。

(4)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 3.5~5.0(通则 0631)。

**颜色** 取本品, 与黄绿色 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。

**供试品溶液** 取本品 5 支, 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 50 $\mu$ 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** 见盐酸尼卡地平有关物质项下。

**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, 不得过盐酸尼卡地平标示量的 0.5%; 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%); 杂质总量不得过 2.0%。

**细菌内毒素** 取本品适量, 依法检查(通则 1143), 每 1mg 盐酸尼卡地平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。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 中约含盐酸尼卡地平 50 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸尼卡地平对照品, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按尼卡地平峰计算不低于 1500, 尼卡地平峰与相邻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。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同盐酸尼卡地平。

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

【贮藏】 遮光, 密闭, 在阴凉处保存。

## 盐酸尼卡地平葡萄糖注射液

Yansuan Nikadiping Putaotang Zhusheye

### Nicardipine Hydrochloride and Glucose Injection

本品为盐酸尼卡地平与葡萄糖的灭菌水溶液。含盐酸尼卡地平( $C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%; 含葡萄糖( $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ )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, 缓缓滴入微温的碱性酒石酸铜试液中, 即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(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 3.2~5.0(通则 0631)。

**颜色** 取本品, 与黄绿色 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。

**供试品溶液** 取本品适量, 用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸尼卡地平 50 $\mu$ g 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 中约含盐酸尼卡地平 2 $\mu$ 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** 见盐酸尼卡地平有关物质项下。

**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的 0.5 倍(2.0%), 各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(4.0%)。

**重金属** 取本品适量(约相当于葡萄糖 3g), 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】** 盐酸尼卡地平 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 中含盐酸尼卡地平 50 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸尼卡地平对照品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 3ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 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。

**葡萄糖** 取本品适量,在 25 $^{\circ}$ C 时依法测定旋光度(通则 0621),与 2.0852 相乘,即得每 100ml 供试品中含有  $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$  的重量(g)。

**【类别】** 同盐酸尼卡地平。

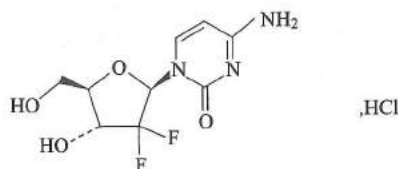
**【规格】** 100ml : 盐酸尼卡地平 10mg 与葡萄糖 5.5g

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。

## 盐酸吉西他滨

Yansuan Jixitabin

### Gemcitabine Hydrochloride



$C_9H_{11}F_2N_3O_4 \cdot HCl$  299.66

本品为 2'-脱氧-2',2'-二氟胞苷( $\beta$ -异构体)盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_9H_{11}F_2N_3O_4 \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在水中溶解,在甲醇中微溶,在丙酮中几乎不溶。

**比旋度** 取本品,精密称定,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +43 $^{\circ}$ 至 +50 $^{\circ}$ 。

**【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)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 269nm 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 1014 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 0.10g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~3.0。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.10g,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,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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸吉西他滨对照品与杂质 I 适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 2 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸吉西他滨对照品约 10mg,置 100ml 量瓶中,加氢氧化钾甲醇溶液(取氢氧化钾 1.68g,加甲醇 10ml,振摇使溶解)4ml,密封,超声使溶解,在 55 $^{\circ}$ C 水浴加热 6~16 小时,放冷,用 1%磷酸溶液稀释至刻度,摇匀(每 1ml 中约含杂质 II 0.02mg)。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.14mol/L 磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠 13.8g 与磷酸 2.5ml,加水溶解并稀释至 1000ml,pH 值应为 2.5 $\pm$ 0.1)-甲醇(97 : 3)为流动相 A,以 0.14mol/L 磷酸盐缓冲液-甲醇(50 : 50)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 275nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
8	100	0
13	0	100
20	0	100
25	100	0
28	100	0

**系统适用性要求** 调整色谱系统,使吉西他滨在 8 分钟内出峰。系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为杂质 I 峰、杂质 II 峰与吉西他滨峰,杂质 II 峰与吉西他滨峰之间的分离度应大于 8.0,吉西他滨峰的拖尾因子应不大于 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 按外标法以峰面积计算,不得过 0.1%,其他杂质按外标法以吉西他滨峰面积计算,杂质 II 不得过 0.1%,其他单个未知杂质不得过 0.1%,杂质总量不得过 0.2%。含量小于 0.02% 的杂质峰忽略不计。

**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)。

**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** 取盐酸吉西他滨对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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 0.14mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 2.5)-甲醇(97 : 3)为流动相;检测波长为



275nm;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,杂质Ⅱ峰与吉西他滨峰之间的分离度应大于 8.0,吉西他滨峰的拖尾因子应不大于 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。

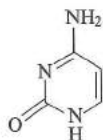
【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光,密封,阴凉干燥处保存。

【制剂】 注射用盐酸吉西他滨

附:

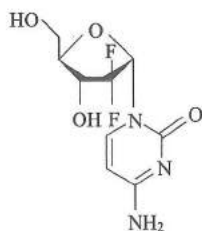
杂质Ⅰ(胞嘧啶)



$C_4H_5N_3O$  111.10

4-氨基嘧啶-2(1H)-酮

杂质Ⅱ( $\alpha$ -异构体)



$C_9H_{11}F_2N_3O_4$  263.20

## 注射用盐酸吉西他滨

Zhusheyong Yansuan Jixitabin

Gemcitabine Hydrochloride for Injection

本品为盐酸吉西他滨的无菌冻干品,含盐酸吉西他滨按吉西他滨( $C_9H_{11}F_2N_3O_4$ )计算,应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色疏松块状物或粉末。

【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)取本品内容物适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含吉西他滨 10 $\mu$ 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。

(3)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,加 0.9%氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含吉西他滨 40mg 的溶液,依法测定(通则

0631),pH 值应为 2.7~3.3。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 5 瓶,分别加 0.9%氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含吉西他滨 20mg 的溶液,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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含吉西他滨 2mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸吉西他滨对照品与杂质Ⅰ对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 2 $\mu$ 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盐酸吉西他滨有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质Ⅰ按外标法以峰面积计算,不得过吉西他滨标示量的 0.1%,其他杂质按外标法以吉西他滨的峰面积计算,并将结果均乘以 0.8783,杂质Ⅱ不得过吉西他滨标示量的 0.1%,其他单个杂质不得过吉西他滨标示量的 0.2%,杂质总量不得过吉西他滨标示量的 0.3%。含量小于吉西他滨标示量的 0.02%的杂质峰忽略不计。

**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 2.5%。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 吉西他滨中含内毒素的量应小于 0.050EU。

**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 3 瓶,分别加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含吉西他滨 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** 见盐酸吉西他滨含量测定项下。

**测定法** 见盐酸吉西他滨含量测定项下。将结果乘以 0.8783,计算 3 瓶的平均值。

【类别】 同盐酸吉西他滨。

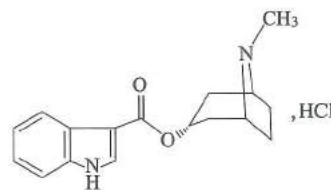
【规格】 按  $C_9H_{11}F_2N_3O_4$  计 (1)0.2g (2)1.0g

【贮藏】 密闭,在干燥处保存。

## 盐酸托烷司琼

Yansuan Tuowansiqiong

Tropisetron Hydrochloride



$C_{17}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$  320.81

本品为 1-甲氧-3-甲氧-5-甲氧-7-甲氧-8-甲氧-9-甲氧-10-甲氧-11-甲氧-12-甲氧-13-甲氧-14-甲氧-15-甲氧-16-甲氧-17-甲氧-18-甲氧-19-甲氧-20-甲氧-21-甲氧-22-甲氧-23-甲氧-24-甲氧-25-甲氧-26-甲氧-27-甲氧-28-甲氧-29-甲氧-30-甲氧-31-甲氧-32-甲氧-33-甲氧-34-甲氧-35-甲氧-36-甲氧-37-甲氧-38-甲氧-39-甲氧-40-甲氧-41-甲氧-42-甲氧-43-甲氧-44-甲氧-45-甲氧-46-甲氧-47-甲氧-48-甲氧-49-甲氧-50-甲氧-51-甲氧-52-甲氧-53-甲氧-54-甲氧-55-甲氧-56-甲氧-57-甲氧-58-甲氧-59-甲氧-60-甲氧-61-甲氧-62-甲氧-63-甲氧-64-甲氧-65-甲氧-66-甲氧-67-甲氧-68-甲氧-69-甲氧-70-甲氧-71-甲氧-72-甲氧-73-甲氧-74-甲氧-75-甲氧-76-甲氧-77-甲氧-78-甲氧-79-甲氧-80-甲氧-81-甲氧-82-甲氧-83-甲氧-84-甲氧-85-甲氧-86-甲氧-87-甲氧-88-甲氧-89-甲氧-90-甲氧-91-甲氧-92-甲氧-93-甲氧-94-甲氧-95-甲氧-96-甲氧-97-甲氧-98-甲氧-99-甲氧-100-甲氧-101-甲氧-102-甲氧-103-甲氧-104-甲氧-105-甲氧-106-甲氧-107-甲氧-108-甲氧-109-甲氧-110-甲氧-111-甲氧-112-甲氧-113-甲氧-114-甲氧-115-甲氧-116-甲氧-117-甲氧-118-甲氧-119-甲氧-120-甲氧-121-甲氧-122-甲氧-123-甲氧-124-甲氧-125-甲氧-126-甲氧-127-甲氧-128-甲氧-129-甲氧-130-甲氧-131-甲氧-132-甲氧-133-甲氧-134-甲氧-135-甲氧-136-甲氧-137-甲氧-138-甲氧-139-甲氧-140-甲氧-141-甲氧-142-甲氧-143-甲氧-144-甲氧-145-甲氧-146-甲氧-147-甲氧-148-甲氧-149-甲氧-150-甲氧-151-甲氧-152-甲氧-153-甲氧-154-甲氧-155-甲氧-156-甲氧-157-甲氧-158-甲氧-159-甲氧-160-甲氧-161-甲氧-162-甲氧-163-甲氧-164-甲氧-165-甲氧-166-甲氧-167-甲氧-168-甲氧-169-甲氧-170-甲氧-171-甲氧-172-甲氧-173-甲氧-174-甲氧-175-甲氧-176-甲氧-177-甲氧-178-甲氧-179-甲氧-180-甲氧-181-甲氧-182-甲氧-183-甲氧-184-甲氧-185-甲氧-186-甲氧-187-甲氧-188-甲氧-189-甲氧-190-甲氧-191-甲氧-192-甲氧-193-甲氧-194-甲氧-195-甲氧-196-甲氧-197-甲氧-198-甲氧-199-甲氧-200-甲氧-201-甲氧-202-甲氧-203-甲氧-204-甲氧-205-甲氧-206-甲氧-207-甲氧-208-甲氧-209-甲氧-210-甲氧-211-甲氧-212-甲氧-213-甲氧-214-甲氧-215-甲氧-216-甲氧-217-甲氧-218-甲氧-219-甲氧-220-甲氧-221-甲氧-222-甲氧-223-甲氧-224-甲氧-225-甲氧-226-甲氧-227-甲氧-228-甲氧-229-甲氧-230-甲氧-231-甲氧-232-甲氧-233-甲氧-234-甲氧-235-甲氧-236-甲氧-237-甲氧-238-甲氧-239-甲氧-240-甲氧-241-甲氧-242-甲氧-243-甲氧-244-甲氧-245-甲氧-246-甲氧-247-甲氧-248-甲氧-249-甲氧-250-甲氧-251-甲氧-252-甲氧-253-甲氧-254-甲氧-255-甲氧-256-甲氧-257-甲氧-258-甲氧-259-甲氧-260-甲氧-261-甲氧-262-甲氧-263-甲氧-264-甲氧-265-甲氧-266-甲氧-267-甲氧-268-甲氧-269-甲氧-270-甲氧-271-甲氧-272-甲氧-273-甲氧-274-甲氧-275-甲氧-276-甲氧-277-甲氧-278-甲氧-279-甲氧-280-甲氧-281-甲氧-282-甲氧-283-甲氧-284-甲氧-285-甲氧-286-甲氧-287-甲氧-288-甲氧-289-甲氧-290-甲氧-291-甲氧-292-甲氧-293-甲氧-294-甲氧-295-甲氧-296-甲氧-297-甲氧-298-甲氧-299-甲氧-300-甲氧-301-甲氧-302-甲氧-303-甲氧-304-甲氧-305-甲氧-306-甲氧-307-甲氧-308-甲氧-309-甲氧-310-甲氧-311-甲氧-312-甲氧-313-甲氧-314-甲氧-315-甲氧-316-甲氧-317-甲氧-318-甲氧-319-甲氧-320-甲氧-321-甲氧-322-甲氧-323-甲氧-324-甲氧-325-甲氧-326-甲氧-327-甲氧-328-甲氧-329-甲氧-330-甲氧-331-甲氧-332-甲氧-333-甲氧-334-甲氧-335-甲氧-336-甲氧-337-甲氧-338-甲氧-339-甲氧-340-甲氧-341-甲氧-342-甲氧-343-甲氧-344-甲氧-345-甲氧-346-甲氧-347-甲氧-348-甲氧-349-甲氧-350-甲氧-351-甲氧-352-甲氧-353-甲氧-354-甲氧-355-甲氧-356-甲氧-357-甲氧-358-甲氧-359-甲氧-360-甲氧-361-甲氧-362-甲氧-363-甲氧-364-甲氧-365-甲氧-366-甲氧-367-甲氧-368-甲氧-369-甲氧-370-甲氧-371-甲氧-372-甲氧-373-甲氧-374-甲氧-375-甲氧-376-甲氧-377-甲氧-378-甲氧-379-甲氧-380-甲氧-381-甲氧-382-甲氧-383-甲氧-384-甲氧-385-甲氧-386-甲氧-387-甲氧-388-甲氧-389-甲氧-390-甲氧-391-甲氧-392-甲氧-393-甲氧-394-甲氧-395-甲氧-396-甲氧-397-甲氧-398-甲氧-399-甲氧-400-甲氧-401-甲氧-402-甲氧-403-甲氧-404-甲氧-405-甲氧-406-甲氧-407-甲氧-408-甲氧-409-甲氧-410-甲氧-411-甲氧-412-甲氧-413-甲氧-414-甲氧-415-甲氧-416-甲氧-417-甲氧-418-甲氧-419-甲氧-420-甲氧-421-甲氧-422-甲氧-423-甲氧-424-甲氧-425-甲氧-426-甲氧-427-甲氧-428-甲氧-429-甲氧-430-甲氧-431-甲氧-432-甲氧-433-甲氧-434-甲氧-435-甲氧-436-甲氧-437-甲氧-438-甲氧-439-甲氧-440-甲氧-441-甲氧-442-甲氧-443-甲氧-444-甲氧-445-甲氧-446-甲氧-447-甲氧-448-甲氧-449-甲氧-450-甲氧-451-甲氧-452-甲氧-453-甲氧-454-甲氧-455-甲氧-456-甲氧-457-甲氧-458-甲氧-459-甲氧-460-甲氧-461-甲氧-462-甲氧-463-甲氧-464-甲氧-465-甲氧-466-甲氧-467-甲氧-468-甲氧-469-甲氧-470-甲氧-471-甲氧-472-甲氧-473-甲氧-474-甲氧-475-甲氧-476-甲氧-477-甲氧-478-甲氧-479-甲氧-480-甲氧-481-甲氧-482-甲氧-483-甲氧-484-甲氧-485-甲氧-486-甲氧-487-甲氧-488-甲氧-489-甲氧-490-甲氧-491-甲氧-492-甲氧-493-甲氧-494-甲氧-495-甲氧-496-甲氧-497-甲氧-498-甲氧-499-甲氧-500-甲氧-501-甲氧-502-甲氧-503-甲氧-504-甲氧-505-甲氧-506-甲氧-507-甲氧-508-甲氧-509-甲氧-510-甲氧-511-甲氧-512-甲氧-513-甲氧-514-甲氧-515-甲氧-516-甲氧-517-甲氧-518-甲氧-519-甲氧-520-甲氧-521-甲氧-522-甲氧-523-甲氧-524-甲氧-525-甲氧-526-甲氧-527-甲氧-528-甲氧-529-甲氧-530-甲氧-531-甲氧-532-甲氧-533-甲氧-534-甲氧-535-甲氧-536-甲氧-537-甲氧-538-甲氧-539-甲氧-540-甲氧-541-甲氧-542-甲氧-543-甲氧-544-甲氧-545-甲氧-546-甲氧-547-甲氧-548-甲氧-549-甲氧-550-甲氧-551-甲氧-552-甲氧-553-甲氧-554-甲氧-555-甲氧-556-甲氧-557-甲氧-558-甲氧-559-甲氧-560-甲氧-561-甲氧-562-甲氧-563-甲氧-564-甲氧-565-甲氧-566-甲氧-567-甲氧-568-甲氧-569-甲氧-570-甲氧-571-甲氧-572-甲氧-573-甲氧-574-甲氧-575-甲氧-576-甲氧-577-甲氧-578-甲氧-579-甲氧-580-甲氧-581-甲氧-582-甲氧-583-甲氧-584-甲氧-585-甲氧-586-甲氧-587-甲氧-588-甲氧-589-甲氧-590-甲氧-591-甲氧-592-甲氧-593-甲氧-594-甲氧-595-甲氧-596-甲氧-597-甲氧-598-甲氧-599-甲氧-600-甲氧-601-甲氧-602-甲氧-603-甲氧-604-甲氧-605-甲氧-606-甲氧-607-甲氧-608-甲氧-609-甲氧-610-甲氧-611-甲氧-612-甲氧-613-甲氧-614-甲氧-615-甲氧-616-甲氧-617-甲氧-618-甲氧-619-甲氧-620-甲氧-621-甲氧-622-甲氧-623-甲氧-624-甲氧-625-甲氧-626-甲氧-627-甲氧-628-甲氧-629-甲氧-630-甲氧-631-甲氧-632-甲氧-633-甲氧-634-甲氧-635-甲氧-636-甲氧-637-甲氧-638-甲氧-639-甲氧-640-甲氧-641-甲氧-642-甲氧-643-甲氧-644-甲氧-645-甲氧-646-甲氧-647-甲氧-648-甲氧-649-甲氧-650-甲氧-651-甲氧-652-甲氧-653-甲氧-654-甲氧-655-甲氧-656-甲氧-657-甲氧-658-甲氧-659-甲氧-660-甲氧-661-甲氧-662-甲氧-663-甲氧-664-甲氧-665-甲氧-666-甲氧-667-甲氧-668-甲氧-669-甲氧-670-甲氧-671-甲氧-672-甲氧-673-甲氧-674-甲氧-675-甲氧-676-甲氧-677-甲氧-678-甲氧-679-甲氧-680-甲氧-681-甲氧-682-甲氧-683-甲氧-684-甲氧-685-甲氧-686-甲氧-687-甲氧-688-甲氧-689-甲氧-690-甲氧-691-甲氧-692-甲氧-693-甲氧-694-甲氧-695-甲氧-696-甲氧-697-甲氧-698-甲氧-699-甲氧-700-甲氧-701-甲氧-702-甲氧-703-甲氧-704-甲氧-705-甲氧-706-甲氧-707-甲氧-708-甲氧-709-甲氧-710-甲氧-711-甲氧-712-甲氧-713-甲氧-714-甲氧-715-甲氧-716-甲氧-717-甲氧-718-甲氧-719-甲氧-720-甲氧-721-甲氧-722-甲氧-723-甲氧-724-甲氧-725-甲氧-726-甲氧-727-甲氧-728-甲氧-729-甲氧-730-甲氧-731-甲氧-732-甲氧-733-甲氧-734-甲氧-735-甲氧-736-甲氧-737-甲氧-738-甲氧-739-甲氧-740-甲氧-741-甲氧-742-甲氧-743-甲氧-744-甲氧-745-甲氧-746-甲氧-747-甲氧-748-甲氧-749-甲氧-750-甲氧-751-甲氧-752-甲氧-753-甲氧-754-甲氧-755-甲氧-756-甲氧-757-甲氧-758-甲氧-759-甲氧-760-甲氧-761-甲氧-762-甲氧-763-甲氧-764-甲氧-765-甲氧-766-甲氧-767-甲氧-768-甲氧-769-甲氧-770-甲氧-771-甲氧-772-甲氧-773-甲氧-774-甲氧-775-甲氧-776-甲氧-777-甲氧-778-甲氧-779-甲氧-780-甲氧-781-甲氧-782-甲氧-783-甲氧-784-甲氧-785-甲氧-786-甲氧-787-甲氧-788-甲氧-789-甲氧-790-甲氧-791-甲氧-792-甲氧-793-甲氧-794-甲氧-795-甲氧-796-甲氧-797-甲氧-798-甲氧-799-甲氧-800-甲氧-801-甲氧-802-甲氧-803-甲氧-804-甲氧-805-甲氧-806-甲氧-807-甲氧-808-甲氧-809-甲氧-810-甲氧-811-甲氧-812-甲氧-813-甲氧-814-甲氧-815-甲氧-816-甲氧-817-甲氧-818-甲氧-819-甲氧-820-甲氧-821-甲氧-822-甲氧-823-甲氧-824-甲氧-825-甲氧-826-甲氧-827-甲氧-828-甲氧-829-甲氧-830-甲氧-831-甲氧-832-甲氧-833-甲氧-834-甲氧-835-甲氧-836-甲氧-837-甲氧-838-甲氧-839-甲氧-840-甲氧-841-甲氧-842-甲氧-843-甲氧-844-甲氧-845-甲氧-846-甲氧-847-甲氧-848-甲氧-849-甲氧-850-甲氧-851-甲氧-852-甲氧-853-甲氧-854-甲氧-855-甲氧-856-甲氧-857-甲氧-858-甲氧-859-甲氧-860-甲氧-861-甲氧-862-甲氧-863-甲氧-864-甲氧-865-甲氧-866-甲氧-867-甲氧-868-甲氧-869-甲氧-870-甲氧-871-甲氧-872-甲氧-873-甲氧-874-甲氧-875-甲氧-876-甲氧-877-甲氧-878-甲氧-879-甲氧-880-甲氧-881-甲氧-882-甲氧-883-甲氧-884-甲氧-885-甲氧-886-甲氧-887-甲氧-888-甲氧-889-甲氧-890-甲氧-891-甲氧-892-甲氧-893-甲氧-894-甲氧-895-甲氧-896-甲氧-897-甲氧-898-甲氧-899-甲氧-900-甲氧-901-甲氧-902-甲氧-903-甲氧-904-甲氧-905-甲氧-906-甲氧-907-甲氧-908-甲氧-909-甲氧-910-甲氧-911-甲氧-912-甲氧-913-甲氧-914-甲氧-915-甲氧-916-甲氧-917-甲氧-918-甲氧-919-甲氧-920-甲氧-921-甲氧-922-甲氧-923-甲氧-924-甲氧-925-甲氧-926-甲氧-927-甲氧-928-甲氧-929-甲氧-930-甲氧-931-甲氧-932-甲氧-933-甲氧-934-甲氧-935-甲氧-936-甲氧-937-甲氧-938-甲氧-939-甲氧-940-甲氧-941-甲氧-942-甲氧-943-甲氧-944-甲氧-945-甲氧-946-甲氧-947-甲氧-948-甲氧-949-甲氧-950-甲氧-951-甲氧-952-甲氧-953-甲氧-954-甲氧-955-甲氧-956-甲氧-957-甲氧-958-甲氧-959-甲氧-960-甲氧-961-甲氧-962-甲氧-963-甲氧-964-甲氧-965-甲氧-966-甲氧-967-甲氧-968-甲氧-969-甲氧-970-甲氧-971-甲氧-972-甲氧-973-甲氧-974-甲氧-975-甲氧-976-甲氧-977-甲氧-978-甲氧-979-甲氧-980-甲氧-981-甲氧-982-甲氧-983-甲氧-984-甲氧-985-甲氧-986-甲氧-987-甲氧-988-甲氧-989-甲氧-990-甲氧-991-甲氧-992-甲氧-993-甲氧-994-甲氧-995-甲氧-996-甲氧-997-甲氧-998-甲氧-999-甲氧-1000-甲氧-1001-甲氧-1002-甲氧-1003-甲氧-1004-甲氧-1005-甲氧-1006-甲氧-1007-甲氧-1008-甲氧-1009-甲氧-1010-甲氧-1011-甲氧-1012-甲氧-1013-甲氧-1014-甲氧-1015-甲氧-1016-甲氧-1017-甲氧-1018-甲氧-1019-甲氧-1020-甲氧-1021-甲氧-1022-甲氧-1023-甲氧-1024-甲氧-1025-甲氧-1026-甲氧-1027-甲氧-1028-甲氧-1029-甲氧-1030-甲氧-1031-甲氧-1032-甲氧-1033-甲氧-1034-甲氧-1035-甲氧-1036-甲氧-1037-甲氧-1038-甲氧-1039-甲氧-1040-甲氧-1041-甲氧-1042-甲氧-1043-甲氧-1044-甲氧-1045-甲氧-1046-甲氧-1047-甲氧-1048-甲氧-1049-甲氧-1050-甲氧-1051-甲氧-1052-甲氧-1053-甲氧-1054-甲氧-1055-甲氧-1056-甲氧-1057-甲氧-1058-甲氧-1059-甲氧-1060-甲氧-1061-甲氧-1062-甲氧-1063-甲氧-1064-甲氧-1065-甲氧-1066-甲氧-1067-甲氧-1068-甲氧-1069-甲氧-1070-甲氧-1071-甲氧-1072-甲氧-1073-甲氧-1074-甲氧-1075-甲氧-1076-甲氧-1077-甲氧-1078-甲氧-1079-甲氧-1080-甲氧-1081-甲氧-1082-甲氧-1083-甲氧-1084-甲氧-1085-甲氧-1086-甲氧-1087-甲氧-1088-甲氧-1089-甲氧-1090-甲氧-1091-甲氧-1092-甲氧-1093-甲氧-1094-甲氧-1095-甲氧-1096-甲氧-1097-甲氧-1098-甲氧-1099-甲氧-1100-甲氧-1101-甲氧-1102-甲氧-1103-甲氧-1104-甲氧-1105-甲氧-1106-甲氧-1107-甲氧-1108-甲氧-1109-甲氧-1110-甲氧-1111-甲氧-1112-甲氧-1113-甲氧-1114-甲氧-1115-甲氧-1116-甲氧-1117-甲氧-1118-甲氧-1119-甲氧-1120-甲氧-1121-甲氧-1122-甲氧-1123-甲氧-1124-甲氧-1125-甲氧-1126-甲氧-1127-甲氧-1128-甲氧-1129-甲氧-1130-甲氧-1131-甲氧-1132-甲氧-1133-甲氧-1134-甲氧-1135-甲氧-1136-甲氧-1137-甲氧-1138-甲氧-1139-甲氧-1140-甲氧-1141-甲氧-1142-甲氧-1143-甲氧-1144-甲氧-1145-甲氧-1146-甲氧-1147-甲氧-1148-甲氧-1149-甲氧-1150-甲氧-1151-甲氧-1152-甲氧-1153-甲氧-1154-甲氧-1155-甲氧-1156-甲氧-1157-甲氧-1158-甲氧-1159-甲氧-1160-甲氧-1161-甲氧-1162-甲氧-1163-甲氧-1164-甲氧-1165-甲氧-1166-甲氧-1167-甲氧-1168-甲氧-1169-甲氧-1170-甲氧-1171-甲氧-1172-甲氧-1173-甲氧-1174-甲氧-1175-甲氧-1176-甲氧-1177-甲氧-1178-甲氧-1179-甲氧-1180-甲氧-1181-甲氧-1182-甲氧-1183-甲氧-1184-甲氧-1185-甲氧-1186-甲氧-1187-甲氧-1188-甲氧-1189-甲氧-1190-甲氧-1191-甲氧-1192-甲氧-1193-甲氧-1194-甲氧-1195-甲氧-1196-甲氧-1197-甲氧-1198-甲氧-1199-甲氧-1200-甲氧-1201-甲氧-1202-甲氧-1203-甲氧-1204-甲氧-1205-甲氧-1206-甲氧-1207-甲氧-1208-甲氧-1209-甲氧-1210-甲氧-1211-甲氧-1212-甲氧-1213-甲氧-1214-甲氧-1215-甲氧-1216-甲氧-1217-甲氧-1218-甲氧-1219-甲氧-1220-甲氧-1221-甲氧-1222-甲氧-1223-甲氧-1224-甲氧-1225-甲氧-1226-甲氧-1227-甲氧-1228-甲氧-1229-甲氧-1230-甲氧-1231-甲氧-1232-甲氧-1233-甲氧-1234-甲氧-1235-甲氧-1236-甲氧-1237-甲氧-1238-甲氧-1239-甲氧-1240-甲氧-1241-甲氧-1242-甲氧-1243-甲氧-1244-甲氧-1245-甲氧-1246-甲氧-1247-甲氧-1248-甲氧-1249-甲氧-1250-甲氧-1251-甲氧-1252-甲氧-1253-甲氧-1254-甲氧-1255-甲氧-1256-甲氧-1257-甲氧-1258-甲氧-1259-甲氧-1260-甲氧-1261-甲氧-1262-甲氧-1263-甲氧-1264-甲氧-1265-甲氧-1266-甲氧-1267-甲氧-1268-甲氧-1269-甲氧-1270-甲氧-1271-甲氧-1272-甲氧-1273-甲氧-1274-甲氧-1275-甲氧-1276-甲氧-1277-甲氧-1278-甲氧-1279-甲氧-1280-甲氧-1281-甲氧-1282-甲氧-1283-甲氧-1284-甲氧-1285-甲氧-1286-甲氧-1287-甲氧-1288-甲氧-1289-甲氧-1290-甲氧-1291-甲氧-1292-甲氧-1293-甲氧-1294-甲氧-1295-甲氧-1296-甲氧-1297-甲氧-1298-甲氧-1299-甲氧-1300-甲氧-1301-甲



【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，在甲醇中略溶，在乙醇中微溶，在三氯甲烷中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品，加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 15 $\mu$ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 230nm 和 284nm 的波长处有最大吸收，在 223nm 和 262nm 的波长处有最小吸收。

(2)取本品适量，加有关物质项下的流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，作为供试品溶液；另取盐酸托烷司琼对照品适量，加有关物质项下的流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照有关物质项下的方法，取供试品溶液和对照品溶液各 20 $\mu$ 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)。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品适量，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 5.0~6.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g，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，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。

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 500ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸托烷司琼对照品、杂质 I 对照品与杂质 II 对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含托烷司琼 1mg、杂质 I 1 $\mu$ g 与杂质 II 1 $\mu$ 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；以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.8g，加水 500ml 使溶解，加三乙胺 5ml，用水稀释至 1000ml，用磷酸调节 pH 值至 3.5)-乙腈(80:20)为流动相；检测波长为 284nm；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，理论板数按托烷司琼峰计算不低于 2000，托烷司琼峰、杂质 I 峰与杂质 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(0.1%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(0.3%)。

$\alpha$ -托品醇(杂质 III) 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

溶剂 甲醇-二氯甲烷溶液(1:1)。

供试品溶液 取本品 0.2g，精密称定，精密加溶剂 5ml 使溶解。

对照品溶液 取  $\alpha$ -托品醇对照品适量，精密称定，加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸托烷司琼对照品与  $\alpha$ -托品醇对照品适量，加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中分别含盐酸托烷司琼 40mg 与  $\alpha$ -托品醇 0.2mg 的混合溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板，以甲醇-二氯甲烷-浓氨溶液(40:60:5)为展开剂。

测定法 精密吸取供试品溶液、对照品溶液与系统适用性溶液各 10 $\mu$ l，分别点于同一薄层板上，展开，晾干，喷以碘化铋钾试液显色。

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  $\alpha$ -托品醇杂质斑点，其颜色与对照品溶液主斑点比较不得更深(0.5%)。

$\beta$ -异构体(杂质 IV) 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 1mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸托烷司琼  $\beta$ -异构体对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸托烷司琼对照品、盐酸托烷司琼  $\beta$ -异构体对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 1mg 与 1 $\mu$ 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；以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.8g，加水 500ml 使溶解，加三乙胺 5ml，用水稀释至 1000ml，用磷酸调节 pH 值至 3.5)-甲醇(70:30)为流动相；检测波长为 284nm；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，理论板数按托烷司琼峰计算不低于 2000，托烷司琼峰与  $\beta$ -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。

限度 供试品溶液色谱图中如有与  $\beta$ -异构体保留时间相同的色谱峰，按外标法以峰面积计算，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。

供试品溶液 取本品约 100mg，精密称定，置 20ml 顶空瓶中，精密加入二甲亚砜溶液[二甲亚砜-水(9:1)]5ml，再加入氯化钠约 1g，密封。

对照品溶液 分别取正己烷、四氢呋喃、甲醇、二氯甲烷、乙醇、三氯甲烷、甲苯与 N,N-二甲基甲酰胺适量，精密称定，加二甲亚砜溶液[二甲亚砜-水(9:1)]溶解并定量稀释制成每 1ml 中含正己烷 2.9 $\mu$ g、四氢呋喃 7.2 $\mu$ g、甲醇 30 $\mu$ g、二氯甲烷 6 $\mu$ g、乙醇 50 $\mu$ g、三氯甲烷 0.6 $\mu$ g、甲苯 8.9 $\mu$ g 与 N,N-二甲基甲酰胺 8.8 $\mu$ g 的混合溶液，精密量取 5ml，置 20ml 顶空瓶中，加入氯化钠约 1g，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；程序升温，起始温度为 40℃，保持 8



分钟,以每分钟 20℃ 的速率升温至 200℃,保持 4 分钟;进样口温度为 250℃;分流比为 10 : 1;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 85℃,平衡时间为 25 分钟。

系统适用性要求 除二氯甲烷峰与乙醇峰之间的分离度不得小于 1.0 外,其他各成分峰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,正己烷、四氢呋喃、甲醇、二氯甲烷、乙醇、三氯甲烷、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 10ml,温热使溶解,加醋酐 70ml,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 32.08mg 的  $C_{17}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ 。

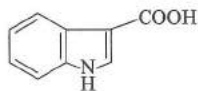
【类别】 5-HT<sub>3</sub>受体拮抗剂。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸托烷司琼注射液 (2)注射用盐酸托烷司琼

附:

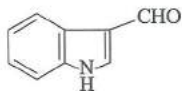
杂质 I



$C_9H_7NO_2$  161.16

吲哚-3-甲酸

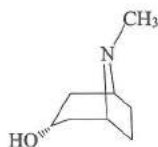
杂质 II



$C_9H_7NO$  145.16

吲哚-3-甲醛

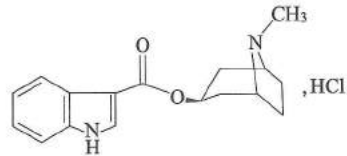
杂质 III



$C_8H_{15}NO$  141.21

$\alpha$ -托品醇

杂质 IV ( $\beta$ -异构体)



$C_{17}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$  320.81

## 盐酸托烷司琼片

Yansuan Tuowansiqiong Pian

Tropisetron Hydrochloride Tablets

本品含盐酸托烷司琼按托烷司琼( $C_{17}H_{20}N_2O_2$ )计算,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 1 片,研细,加水 5ml,振摇使盐酸托烷司琼溶解,滤过,滤液中滴加硅钨酸试液,立即产生白色无定形沉淀。

(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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含托烷司琼 10 $\mu$ 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 230nm 与 284nm 的波长处有最大吸收,在 223nm 与 262nm 的波长处有最小吸收。

(4)取本品细粉适量,加水适量振摇使盐酸托烷司琼溶解,滤过,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 取本品细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含托烷司琼 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 500ml 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盐酸托烷司琼有关物质项下。

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(0.1%),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%)。

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 第一法)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 15 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** 取盐酸托烷司琼对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸托烷司琼 12 $\mu$ 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 284nm 的波长处分别测定吸光度,结果乘以 0.8864,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 量瓶中,加水适量使盐酸托烷司琼溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过。精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸托烷司琼对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸托烷司琼 12 $\mu$ 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,并将结果乘以 0.8864 计算每片的含量,求得 10 片的平均含量。

**【类别】** 同盐酸托烷司琼。

**【规格】** 5mg(按  $C_{17}H_{20}N_2O_2$  计)

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 盐酸托烷司琼注射液

Yansuan Tuowansiqiong Zhushuye

Tropisetron Hydrochloride Injection

本品为盐酸托烷司琼的灭菌水溶液,含盐酸托烷司琼按托烷司琼( $C_{17}H_{20}N_2O_2$ )计算,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 5ml,滴加硅钨酸试液,产生白色至黄色沉淀。

(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,用水稀释制成每 1ml 中含托烷司琼 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 230nm 与 284nm 波长处有最大吸收,在 223nm 与 262nm 的波长处有最小吸收。

(4)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 pH 值** 应为 4.0~6.5(通则 0631)。

**澄清度与颜色** 本品应澄清无色。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** 取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中

约含托烷司琼 1mg 的溶液(1ml:5mg 规格),或直接取本品(2ml:2mg 与 5ml:5mg 规格)。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml,置 500ml 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** 见盐酸托烷司琼有关物质项下。

**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(0.1%),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%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法测定(通则 1143),每 1mg 托烷司琼中含内毒素的量应小于 20EU。

**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** 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含托烷司琼 20 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸托烷司琼对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 23 $\mu$ 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,并将结果乘以 0.8864。

**【类别】** 同盐酸托烷司琼。

**【规格】** 按  $C_{17}H_{20}N_2O_2$  计 (1)1ml:5mg (2)2ml:2mg (3)5ml:5mg

**【贮藏】** 遮光,密闭,凉暗处保存。

## 盐酸托烷司琼胶囊

Yansuan Tuowansiqiong Jiaonang

Tropisetron Hydrochloride Capsules

本品含盐酸托烷司琼按托烷司琼( $C_{17}H_{20}N_2O_2$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为胶囊剂,内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

**【鉴别】** (1)取本品粉末适量(约相当于托烷司琼 5mg),加水 5ml,振摇使盐酸托烷司琼溶解,滤过,滤液中滴加硅钨酸试液,立即产生白色无定形沉淀。

(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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含托烷司琼 10 $\mu$ 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 230nm 与 284nm 的波长处有最大



吸收,在 223nm 与 262nm 的波长处有最小吸收。

(4)取本品的内容物适量,加水适量振摇使盐酸托烷司琼溶解,滤过,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 取本品内容物适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含托烷司琼 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 500ml 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盐酸托烷司琼有关物质项下。

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(0.1%),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%)。

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 以水 500ml 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,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸托烷司琼对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸托烷司琼 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 284nm 的波长处分别测定吸光度,结果乘以 0.8864,计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%,应符合规定。

【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 100ml 量瓶中,囊壳用少量水洗净,洗液并入量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过。精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸托烷司琼对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸托烷司琼 12μg 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,并将结果乘以 0.8864 计算每粒的含量,求得 10 粒的平均含量。

【类别】 同盐酸托烷司琼。

【规格】 5mg(按  $C_{17}H_{20}N_2O_2$  计)

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 注射用盐酸托烷司琼

Zhusheyong Yansuan Tuowansiqiong

### Tropisetron Hydrochloride for Injection

本品为盐酸托烷司琼的无菌冻干品,按平均装量计算,含盐酸托烷司琼按托烷司琼( $C_{17}H_{20}N_2O_2$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色疏松块状物。

【鉴别】 (1)取本品 1 瓶,加水 2ml 溶解后,滴加硅钨酸试液,即产生白色至黄色沉淀。

(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)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含托烷司琼 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 230nm 与 284nm 的波长处有最大吸收,在 223nm 与 262nm 的波长处有最小吸收。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含托烷司琼 1mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.6~7.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1 瓶,加水 2ml 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。

供试品溶液 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含托烷司琼 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 500ml 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盐酸托烷司琼有关物质项下。

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(0.1%),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%)。

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%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 托烷司琼中含内毒素的量应小于 20EU。

无菌 取本品,用 0.1% 无菌蛋白胨水溶液适量溶解,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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含托烷司琼 20μg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸托烷司琼对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 23 $\mu$ 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,并将结果乘以 0.8864。

【类别】 同盐酸托烷司琼。

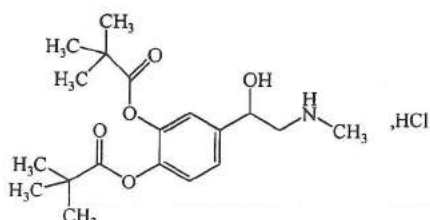
【规格】 按  $C_{17}H_{20}N_2O_2$  计 (1)2mg (2)5mg

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸地匹福林

Yansuan Dipifulin

### Dipivefrin Hydrochloride



$C_{19}H_{29}NO_5 \cdot HCl$  387.90

本品为(±)3,4-二羟基- $\alpha$ -(1-甲氨基)-3,4-二新戊酸酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{19}H_{29}NO_5 \cdot HCl$  应为 98.5%~101.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭;有引湿性;与日光或空气接触易变质。

本品在水中极易溶解,在乙醇中易溶,在乙酸乙酯中极微溶解,在石油醚中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 161~166℃,熔距在 2℃ 以内。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加氢氧化钠试液 10ml 使溶解,溶液缓缓呈淡黄色,将此溶液置紫外光灯(365nm)下观察,呈黄色荧光。

(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 335 图)一致。

(4)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【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 5.0~6.5。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品,加水制成每 1ml 中含 100mg 的溶液,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,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 10 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取杂质 I 对照品适量,精密称定,加流动相使溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 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;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 13.6g,加水溶解并稀释成 1000ml,用 10%磷酸溶液调 pH 值至 3.5)-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按地匹福林峰计算不低于 1500,地匹福林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 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,其中与对照品溶液主峰保留时间相同的色谱峰面积不得大于对照品溶液主峰面积(0.5%);各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

**干燥失重** 取本品,在 60℃ 减压干燥 6 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 0.3%。

**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。

**对照品溶液** 取盐酸地匹福林对照品,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。

**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。

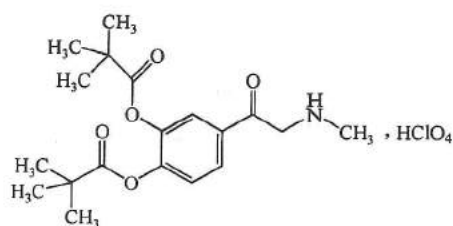
【类别】 眼科用药。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

【制剂】 盐酸地匹福林滴眼液

附:

杂质 I



$C_{19}H_{27}NO_5 \cdot HClO_4$  449.88

(±)3,4-二羟基-2'-甲氨基苯乙酮-3,4-二新戊酸酯高氯酸盐



## 盐酸地匹福林滴眼液

Yansuan Dipifulin Diyanye

## Dipivefrin Hydrochloride Eye Drops

本品含盐酸地匹福林( $C_{19}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品约 5ml,加氢氧化钠试液 2ml,放置数分钟,溶液显淡黄色,将此溶液置紫外光灯(365nm)下观察,显黄色荧光。

(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 3.5~5.0(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,即得。

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 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸地匹福林有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,其中与对照品溶液主峰保留时间相同的色谱峰面积不得大于对照品溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照品溶液主峰面积(1.0%)。

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,即得。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸地匹福林含量测定项下。

【类别】 同盐酸地匹福林。

【规格】 (1)5ml:5mg (2)8ml:8mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

本品为顺-(+)-5-[(2-二甲氨基)乙基]-2-(4-甲氧基苯基)-3-乙酰氧基-2,3-二氢-1,5-苯并硫氮杂革-4(5H)-酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$  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。

本品在水、甲醇或三氯甲烷中易溶,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 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +115°至 +120°。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加盐酸溶液(9→100)1ml 溶解,加硫氰酸铵试液 1ml、2.8%硝酸钴溶液 1ml 与三氯甲烷 5ml,充分振摇,静置,三氯甲烷层显蓝色。

(2)取本品,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 236nm 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 337 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 0.20g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.3~5.3。

溶液的澄清度 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,溶液应澄清。

硫酸盐 取本品 1.0g,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 2.4ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.024%)。

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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸地尔硫革适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,取 5ml,滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 2 滴,充分振摇 1 分钟,滴加 0.1mol/L 盐酸溶液 2 滴,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(ZORBAX Eclipse XDB-C18 柱,4.6mm×150mm,5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以醋酸盐缓冲液(取 *d*-樟脑磺酸 1.16g,用 0.1mol/L 醋酸钠溶液溶解并稀释至 1000ml,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.2)-乙腈-甲醇(50:25:25)为流动相;检测波长为 240nm;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,地尔硫革峰的保留时间约为 9 分钟;理论板数按地尔硫革峰计算不低于 1200;地尔硫革峰与杂质 I 峰(相对保留时间约为 0.65)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 2 倍。

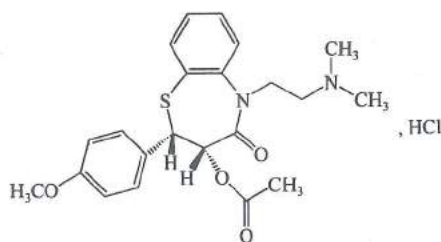
限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得

## 盐酸地尔硫革

Yansuan Di'erliuzhuo

## Diltiazem Hydrochloride


 $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$  450.99



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, 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, 置 100ml 凯氏烧瓶中, 加硝酸 5ml 与硫酸 2ml, 烧瓶口装一小漏斗, 小心加热直至发生白烟, 冷却后加硝酸 2ml, 加热, 再加硝酸 2ml, 加热, 然后加浓过氧化氢溶液数次, 每次 2ml, 加热直至溶液呈无色或微黄色, 放冷后加饱和草酸铵溶液 2ml, 再次加热至发生白烟, 放冷后加水至 23ml, 加盐酸 5ml 作为供试品溶液, 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 0.3g, 精密称定, 加无水甲酸 2ml 溶解后, 加醋酐 30ml、醋酸汞试液 5ml 与苯酚苯甲醇指示液 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 45.10mg 的  $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$ 。

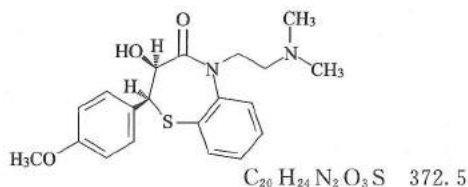
**【类别】** 钙通道阻滞药。

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

**【制剂】** (1) 盐酸地尔硫草片 (2) 盐酸地尔硫草缓释片

附:

杂质 I (去乙酰地尔硫草)



(2S,3S)-5-[2-(二甲氨基)乙基]-3-羟基-2-(4-甲氧基苯基)-2,3-二氢-1,5-苯并硫氮杂卓-4(5H)-酮

## 盐酸地尔硫草片

Yansuan Di'erliuzhuo Pian

Diltiazem Hydrochloride Tablets

本品含盐酸地尔硫草 ( $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$ ) 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 (约相当于盐酸地尔硫草 60mg), 加盐酸溶液 (9→100) 10ml, 振摇使盐酸地尔硫草溶解, 滤过, 滤液照盐酸地尔硫草项下的鉴别 (1) 项试验, 显相同的反应。

(2) 取鉴别 (1) 项下的滤液 1ml, 加水至 500ml, 摇匀, 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。

(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, 加乙醇使盐酸地尔硫草溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸地尔硫草 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, 用乙醇定量稀释制成每 1ml 中含盐酸地尔硫草 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盐酸地尔硫草有关物质项下。

**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的主峰面积 (0.5%), 各杂质峰面积的总和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍 (1.0%)。

**含量均匀度** (30mg 规格) 取本品 1 片, 置 100ml 量瓶中, 加乙醇约 50ml, 超声使盐酸地尔硫草溶解, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液适量, 用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸地尔硫草 0.1mg 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、180 分钟时分别取溶出液 10ml, 并即时在操作容器中补充相同温度、相同体积的溶出介质。

**供试品溶液** 分别取 30 分钟、180 分钟时的溶出液, 滤过, 精密量取续滤液适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸地尔硫草 8μg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸地尔硫草对照品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 8μg 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 240nm 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** 每片在 30 分钟时的溶出量不得过标示量的 60%, 在 180 分钟时的溶出量不得低于标示量的 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 (约相当于盐酸地尔硫草 10mg), 置 100ml 量瓶中, 加乙醇约 50ml, 超声约 10 分钟使盐酸地尔硫草溶解, 用乙醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸地尔硫草对照品适量, 精密称定, 加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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】** 同盐酸地尔硫草。

**【规格】** (1) 30mg (2) 45mg (3) 60mg (4) 90mg (5) 120mg

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。



## 盐酸地尔硫草缓释片

Yansuan Di'erliuzhuo Huanshipian

### Diltiazem Hydrochloride Sustained-release Tablets

本品含盐酸地尔硫草( $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$ )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】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸地尔硫草 60mg),加盐酸溶液(9→100)10ml,振摇使盐酸地尔硫草溶解,滤过,滤液照盐酸地尔硫草项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取鉴别(1)项下的滤液 1ml,加水至 500ml,摇匀,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。

(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(约相当于盐酸地尔硫草 0.1g),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,超声约 10 分钟使盐酸地尔硫草溶解,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性要求 见盐酸地尔硫草有关物质项下。灵敏度溶液色谱图中,主成分色谱峰的信噪比应不小于 10。

系统适用性溶液、色谱条件与测定法 见盐酸地尔硫草有关物质项下。

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的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的总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。

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 4 小时、8 小时、12 小时、16 小时、24 小时时分别取溶出液 10ml,并即时在操作容器中补充相同温度、相同体积的溶出介质。

供试品溶液 分别取 4 小时、8 小时、12 小时、16 小时、24 小时时的溶出液,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸地尔硫草 10 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸地尔硫草对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ 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 236nm 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 每片在 4 小时、8 小时、12 小时、16 小时和 24 小时时的溶出量应分别为标示量的 10%~40%、35%~65%、55%~85%、70%~100%和 80%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 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸地尔硫草 10mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇约 50ml,超声约 10 分钟,使盐酸地尔硫草溶解,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸地尔硫草对照品适量,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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】 同盐酸地尔硫草。

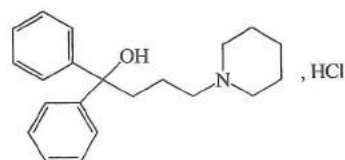
【规格】 90mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸地芬尼多

Yansuan Difenniduo

### Difenidol Hydrochloride



$C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$  345.91

本品为  $\alpha, \alpha$ -二苯基-1-哌啶丁醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇中易溶,在乙醇中溶解,在水或三氯甲烷中略溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 217~222℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品 1~2mg,加水 1ml,加硫酸 0.5ml,溶液显黄色,摇匀后黄色消失。

(2)取本品约 5mg,加 1%枸橼酸的醋酐溶液 1ml,置水浴中加热约 3 分钟,溶液显玫瑰红色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 338 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 0.10g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.0。

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 25mg,精密称定,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。

**杂质 I 对照品溶液** 取杂质 I 对照品 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与杂质 I 对照品溶液各 1ml,置同一 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 0.5% 三乙胺溶液(用磷酸调节 pH 值至 4.0)-甲醇(44:56)为流动相;检测波长 210nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按地芬尼多峰计算不低于 1500,地芬尼多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 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 0.5%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中地芬尼多峰面积的 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 0.25g,精密称定,加冰醋酸 10ml 使溶解,加醋酐 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 34.59mg 的  $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$ 。

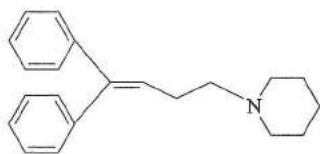
**【类别】** 镇吐药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 盐酸地芬尼多片

附:

杂质 I (烯化合物)



$C_{21}H_{25}N$  291.44

1-(4,4-二苯基-3-丁烯基)哌啶

## 盐酸地芬尼多片

Yansuan Difenniduo Pian

Difenidol Hydrochloride Tablets

本品含盐酸地芬尼多( $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为糖衣或薄膜衣片,除去包衣后显白色。

**【鉴别】** 取本品 4 片,研细,加乙醇 20ml,振摇使盐酸地芬尼多溶解,滤过,滤液蒸干,残渣进行以下试验。

(1)照盐酸地芬尼多项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的反应。

(2)取残渣加水溶解,加稀硝酸与硝酸银试液,即生成白色凝乳状沉淀。

(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】 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(相当于盐酸地芬尼多 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸地芬尼多溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**杂质 I 对照品溶液** 取杂质 I 对照品 25mg,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与杂质 I 对照品溶液各 1ml,置同一 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** 见盐酸地芬尼多有关物质项下。

**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,不得过盐酸地芬尼多标示量的 1.0%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中盐酸地芬尼多峰面积(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,滤过,取续滤液。

**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 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,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于盐酸地芬尼多 25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸地芬尼多溶解并稀释至刻度,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** 取盐酸地芬尼多对照品约 12.5mg,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 $\mu$ 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】 【贮藏】** 同盐酸地芬尼多。

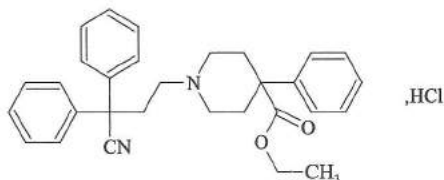
**【规格】** 25mg



## 盐酸地芬诺酯

Yansuan Difennuozhi

## Diphenoxylate Hydrochloride

 $C_{30}H_{32}N_2O_2 \cdot HCl$  489.06

本品为 1-(3,3-二苯基-3-氰基丙基)-4-苯基-4-哌啶甲酸乙酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{30}H_{32}N_2O_2 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末或结晶性粉末,无臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在甲醇中溶解,在乙醇或丙酮中略溶,在水或乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 221~226℃。

【鉴别】 (1)取本品,加 1mol/L 盐酸溶液-甲醇(1:99)溶解并制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm、258nm 与 264nm 的波长处有最大吸收。在 258nm 与 252nm 波长处的吸光度比值应为 1.1~1.3。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 339 图)一致。

(3)本品的饱和水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 硫酸盐 取本品约 2.0g,精密称定,加水 46ml,加稀盐酸溶液 4ml,充分振摇后滤过至溶液澄清,取滤液 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(0.01%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 乙腈-水(1:1)。

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。

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 5μg 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸地芬诺酯约 10mg,加乙腈 1ml 溶解后,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,置 60℃ 水浴中加热 1 小时,放冷,加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml 中和,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 0.5μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水(用

磷酸调节 pH 值至 2.3)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 2ml;检测波长为 210nm;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	75	25
5	75	25
40	15	85
45	15	85
46	75	25
52	75	25

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,杂质 I(相对保留时间约为 0.8)峰与地芬诺酯峰之间的分离度应大于 5.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰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 的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(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%),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)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 0.4g,精密称定,加醋酐 40ml,超声使溶解,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 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 48.91mg 的  $C_{30}H_{32}N_2O_2 \cdot HCl$ 。

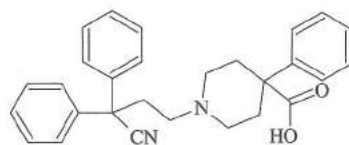
【类别】 止泻药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 复方地芬诺酯片

附:

杂质 I(地芬诺酸)

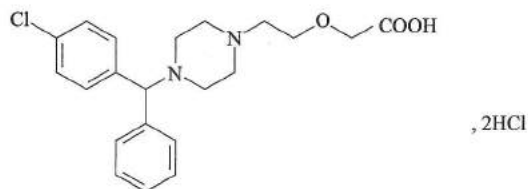
 $C_{28}H_{28}N_2O_2$  424.22

1-(3-氰基-3,3-二苯基丙基)-4-苯基哌啶-4-羧酸

## 盐酸西替利嗪

Yansuan Xitiliqin

## Cetirizine Hydrochloride

 $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$  461.81

本品为(±)-2-[2-[4-[(4-氯苯基)苯甲基]-1-哌嗪基]乙氧基]乙酸二盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭。

本品在水中易溶,在甲醇或乙醇中溶解,在三氯甲烷或丙酮中几乎不溶。

吸收系数 取本品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液使溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 5ml,置 100ml 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 231nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 365~385。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品约 10mg,加甲醇适量,振摇使溶解,用甲醇稀释至 100ml,摇匀。

对照品溶液 取盐酸西替利嗪对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以二氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(4:1:0.2)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置碘蒸气中显色后,立即检视。

结果判定 供试品溶液所显主斑点的颜色和位置应与对照品溶液的主斑点一致。

(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 10 $\mu$ 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,在 218nm 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 826 图)一致。

(4)本品的水溶液应显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品 0.50g,加水 10ml 使溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 1.2~1.8。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加水 10ml 使溶解,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 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,加水使溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 2 $\mu$ 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 0.2 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%三乙胺的 0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)(35:65)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按西替利嗪峰计算不低于 4000。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%)。

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 0.18g,精密称定,加冰醋酸 20ml 溶解后,加醋酸汞试液 5ml 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 23.09mg 的  $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ 。

【类别】 组胺  $H_1$  受体拮抗剂。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸西替利嗪口服溶液 (2)盐酸西替利嗪片 (3)盐酸西替利嗪胶囊 (4)盐酸西替利嗪滴剂

## 盐酸西替利嗪口服溶液

Yansuan Xitiliqin Koufu Rongye

## Cetirizine Hydrochloride Oral Solution

本品含盐酸西替利嗪( $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄清液体。

【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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 3.8~5.8(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 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸西替利嗪 50 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸西替利嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.1mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.7)-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 232nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按西替利嗪峰计算不低于 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】 同盐酸西替利嗪。

【规格】 10ml:10mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 盐酸西替利嗪片

Yansuan Xitiliqin Pian

### Cetirizine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸西替利嗪( $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ )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,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(约相当于盐酸西替利嗪 40mg),置 100ml 量瓶中,加水使盐酸西替利嗪溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过;精密量取续滤液 2ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,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,在 218nm 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。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(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,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸西替利嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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 230nm 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。

含量均匀度 取本品 1 片,置 100ml 量瓶中,加水适量,充分振摇,使盐酸西替利嗪溶解,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,作为供试品溶液;另取盐酸西替利嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 10 $\mu$ g 的溶液,作为对照品溶液。分别取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)在 230nm 的波长处测定吸光度,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 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(约相当于盐酸西替利嗪 10mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,超声使盐酸西替利嗪溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸西替利嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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 0.1mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.7)-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 232nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按西替利嗪峰计算不低于 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】 同盐酸西替利嗪。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

## 盐酸西替利嗪胶囊

Yansuan Xitiliqin Jiaonang

### Cetirizine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸西替利嗪( $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ )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(约相当于盐酸西替利嗪 40mg),置 100ml 量瓶中,加水使盐酸西替利嗪溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过。精密量取续滤液 2ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,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,在 218nm 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。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(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** 以盐酸溶液(9→1000)900ml(10mg 规格)或500ml(5mg 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 10ml,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸西替利嗪对照品适量,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 10 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 10 $\mu$ l。

**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。

**含量均匀度** 取本品 1 粒,将内容物倾入 100ml(10mg 规格),50ml(5mg 规格)量瓶中,囊壳用盐酸溶液(9→1000)分次洗涤,洗液并入量瓶中,充分振摇,使盐酸西替利嗪溶解,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,加盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取盐酸西替利嗪对照品适量,精密称定,用盐酸溶液(9→1000)溶解并定量稀释成每 1ml 约含 10 $\mu$ g 的溶液,作为对照品溶液。分别取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)在 230nm 的波长处测定吸光度,计算含量,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,精密称定,计算平均装量。取内容物,混匀,精密称取适量(约相当于盐酸西替利嗪 10mg),置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)适量,超声使盐酸西替利嗪溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸西替利嗪对照品适量,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 0.1mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.1mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.7)-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 232nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按西替利嗪峰计算不低于 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】** 同盐酸西替利嗪。

**【规格】** (1)5mg (2)10mg

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

## 盐酸西替利嗪滴剂

Yansuan Xitiliqin Dijī

Cetirizine Hydrochloride Drops

本品含盐酸西替利嗪( $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为无色至微黄色的澄清液体。

**【鉴别】** (1)取本品适量,用水稀释制成每 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 231nm 的波长处有最大吸收,在 218nm 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。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】** **溶液的颜色** 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。

**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** 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸西替利嗪 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸西替利嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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 0.1mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.7)-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 232nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按西替利嗪峰计算不低于 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】** 同盐酸西替利嗪。

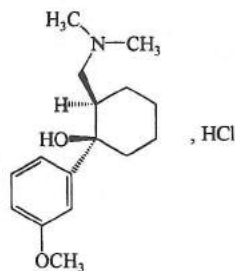
**【规格】** 10ml:0.1g

**【贮藏】** 密封,在阴凉处保存。

## 盐酸曲马多

Yansuan Qumaduo

Tramadol Hydrochloride



$C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$  299.84

本品为(±)-(1RS,2RS)-2-[(N,N-二甲基氨基)亚甲基]-1-(3-甲氧基苯基)环己醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

**【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,在乙醇或三氯甲烷中易溶,在丙酮中微溶,在乙醚中不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 179~182℃。



【鉴别】 (1)取本品约 2mg,加枸橼酸醋酐试液 3~4 滴,在约 90℃的水浴中加热 3~5 分钟,即显紫红色。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 80μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 270nm 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(光谱集 641 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】 酸碱度 取本品 0.10g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~8.5。

溶液的澄清度 取本品 1.0g,加水 10ml 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 中含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml 与对照品溶液 3ml,置同一 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;以醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 4.5)-甲醇(65:35)为流动相;检测波长为 271nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按曲马多峰计算不低于 1500。出峰顺序依次为杂质 I 与曲马多,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 3 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 0.3%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中曲马多峰面积的 0.5 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 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2g 的溶液;精密量取 5ml,置 20ml 顶空瓶中,加无水硫酸钠 1g,振摇使无水硫酸钠溶解,密封。

对照品溶液 分别取异丙醇与二氧六环各适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含异丙醇 1mg 与二氧六环 76μg 的混合溶液;精密量取 5ml,置 20ml 顶空瓶中,加无水硫酸钠 1g,振摇使无水硫酸钠溶解,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为色谱柱,起始温度为 70℃,维持 7 分钟,以每分钟 30℃的速率升温至 100℃,维持 5 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 150℃;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,异丙醇峰与二氧六环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,异丙醇与二氧六环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),含重金属不得过百万分之二。

【含量测定】 取本品约 0.18g,精密称定,加冰醋酸 10ml 溶解后,加醋酐 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 29.98mg 的  $C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ 。

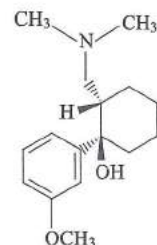
【类别】 镇痛药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸曲马多片 (2)盐酸曲马多分散片 (3)盐酸曲马多注射液 (4)盐酸曲马多栓 (5)盐酸曲马多胶囊 (6)盐酸曲马多缓释片 (7)盐酸曲马多缓释胶囊

附:

杂质 I (顺式盐酸曲马多)



及其对映体

$C_{16}H_{25}NO_2$  263.34

(1*RS*,2*SR*)-2-[(*N,N*-二甲基氨基)亚甲基]-1-(3-甲氧基苯基)环己醇

## 盐酸曲马多片

Yansuan Qumaduo Pian

Tramadol Hydrochloride Tablets

本品含盐酸曲马多( $C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品 4 片,研细,加水 5ml,振摇使溶解,滤过,取滤液 2 滴,置小试管中,于 80℃水浴上蒸干,加枸橼酸醋酐试液(2→100)1 滴,置 80~90℃水浴中加热 3~5 分钟,即显紫红色。



(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(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** 取含量测定项下细粉适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲马多 2mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml 与对照品溶液 3ml,置同一 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** 见盐酸曲马多有关物质项下。

**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,不得过盐酸曲马多标示量的 0.3%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中曲马多峰面积(1.0%)。

**溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

**溶出条件** 以 0.01mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 10 分钟时取样。

**供试品溶液** 取溶出液 10ml,滤过,取续滤液(50mg 规格);或取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲马多 50 $\mu$ g 的溶液(100mg 规格)。

**对照品溶液** 取盐酸曲马多对照品适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲马多 50 $\mu$ 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 270nm 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(约相当于盐酸曲马多 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。

**对照品溶液** 取盐酸曲马多对照品适量,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。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按曲马多峰计算不低于 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】** 同盐酸曲马多。

**【规格】** (1)50mg (2)100mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸曲马多分散片

Yansuan Qumaduo Fensanpian

### Tramadol Hydrochloride Dispersible Tablets

本品含盐酸曲马多( $C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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(约相当于盐酸曲马多 25mg),加水适量使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲马多 80 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 270nm 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,加水振摇使盐酸曲马多溶解,滤过,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** 取含量测定项下细粉适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲马多 2mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml 与对照品溶液 3ml,置同一 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** 见盐酸曲马多有关物质项下。

**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,不得过盐酸曲马多标示量的 0.3%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中曲马多峰面积(1.0%)。

**溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

**溶出条件** 以 0.01mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 10 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** 取盐酸曲马多对照品适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲马多 50 $\mu$ 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 270nm 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(约相当于盐酸曲马多 25mg),置 50ml 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** 取盐酸曲马多对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按曲马多峰计算不低于 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】** 同盐酸曲马多。

**【规格】** 50mg

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

## 盐酸曲马多注射液

Yansuan Qumaduo Zhusheye

### Tramadol Hydrochloride Injection

本品为盐酸曲马多的灭菌水溶液。含盐酸曲马多( $C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸曲马多 2mg),置水浴上蒸干,残渣加枸橼酸醋酐试液 3~4 滴,在约 90℃ 的水浴中加热 3~5 分钟,即显紫红色。

(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)本品显氯化物鉴别(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** 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含盐酸曲马多 2mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml 与对照品溶液 3ml,置同一 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** 见盐酸曲马多有关物质项下。

**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,不得过盐酸曲马多标示量的 0.3%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中曲马多峰面积(1.0%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸曲马多中含内毒素的量应小于 0.75EU。

**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(约相当于盐酸曲马多 50mg),置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸曲马多对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按曲马多峰计算不低于

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】** 同盐酸曲马多。

**【规格】** (1)2ml : 50mg (2)2ml : 100mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸曲马多栓

Yansuan Qumaduo Shuan

### Tramadol Hydrochloride Suppositories

本品含盐酸曲马多( $C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色栓。

**【鉴别】** (1)取本品适量(约相当于盐酸曲马多 0.1g),加水 5ml,加热,搅拌使盐酸曲马多溶解,放冷,滤过,取滤液 2ml,于 80℃ 水浴蒸干,加枸橼酸醋酐试液 1 滴,置 80~90℃ 水浴中加热 3~5 分钟,即显紫红色。

(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)本品的水溶液显氯化物鉴别(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** 取含量测定项下切碎的供试品适量,精密称定,加流动相适量,置热水浴中,振摇使盐酸曲马多溶解,放冷,用流动相定量稀释并制成每 1ml 中含盐酸曲马多约 2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml 与对照品溶液 3ml,置同一 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** 见盐酸曲马多有关物质项下。

**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,不得过盐酸曲马多标示量的 0.3%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中曲马多峰面积(1.0%)。

**其他** 应符合栓剂项下有关各项规定(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** 取供试品 10 粒,精密称定,切碎,混匀,精密称取适量(约相当于盐酸曲马多 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,置热水浴中,振摇使盐酸曲马多溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸曲马多对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按曲马多峰计算不低于

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】 同盐酸曲马多。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸曲马多胶囊

Yansuan Qumaduo Jiaonang

Tramadol Hydrochloride Capsules

本品含盐酸曲马多( $C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容为白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量,加水使盐酸曲马多溶解,滤过,取滤液,照盐酸曲马多鉴别(1)、(2)、(4)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】 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,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含盐酸曲马多2mg的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液1ml与对照品溶液3ml,置同一100ml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 见盐酸曲马多有关物质项下。

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,不得过盐酸曲马多标示量的0.3%,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中曲马多峰面积(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

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10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸曲马多对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释成每1ml中约含50μg的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在270nm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(约相当于盐酸曲马多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。

对照品溶液 取盐酸曲马多对照品适量,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。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 理论板数按曲马多峰计算不低于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】 同盐酸曲马多。

【规格】 50mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸曲马多缓释片

Yansuan Qumaduo Huanshipian

Tramadol Hydrochloride

Sustained-release Tablets

本品含盐酸曲马多( $C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸曲马多0.2g),加水5ml,振摇使盐酸曲马多溶解,滤过,取滤液4滴置小试管中,于80℃水浴蒸干,加枸橼酸醋酐试液1滴,置80~90℃水浴中加热3~5分钟,即显紫红色。

(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)本品的水溶液显氯化物鉴别(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 取含量测定项下的细粉适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含盐酸曲马多2mg的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液1ml与对照品溶液3ml,置同一100ml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 见盐酸曲马多有关物质项下。

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,不得过盐酸曲马多标示量的0.3%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中曲马多峰面积的0.5倍(0.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中曲马多峰面积(1.0%)。

溶出度 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)



测定。

**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 1 小时、2 小时、4 小时、8 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、2 小时、4 小时、8 小时时的溶出液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸曲马多对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 80 $\mu$ 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 271nm 的波长处分别测定吸光度,分别计算每片在不同时间的溶出量。

**限度** 每片在 1 小时、2 小时、4 小时和 8 小时时的溶出量应分别为标示量的 25%~45%、35%~55%、50%~80% 和 80% 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 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸曲马多 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸曲马多溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸曲马多对照品适量,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。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按曲马多峰计算不低于 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】** 同盐酸曲马多。

**【规格】** 0.1g

**【贮藏】** 密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸曲马多缓释胶囊

Yansuan Qumaduo Huanshijiaonang

Tramadol Hydrochloride

Sustained-release Capsules

本品含盐酸曲马多( $C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品内容物为白色或类白色小丸或小片。

**【鉴别】** (1)取本品的内容物细粉适量(约相当于盐酸曲马多 0.2g),加水 5ml,振摇使盐酸曲马多溶解,滤过,取续滤液 4 滴置小试管中,于 80℃ 水浴蒸干,加枸橼酸醋酐试液 1 滴,置 80~90℃ 的水浴中加热 3~5 分钟,即显紫红色。

(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)本品的水溶液显氯化物鉴别(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** 取本品内容物适量(约相当于盐酸曲马多 0.2g),精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 35ml,超声使盐酸曲马多溶解,加醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 4.5)约 40ml,混匀,放冷,用醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 4.5)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 与对照品溶液 3ml,置同一 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** 见盐酸曲马多有关物质项下。

**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,不得过盐酸曲马多标示量的 0.3%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中曲马多峰面积的 0.5 倍(0.5%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中曲马多峰面积(1.0%)。

**溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法)测定。

**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 1 小时、2 小时、4 小时、8 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、2 小时、4 小时、8 小时时的溶出液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸曲马多对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 80 $\mu$ 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 271nm 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、2 小时、4 小时和 8 小时时的溶出量应分别为标示量的 20%~45%、35%~60%、55%~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适量(约相当于盐酸曲马多 50mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 35ml,超声使盐酸曲马多溶解,加醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 4.5)约 40ml,摇匀,放冷,用醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 4.5)稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸曲马多对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按曲马多峰计算不低于 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】** 同盐酸曲马多。

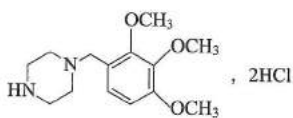
**【规格】** 0.1g

**【贮藏】** 密封,在阴凉处保存。

## 盐酸曲美他嗪

Yansuan Qumeitaqin

## Trimetazidine Hydrochloride

 $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$  339.26

本品为 1-(2,3,4-三甲氧基苄基)哌嗪二盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在冰醋酸中易溶,在甲醇中溶解,在乙醇中略溶,在乙醚中几乎不溶;在 0.1mol/L 盐酸溶液或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中极易溶解。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加水 1ml 溶解后,加 1%的对苯醌乙醇溶液(取 1,4-苯醌 1g,加冰醋酸 5ml 使溶解,加乙醇至 100ml)1ml,加热煮沸 2~3 分钟,放冷,溶液显红色。

(2)取本品,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解制成每 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 231nm 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的图谱一致(通则 0402)。

(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 0.50g,加水 10ml 溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.3~3.3。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50g,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。

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 0.2g,置 50ml 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,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸曲美他嗪对照品约 20mg,加水 2ml 使溶解,加浓过氧化氢溶液 3ml,摇匀,25~35℃ 放置 1~2 小时(控制氧化降解杂质约为 2%)。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 10ml 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(4.6mm×150mm,5 $\mu$ m);流动相 A 为 0.287% 的无水庚烷磺酸钠溶液-甲醇(643:357),用 10% 磷酸溶液调节 pH 值至 3.0,流动相 B 为甲醇,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 240nm;进样体积 10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	100	0
60	40	60
62	100	0
70	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,曲美他嗪峰的保留时间约为 30 分钟,氧化降解杂质峰的相对保留时间约为 0.95,氧化降解杂质峰与曲美他嗪峰及其相邻杂质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%),小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

哌嗪 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

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 中含 10mg 的溶液。

对照品溶液 取六水哌嗪( $C_4H_{10}N_2 \cdot 6H_2O$ ),加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 22.6 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以乙醇-浓氨溶液(80:20)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,在 105℃ 干燥 30 分钟,喷以碘化铂溶液(取 0.3% 氯铂酸六水合物溶液与 6% 碘化钾溶液等体积混合)。

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(0.1%,以无水哌嗪计)。

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 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 分别取无水乙醇、二氯甲烷、三氯甲烷与甲苯适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.5mg、0.06mg、0.006mg 与 0.089mg 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 60℃,维持 6 分钟,以每分钟 10℃ 的速率升温至 180℃,维持 1 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 300℃;顶空瓶平衡温度为 60℃,平衡时间为 45 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,乙醇、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,在 105℃干燥至恒重,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 0.1%。

**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】** 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,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸曲美他嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以有关物质项下流动相 A-流动相 B(80:20)为流动相;检测波长为 231nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按曲美他嗪峰计算不低于 3000,曲美他嗪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】** 抗心绞痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸曲美他嗪片 (2)盐酸曲美他嗪胶囊

## 盐酸曲美他嗪片

Yansuan Qumeitaqin Pian

### Trimetazidine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸曲美他嗪( $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$ )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)取本品细粉适量(约相当于盐酸曲美他嗪 10mg),加水 5ml,振摇使盐酸曲美他嗪溶解,滤过,取滤液 1ml,照盐酸曲美他嗪项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中含盐酸曲美他嗪 20 $\mu$ g 的溶液,滤过,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。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品,除去包衣,研细,取细粉适量(约相

当于盐酸曲美他嗪 0.1g),加甲醇 10ml,振摇使盐酸曲美他嗪溶解,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸曲美他嗪对照品适量,加甲醇溶解并制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙醇-浓氨溶液(8:2)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,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。

(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** 取本品细粉适量(约相当于盐酸曲美他嗪 0.2g),置 50ml 量瓶中,加水适量超声使盐酸曲美他嗪溶解,用水稀释至刻度,摇匀,离心(转速为每分钟 5000 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,用水稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 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盐酸曲美他嗪有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,扣除相对保留时间 0.13 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(0.5%),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。

**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 0.05mol/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,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸曲美他嗪对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 $\mu$ g 的溶液,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 234nm 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,分别置 100ml 量瓶中,加水适量,超声使盐酸曲美他嗪溶解,用水稀释至刻度,摇匀,离心(转速为每分钟 5000 转)15 分钟,取上清液。

**对照品溶液** 取盐酸曲美他嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

**色谱条件与系统适用性要求** 见盐酸曲美他嗪含量测定项下。

**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片的含量,并求得 10 片的平均含量。

【类别】 同盐酸曲美他嗪。

【规格】 20mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸曲美他嗪胶囊

Yansuan Qumeitaqin Jiaonang

Trimetazidine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸曲美他嗪( $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$ )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和粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于盐酸曲美他嗪 10mg),加水 5ml,振摇使盐酸曲美他嗪溶解,滤过,取滤液 1ml,照盐酸曲美他嗪项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品内容物细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中含盐酸曲美他嗪 20 $\mu$ g 的溶液,滤过,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。

(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** 取本品内容物细粉适量(约相当于盐酸曲美他嗪 0.2g),置 50ml 量瓶中,加水适量,超声使盐酸曲美他嗪溶解,用水稀释至刻度,摇匀,离心(转速为每分钟 5000 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,用水稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 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盐酸曲美他嗪有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,扣除相对保留时间 0.13 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(0.5%),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。

**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 0.05mol/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,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸曲美他嗪对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 $\mu$ g 的溶液,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 100ml 量瓶中,囊壳用水适量清洗,洗液并入量瓶中,加水适量超声使盐酸曲美他嗪溶解,用水稀释至刻度,摇匀,离心(转速为每分钟 5000 转)15 分钟,取上清液。

**对照品溶液** 取盐酸曲美他嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见盐酸曲美他嗪含量测定项下。

**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。

【类别】 同盐酸曲美他嗪。

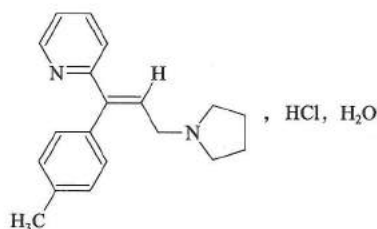
【规格】 20mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸曲普利啶

Yansuan Qupuliding

Tripolidine Hydrochloride



本品为(E)-2-[1-(4-甲基)-3-(1-吡咯烷基)-1-丙烯基]



吡啶盐酸盐一水合物。按无水物计算,含  $C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,味苦。

本品在水、甲醇、乙醇或三氯甲烷中易溶。

【鉴别】 (1)在有关物质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曲普利啶峰的保留时间一致。

(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 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 290nm 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的图谱一致(通则 0402)。

(4)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 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 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

杂质对照品溶液 取盐酸曲普利啶顺式异构体对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸曲普利啶对照品与盐酸曲普利啶顺式异构体对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲普利啶 1mg 与盐酸曲普利啶顺式异构体 20 $\mu$ g 的混合溶液。

灵敏度溶液 取对照溶液与杂质对照品溶液各适量,置同一量瓶中,用流动相稀释制成每 1ml 中分别含盐酸曲普利啶与盐酸曲普利啶顺式异构体各约 1 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-醋酸铵溶液(取 0.4%醋酸铵溶液 600ml,加三乙胺 2ml,用冰醋酸调节 pH 值至 7.0)(65 : 35)为流动相;检测波长为 260nm;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,曲普利啶顺式异构体峰与曲普利啶峰之间的分离度应符合要求;灵敏度溶液色谱图中,曲普利啶顺式异构体峰与曲普利啶峰高的信噪比均应大于 10。

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曲普利啶顺式异构体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)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 4.0%~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 0.1%。

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 0.26g,精密称定,加乙醇 50ml 与 0.01mol/L 盐酸溶液 5.0ml,振摇使溶解。照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,记录两个突跃点消耗滴定液的体积差。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 31.48mg 的  $C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 抗组胺药。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

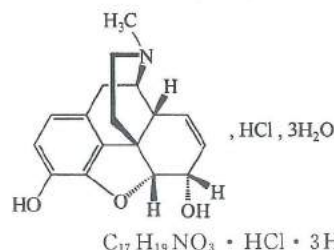
注:

氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)的标定:取经五氧化二磷减压干燥至恒重的基准苯甲酸约 0.1g,精密称定,加乙醇 50ml 与 0.01mol/L 盐酸溶液 5.0ml,振摇使溶解,照电位滴定法(通则 0701),在不断搅拌下用本液滴定,记录两个突跃点消耗滴定液的体积差。根据两个突跃点消耗滴定液的体积差与苯甲酸的取用量,算出本液的浓度,即得。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.21mg 的  $C_7H_6O_2$ 。

## 盐酸吗啡

Yansuan Mafei

Morphine Hydrochloride



本品为 17-甲基-4,5 $\alpha$ -环氧-7,8-二脱氢吗啡喃-3,6 $\alpha$ -二醇盐酸盐三水合物。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色、有丝光的针状结晶或结晶性粉末;无臭;遇光易变质。

本品在水中溶解,在乙醇中略溶,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品约 1g,精密称定,置 50ml 量瓶中,加水适

量使溶解后,用水稀释至刻度,依法测定(通则 0621),比旋度为 $-110.0^{\circ}$ 至 $-115.0^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品约 1mg,加甲醛硫酸试液 1 滴,即显紫堇色。

(2)取本品约 1mg,加钼硫酸试液 0.5ml,即显紫色,继变为蓝色,最后变为棕绿色。

(3)取本品约 1mg,加水 1ml 溶解后,加稀铁氰化钾试液 1 滴,即显蓝绿色(与可待因的区别)。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 344 图)一致。

(5)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 0.20g,加水 10ml 溶解后,加甲基红指示液 1 滴,如显红色,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L) 0.20ml,应变为黄色。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.50g,加水溶解并稀释至 25ml,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 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

**铵盐** 取本品 0.20g,加氢氧化钠试液 5ml,加热 1 分钟,发生的蒸气不得使湿润的红色石蕊试纸即时变蓝色。

**阿扑吗啡** 取本品 50mg,加水 4ml 溶解后,加碳酸氢钠 0.10g 与 0.1mol/L 碘溶液 1 滴,加乙醚 5ml,振摇提取,静置分层后,乙醚层不得显红色,水层不得显绿色。

**罂粟酸** 取本品 0.15g,加水 5ml 溶解后,加稀盐酸 5ml 与三氯化铁试液 2 滴,不得显红色。

**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 中约含盐酸吗啡 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 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸吗啡对照品适量,加水溶解,制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液,取 5ml,加 0.4%三氯化铁溶液 1ml,置沸水浴中加热 10 分钟,放冷;量取该溶液 1ml,加入磷酸可待因对照品溶液(取磷酸可待因对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含磷酸可待因 25 $\mu$ g 的溶液)1ml,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.0025mol/L 庚烷磺酸钠的 0.01mol/L 磷酸二氢钾水溶液(含 0.1%三乙胺,用磷酸调节 pH 值为 2.5 $\pm$ 0.1)-乙腈(85:15)为流动相;检测波长为 210nm;柱温为 30 $^{\circ}$ C;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,出峰顺序依次为吗啡、伪吗啡与可待因;吗啡的保留时间为 7~8 分钟,伪吗啡的相对保留时间为 1.2~1.5,可待因的相对保留时间为 2.0~2.3,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与伪吗啡保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 2 后,不得大于对照溶液主峰面积的 0.4 倍(0.4%),可待因与其他单个杂质峰面积均不得大于对照溶液主峰面积的 0.25 倍(0.25%),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 $^{\circ}$ C 干燥至恒重,减失重量不得过 15.0%(通则 0831)。

**炽灼残渣** 不得过 0.1%(通则 0841)。

**【含量测定】** 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 10ml 与醋酸汞试液 4ml 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 32.18mg 的  $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl$ 。

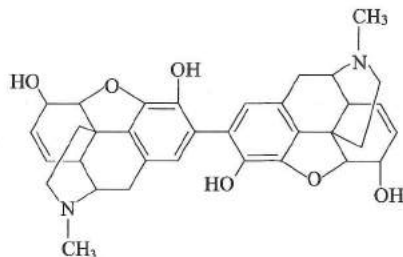
**【类别】** 镇痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸吗啡片 (2)盐酸吗啡注射液 (3)盐酸吗啡缓释片

附:

伪吗啡



$C_{34}H_{36}N_2O_6$  568.66

(5' $\alpha$ ,6' $\alpha$ )-7,7',8,8'-四去氢-4,5:4',5'-二环氧基-17,17'-二甲基-[2,2'-双吗啡喃]-3,3',6,6'-四醇

## 盐酸吗啡片

Yansuan Mafei Pian

### Morphine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸吗啡( $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为白色片或薄膜衣片,薄膜衣片除去包衣后显白色,遇光易变质。

**【鉴别】** 取含量测定项下的细粉适量(约相当于盐酸吗啡 20mg),加水 10ml,振摇使盐酸吗啡溶解,滤过,滤液蒸干,残渣照盐酸吗啡项下的鉴别(1)、(2)、(3)、(5)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** 本品细粉适量(约相当于盐酸吗啡 10mg),加流动相 20ml,超声使盐酸吗啡溶解,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盐酸吗啡有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与伪吗啡保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 2 后,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 0.5 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。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 100ml(5mg 规格)或 200ml(10mg 规格)量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液适量,充分振摇,使盐酸吗啡溶解,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25ml,置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 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 250nm 的波长处测定吸光度。另取吗啡对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液溶解制成每 1ml 中含吗啡 25 $\mu$ g 的溶液,同法测定。依法计算含量,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** 以水 125ml(5mg 规格)或 250ml(10mg 规格)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 5ml,置 10ml 量瓶中,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取吗啡对照品适量,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 250nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量,结果乘以 1.317,即得盐酸吗啡( $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$ )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(如为薄膜衣片,仔细除去薄膜衣),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸吗啡 10mg),置 100ml 量瓶中,加水 50ml,振摇,使盐酸吗啡溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 15ml,置 50ml 量瓶中,加 0.2mol/L 氢氧化钠溶液 25ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取吗啡对照品适量,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 中约含 20 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 250nm 的波长处分别测定吸光度,计算,结果乘以 1.317,即得盐酸吗啡( $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$ )的含量。

**【类别】** 同盐酸吗啡。

**【规格】** (1)5mg (2)10mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸吗啡注射液

Yansuan Mafei Zhushuye

### Morphine Hydrochloride Injection

本品为盐酸吗啡的灭菌水溶液。含盐酸吗啡( $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【性状】** 本品为无色的澄明液体;遇光易变质。

**【鉴别】** 取本品,置水浴上蒸干后,残渣照盐酸吗啡项下的鉴别(1)、(2)、(3)、(5)项试验,显相同的反应。

**【检查】 pH 值** 应为 3.0~5.0(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** 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸吗啡 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 $\mu$ 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盐酸吗啡有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与伪吗啡保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 2 后,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 0.5 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 0.05 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 盐酸吗啡中含内毒素的量应小于 2.4EU。

**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,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含吗啡 20 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取吗啡对照品适量,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 中约含 20 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 250nm 的波长处分别测定吸光度,计算,结果乘以 1.317,即得盐酸吗啡( $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$ )的含量。



【类别】 同盐酸吗啡。

【规格】 (1)0.5ml:5mg (2)1ml:10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸吗啡缓释片

Yansuan Mafei Huanshipian

Morphine Hydrochloride

Sustained-release Tablets

本品含盐酸吗啡( $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$ )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。

【鉴别】 取本品,除去包衣,研细,取细粉适量(约相当于盐酸吗啡 20mg),置乳钵中,加水 10ml,研磨使盐酸吗啡溶解,滤过,滤液蒸干,残渣照盐酸吗啡项下的鉴别(1)、(2)、(3)、(5)项试验,显相同的反应。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置乳钵中,加水适量,研磨使盐酸吗啡溶解,转移至 100ml(10mg 规格)、250ml(30mg 规格)或 500ml(60mg 规格)量瓶中,用水分次洗涤乳钵,洗液并入量瓶中,充分振摇,用水稀释至刻度,摇匀,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 第一法)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 1 小时、2 小时、3 小时、4 小时、5 小时、6 小时时分别取溶出液 2ml,并即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 分别取 1 小时、2 小时、3 小时、4 小时、5 小时、6 小时时的溶出液,用 0.45 $\mu$ m 滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 精密量取含量测定项下的对照品溶液适量,分别加流动相定量稀释制成每 1ml 中含 0.02mg(10mg 规格)、0.05mg(30mg 规格)、0.1mg(60mg 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。计算每片在不同时间的溶出量。

限度 每片在 1 小时、2 小时、3 小时、4 小时、5 小时和 6 小时时的溶出量应分别为标示量的 25%~45%、40%~60%、55%~75%、65%~85%、70%~90% 和 80% 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(约相当于盐酸吗啡 35mg),置 250ml 量瓶中,加水适量,充分振摇使盐酸吗啡溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 取吗啡对照品适量,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。

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 磷酸二氢钾溶液(1:4)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按吗啡峰计算不低于 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,结果乘以 1.317,即得供试品中  $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$  的含量。

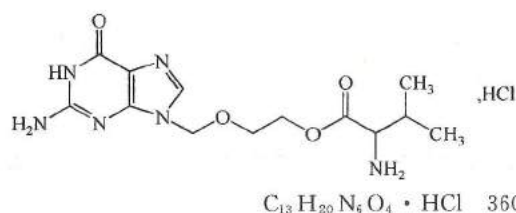
【类别】 【贮藏】 同盐酸吗啡。

【规格】 (1)10mg (2)30mg (3)60mg

## 盐酸伐昔洛韦

Yansuan Faxiluowei

Valacyclovir Hydrochloride



本品为 L-缬氨酸-2-[(6-氧代-2-氨基-1,6-二氢-9H-嘌呤-9-基)甲氧基]乙酯盐酸盐。按无水物计算,含  $C_{13}H_{20}N_6O_4 \cdot HCl$  不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在水中易溶,在甲醇中微溶,在乙醇中极微溶解,在二氯甲烷中不溶。

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 40mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-8.5^{\circ}$  至  $-11.5^{\circ}$ 。

【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 1013 图)一致。

(3)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 0.10g,加水 10ml 溶解后,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。

溶剂 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)。

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,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

阿昔洛韦对照品贮备液 取阿昔洛韦对照品约 15mg,精



密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 2ml 溶解,再用水稀释至刻度,摇匀。

**阿昔洛韦对照品溶液** 精密量取阿昔洛韦对照品贮备液 5ml,置 200ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取阿昔洛韦对照品贮备液 1ml 与含量测定项下的对照品溶液 5ml,混匀。

**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(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-甲醇(85:15)为流动相;检测波长为 251nm;柱温为 35℃;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,伐昔洛韦峰与阿昔洛韦峰间的分离度应符合要求。

**测定法** 精密量取供试品溶液、对照溶液与阿昔洛韦对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 6 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含阿昔洛韦不得过 1.5%;其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

**残留溶剂** 丙酮、四氢呋喃、甲醇与乙醇 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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液;精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

**对照品溶液** 分别取丙酮、四氢呋喃、甲醇与乙醇适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中约含丙酮 250μg、四氢呋喃 8μg、甲醇 150μg 与乙醇 250μg 的溶液;精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

**色谱条件** 以 5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱为色谱柱;初始温度为 40℃,维持 7 分钟,以每分钟 8℃的速率升温至 120℃,维持 5 分钟;检测器温度为 250℃;气化室温度为 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** 按外标法以峰面积分别计算,丙酮、四氢呋喃、甲醇与乙醇的残留量均应符合规定。

***N,N*-二甲基甲酰胺** 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)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 0.25g 的溶液。

**对照品溶液** 取 *N,N*-二甲基甲酰胺适量,精密称定,用水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 *N,N*-二甲基甲酰胺 0.22mg 的溶液。

**色谱条件** 以 5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱为色谱柱;初始温度为 60℃,维持 7 分钟,以每分钟

8℃的速率升温至 120℃,维持 5 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 200℃;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** 按外标法以峰面积计算,*N,N*-二甲基甲酰胺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),含水分不得过 8.0%。

**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** 取本品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸伐昔洛韦对照品约 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 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。

**【类别】** 抗病毒药。

**【贮藏】** 严封,在干燥处保存。

**【制剂】** (1)盐酸伐昔洛韦片 (2)盐酸伐昔洛韦胶囊

## 盐酸伐昔洛韦片

Yansuan Faxiluoweì Pian

### Valacyclovir Hydrochloride Tablets

本品含盐酸伐昔洛韦( $C_{13}H_{20}N_6O_4 \cdot HCl$ )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】** 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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(约相当于盐酸伐昔洛韦 50mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加溶剂使盐酸伐昔洛韦溶解并稀释至刻度,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、阿昔洛韦对照品贮备液、阿昔洛韦对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸



伐昔洛韦有关物质项下。

**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,含阿昔洛韦不得过盐酸伐昔洛韦标示量的 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 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 0.1mol/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,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸伐昔洛韦 16 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸伐昔洛韦对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 16 $\mu$ 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 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 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(约相当于盐酸伐昔洛韦 50mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,静置,滤过,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 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** 见盐酸伐昔洛韦含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸伐昔洛韦。

**【规格】** (1)0.15g (2)0.3g (3)0.5g

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

## 盐酸伐昔洛韦胶囊

Yansuan Faxiluwei Jiaonang

### Valacyclovir Hydrochloride Capsules

本品含盐酸伐昔洛韦( $C_{13}H_{20}N_6O_4 \cdot HCl$ )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】** 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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(约相当于盐酸伐昔洛韦 50mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂使盐酸伐昔洛韦溶解并稀释至刻度,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、阿昔洛韦对照品贮备液、阿昔洛韦对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸伐昔洛韦有关物质项下。

**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,含阿昔洛韦不得过盐酸伐昔洛韦标示量的 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 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 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,用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸伐昔洛韦 16 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸伐昔洛韦对照品适量,精密称定,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 16 $\mu$ 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 252nm 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** 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当于盐酸伐昔洛韦 50mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,静置,滤过,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 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** 见盐酸伐昔洛韦含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸伐昔洛韦。

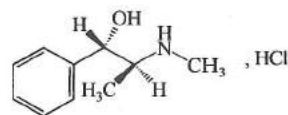
**【规格】** 0.15g

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

## 盐酸伪麻黄碱

Yansuan Weimahuangjian

### Pseudoephedrine Hydrochloride



$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$  201.70

本品为[S-(R\*,R\*)]- $\alpha$ -[1-(甲氨基)乙基]苯甲醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末,无臭。

本品在水中极易溶解,在乙醇中易溶,在三氯甲烷中微溶。



**熔点** 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 183~186℃。

**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 +61.0°至 +62.5°。

**【鉴别】** (1)取本品,加水制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 251nm、257nm 与 263nm 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 642 图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 酸碱度** 取本品 0.20g,加水 10ml 溶解后,加甲基红指示液 1 滴,如显淡红色,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L) 0.10ml,应变为黄色;如显黄色,加盐酸滴定液(0.02mol/L) 0.10ml,应变为红色。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,溶液应澄清,几乎无乳光,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,加流动相溶解并制成每 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 10μg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸麻黄碱对照品约 10mg,置 100ml 量瓶中,加供试品溶液 5ml,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用苯基硅烷键合硅胶为填充剂;以 1.16% 醋酸铵溶液-甲醇(94:6,用醋酸调节 pH 值至 4.0)为流动相;检测波长为 257nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按伪麻黄碱峰计算不低于 2000,伪麻黄碱峰与麻黄碱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 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(0.5%),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%),小于对照溶液主峰面积 0.1 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** 不得过 0.1%(通则 0841)。

**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二。

**【含量测定】** 取本品约 0.3g,精密称定,加冰醋酸 10ml,微温溶解后,加醋酸汞试液 6ml 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 20.17mg 的  $C_{20}H_{26}N_2O_4 \cdot HCl$ 。

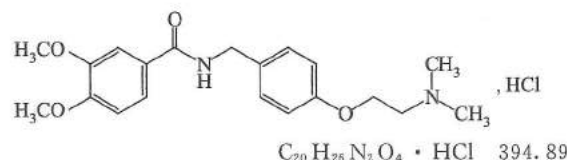
**【类别】**  $\beta_2$  肾上腺素受体激动药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸伊托必利

Yansuan Yituobili

### Itopride Hydrochloride



本品为  $N$ -[4-[2-( $N,N$ -二甲基氨基)乙氧基]苄基]-3,4-二甲氧基苯甲酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{26}N_2O_4 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色至微黄色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在甲醇中易溶,在乙醇中略溶,在三氯甲烷中微溶,在乙醚中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 191~196℃。

**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 15μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 258nm 波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 325~345。

**【鉴别】** (1)取本品约 25mg,置干燥的试管中,加丙二酸约 30mg 与醋酐 0.5ml,加热,显红棕色。

(2)取本品,加水制成每 1ml 中约含 15μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 258nm 的波长处有最大吸收,在 238nm 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 1187 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 1.0g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~5.5。

**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 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。

**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 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(Kromasil C18, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱);以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用稀磷酸或稀氢氧化钾溶液调节 pH 值至 4.0)为流动相 A,以乙腈为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 258nm;进样体积 20μl。



时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	80	20
12	80	20
17	60	40
22	60	40
23	80	20
38	80	20

**系统适用性要求** 对照溶液色谱图中,伊托必利峰的保留时间约为 10 分钟,伊托必利峰与其相邻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 0.3 倍(0.3%),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 0.01 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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 40mg 的溶液。

**对照品溶液** 分别取三氯甲烷与甲苯各适量,精密称定,用二甲基亚砩定量稀释制成每 1ml 中分别约含 24 $\mu$ g 与 356 $\mu$ g 的混合溶液,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 以 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;采用程序升温,起始温度为 35℃,维持 5 分钟,以每分钟 3℃的速率升温至 175℃,再以每分钟 35℃的速率升温至 260℃,维持 20 分钟;进样口温度为 100℃;检测器温度为 260℃;不分流进样;进样体积 1 $\mu$ l。

**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,各峰面积的相对标准偏差不大于 10%。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

**限度** 按外标法以峰面积计算,三氯甲烷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 0.3g,精密称定,加冰醋酸 20ml 溶解后,加醋酐 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 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 39.49mg 的  $C_{20}H_{26}N_2O_4 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 胃肠动力药。

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

**【制剂】** (1)盐酸伊托必利片 (2)盐酸伊托必利分散片 (3)盐酸伊托必利胶囊

## 盐酸伊托必利片

Yansuan Yituobili Pian

### Itopride Hydrochloride Tablets

本品含盐酸伊托必利( $C_{20}H_{26}N_2O_4 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色片或薄膜衣片,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(约相当于盐酸伊托必利 25mg),置干燥的试管中,加丙二酸约 30mg 与醋酐 0.5ml,加热,显红棕色。

(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(约相当于盐酸伊托必利 0.1g),加甲醇 10ml,振摇使盐酸伊托必利溶解,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸伊托必利对照品适量,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,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(10:1:0.3)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,置碘蒸气中显色,立即检视。

**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。

(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)取本品的细粉适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸伊托必利 15 $\mu$ 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,在 238nm 的波长处有最小吸收。

(5)取本品的细粉适量,加水振摇后,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

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** 取本品的细粉适量(约相当于盐酸伊托必利 50mg),置 100ml 量瓶中,加水适量振摇使盐酸伊托必利溶解并稀释至刻度,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,用水稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸伊托必利



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 0.01 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 15 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸伊托必利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ 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 258nm 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(约相当于盐酸伊托必利 50mg),置 500ml 量瓶中,加水适量,超声使盐酸伊托必利溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸伊托必利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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(用稀磷酸或稀氢氧化钾溶液调节 pH 值至 4.0)-乙腈(80:20)为流动相;检测波长为 258nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按伊托必利峰计算不低于 5000,伊托必利峰与相邻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。按外标法以峰面积计算。

**【类别】** 同盐酸伊托必利。

**【规格】** 50mg

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

## 盐酸伊托必利分散片

Yansuan Yituobili Fensanpian

### Itopride Hydrochloride Dispersible Tablets

本品含盐酸伊托必利( $C_{20}H_{26}N_2O_4 \cdot HCl$ )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) 取本品的细粉适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸伊托必利 15 $\mu$ 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,在 238nm 的波长处有最小吸收。

(3) 取本品的细粉适量,加水振摇后,滤过,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** 取本品的细粉适量(约相当于盐酸伊托必利 50mg),置 100ml 量瓶中,加水适量振摇使盐酸伊托必利溶解并稀释至刻度,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,用水稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸伊托必利有关物质项下。

**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 0.01 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 5 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 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸伊托必利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ 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 258nm 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(约相当于盐酸伊托必利 50mg),置 500ml 量瓶中,加水适量,超声使盐酸伊托必利溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸伊托必利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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(用稀磷酸或稀氢氧化钾溶液调节 pH 值至 4.0)-乙腈(80:20)为流动相;检测波长为 258nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按伊托必利峰计算不低于 5000,伊托必利峰与相邻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。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同盐酸伊托必利。

【规格】 50mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

## 盐酸伊托必利胶囊

Yansuan Yituobili Jiaonang

### Itopride Hydrochloride Capsules

本品含盐酸伊托必利( $C_{20}H_{26}N_2O_4 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸伊托必利25mg),置干燥的试管中,加丙二酸约30mg与醋酐0.5ml,加热,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。

(3)取本品的内容物适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含盐酸伊托必利15 $\mu$ 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,在238nm的波长处有最小吸收。

(4)取本品的内容物适量,加水振摇后,滤过,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 取本品的内容物适量(约相当于盐酸伊托必利50mg),置100ml量瓶中,加水适量振摇使盐酸伊托必利溶解并稀释至刻度,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,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸伊托必利有关物质项下。

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0.01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15 $\mu$ g的溶液。

对照品溶液 取盐酸伊托必利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含15 $\mu$ 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258nm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,研细,精密称取适量(约相当于盐酸伊托必利50mg),置500ml量瓶中,加水适量,超声使盐酸伊托必利溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸伊托必利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg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(用稀磷酸或稀氢氧化钾溶液调节pH值至4.0)-乙腈(80:20)为流动相;检测波长为258nm;进样体积20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按伊托必利峰计算不低于5000,伊托必利峰与相邻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。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同盐酸伊托必利。

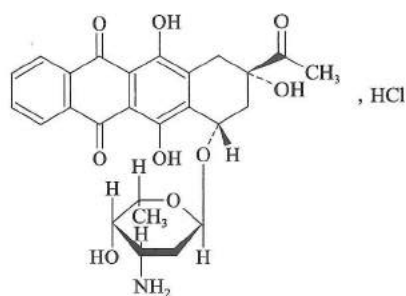
【规格】 50mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

## 盐酸伊达比星

Yansuan Yidabixing

### Idarubicin Hydrochloride



$C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$  533.97

本品为(1S,3S)-3-乙酰基-1,2,3,4,6,11-六氢-3,5,12-三羟基-6,11-二氧-1-并四苯基-3-氨基-2,3,6-三脱氧- $\alpha$ -L-来苏-六吡喃糖苷盐酸盐。按无水与无溶剂物计算,含 $C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$ 应为97.0%~103.0%。

【性状】 本品为橙红色结晶性粉末。

【鉴别】 (1)取本品约2mg,加水2ml溶解,加氢氧化钠试液4ml,溶液即显紫红色。

(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)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则0402)。



(4)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 结晶性 取本品,依法测定(通则 0981),应符合规定。

酸度 取本品,加水溶解并制成每 1ml 中含 1mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~6.5。

溶液的澄清度 取本品 5 份,各 10mg,分别加水 10ml 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。

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 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸伊达比星和 4-去甲基-盐酸柔红霉素对照品各适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含盐酸伊达比星 0.2mg 和 4-去甲基-盐酸柔红霉素 2μg 的混合溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 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(4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以甲醇-0.1%磷酸溶液(57:43)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,盐酸伊达比星峰与 4-去甲基-盐酸柔红霉素峰间的分离度应符合规定,盐酸伊达比星峰与其相对保留时间 0.92 处杂质峰的分离度应不小于 1.0。灵敏度溶液色谱图中,伊达比星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 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(0.5%),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%),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,含水分不得过 5.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸伊达比星中含内毒素的量应小于 8.9EU。(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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸伊达比星对照品适量,精密称定,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 供试品溶液色谱图中,盐酸伊达比星峰与其相对保留时间 0.92 处杂质峰之间的分离度应不小于 1.0。

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。

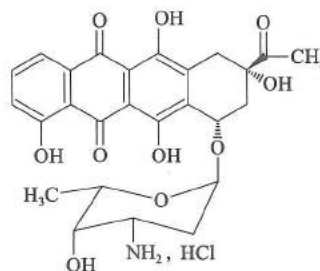
【类别】 抗肿瘤抗生素类药。

【贮藏】 密封,置干燥处保存。

【制剂】 注射用盐酸伊达比星

附:

#### 4-去甲基-盐酸柔红霉素



$C_{26}H_{27}NO_{10} \cdot HCl$  549.95

(1S,3S)-3-乙酰基-1,2,3,4,6,11-六氢-3,5,10,12-四羟基-6,11-二氧-1-并四苯基-3-氨基-2,3,6-三脱氧-α-L-来苏-六吡喃糖苷盐酸盐

### 注射用盐酸伊达比星

Zhusheyong Yansuan Yidabixing

#### Idarubicin Hydrochloride for Injection

本品为盐酸伊达比星加适量赋形剂制成的无菌冻干品。按平均含量计算,含盐酸伊达比星( $C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为橙红色的疏松块状物。

【鉴别】 (1)取本品 1 瓶,加水 5ml 使溶解,溶液呈橙黄色,加氢氧化钠试液 5 滴,溶液即显紫红色。

(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)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含盐酸伊达比星 1mg 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 瓶,分别加水制成每 1ml 中含盐酸伊达比星 1mg 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。

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(约相当于盐酸伊达比星 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 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 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、测定法与限度 见盐酸伊达比星有关物质项下。

**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 4.0%。

**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 盐酸伊达比星中含内毒素的量应小于 8.9EU。

**无菌** 取本品,加 0.9% 无菌氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸伊达比星 0.6mg 的溶液,经薄膜过滤法处理,用 0.9% 无菌氯化钠溶液分次冲洗(每膜不少于 500ml),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,分别加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸伊达比星 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求** 见盐酸伊达比星含量测定项下。

**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瓶的含量,并求出 10 瓶的平均含量,即得。

**【类别】** 同盐酸伊达比星。

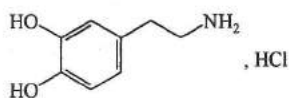
**【贮藏】** 密闭,置干燥处保存。

**【规格】** (1)5mg (2)10mg

## 盐酸多巴胺

Yansuan Duoba'an

Dopamine Hydrochloride



$C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$  189.64

本品为 4-(2-氨基乙基)-1,2-苯二酚盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$  不得少于 98.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色有光泽的结晶或结晶性粉末;无臭;露置空气中及遇光色渐变深。

本品在水中易溶,在无水乙醇中微溶,在三氯甲烷或乙醚中极微溶解。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg,加水 1ml 溶解后,加三氯化铁试液 1 滴,溶液显墨绿色;滴加 1% 氨溶液,即转变成紫红色。

(2)取本品,加 0.5% 硫酸溶液制成每 1ml 中约含 30μg 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。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 345

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** 取溶液的澄清度与颜色项下的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~5.5。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.10g,加新沸过的冷水 10ml 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。

**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 0.3mg 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。

**系统适用性溶液** 取盐酸多巴胺与 4-乙基邻苯二酚各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 6μg 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 0.005mol/L 十二烷基硫酸钠-乙腈-冰醋酸-0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠(700 : 300 : 10 : 2)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,多巴胺峰与 4-乙基邻苯二酚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 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的主峰面积(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** 不得过 0.1%(通则 0841)。

**重金属** 取本品 1.0g,加水适量使溶解,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 0.15g,精密称定,加冰醋酸 25ml,煮沸使溶解,冷却至约 40℃,加醋酸汞试液 5ml,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 18.96mg 的  $C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$ 。

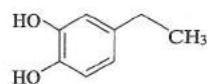
**【类别】** 多巴胺受体激动药。

**【贮藏】** 遮光,充氮,密封保存。

**【制剂】** 盐酸多巴胺注射液

附:

### 4-乙基邻苯二酚



$C_8H_{10}O_2$  138.17

1,2-二羟基-4-乙基苯



## 盐酸多巴胺注射液

Yansuan Duoba'an Zhushuye

## Dopamine Hydrochloride Injection

本品为盐酸多巴胺的灭菌水溶液。含盐酸多巴胺( $C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 取本品,照盐酸多巴胺项下的鉴别(1)、(2)和(4)项试验,显相同的结果。

【检查】 pH 值 应为 3.0~4.5(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 精密量取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中含盐酸多巴胺 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。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见盐酸多巴胺有关物质项下。

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 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%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸多巴胺中含内毒素的量应小于 1.5EU。

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 中含盐酸多巴胺 30 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸多巴胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含盐酸多巴胺 30 $\mu$ 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】 同盐酸多巴胺。

【规格】 2ml : 20mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

本品为 4-[2-[[1-甲基-3-(4-羟苯基)丙基]氨基]乙基]-1,2-苯二酚盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,几乎无臭;露置空气中及遇光色渐变深。

本品在水或无水乙醇中略溶,在三氯甲烷中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 188~193℃。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 2ml 溶解后,加三氯化铁试液 1 滴,溶液显绿色,再加氨试液 1 滴,即变为蓝紫色、紫色,最后呈紫红色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 346 图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取溶液的澄清度项下的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.0。

溶液的澄清度 取本品 0.10g,加新沸过的冷水 10ml 溶解后,溶液应澄清。

溶液的颜色 取本品,加甲醇-水(1:1)溶解并稀释制成每 1ml 中含 20mg 的溶液(如必要,可在 30~35℃ 下微热助溶),迅速冷却至室温,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 480nm 波长处的吸光度值不得大于 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,加流动相 A-流动相 B(65:35)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 100ml 量瓶中,用流动相 A-流动相 B(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;以辛酸磺酸钠 2.6g,加水 1000ml 使溶解,加三乙胺 3ml,摇匀,用磷酸调节 pH 值至 2.5 为流动相 A;以乙腈-甲醇(18:82)为流动相 B;按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	65	35
5	65	35
20	20	80
25	20	80
26	65	35
30	65	35

系统适用性要求 理论板数按多巴酚丁胺峰计算不低于 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。

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%)。

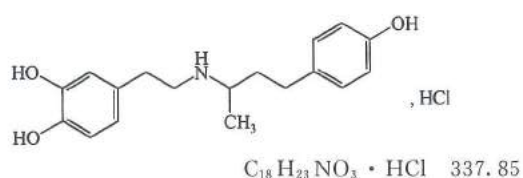
残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

供试品溶液 取本品,精密称定,加 N,N-二甲基甲酰胺

## 盐酸多巴酚丁胺

Yansuan Duobafending'an

## Dobutamine Hydrochloride



溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液。

**对照品溶液** 分别取苯与丙酮,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中约含苯 0.2μg 与丙酮 0.5mg 的混合溶液。

**色谱条件** 以 100%聚二甲基聚氧硅烷(或极性相近)为固定液;起始温度为 40℃,维持 5 分钟,以每分钟 20℃的速率升温至 260℃,维持 3 分钟;进样口温度为 200℃;检测器温度为 270℃;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,苯与丙酮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 0.25g,精密称定,加无水甲酸 10ml 使溶解,再加入醋酐 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 33.79mg 的  $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$ 。

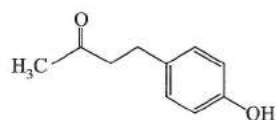
**【类别】** β 肾上腺素受体激动药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸多巴酚丁胺注射液

附:

杂质 I



$C_{10}H_{12}O_2$  164.20

4-(4-羟苯基)-2-丁酮

## 盐酸多巴酚丁胺注射液

Yansuan Duobafending'an Zhushuye

Dobutamine Hydrochloride Injection

本品为盐酸多巴酚丁胺的灭菌水溶液。含盐酸多巴酚丁

胺( $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$ )按多巴酚丁胺( $C_{18}H_{23}NO_3$ )计算应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为无色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品,加三氯化铁试液 1 滴,溶液显绿色,再加氨试液 1 滴,即变为蓝紫色、紫色,最后呈紫红色。

(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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【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** 精密量取本品 5ml,置 10ml 量瓶中,用流动相 A-流动相 B(65:35)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-流动相 B(65:35)稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸多巴酚丁胺有关物质项下。

**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 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%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸多巴酚丁胺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 5ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸多巴酚丁胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含多巴酚丁胺 0.5mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取杂质 I 对照品与盐酸多巴酚丁胺各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 0.3mg 与 0.5mg 的混合溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以辛烷磺酸钠 2.6g,加水 1000ml 使溶解,加三乙胺 3ml,摇匀,用磷酸调节 pH 值至 2.5 为流动相 A;以乙腈-甲醇(18:82)为流动相 B;流动相 A-流动相 B(55:45)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按多巴酚丁胺峰计算不低于 2000,多巴酚丁胺峰与杂质 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】** 同盐酸多巴酚丁胺。

**【规格】** 2ml:20mg(按  $C_{18}H_{23}NO_3$  计)

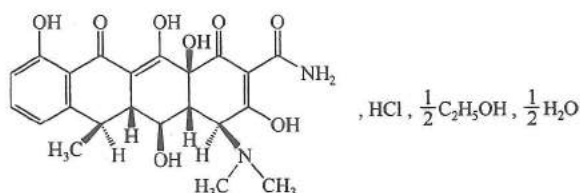
**【贮藏】** 遮光,密闭保存。



## 盐酸多西环素

Yansuan Duoxihuansu

Doxycycline Hyclate



$$\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot \text{HCl} \cdot \frac{1}{2}\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O} \quad 512.93$$

本品为 6-甲基-4-(二甲氨基)-3,5,10,12,12a-五羟基-1,11-二氧化代-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-八氢-2-并四苯甲酰胺盐酸盐半乙醇半水合物。按无水与无乙醇物计算,含多西环素( $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_8$ )应为 88.0%~94.0%。

【性状】 本品为淡黄色至黄色结晶性粉末;无臭。

本品在水或甲醇中易溶,在乙醇或丙酮中微溶。

比旋度 取本品,精密称定,加盐酸溶液(9→100)的甲醇溶液(1→100)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),按无水与无醇物计算,比旋度为 $-105^{\circ}$ 至 $-120^{\circ}$ 。

【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)取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 20 $\mu\text{g}$  的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 269nm 和 354nm 的波长处有最大吸收,在 234nm 和 296nm 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 386 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,加水制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~3.0。

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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含多西环素 0.2mg 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 中约含多西环素 4 $\mu\text{g}$  的溶液。

系统适用性溶液 取土霉素对照品、美他环素对照品、 $\beta$ -多西环素对照品及多西环素对照品各适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含土霉素、美他环素、 $\beta$ -多西环素 0.1mg 与多西环素 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(pH 值适用范围应大于 9);以醋酸铵缓冲液[0.25mol/L 醋酸铵-0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠-三乙胺(100:10:1),用冰醋酸或氨水调节 pH 值至 8.8]-乙腈(85:15)为流动相;柱温为 35℃;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu\text{l}$ 。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,多西环素峰与  $\beta$ -多西环素峰间的分离度应大于 4.0,多西环素峰与杂质 F 峰(相对保留时间约为 1.1)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,美他环素与  $\beta$ -多西环素峰面积均不得大于对照溶液主峰面积(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(1.0%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(4.0%)。

杂质吸光度 取本品,精密称定,加盐酸溶液(9→100)的甲醇溶液(1→100)溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 490nm 波长处测定,吸光度不得过 0.12。

乙醇 照气相色谱法(通则 0521)测定。

内标溶液 0.5% 正丙醇溶液。

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 取无水乙醇约 0.5g,精密称定,置 100ml 量瓶中,用内标溶液稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用二乙烯基-乙基乙炔苯型高分子多孔小球作为固定相;柱温为 135℃;进样口温度与检测器温度均为 150℃;进样体积 2 $\mu\text{l}$ 。

系统适用性要求 乙醇峰与正丙醇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,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积比值计算,含乙醇的量应为 4.3%~6.0%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分应为 1.5%~3.0%。

炽灼残渣 取本品 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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含多西环素 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取多西环素对照品适量,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 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  $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_8$  的含量。



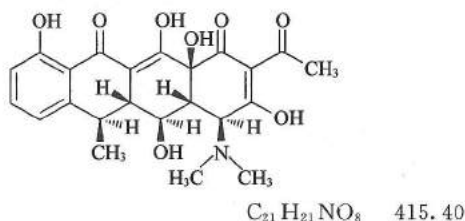
【类别】 四环素类抗生素。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸多西环素片 (2)盐酸多西环素胶囊

附:

杂质 F



2-乙酰-2-脱氧甲酰多西环素

## 盐酸多西环素片

Yansuan Duoxihuansu Pian

Doxycycline Hyclate Tablets

本品含盐酸多西环素按多西环素( $C_{22}H_{24}N_2O_8$ )计算,应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为淡黄色片或薄膜衣片,除去包衣后显淡黄色。

【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)取本品细粉适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含多西环素 20 $\mu$ 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 269nm 和 354nm 的波长处有最大吸收,在 234nm 和 296nm 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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含多西环素 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 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含多西环素 4 $\mu$ 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盐酸多西环素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,美他环素与 $\beta$ -多西环素峰面积均不得大于对照溶液主峰面积(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(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(5.0%)。

杂质吸光度 取本品 5 片,研细,加盐酸溶液(9 $\rightarrow$ 100)的甲醇溶液(1 $\rightarrow$ 100)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含多西环

素 9mg 的溶液,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 490nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.20。

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 中约含多西环素 20 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取多西环素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ 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 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 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(约相当于多西环素 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.01mol/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 0.01mol/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 见盐酸多西环素含量测定项下。

【类别】 同盐酸多西环素。

【规格】 按  $C_{22}H_{24}N_2O_8$  计 (1)0.05g (2)0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸多西环素胶囊

Yansuan Duoxihuansu Jiaonang

Doxycycline Hyclate Capsules

本品含盐酸多西环素按多西环素( $C_{22}H_{24}N_2O_8$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为淡黄色至黄色粉末或颗粒。

【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,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含多西环素 20 $\mu$ 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 269nm 和 354nm 的波长处有最大吸收,在 234nm 和 296nm 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 取装量差异项下的内容物适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含多西环素 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 0.01mol/L 盐



酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含多西环素 4 $\mu$ 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盐酸多西环素有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,美他环素与 $\beta$ -多西环素峰面积均不得大于对照溶液主峰面积(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(1.0%),各杂质峰面积和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(5.0%)。

**干燥失重** 取本品内容物适量,在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重,减失重量不得过 8.5%(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 中约含多西环素 20 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取多西环素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ 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 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 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** 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于多西环素 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.01mol/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 0.01mol/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** 见盐酸多西环素含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸多西环素。

**【规格】** 0.1g(按  $C_{22}H_{24}N_2O_8$  计)

**【贮藏】** 密封,在阴凉干燥处保存。

本品为(±)-1-乙基-3,3-二苯基-4-(2-吗啉乙基)-2-吡咯烷酮盐酸盐一水合物。按干燥品计算,含  $C_{24}H_{30}N_2O_2 \cdot HCl$  应为 98.0%~100.5%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水、三氯甲烷或乙醇中略溶,在乙醚中不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 217~221 $^{\circ}$ C。

**【鉴别】** (1)取本品,加水溶解并制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm、258nm 与 264nm 的波长处有最大吸收,在 244nm、254nm 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 643 图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

**【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 3.5~5.0。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 1.0g,加水 50ml 溶解后,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 2 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(封端柱);以 0.01mol/L 醋酸钠溶液(用冰醋酸调节 pH 值至 4.5)-乙腈(70:30)为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 10 $\mu$ 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 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 5 倍(1.0%)。

**干燥失重** 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 干燥 2 小时,减失重量应为 3.0%~4.5%(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 0.3%。

**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。

**砷盐** 取本品 1.0g,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%)。

**【含量测定】** 取本品约 0.3g,精密称定,加冰醋酸 20ml 与醋酐 20ml 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 41.50mg 的  $C_{24}H_{30}N_2O_2 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 中枢兴奋药。

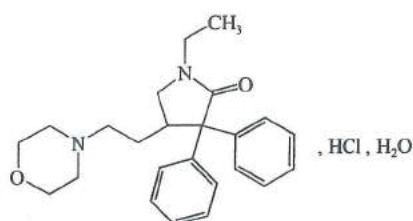
**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸多沙普仑注射液

## 盐酸多沙普仑

Yansuan Duoshapulun

Doxapram Hydrochloride



$C_{24}H_{30}N_2O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$  432.99

## 盐酸多沙普仑注射液

Yansuan Duoshapulun Zhushuye

## Doxapram Hydrochloride Injection

本品为盐酸多沙普仑的灭菌水溶液。含盐酸多沙普仑( $C_{24}H_{30}N_2O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,作为供试品溶液;另取盐酸多沙普仑对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,作为对照品溶液。照有关物质项下方法,取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,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。

(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、258nm 与 264nm 的波长处有最大吸收,在 244nm、254nm 与 262nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【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 取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含盐酸多沙普仑 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 2 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件与测定法 见盐酸多沙普仑有关物质项下。

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 5 倍(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸多沙普仑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 250ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸多沙普仑对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 258nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸多沙普仑。

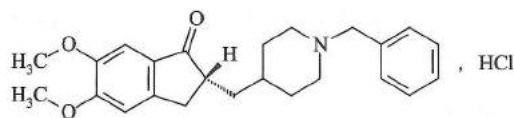
【规格】 5ml:100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸多奈哌齐

Yansuan Duonapaiqi

## Donepezil Hydrochloride


 $C_{24}H_{29}NO_3 \cdot HCl$  415.95

本品为(±)-2-[(1-苄基-4-哌啶基)甲基]-5,6-二甲氧基-1-茛酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{24}H_{29}NO_3 \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在三氯甲烷中易溶,在水中溶解,在乙醇中略溶;在盐酸溶液(1→1000)中略溶。

【鉴别】 (1)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 230nm、271nm 与 316nm 的波长处有最大吸收,在 220nm、245nm 与 290nm 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。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1188 图)一致。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 酸度 取本品 0.20g,加水 10ml 溶解后,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 0.20g,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,不得更浓。

溴化物 取本品 1.0g,加水 10ml,置水浴中微温使溶解,放冷,加盐酸 3 滴与三氯甲烷 1ml,边振摇边滴加 2%氯胺 T 溶液(临用新制)3 滴,三氯甲烷层如显色,与标准溴化钾溶液(精密称取在 105℃干燥至恒重的溴化钾 0.1489g,加水溶解并稀释至 100ml,摇匀,即得)1.0ml,用同一方法制成的对照溶液比较,不得更深(0.1%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 10mg,置 25ml 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 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 2ml,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(4.6mm×150mm,5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以 1-癸烷磺酸钠 2.5g 溶于 650ml 水中,加乙腈 350ml 与高氯酸 1ml 混合均匀为流动



相;检测波长为 271nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 主成分色谱峰的保留时间约为 11 分钟,理论板数按多柔比星峰计算不低于 3000,多柔比星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,主成分色谱峰的信噪比不小于 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 0.2 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%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计(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** 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。

**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** 取盐酸多柔比星对照品适量,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。

**色谱条件** 见有关物质项下。进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 除灵敏度要求外,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。

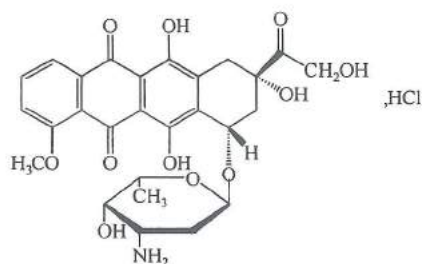
**【类别】** 乙酰胆碱酯酶抑制剂。

**【贮藏】** 遮光,密封,阴凉处保存。

## 盐酸多柔比星

Yansuan Duoroubixing

Doxorubicin Hydrochloride



$C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$  579.99

本品为(8S,10S)-10-[(3-氨基-2,3,6-三去氧基- $\alpha$ -L-来苏己吡喃基)-氧]-7,8,9,10-四氢-6,8,11-三羟基-8-(羟乙酰基)-1-甲氧基-5,12-萘二酮盐酸盐。按无水与无溶剂物计算,含盐酸多柔比星( $C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$ )应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为橙红色结晶性粉末,有引湿性。

本品在水中溶解,在甲醇中微溶。

**【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)取本品,加甲醇制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 233nm、252nm、288nm、478nm、495nm 与 530nm 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 1015 图)一致。

(4)取本品 10mg,加硝酸 0.5ml 使溶解,加水 0.5ml,火焰灼烧 2 分钟,放冷,滴加硝酸银试液,即生成白色凝乳状沉淀。

**【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 5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.5。

**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 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 10 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸多柔比星对照品与盐酸表柔比星对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各含 50 $\mu$ 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;以十二烷基硫酸钠溶液(取十二烷基硫酸钠 1.44g 和磷酸 0.68ml,加水 500ml 使溶解)-乙腈-甲醇(500:500:60)为流动相;检测波长为 254nm;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,多柔比星峰与表柔比星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 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%)。

**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 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** 分别取甲醇、乙醇、丙酮与二氯甲烷各适量,精密称定,用二甲亚砜定量稀释制成各自的贮备液,精密量取各适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 20 $\mu$ g、乙醇 0.2mg、丙酮 10 $\mu$ g 与二氯甲烷 2 $\mu$ 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;柱温为 50℃;进样口温度为 140℃;检测器温度为 250℃;载气为氦气或氮气,流速为每分钟 5.0ml;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,甲醇、乙醇、丙酮与二氯甲烷依次出峰,四个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1.0%,甲醇、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 4.0%。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸多柔比星中含内毒素的量应小于 2.0EU。(供注射用)

**降压物质** 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射 1.5mg,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** 取盐酸多柔比星对照品,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。

**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】** 抗肿瘤抗生素类。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

**【制剂】** 注射用盐酸多柔比星

## 注射用盐酸多柔比星

Zhusheyong Yansuan Duoroubixing

Doxorubicin Hydrochloride for Injection

本品为盐酸多柔比星加适量乳糖或其他赋形剂制成的无菌冻干品。含盐酸多柔比星( $C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品应为橙红色疏松块状物或粉末。

**【鉴别】** 取本品,照盐酸多柔比星项下的鉴别(1)、(4)项试验,显相同的结果。

**【检查】 酸度** 取本品,加水制成每 1ml 中含盐酸多柔比星 5mg 的溶液,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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸多柔比星 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 中约含盐酸多柔比星 10 $\mu$ g 的溶液。

**多柔比星酮对照溶液** 取盐酸多柔比星对照品约 10mg,加水 5ml 与磷酸 5ml,摇匀,放置 30 分钟,用 2mol/L

氢氧化钠溶液调节 pH 值至 2.6,加乙腈 15ml 与甲醇 10ml,混匀。

**系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸多柔比星有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,多柔比星酮峰面积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%),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瓶含量计算,应符合规定(通则 0941)。

**水分、降压物质与细菌内毒素** 照盐酸多柔比星项下的方法检查,均应符合规定。

**无菌** 取本品,用适宜的溶剂溶解并稀释后,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、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求** 见盐酸多柔比星含量测定项下。

**测定法** 见盐酸多柔比星含量测定项下。并求出 10 瓶的平均含量。

**【类别】** 同盐酸多柔比星。

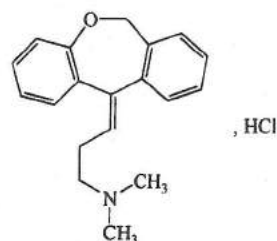
**【规格】** (1)10mg (2)50mg

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。

## 盐酸多塞平

Yansuan Duosaiping

Doxepin Hydrochloride



$C_{19}H_{21}NO \cdot HCl$  315.84

本品为 *N,N*-二甲基-3-二苯并[*b,e*]噻庚英-11(6*H*)-2-基-1-丙胺盐酸盐顺反异构体混合物。按干燥品计算,含  $C_{19}H_{21}NO \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色粉末,极易引湿,引湿后颜色渐变为微黄色。

本品在水中易溶,在乙醇或三氯甲烷中溶解。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 185~191℃。

**【鉴别】** (1)取本品,加 0.01mol/L 盐酸的甲醇溶液溶解



并稀释制成每 1ml 中含 0.04mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 297nm 的波长处有最大吸收,吸光度为 0.50~0.55。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 347 图)一致。

(3)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 0.10g,加水 10ml 溶解后,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,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 2ml,置 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。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以含 0.1%三乙胺的 0.2mol/L 磷酸二氢钠溶液-甲醇(65:35)(用 2mol/L 磷酸调节 pH 值至 2.5)为流动相;检测波长为 254nm;柱温为 50℃;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按顺式异构体(Z)计算不低于 1500,反式异构体(E)峰与顺式异构体(Z)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多塞平两主峰面积的和(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液多塞平两主峰面积和的 2.5 倍(0.5%)。

异构体比例 照含量测定项下方法测定,按外标法以峰面积计算,供试品中含顺式异构体(Z)应为 17.0%~23.0%。

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 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸多塞平对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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。按外标法以多塞平两峰面积的和计算。

【类别】 抗抑郁药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 盐酸多塞平片

## 盐酸多塞平片

Yansuan Duosaiping Pian

Doxepin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸多塞平按多塞平( $C_{19}H_{21}NO$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色至微黄色。

【鉴别】 (1)取本品细粉,加 0.01mol/L 盐酸的甲醇溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.05mg 的溶液,滤过,取滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 297nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液顺反异构体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。

(3)取本品的细粉适量,加水研磨,滤过,取滤液滴加硝酸银试液,显白色凝乳状沉淀。

【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 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸多塞平对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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 292nm 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,除去包衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于多塞平 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量超声使盐酸多塞平溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度。

对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见盐酸多塞平含量测定项下。

测定法 见盐酸多塞平含量测定项下。将结果乘以 0.8846。

【类别】 同盐酸多塞平。

【规格】 25mg(按  $C_{19}H_{21}NO$  计)

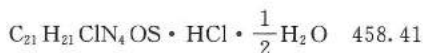
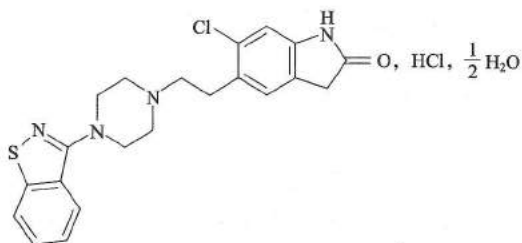
【贮藏】 遮光,密封保存。



# 盐酸齐拉西酮

Yansuan Qilaxitong

Ziprasidone Hydrochloride



本品为 5-[2-[4-(1,2-苯并异噻唑-3-基)-1-哌嗪基]乙基]-6-氯-1,3-二氢-2H-咪唑-2-酮盐酸盐半水合物。按无水与无溶剂物计算,含  $C_{21}H_{21}ClN_4OS \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色至淡橙红色结晶性粉末;有引湿性;无臭。

本品在 *N,N*-二甲基甲酰胺或甲醇中微溶,在二氯甲烷、无水乙醇或水中不溶。

【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)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

(3)本品的乙醇溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 I 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 甲醇-水-盐酸(20:5:0.01)。

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 0.5mg 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 2.5μg 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.8g,加水 900ml 溶解后,用磷酸调节 pH 值至 3.0,加水至 1000ml)-甲醇(3:2)为流动相;检测波长为 229nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按齐拉西酮峰计算不低于 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 1.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中齐拉西酮峰前如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

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 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.8g,加水 900ml 溶解后,用 5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.0,加水至 1000ml)-乙腈-甲醇(8:11:1)为流动相;检测波长为 229nm;进样体积 20μl。

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齐拉西酮峰后如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

有关物质 I 与有关物质 II 项下各杂质的总量不得过 1.5%。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

供试品溶液 取本品 0.25g,精密称定,精密加二甲基亚砩 5ml 溶解。

对照品溶液 分别取甲醇、乙醇、正己烷、*N,N*-二甲基甲酰胺、二氯甲烷、甲苯与四氢呋喃各适量,精密称定,加二甲基亚砩定量稀释制成每 1ml 中分别约含 150μg、250μg、14.5μg、44μg、30μg、44.5μg 与 36μg 的混合溶液。

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 20 分钟,再以每分钟 10℃ 的速率升温至 220℃,维持 4 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 180℃;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 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、正己烷、*N,N*-二甲基甲酰胺、二氯甲烷、甲苯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,含水量分应不得过 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 0.1%。

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。

供试品溶液 取本品约 23mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 60% 甲醇溶液适量,振摇使溶解,并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸齐拉西酮对照品约 23mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 60% 甲醇溶液适量,振摇使溶解,并稀释至刻度,摇匀。

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。

【类别】 抗精神病药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)盐酸齐拉西酮片 (2)盐酸齐拉西酮胶囊

## 盐酸齐拉西酮片

Yansuan Qilaxitong Pian

Ziprasidone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸齐拉西酮( $C_{21}H_{21}ClN_4OS \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。



【性状】 本品为类白色至浅红色片或薄膜衣片，薄膜衣片除去包衣后显类白色至浅红色。

【鉴别】 (1)取本品(薄膜衣片除去包衣)的细粉适量(约相当于盐酸齐拉西酮 10mg)，置 50ml 量瓶中，加溶出度项下的溶出介质溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液 5ml，用上述溶剂稀释至 25ml，摇匀，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 316nm 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)取本品细粉适量，加乙醇振摇使盐酸齐拉西酮溶解，滤过，滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 I 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品细粉适量，加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸齐拉西酮 0.5mg 的溶液，滤过，取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量，加溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸齐拉西酮 2.5μg 的溶液。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸齐拉西酮有关物质 I 项下。

限度 供试品溶液色谱图中齐拉西酮峰前如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

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。

色谱条件与测定法 见盐酸齐拉西酮有关物质 II 项下。

限度 供试品溶液色谱图中齐拉西酮峰后如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

有关物质 I 与有关物质 II 项下各杂质的总量不得过 2.0%。

含量均匀度 取本品 1 片，置 50ml 量瓶中，加 60% 甲醇溶液适量，超声(约 15 分钟)使盐酸齐拉西酮溶解，放冷，用 60% 甲醇溶液稀释至刻度，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 第二法)测定。

溶出条件 以醋酸-醋酸钠缓冲液(取醋酸钠 4.0g，加冰醋酸 16ml，加水溶解并稀释至 1000ml，pH 值为 3.6)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 取溶出液适量，滤过，取续滤液。

对照品溶液 精密量取含量测定项下对照品溶液适量，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 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 316nm 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(薄膜衣片除去包衣)，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于盐酸齐拉西酮 20mg)，置 50ml 量瓶中，加 60% 甲醇溶液适量，超声使盐酸齐拉西酮溶解，用 60% 甲醇溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取盐酸齐拉西酮对照品约 20mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 60% 甲醇溶液溶解并稀释至刻度，摇匀。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸齐拉西酮含量测定项下。

【类别】 同盐酸齐拉西酮。

【规格】 20mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸齐拉西酮胶囊

Yansuan Qilaxitong Jiaonang

### Ziprasidone Hydrochloride Capsules

本品含盐酸齐拉西酮以齐拉西酮( $C_{21}H_{21}ClN_4OS$ )计，应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色至微红色颗粒或粉末。

【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)取本品内容物适量，加乙醇振摇使盐酸齐拉西酮溶解，滤过，滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 I 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品内容物适量，加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸齐拉西酮 0.5mg 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 中约含盐酸齐拉西酮 2.5μg 的溶液。

溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸齐拉西酮有关物质 I 项下。

限度 供试品溶液色谱图中齐拉西酮峰前如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

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。

色谱条件与测定法 见盐酸齐拉西酮有关物质 II 项下。

限度 供试品溶液色谱图中齐拉西酮峰后如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

有关物质 I 与有关物质 II 项下各杂质的总量不得过 2.0%。

含量均匀度(20mg 规格) 取本品 1 粒，将内容物倾入 200ml 量瓶中，胶囊壳用 60% 甲醇溶液洗涤，洗液并入量瓶中，超声使盐酸齐拉西酮溶解，放冷，用 60% 甲醇溶液稀释至刻度，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，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 以磷酸盐缓冲液[取十二烷基硫酸钠 20g，加 0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液 1000ml(用 6mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.5)溶解]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** 取盐酸齐拉西酮对照品适量,精密称定,加甲醇适量超声使溶解,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含盐酸齐拉西酮 24 $\mu$ g(20mg 规格)或 48 $\mu$ g(40mg 规格)或 72 $\mu$ g(60mg 规格)的溶液。

**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 5mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.5)-乙腈(55:45)为流动相;检测波长为 315nm;柱温为 40℃;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按齐拉西酮峰计算不低于 2000。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液,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粒的溶出量,结果乘以 0.9189。

**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(约相当于齐拉西酮 20mg),置 200ml 量瓶中,加 60%甲醇溶液适量,超声使盐酸齐拉西酮溶解,用 60%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸齐拉西酮对照品适量,精密称定,加 60%甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含齐拉西酮 0.1mg 的溶液。

**色谱条件与系统适用性要求** 见盐酸齐拉西酮含量测定项下。

**测定法** 见盐酸齐拉西酮含量测定项下。结果乘以 0.9189。

**【类别】** 同盐酸齐拉西酮。

**【规格】** 按  $C_{21}H_{21}ClN_4O_5$  计 (1) 20mg (2) 40mg (3) 60mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸米托蒽醌

Yansuan Mituo'enkun

Mitoxantrone Hydrochloride



本品为 1,4-二羟基-5,8-双[[2-[(2-羟乙基)氨基]乙基]氨基]-9,10-蒽醌二盐酸盐。按无水物计算,含  $C_{22}H_{28}N_4O_6 \cdot 2HCl$  应为 97.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为蓝黑色结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在水中溶解,在乙醇中微溶,在三氯甲烷中不溶。

**【鉴别】** (1)取本品约 5mg,加水 1ml 溶解后,加浓硫酸

1ml,溶液由深蓝色变为深紫红色。

(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)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 824 图)一致。

(4)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

**【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 3.0~5.5。

**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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含约 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** 取盐酸米托蒽醌约 2.5mg,加流动相 5ml 溶解,精密加 1.0mol/L 氢氧化钠溶液 1ml,立即置 90℃ 水浴中准确加热 4 分钟,取出迅速放冷,精密加 1.0mol/L 盐酸溶液 1ml,混匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以庚烷磺酸钠溶液(取庚烷磺酸钠 4.4g,加水适量使溶解,加冰醋酸 6.4ml,用水稀释至 730ml)-乙腈(70:30)为流动相;检测波长为 244nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按米托蒽醌峰计算不低于 2000。系统适用性溶液色谱图中,米托蒽醌主峰与其后的最大降解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(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%)。

**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%。

**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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含约 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸米托蒽醌对照品适量,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、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)盐酸米托蒽醌氯化钠注射液 (2)注射用盐酸米托蒽醌



**盐酸米托蒽醌氯化钠注射液**

Yansuan Mituo'enkun Lühuana Zhushēyē

**Mitoxantrone Hydrochloride and Sodium Chloride Injection**

本品为盐酸米托蒽醌加适量氯化钠和适宜稳定剂制成的等渗灭菌水溶液。含盐酸米托蒽醌以米托蒽醌( $C_{22}H_{28}N_4O_5$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为深蓝色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品约 5ml,加三硝基苯酚试液 5ml,即析出蓝色沉淀。

(2)取本品约 5ml,加稀硫酸 4 滴,加 0.5%高锰酸钾溶液 1 滴,溶液蓝色消退。

(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)取本品适量,加少量活性炭脱色,滤过,滤液显钠盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 3.5~4.5 (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,即得。

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。

色谱条件 见盐酸米托蒽醌有关物质项下。系统适用性溶液进样体积 20 $\mu$ l,其他溶液进样体积 100 $\mu$ l。

系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法 见盐酸米托蒽醌有关物质项下。

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的主峰面积(2.0%)。

重金属 取本品 50ml,置水浴上蒸干,依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过千万分之六。

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 280~320mOsmol/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】 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 取盐酸米托蒽醌对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 58 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 见盐酸米托蒽醌含量测定项下。系统适用性溶液进样体积 20 $\mu$ l,其他溶液进样体积 40 $\mu$ l。

系统适用性溶液与系统适用性要求 见盐酸米托蒽醌含量测定项下。

测定法 见盐酸米托蒽醌含量测定项下。并将结果乘

以 0.8591。

【类别】 同盐酸米托蒽醌。

【规格】 100ml : 5mg(按  $C_{22}H_{28}N_4O_5$  计)

【贮藏】 遮光,密闭保存。

**注射用盐酸米托蒽醌**

Zhushēyōng Yansuan Mituo'enkun

**Mitoxantrone Hydrochloride for Injection**

本品为盐酸米托蒽醌的无菌冻干品。含盐酸米托蒽醌以米托蒽醌( $C_{22}H_{28}N_4O_5$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

本品可加入适量赋形剂。

【性状】 本品为蓝黑色疏松状或无定形固体;有引湿性。

【鉴别】 照盐酸米托蒽醌项下的鉴别(1)、(2)、(4)项试验,显相同的反应。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含米托蒽醌 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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含米托蒽醌 1mg 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。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸米托蒽醌有关物质项下。

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 1.5 倍(1.5%),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%)。

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 米托蒽醌中含内毒素的量应小于 5.0EU。

无菌 取本品,分别用氯化钠注射液适量使溶解,再转移至氯化钠注射液 100ml 中,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,每瓶分别加水溶解并转移至 50ml 量瓶中,用水分次洗涤容器,洗液并入量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见盐酸米托蒽醌含量测定项下。

测定法 见盐酸米托蒽醌含量测定项下。将结果乘以 0.8591 计算每瓶的含量,求得 10 瓶的平均含量。



【类别】 同盐酸米托蒽醌。

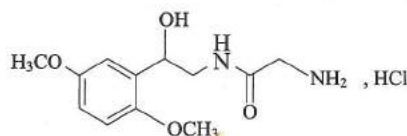
【规格】 5mg(按  $C_{22}H_{28}N_4O_6$  计)

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸米多君

Yansuan Miduojun

### Midodrine Hydrochloride



$C_{12}H_{18}N_2O_4 \cdot HCl$  290.74

本品为(±)-2-氨基-N-(β-羟基-2,5-二甲氧基苯乙基)乙酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{12}H_{18}N_2O_4 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭或几乎无臭,味苦。

本品在水中溶解,在甲醇中略溶,在丙酮或乙醚中几乎不溶,在乙酸乙酯中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 197~201℃,熔融时同时分解。

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 30μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 290nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 110~120。

【鉴别】 (1)取本品与盐酸米多君对照品各适量,分别加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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品的图谱一致(通则 0402)。

(3)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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~5.5。

甘氨酸 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

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 15mg 的溶液。

对照品溶液 取甘氨酸对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.06mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:2)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 1μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以茚三酮溶液(取茚三酮 0.2g,加正丁醇 95ml 与 12%醋酸溶液 5ml 溶解),在 110℃加热 10 分钟,立即检视。

限度 供试品溶液如显与甘氨酸相应的斑点,其颜色与

对照品溶液的主斑点比较,不得更深(0.4%)。

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 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 2μg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品约 10mg,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 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸米多君与杂质 I 对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 2μg 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×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以乙腈-0.1mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 4.00±0.05)(12:88)为流动相;检测波长为 224nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按米多君峰计算不低于 3000,米多君峰与杂质 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 0.2%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),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%),小于对照溶液主峰面积 0.15 倍的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 甲醇、乙腈与甲苯 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 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 2ml,振摇使溶解,摇匀,密封。

对照品溶液 分别取甲醇与乙腈各适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含甲醇 7.5mg 与乙腈 1mg 的溶液,作为对照品贮备液(1);再取甲苯适量,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 2.2mg 的溶液,作为对照品贮备液(2);精密量取对照品贮备液(1)与(2)各 1ml,置同一 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,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)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 40℃,维持 6 分钟,以每分钟 15℃的速率升温至 180℃,维持 2 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 200℃;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。

二氯甲烷与三氯甲烷 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 0.1g,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,密封。

**对照品溶液** 取二氯甲烷约 30mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 *N,N*-二甲基甲酰胺溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品贮备液(1);取三氯甲烷约 30mg,精密称定,置 50ml 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 5ml,置 50ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作为对照品贮备液(2);精密量取对照品贮备液(1)与(2)各 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,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(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始柱温为 50℃,维持 1 分钟,以每分钟 10℃的速率升温至 140℃,再以每分钟 30℃的速率升温至 220℃,维持 2 分钟;检测器为电子俘获检测器(ECD),检测器温度为 300℃;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,二氯甲烷峰与三氯甲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,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 0.4g,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml 与乙醇 50ml,振摇使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差作为滴定体积。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 29.075mg 的  $C_{12}H_{18}N_2O_4 \cdot HCl$ 。

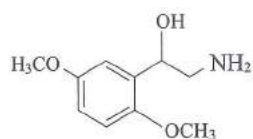
**【类别】** 升压药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸米多君片

附:

杂质 I



$C_{10}H_{15}NO_3$  197.23

1-(2,5-二甲氧基苯基)-2-氨基乙醇

## 盐酸米多君片

Yansuan Miduojun Pian

### Midodrine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸米多君( $C_{12}H_{18}N_2O_4 \cdot HCl$ )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)取本品细粉适量(约相当于盐酸米多君 5mg),加水 100ml 使盐酸米多君溶解,滤过,取滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 290nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(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** 取本品的细粉适量(约相当于盐酸米多君 10mg),精密称定,置 10ml 量瓶中,加流动相适量使盐酸米多君溶解,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 中约含盐酸米多君 10μg 的溶液。

**对照品溶液** 取杂质 I 对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5μg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸米多君与杂质 I 对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸米多君 1mg 与杂质 I 5μg 的混合溶液。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸米多君有关物质项下。

**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,不得过盐酸米多君标示量的 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 倍(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(1.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加流动相适量,使盐酸米多君溶解,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)。

**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 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** 取盐酸米多君对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5μg 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(约相当于盐酸米多君 2.5mg)，置 25ml 量瓶中，加流动相适量，使盐酸米多君溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸米多君对照品适量，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】** 同盐酸米多君。

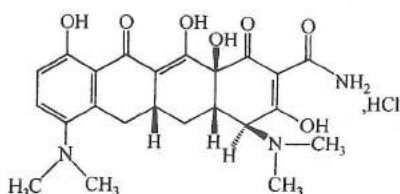
**【规格】** 2.5mg

**【贮藏】** 遮光、密封，在阴凉处保存。

## 盐酸米诺环素

Yansuan Minuohuansu

Minocycline Hydrochloride



$C_{23}H_{27}N_3O_7 \cdot HCl$  493.94

本品为[4S-(4a,4aa,5aa,12aa)]-4,7-双(二甲氨基)-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-八氢-3,10,12,12a-四羟基-1,11-二氧代-2-并四苯甲酰胺盐酸盐。按无水物计算，含米诺环素( $C_{23}H_{27}N_3O_7$ )应为 89.0%~95.0%。

**【性状】** 本品为黄色结晶性粉末；无臭；有引湿性。

本品在甲醇中溶解，在水中略溶，在乙醇中微溶，在乙醚中几乎不溶。

**【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 825 图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(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 3.5~4.5。

**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，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含米诺环素 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 中约含米诺环素 5μg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取米诺环素对照品约 10mg，加水 5ml 使溶解后，置沸水浴中加热 60 分钟，冷却，用水稀释至 25ml，摇匀。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.2mol/L 醋酸铵-二甲基甲酰胺-四氢呋喃(600:398:2，内含 0.01mol/L 乙二胺四醋酸二钠)为流动相；检测波长为 280nm；进样体积 10μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中，米诺环素峰的拖尾因子应在 0.9~1.35 之间，米诺环素峰与差向米诺环素峰(相对保留时间约为 0.8)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 2.6 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，差向米诺环素峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.2 倍(1.2%)，其他单一杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.2 倍(1.2%)，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(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，照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定，含水量应为 4.3%~8.0%。

**炽灼残渣** 不得过 0.5%(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(约相当于米诺环素 50mg)，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** 取米诺环素对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含米诺环素 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供试品中  $C_{23}H_{27}N_3O_7$  的含量。

**【类别】** 四环类抗生素。

**【贮藏】** 遮光、密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸米诺环素片 (2)盐酸米诺环素胶囊

## 盐酸米诺环素片

Yansuan Minuohuansu Pian

Minocycline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸米诺环素按米诺环素( $C_{23}H_{27}N_3O_7$ )计算，应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为黄色片或糖衣片或薄膜衣片，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(相当于米诺环素 20mg),加水 20ml,振摇使盐酸米诺环素溶解,滤过,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。避光操作,临用新制。

供试品溶液 取本品 10 片,研细,精密称取适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含米诺环素 0.5mg 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 中约含米诺环素 5 $\mu$ 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 见盐酸米诺环素有关物质项下。

水分 取本品的细粉适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 12.0%。

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 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 中约含米诺环素 15 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取米诺环素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ 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 348nm 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(约相当于米诺环素 50mg),置 100ml 量瓶中,加水 80ml,超声约 5 分钟,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 见盐酸米诺环素含量测定项下。

【类别】 同盐酸米诺环素。

【规格】 按  $C_{23}H_{27}N_3O_7$  计 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为黄色至深黄色粉末或颗粒;或为黄色至黄褐色微丸。

【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(相当于米诺环素 20mg),研细,加水 20ml,振摇使盐酸米诺环素溶解,滤过,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。避光操作,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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含米诺环素 0.5mg 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 中约含米诺环素 5 $\mu$ 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 见盐酸米诺环素有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,差向米诺环素峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(1.5%),其他单一杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.2 倍(1.2%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.0 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

水分 取本品的内容物,研细,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 内容物为粉末或颗粒 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 中约含米诺环素 15 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取米诺环素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ 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 348nm 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。

内容物为微丸 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 分钟时取样适量,并及时补充相同体积相同温度的溶出介质,经 60 分钟时再次取样。

供试品溶液(1) 取 30 分钟时的溶出液,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含米诺环素 15 $\mu$ g 的溶液。

供试品溶液(2) 取 60 分钟时的溶出液,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含米诺环素 15 $\mu$ g 的溶液。

## 盐酸米诺环素胶囊

Yansuan Minuohuansu Jiaonang

Minocycline Hydrochloride Capsules

本品含盐酸米诺环素按米诺环素( $C_{23}H_{27}N_3O_7$ )计算,应

对照品溶液 见内容物为粉末或颗粒对照品溶液项下。

测定法 取供试品溶液(1)、供试品溶液(2)与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 348nm 的波长处分别测定吸光度,计算每粒的溶出量。

限度 30 分钟时的限度为标示量的 35%,60 分钟时的限度为标示量的 60%,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适量(约相当于米诺环素 50mg),研细,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水 80ml,超声使盐酸米诺环素溶解,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 见盐酸米诺环素含量测定项下。

【类别】 同盐酸米诺环素。

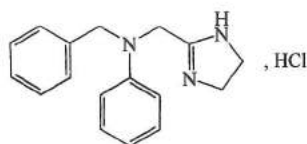
【规格】 按  $C_{23}H_{27}N_3O_7$  计 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸安他唑啉

Yansuan Antazuolin

Antazoline Hydrochloride



$C_{17}H_{19}N_3 \cdot HCl$  301.82

本品为 4,5-二氢-N-苯基-N-苯甲基-1H-咪唑-2-甲胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{19}N_3 \cdot HCl$  不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭或几乎无臭。

本品在乙醇中溶解,在水中略溶,在三氯甲烷中微溶,在乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加水 5ml,加硝酸 0.5ml,初显红色,渐变为暗绿色。

(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 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 241nm 与 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 348 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 1.0g,加水 100ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~6.5。

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,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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 醋酸铵溶液(用冰醋酸调节 pH 值至 3.5)-甲醇(57:43)为流动相;检测波长为 242nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按安他唑啉峰计算不低于 5000,安他唑啉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(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%(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 20ml,加醋酸汞试液 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 30.18mg 的  $C_{17}H_{19}N_3 \cdot HCl$ 。

【类别】 抗组胺药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 盐酸安他唑啉片

## 盐酸安他唑啉片

Yiansuan Antazuolin Pian

Antazoline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸安他唑啉( $C_{17}H_{19}N_3 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸安他唑啉 50mg),加水 5ml 振摇使盐酸安他唑啉溶解,加氢氧化钠试液 1ml,振摇,用三氯甲烷 25ml 提取,取三氯甲烷液,蒸干,残渣加盐酸 0.2ml 溶解,加水 5ml 与硝酸 0.5ml,初显红色,渐变为暗绿色。

(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 241nm 与 291nm 的波长处有最大吸收。

(3)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】 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,加流动相适量,振摇使盐酸安他唑啉溶解并用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸安他唑啉 0.1mg 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 中约含盐酸安他唑啉  $1\mu\text{g}$  的溶液。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸安他唑啉有关物质项下。

**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 中约含盐酸安他唑啉  $10\mu\text{g}$  的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸安他唑啉对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含  $10\mu\text{g}$  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 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 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(约相当于盐酸安他唑啉 0.1g),置 200ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液约 160ml,振摇,温热使盐酸安他唑啉溶解,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 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸安他唑啉对照品适量,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  $10\mu\text{g}$  的溶液。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 241nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 同盐酸安他唑啉。

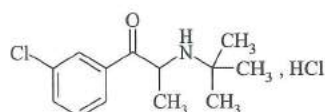
**【规格】** 0.1g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸安非他酮

Yansuan Anfeitatong

Bupropion Hydrochloride



$\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{ClNO} \cdot \text{HCl}$  276.20

本品为(±)-2-叔丁基氨基-3'-氯苯丙酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{ClNO} \cdot \text{HCl}$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在水、甲醇或乙醇中易溶,在乙酸乙酯中几乎不溶。

**【鉴别】** (1)取本品适量,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 251nm 与 299nm 的波长处有最大吸收,在 227nm 与 278nm 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)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 0.50g,加水 20ml 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 0.50g,加水 20ml 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。

**溴化物** 取本品 1.0g,加水 10ml 使溶解,加盐酸 3 滴与三氯甲烷 1ml,边振摇边滴加 2% 氯胺 T 溶液(临用新制)3 滴,三氯甲烷层如显色,与标准溴化钾溶液(精密称取在 105℃ 干燥至恒重的溴化钾 0.1489g,加水适量溶解并制成 100ml,摇匀)1.0ml,用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.1%)。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品适量,加 50% 甲醇溶液溶解并稀释制成每 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 50% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取杂质 I 对照品与盐酸安非他酮各适量,加 50% 甲醇溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含杂质 I  $10\mu\text{g}$  与盐酸安非他酮 1mg 的溶液。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用 50% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.025mol/L 磷酸二氢钾溶液(用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0)-甲醇-四氢呋喃(51:39:11)为流动相;检测波长为 250nm;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 I 峰与安非他酮峰之间的分离度应大于 7。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(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%),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 50% N,N-二甲基甲酰胺溶液 5ml 使溶解,密封。

**对照品溶液** 取乙腈、二氯甲烷与三氯甲烷各适量,精密称定,用 50% N,N-二甲基甲酰胺溶液定量稀释制成每 1ml

中分别约含乙腈 41 $\mu$ g、二氯甲烷 60 $\mu$ g 与三氯甲烷 6 $\mu$ 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,以每分钟 20℃ 的速率升温至 200℃,维持 1 分钟;进样口温度为 200℃,检测器温度为 260℃;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、二氯甲烷与三氯甲烷的残留量均应符合规定。

**干燥失重** 取本品 1.0g,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 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 0.2g,精密称定,加冰醋酸 20ml 与醋酐 10ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 27.62mg 的  $C_{13}H_{18}ClNO \cdot HCl$ 。

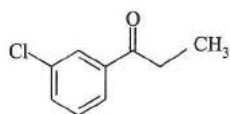
**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸安非他酮片 (2)盐酸安非他酮缓释片

附:

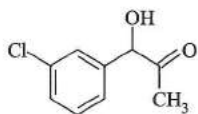
杂质 I



3-氯苯丙酮

$C_9H_9ClO$  168.5

杂质 II



1-(3-氯苯基)-1-羟基-2-丙酮

$C_9H_9ClO_2$  184.62

## 盐酸安非他酮片

Yansuan Anfeitatong Pian

### Bupropion Hydrochloride Tablets

本品含盐酸安非他酮( $C_{13}H_{18}ClNO \cdot HCl$ )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】** (1)取有关物质项下的对照溶液,作为供试品溶液;另取盐酸安非他酮对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液,作为对照品溶液,照有关物质项下的色谱条件测定。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。

(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 与 299nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(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** 取本品细粉适量,精密称定,加 50% 甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用 50% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸安非他酮杂质 II 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 5 $\mu$ g 的溶液。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用 50% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求** 见盐酸安非他酮有关物质项下。

**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 3 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液主峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸安非他酮标示量的 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%),杂质总量不得过 1.0%,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 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,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸安非他酮对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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 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 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(约相当于盐酸安非他酮 50mg),置 250ml 量瓶中,加水适量,超声使盐酸安非他酮溶解,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。

**对照品溶液** 取盐酸安非他酮对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 10 $\mu$ 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】** 同盐酸安非他酮。

**【规格】** 75mg

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸安非他酮缓释片

Yansuan Anfeitatong Huanshipian

### Bupropion Hydrochloride Sustained-release Tablets

本品含盐酸安非他酮( $C_{13}H_{18}ClNO \cdot HCl$ )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】** (1) 取有关物质项下的对照溶液,作为供试品溶液;另取盐酸安非他酮对照品适量,加 50%甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 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。

(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 与 299nm 的波长处有最大吸收。

(3) 本品的水溶液显氯化物鉴别(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** 取本品细粉适量,精密称定,加 50%甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用 50%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸安非他酮杂质 II 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 $\mu$ g 的溶液。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用 50%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求** 见盐酸安非他酮有关物质项下。

**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 3 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液主峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸安非他酮标示量的 1.2%;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。

**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 1 小时、4 小时与 8 小时时分别取溶出液 10ml,并即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** 分别取 1 小时、4 小时与 8 小时时的溶出液,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** 取盐酸安非他酮对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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 252nm 的波长处分别测定吸光度,分别计算每片在不同时间的溶出量。

**限度** 每片在 1 小时、4 小时与 8 小时时的溶出量应分别为标示量的 20%~40%、45%~70% 和 75% 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(约相当于盐酸安非他酮 50mg),置 250ml 量瓶中,加水适量,立即充分振摇,再加水适量,置 40℃ 水浴加热使盐酸安非他酮溶解,放冷,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。

**对照品溶液** 取盐酸安非他酮对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ 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】** 同盐酸安非他酮。

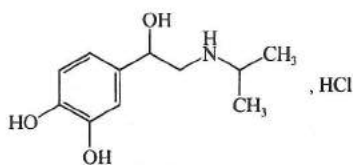
**【规格】** 0.15g

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸异丙肾上腺素

Yansuan Yibing Shenshangxiansu

## Isoprenaline Hydrochloride

 $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$  247.72

本品为 4-[(2-异丙氨基-1-羟基)乙基]-1,2-苯二酚盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$  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;遇光和空气渐变色,在碱性溶液中更易变色。

本品在水中易溶,在乙醇中略溶,在三氯甲烷或乙醚中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 165.5~170℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水 2ml 溶解后,加三氯化铁试液 2 滴,即显深绿色;滴加新制的 5%碳酸氢钠溶液,即变蓝色,然后变成红色。

(2)取本品约 10mg,加水 10ml 溶解后,取溶液 2ml,加盐酸滴定液(0.1mol/L)0.1ml,再加 0.1mol/L 碘溶液 1ml,放置 5 分钟,加 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液 4ml,即显淡红色。

(3)取本品,加水制成每 1ml 中约含 50μg 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,吸光度约为 0.50。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 349 图)一致。

(5)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 0.10g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~5.5。

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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取间羟异丙肾上腺素对照品与盐酸异丙肾上腺素各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 1.25μg 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(取磷酸 11.5g,用水溶解并稀释至 1000ml)-甲醇(95:5)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,间羟异丙

肾上腺素峰与异丙肾上腺素峰之间的分离度应大于 3.0,异丙肾上腺素峰的信噪比应大于 3。

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 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 0.15g,精密称定,加冰醋酸 30ml,微温使溶解,放冷,加醋酸汞试液 5ml 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 24.77mg 的  $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$ 。

【类别】 β 肾上腺素受体激动药。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

【制剂】 盐酸异丙肾上腺素注射液

## 盐酸异丙肾上腺素注射液

Yansuan Yibing Shenshangxiansu Zhusheye

## Isoprenaline Hydrochloride Injection

本品为盐酸异丙肾上腺素的灭菌水溶液。含盐酸异丙肾上腺素( $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$ )应为标示量的 85.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 2ml,加三氯化铁试液 2 滴,即显深绿色;滴加新制的 5%碳酸氢钠溶液,即变蓝色;然后变成红色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加 80%甲醇制成每 1ml 中约含盐酸异丙肾上腺素 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸异丙肾上腺素对照品,加 80%甲醇制成每 1ml 中约含盐酸异丙肾上腺素 0.2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-异丙醇-水-浓氨溶液(50:30:16:4)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,晾干,在饱和二乙胺蒸气中放置几分钟,喷以重氮对硝基苯胺试液。

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。

【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,即得。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1%焦亚硫酸钠溶液稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取重酒石酸肾上腺素对照品适量,加含 1%焦亚硫酸钠的流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液作为溶液(1),取盐酸异丙肾上腺素对照品适量,加 0.1%焦亚硫酸钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.02mg 的溶液作为溶液(2),取溶液(1)1ml 与溶液(2)18ml,混匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以庚烷磺酸钠溶液(取庚烷磺酸钠 1.76g,加水 800ml 使溶解)-甲醇(80:20),用 1mol/L 磷酸溶液调节 pH 值至 3.0 为流动相;检测波长为 280nm;系统适用性溶液进样体积 20 $\mu$ l,其他溶液进样体积 100 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按异丙肾上腺素峰计算不低于 2000,肾上腺素峰与异丙肾上腺素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 2 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰(扣除相对保留时间为 0.07 之前的辅料峰和溶剂峰),与辅料峰相邻的最大色谱峰不得大于对照溶液主峰面积的 10 倍(10.0%);其他单个杂质峰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的主峰面积(1.0%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸异丙肾上腺素中含内毒素的量应小于 300EU。

**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 0.1%焦亚硫酸钠溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸异丙肾上腺素对照品,精密称定,加 0.1%焦亚硫酸钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸异丙肾上腺素 20 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求** 除进样体积为 20 $\mu$ l 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】** 同盐酸异丙肾上腺素。

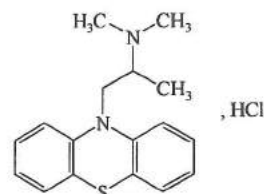
**【规格】** 2ml:1mg

**【贮藏】** 遮光,密闭,在凉处保存。

## 盐酸异丙嗪

Yansuan Yibingqin

### Promethazine Hydrochloride



$C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$  320.89

本品为(±)-N,N, $\alpha$ -三甲基-10H-吩噻嗪-10-乙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色的粉末或颗粒;几乎无臭;在空气中日久变质,显蓝色。

本品在水中极易溶解,在乙醇或三氯甲烷中易溶,在丙酮或乙醚中几乎不溶。

**吸收系数** 取本品适量,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 6 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 249nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 883~937。

**【鉴别】** (1)取本品约 5mg,加硫酸 5ml 溶解后,溶液显樱桃红色;放置后,色渐变深。

(2)取本品约 0.1g,加水 3ml 溶解后,加硝酸 1ml,即生成红色沉淀;加热,沉淀即溶解,溶液由红色变为橙黄色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 350 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 0.50g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.0。

**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 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。

**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 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 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 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水(用冰醋酸调节 pH 值至 2.3)-甲醇(55:45)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按异丙嗪峰计算不低于 3000,异丙嗪峰与相对保留时间为 1.1~1.2 的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(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** 不得过0.1%(通则0841)。

**【含量测定】** 取本品约0.25g,精密称定,加0.01mol/L盐酸溶液5ml与乙醇50ml使溶解。照电位滴定法(通则0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,出现第一个突跃点时记下消耗的毫升数 $V_1$ ,继续滴定至出现第二个突跃点时记下消耗的毫升数 $V_2$ , $V_2$ 与 $V_1$ 之差即为本品消耗滴定液的体积。每1ml氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于32.09mg的 $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$ 。

**【类别】** 抗组胺药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸异丙嗪片 (2)盐酸异丙嗪注射液

## 盐酸异丙嗪片

Yansuan Yibingqin Pian

### Promethazine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸异丙嗪( $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$ )应为标示量的93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为糖衣片,除去包衣后显白色至微黄色。

**【鉴别】** (1)取本品,除去包衣,研细,称取适量(约相当于盐酸异丙嗪0.2g),加水10ml,振摇使盐酸异丙嗪溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照盐酸异丙嗪项下的鉴别试验(1)、(2)、(4)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5片(50mg规格)或10片(25mg规格)或20片(12.5mg规格),除去包衣,置研钵中研细,加甲醇-二乙胺(95:5)适量使盐酸异丙嗪溶解,并转移至25ml量瓶中,再用上述溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸异丙嗪对照品适量,加上述溶剂溶解并稀释制成每1ml中含10mg的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶GF<sub>254</sub>薄层板,以乙烷-丙酮-二乙胺(8.5:1:0.5)为展开剂。

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

**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。

(4)取本品细粉适量(约相当于盐酸异丙嗪100mg),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350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。避光操作。

**供试品溶液** 取含量测定项下的供试品贮备液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件、系统适用性要求**与测定法 见盐酸异丙嗪有关物质项下。

**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%)。

**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。

**测定法** 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中约含盐酸异丙嗪5 $\mu$ g的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则0401),在249nm的波长处测定吸光度,按 $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$ 的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为910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。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(约相当于盐酸异丙嗪20mg),置100ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸溶液适量,振摇使盐酸异丙嗪溶解并用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品贮备液,精密量取5ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸异丙嗪对照品适量,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20 $\mu$ 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】** 同盐酸异丙嗪。

**【规格】** (1)12.5mg (2)25mg (3)50mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸异丙嗪注射液

Yansuan Yibingqin Zhushuye

### Promethazine Hydrochloride Injection

本品为盐酸异丙嗪的灭菌水溶液。含盐酸异丙嗪



( $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

本品可加有适量的维生素 C。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 0.2ml,蒸干,残渣照盐酸异丙嗪项下的鉴别(1)、(2)、(4)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 10ml,置 25ml 量瓶中,用甲醇-二乙胺(95:5)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸异丙嗪对照品适量,加甲醇-二乙胺(95:5)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以己烷-丙酮-二乙胺(8.5:1:0.5)为展开剂。

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

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】 pH 值 应为 4.0~5.5(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 取含量测定项下的供试品贮备液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

维生素 C 溶液 取维生素 C 适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.02mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见盐酸异丙嗪有关物质项下。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与维生素 C 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,除维生素 C 峰外,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 盐酸异丙嗪中含内毒素的量应小于 3.0EU。

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。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于盐酸异丙嗪 50mg),置 250ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,作为供试品贮备液,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸异丙嗪对照品适量,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 20 $\mu$ 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】 同盐酸异丙嗪。

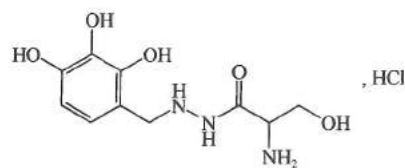
【规格】 (1)1ml:25mg (2)2ml:50mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸苄丝肼

Yansuan Biansijing

### Benserazide Hydrochloride



$C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$  293.71

本品为 2-[(2,3,4-三羟基苯基)甲基]酞肼-DL-丝氨酸盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$  应为 95.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;有引湿性;遇光色变深。

本品在水中易溶,在甲醇中略溶,在乙醇或丙酮中不溶。

【鉴别】 (1)取本品少许,置洁净的试管中,加水 2ml 溶解后,加氨制硝酸银试液 1ml,即显棕色;置水浴中加热,银即游离并附在管的内壁成银镜。

(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 1017 图)一致。

(4)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 旋光度 取本品,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),旋光度应为  $-0.05^{\circ}$  至  $+0.05^{\circ}$ 。

酸度 取本品 0.10g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.0。

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;如显色,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 435nm 的波长处测定吸光度,不得过 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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,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;以三氟醋酸-甲醇-水(1:20:1000)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按苄丝肼峰计算不低于 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 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(2.0%)。

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 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,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸苄丝肼对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 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】脱羧酶抑制药。

【贮藏】遮光,密封保存。

【制剂】(1)多巴丝肼片 (2)多巴丝肼胶囊

## 多巴丝肼片

Duobasijing Pian

Levodopa and Benserazide Hydrochloride Tablets

本品含左旋多巴( $C_9H_{11}NO_4$ )与盐酸苄丝肼( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】本品为着色片。

【鉴别】(1)取本品 1 片,研细,加水 10ml,振摇使左旋多巴与盐酸苄丝肼溶解,滤过,取滤液 2ml,置洁净的试管中,加氨制硝酸银试液 1ml,即显棕色;置水浴中加热,银即游离并附在管的内壁成银镜;另取滤液 1ml,加水至 20ml,取此溶液 5ml,加 1%茚三酮溶液 1ml,置水浴中加热,溶液渐显紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两主峰的保留时间应与对照品溶液中两主峰的保留时间一致。

【检查】盐酸丝肼与盐酸三羟苄基苄丝肼 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(约相当于左旋多巴 100mg 与盐酸苄丝肼 28.5mg),置

200ml 量瓶中,加流动相 180ml,超声 2 分钟,振摇 15 分钟,使左旋多巴与盐酸苄丝肼溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸丝肼与盐酸三羟苄基苄丝肼对照品各适量,精密称定,分别加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中均约含 0.285mg 的溶液;再取左旋多巴对照品约 100mg 与盐酸苄丝肼对照品约 28.5mg,精密称定,置同一 200ml 量瓶中,加流动相适量振摇使溶解,精密加入上述盐酸丝肼溶液 2ml 与盐酸三羟苄基苄丝肼溶液 3ml,用流动相稀释至刻度,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-甲醇-乙腈(70.5:25:4.5)(含 0.005mol/L 癸烷基磺酸钠)为流动相,用磷酸调节 pH 值至 3.5;左旋多巴检测波长为 270nm,待左旋多巴峰出峰完全后检测波长改为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按苄丝肼峰计算不低于 1000,左旋多巴峰、丝肼峰、苄丝肼峰与三羟苄基苄丝肼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。

限度 盐酸丝肼与盐酸三羟苄基苄丝肼的含量应分别不得过盐酸苄丝肼标示量的 2.0%与 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。临用新制。

供试品溶液、对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸丝肼与盐酸三羟苄基苄丝肼项下。

【类别】抗帕金森病药。

【规格】左旋多巴 200mg 与苄丝肼 50mg(相当于盐酸苄丝肼 57mg)

【贮藏】遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 多巴丝肼胶囊

Duobasijing Jiaonang

Levodopa and Benserazide Hydrochloride Capsules

本品含左旋多巴( $C_9H_{11}NO_4$ )与盐酸苄丝肼( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】本品内容物为白色或类白色粉末。

【鉴别】(1)取本品内容物约 0.5g,加水 10ml 振摇,使左旋多巴与盐酸苄丝肼溶解,滤过,取滤液 2ml,置洁净的试管中,加氨制硝酸银试液 1ml,即显棕色;置水浴中加热,银即游离并附在管的内壁成银镜;另取滤液 1ml,加水至 20ml,取此溶液 5ml,加 1%茚三酮溶液 1ml,置水浴中加热,溶液渐显紫色。



(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两主峰的保留时间应与对照品溶液中两主峰的保留时间一致。

【检查】 干燥失重 取本品的内容物,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 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】 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(约相当于左旋多巴 100mg 与盐酸苯丝肼 28.5mg),置 200ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使左旋多巴与盐酸苯丝肼溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过。

对照品溶液 取左旋多巴对照品与盐酸苯丝肼对照品适量,精密称定,用流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 与 0.15mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以三氟醋酸-甲醇-水(1:20:1000)为流动相;检测波长为 220nm。进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按苯丝肼峰计算不低于 1000,左旋多巴峰与苯丝肼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】 抗帕金森病药。

【规格】 (1)左旋多巴 100mg 与苯丝肼 25mg(相当于盐酸苯丝肼 28.5mg)

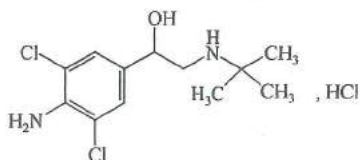
(2)左旋多巴 200mg 与苯丝肼 50mg(相当于盐酸苯丝肼 57mg)

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸克仑特罗

Yansuan Kelunteluo

Clenbuterol Hydrochloride



$C_{12}H_{18}Cl_2N_2O \cdot HCl$  313.65

本品为  $\alpha$  -[(叔丁氨基)甲基]-4-氨基-3,5-二氯苯甲醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{12}H_{18}Cl_2N_2O \cdot HCl$  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。

本品在水或乙醇中溶解,在丙酮中微溶,在乙醚中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 172~176℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水 1ml 溶解后,加 20%硫酸制高锰酸钾的饱和溶液 5ml,振摇数分钟,再加草酸适量,振摇使溶液褪色并澄清,加水 5ml 后,加 2,4-二硝基苯胍的高氯酸溶液(取 2,4-二硝基苯胍 1.2g,加 30%高氯酸溶液 50ml 使溶解),有沉淀析出。

(2)取本品,加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中含 30 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 243nm 与 296nm 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 351 图)一致。

(4)本品显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

(5)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50g,加水 10ml,振摇溶解后,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。

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,置 100ml 烧杯中,加盐酸溶液(1→2)25ml 使溶解,再加水 25ml,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 15.68mg 的  $C_{12}H_{18}Cl_2N_2O \cdot HCl$ 。

【类别】  $\beta_2$  肾上腺素受体激动药。

【贮藏】 遮光,密闭保存。

【制剂】 盐酸克仑特罗栓

## 盐酸克仑特罗栓

Yansuan Kelunteluo Shuan

Clenbuterol Hydrochloride Suppositories

本品含盐酸克仑特罗( $C_{12}H_{18}Cl_2N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 85.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色或乳白色栓。

【鉴别】 取本品 5 粒,加水 10ml,置水浴上加热使基质融化,搅匀,放冷,分取水层,滤过,滤液照盐酸克仑特罗项下的鉴别(4)、(5)项试验,显相同的反应。

【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。

溶剂 盐酸溶液(9→100)。

供试品溶液 取本品 20 粒,精密称定,切成小片,精密称取适量(约相当于盐酸克仑特罗 0.36mg),置分液漏斗中,加

温热的三氯甲烷 20ml 使溶解,用溶剂振摇提取 3 次(20ml、15ml 与 10ml),分取酸提取液,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸克林霉素对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 7.2 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 15ml,分别置 25ml 量瓶中,各加溶剂 5ml 与 0.1%亚硝酸钠溶液 1ml,摇匀,放置 3 分钟,各加 0.5%氨基磺酸铵溶液 1ml,摇匀,时时振摇 10 分钟,再各加 0.1%盐酸萘乙二胺溶液 1ml,摇匀,放置 10 分钟,用溶剂稀释至刻度,摇匀,在 500nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 同盐酸克林霉素。

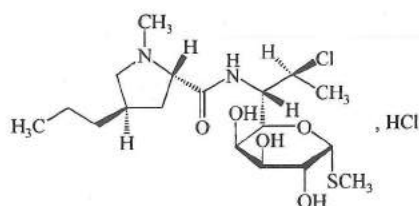
**【规格】** 60 $\mu$ g

**【贮藏】** 遮光,在 30℃ 以下密封保存。

## 盐酸克林霉素

Yansuan Kelinmeisu

## Clindamycin Hydrochloride



$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S \cdot HCl$  461.44

本品为 7-氯-6,7,8-三脱氧-6-(1-甲基-反-4-丙基-L-2-吡咯烷甲酰氨基)-1-硫代-L-苏式- $\alpha$ -D-吡喃半乳糖基苷盐酸盐。按无水物计算,含克林霉素( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ )不得少于 83.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在甲醇或吡啶中易溶,在乙醇中微溶,在丙酮中几乎不溶。

**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 40mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +135°至 +150°。

**【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 10mg 的溶液。

**对照品溶液** 取克林霉素对照品,加甲醇制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取克林霉素对照品与林可霉素对照品各适量,加甲醇制成每 1ml 中约含克林霉素 10mg 与林可霉素 10mg 的混合溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-甲酸(1.5:1)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的位置和颜色一致。

(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 352 图)一致。如发现在 1680~1050 $cm^{-1}$  处的吸收峰与对照的图谱不一致时,可取本品适量,加少量甲醇溶解后,在水浴上蒸干,减压干燥后测定。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

**【检查】 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 0.1g 的溶液,依法检查(通则 0631),pH 值应为 3.0~5.5。

**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 中含 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 80 $\mu$ g 溶液。

**系统适用性溶液** 取克林霉素对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 4mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢钾溶液(每 1ml 中含磷酸二氢钾 6.8mg,用 25%的氢氧化钾溶液调节 pH 值至 7.5)-乙腈(55:45)为流动相;检测波长为 210nm;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,克林霉素主峰的保留时间约为 10 分钟。克林霉素 B 峰(相对保留时间约为 0.65)与 7-差向克林霉素峰(相对保留时间约为 0.8)和 7-差向克林霉素峰与克林霉素峰间的分离度均应大于 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 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,林可霉素(相对保留时间约为 0.4)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%),克林霉素 B(相对保留时间约为 0.65)峰面积不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),7-差向克林霉素(相对保留时间约为 0.8)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.75 倍(1.5%),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(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(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 6.0%。

**炽灼残渣** 不得过 0.5%(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,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取克林霉素对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 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  $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$  的含量。

【类别】 抗生素类药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 盐酸克林霉素胶囊

## 盐酸克林霉素胶囊

Yansuan Kelinmeisu Jiaonang

Clindamycin Hydrochloride Capsules

本品含盐酸克林霉素按克林霉素( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容为白色粉末或结晶性粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量,加甲醇制成每 1ml 中含克林霉素 10mg 的溶液,振摇 2~3 分钟,静置,取上清液作为供试品溶液,照盐酸克林霉素项下鉴别(1)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)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取装量差异项下内容物,混匀,精密称取适量(约相当于克林霉素 0.1g),加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 4mg 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 中约含克林霉素 80 $\mu$ 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** 见盐酸克林霉素有关物质项下。

**水分** 取本品的内容物适量,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分不得过 7.0%。

**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,混合均匀,精密称取适量(约相当于克林霉素 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,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** 见盐酸克林霉素含量测定项下。

【类别】 同盐酸克林霉素。

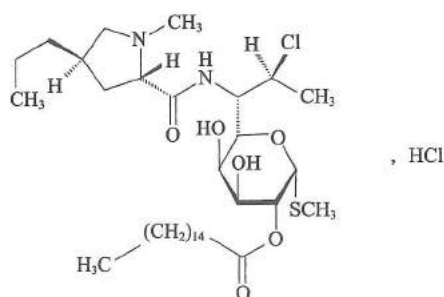
【规格】 按  $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$  计 (1)0.075g (2)0.1g (3)0.15g

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸克林霉素棕榈酸酯

Yansuan Kelinmeisu Zonglūsuanzhi

Clindamycin Palmitate Hydrochloride



$C_{34}H_{63}ClN_2O_6S \cdot HCl$  699.85

本品为 7-氯-6,7,8-三脱氧-6-(1-甲基-反-4-丙基-L-2-吡咯烷甲酰氨基)-1-硫代-L-苏式- $\alpha$ -D-甘油型-吡喃半乳糖甲苷-2-棕榈酸酯盐酸盐。按无水物计算,含克林霉素( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ )不得少于 55.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末。

本品在乙醇中易溶,在水中溶解。

【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)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

(3)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,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 2.8~3.8。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品适量,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 0.2mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取克林霉素棕榈酸酯对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.005mol/L 醋酸铵溶液-乙腈(50:50)为流动相 A,以乙腈为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 230nm;进样体积 20 $\mu$ l。



时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
30	0	100
80	0	100
81	100	0
90	100	0

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,克林霉素棕榈酸酯峰的保留时间约为 32 分钟,克林霉素棕榈酸酯峰与克林霉素 B 棕榈酸酯峰(相对保留时间约为 0.96)间的分离度应不小于 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 3.5 倍(7.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

**残留溶剂** 乙醇、乙酸乙酯、丙酮、乙腈、二氯甲烷与三氯甲烷 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 0.4g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入 *N,N*-二甲基甲酰胺-水(1:4)5ml 使溶解,密封。

**对照品溶液** 分别取乙醇、乙酸乙酯、丙酮、乙腈、二氯甲烷与三氯甲烷各适量,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺-水(1:4)定量稀释制成每 1ml 中分别含乙醇约 0.2mg、乙酸乙酯约 0.2mg、丙酮约 0.2mg、乙腈约 33μg、二氯甲烷约 48μg 和三氯甲烷约 5μg 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(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 60℃,维持 10 分钟,再以每分钟 20℃的速率升温至 180℃,维持 2 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,乙醇、乙酸乙酯、丙酮、乙腈、二氯甲烷与三氯甲烷的残留量均应符合规定。

**甲苯、吡啶与 *N,N*-二甲基甲酰胺** 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

**供试品溶液** 取本品适量,精密称定,加二氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液。

**对照品溶液** 分别取甲苯、吡啶与 *N,N*-二甲基甲酰胺各适量,精密称定,加二氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别含甲苯约 45μg、吡啶约 10μg 与 *N,N*-二甲基甲酰胺约 44μg 的溶液。

**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;柱温为 90℃;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,甲苯、吡啶与 *N,N*-二甲基甲酰胺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%。

**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%。

**【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 18mg 的溶液。

**对照品溶液** 取克林霉素棕榈酸酯对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 18mg 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 3.85g,加 5%醋酸溶液溶解并稀释至 100ml)-0.21%丁二酸二辛酯磺酸钠甲醇溶液(4:96)为流动相;检测器为示差折光检测器;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,克林霉素棕榈酸酯峰的保留时间约为 15 分钟,克林霉素棕榈酸酯峰与克林霉素 B 棕榈酸酯峰(相对保留时间约为 0.90)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  $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$  的含量。

**【类别】** 抗生素类药。

**【贮藏】** 密封,在阴凉干燥处保存。

**【制剂】** (1)盐酸克林霉素棕榈酸酯干混悬剂 (2)盐酸克林霉素棕榈酸酯颗粒

## 盐酸克林霉素棕榈酸酯干混悬剂

Yansuan Kelinmeisu Zonglūsuanzhi Ganhunxuanji

Clindamycin Palmitate

Hydrochloride for Suspension

本品含盐酸克林霉素棕榈酸酯按克林霉素( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为类白色粒状物;气芳香。

**【鉴别】** 照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的鉴别(1)试验,显相同的结果。

**【检查】 酸度** 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 10mg 的混悬液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.5~5.0。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品细粉适量,加甲醇溶解并稀释制成



每 1ml 中约含克林霉素 5.7mg 的溶液,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 114 $\mu$ 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盐酸克林霉素棕榈酸酯有关物质项下。

**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 0.13 的峰外,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 4 倍 (8.0%)。

**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 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 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,取续滤液。

**对照品溶液** 取克林霉素棕榈酸酯对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 75 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 50 $\mu$ 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。计算每袋的溶出量。

**限度** 标示量的 70%,应符合规定。

**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)。

**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,混合均匀,精密称取适量 (约相当于克林霉素 0.225g),置 50ml 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** 取克林霉素棕榈酸酯对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 4.5mg 的溶液。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸克林霉素棕榈酸酯含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸克林霉素棕榈酸酯。

**【规格】** 0.5g : 37.5mg (按  $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$  计)

**【贮藏】** 密封,在阴凉处保存。

## 盐酸克林霉素棕榈酸酯颗粒

Yansuan Kelinmeisu Zonglūsuanzhi Keli

Clindamycin Palmitate

Hydrochloride Granules

本品含盐酸克林霉素棕榈酸酯按克林霉素 ( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ ) 计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为可溶性颗粒。

**【鉴别】** 照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的鉴别 (1) 试验,显相同的结果。

**【检查】 酸度** 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 7.5mg 的溶液,依法测定 (通则 0631),pH 值应为 2.5~5.0。

**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 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 (约相当于克林霉素 0.225g),加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 9mg 的溶液。精密量取 6ml,置具塞离心管中,精密加入三氯甲烷 10ml 后,再加碳酸钠溶液 (30→100) 1ml,充分振摇 15 分钟,以每分钟 2500 转离心 10 分钟,弃去水层,取三氯甲烷层 3ml,置 10ml 量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置干燥试管中,用氮气吹干,精密加入流动相 1ml,振摇使残留物溶解。

**对照品溶液** 取克林霉素棕榈酸酯对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 9mg 的溶液。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸克林霉素棕榈酸酯含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸克林霉素棕榈酸酯。

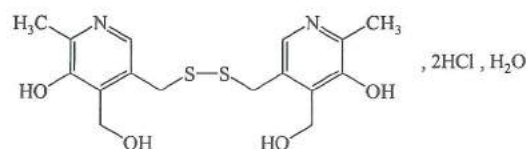
**【规格】** 按  $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$  计 (1) 37.5mg (2) 75mg (3) 0.9g

**【贮藏】** 密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸吡硫醇

Yansuan Biliuchun

Pyritinol Hydrochloride



$C_{16}H_{20}N_2O_4S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$  459.40

本品为 3,3'-(二硫代亚甲基)双(5-羟基-6-甲基-4-吡啶甲醇)二盐酸盐一水合物。按无水物计算,含  $C_{16}H_{20}N_2O_4S_2 \cdot 2HCl$  应为 97.0%~103.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中略溶,在丙酮、三氯甲烷或乙醚中不溶。

**【鉴别】** (1) 取本品约 50mg,置试管中,注意用直火缓缓加热使熔融,即发生硫化氢的臭气。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 356 图)一致。

(3)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 0.10g,加水 10ml 使溶解,依法检查(通则 0631),pH 值应为 2.0~3.5(供注射用)。

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 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、橙黄色或黄绿色 5 号标准比色液(供口服用);或与黄色或黄绿色 2 号标准比色液(供注射用)(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 0.2mg 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;以高氯酸溶液(0.82→1000,用三乙胺调节 pH 值至 3.0)-甲醇(75:25)为流动相;检测波长为 295nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按吡硫醇峰计算不低于 2000,吡硫醇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,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%)。

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%~4.5%。

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】 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 盐酸溶液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,在 295nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{16}H_{20}N_2O_4S_2 \cdot 2HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 403 计算。

【类别】 脑代谢改善药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸吡硫醇片 (2)盐酸吡硫醇胶囊

## 盐酸吡硫醇片

Yansuan Biliuchun Pian

### Pyritinol Hydrochloride Tablets

本品含盐酸吡硫醇( $C_{16}H_{20}N_2O_4S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或糖衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 取本品的细粉适量,照盐酸吡硫醇项下的鉴别(1)、(3)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 20 片(糖衣片应除去包衣),研细,精密称取适量(约相当于盐酸吡硫醇 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液使盐酸吡硫醇溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 200ml 量瓶中,用 0.01mol/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  $C_{16}H_{20}N_2O_4S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 388 计算。

【类别】 同盐酸吡硫醇。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸吡硫醇胶囊

Yansuan Biliuchun Jiaonang

### Pyritinol Hydrochloride Capsules

本品含盐酸吡硫醇( $C_{16}H_{20}N_2O_4S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【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,照盐酸吡硫醇项下鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品的内容物适量,加水振摇,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 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(约相当于盐酸吡硫醇 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液使盐酸吡硫醇溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 200ml 量瓶中,用 0.01mol/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  $C_{16}H_{20}N_2O_4S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$  的吸收系数 ( $E_{1\%}^{1cm}$ ) 为 388 计算。

【类别】 同盐酸吡硫醇。

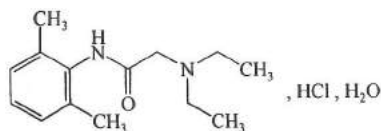
【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸利多卡因

Yansuan Liduokayin

Lidocaine Hydrochloride



$C_{14}H_{22}N_2O \cdot HCl \cdot H_2O$  288.82

本品为 *N*-(2,6-二甲苯基)-2-(二乙氨基)乙酰胺盐酸盐一水合物。按无水物计算,含  $C_{14}H_{22}N_2O \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水或乙醇中易溶,在三氯甲烷中溶解,在乙醚中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 75~79℃。

【鉴别】 (1)取本品 0.2g,加水 20ml 溶解后,取溶液 2ml,加硫酸铜试液 0.2ml 与碳酸钠试液 1ml,即显蓝紫色;加三氯甲烷 2ml,振摇后放置,三氯甲烷层显黄色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 357 图)一致。

(3)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 0.20g,加水 40ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.5。

溶液的澄清度 取本品 1.0g,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,不得更浓。

硫酸盐 取本品 0.20g,加水 20ml 溶解后,加稀盐酸 2ml,摇匀,分成 2 等份;1 份中加水 1ml,摇匀,作为对照液;另 1 份中加 25% 氯化钡溶液 1ml,摇匀,与对照液比较,不得更浓。

2,6-二甲基苯胺 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,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

对照品溶液 取 2,6-二甲基苯胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5μg 的溶液。

系统适用性溶液 取 2,6-二甲基苯胺对照品与盐酸利多卡因各适量,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 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取 1mol/L 磷酸二氢钠溶液 1.3ml 与 0.5mol/L 磷酸氢二钠溶液 32.5ml,用水稀释至 1000ml,摇匀)-乙腈(50:50)(用磷酸调节 pH 值至 8.0)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,2,6-二甲基苯胺峰与利多卡因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 2,6-二甲基苯胺峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.01%。

水分 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分应为 5.0%~7.5%。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 2.0g,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 2mg 的溶液。

对照品溶液 取利多卡因对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

色谱条件 见 2,6-二甲基苯胺项下。检测波长为 254nm。

系统适用性要求 理论板数按利多卡因峰计算不低于 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,并将结果乘以 1.156。

【类别】 局麻药、抗心律失常药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸利多卡因注射液 (2)盐酸利多卡因注射液(溶剂用) (3)盐酸利多卡因胶浆(I) (4)盐酸利多卡因凝胶

## 盐酸利多卡因注射液

Yansuan Liduokayin Zhushuye

Lidocaine Hydrochloride Injection

本品为盐酸利多卡因的灭菌水溶液。含盐酸利多卡因( $C_{14}H_{22}N_2O \cdot HCl$ )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,照盐酸利多卡因项下的鉴别(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。

【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 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸利多卡因 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。

对照品溶液 取 2,6-二甲基苯胺对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.8 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 见盐酸利多卡因 2,6-二甲基苯胺项下。

系统适用性要求 理论板数按利多卡因峰计算不低于 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 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 2,6-二甲基苯胺保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.04%,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(1.0%)。

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 285~310mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸利多卡因中含内毒素的量应小于 1.0EU;用于鞘内注射时应小于 0.040EU。

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(约相当于盐酸利多卡因 0.1g),置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取利多卡因对照品约 85mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 1mol/L 盐酸溶液 0.5ml 使溶解,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 见盐酸利多卡因含量测定项下。

【类别】 同盐酸利多卡因。

【规格】 (1)2ml:20mg (2)2ml:40mg (3)3.5ml:35mg (4)5ml:50mg (5)5ml:0.1g (6)10ml:0.2g (7)20ml:0.4g

【贮藏】 密闭保存。

## 盐酸利多卡因注射液(溶剂用)

Yansuan Liduokayin Zhushuye(Rongjiyong)

### Lidocaine Hydrochloride Injection (for Solvent)

本品为盐酸利多卡因的灭菌水溶液。含盐酸利多卡因( $C_{14}H_{22}N_2O \cdot HCl$ )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 2ml,加硫酸铜试液 0.2ml 与碳酸钠试液 1ml,即显蓝紫色;加三氯甲烷 2ml,振摇后放置,三氯甲烷层显黄色。

(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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【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 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸利多卡因 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。

对照品溶液 取 2,6-二甲基苯胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.8 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 见盐酸利多卡因 2,6-二甲基苯胺项下。检测波长为 254nm。

系统适用性要求 理论板数按利多卡因峰计算不低于 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 3.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与 2,6-二甲基苯胺保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.04%,其他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 1ml 盐酸利多卡因注射液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 精密量取本品适量(约相当于盐酸利多卡因 0.1g),置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取利多卡因对照品约 85mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 1mol/L 盐酸溶液 0.5ml 使溶解,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 见盐酸利多卡因含量测定项下。

【类别】 同盐酸利多卡因。

【规格】 (1)2ml:4mg (2)5ml:10mg



【贮藏】 密闭保存。

## 盐酸利多卡因胶浆(I)

Yansuan Liduokayin Jiaojiang(I)

### Lidocaine Hydrochloride Mucilage(I)

本品为盐酸利多卡因的灭菌胶浆。含盐酸利多卡因( $C_{14}H_{22}N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的黏稠液体。

【鉴别】 (1)取本品约 10g,加水 20ml 稀释后,取溶液 2ml,加硫酸铜试液 0.2ml 与碳酸钠试液 1ml,即显蓝紫色,再加三氯甲烷 2ml,振摇后放置,三氯甲烷层显黄色。

(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)取本品适量(约相当于盐酸利多卡因 0.3g),置分液漏斗中,加水 15ml,振摇使溶解,加 6mol/L 氨溶液 4ml,用三氯甲烷提取 4 次,每次 15ml,合并三氯甲烷液,经铺有脱脂棉与无水硫酸钠的滤器滤过,滤液蒸发至干,加正己烷使溶解,蒸干后减压干燥 24 小时,取残渣,测定红外光吸收图谱,应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

(4)取鉴别(1)项制得的水溶液,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 6.0~7.0(通则 0631)。

无菌 取本品,依法检查(通则 1101),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。

供试品溶液 取本品适量(约相当于盐酸利多卡因 0.1g),精密称定,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 见盐酸利多卡因含量测定项下。

【类别】 同盐酸利多卡因。

【规格】 (1)10g:0.2g (2)20g:0.4g

【贮藏】 密闭保存。

## 盐酸利多卡因凝胶

Yansuan Liduokayin Ningjiao

### Lidocaine Hydrochloride Gel

本品为盐酸利多卡因的灭菌凝胶。含盐酸利多卡因( $C_{14}H_{22}N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的黏稠液体。

【鉴别】 (1)取本品约 10ml,加水 20ml 稀释后,取溶液 2ml,加硫酸铜试液 0.2ml 与碳酸钠试液 1ml,即显蓝紫色,再加三氯甲烷 2ml,振摇后放置,三氯甲烷层显黄色。

(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)取鉴别(1)项下的水溶液,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

2,6-二甲基苯胺 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(约相当于盐酸利多卡因 0.1g),精密称定,置 20ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取 2,6-二甲基苯胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2μg 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸利多卡因与 2,6-二甲基苯胺对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 5mg 与 2μg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸利多卡因 2,6-二甲基苯胺项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有 2,6-二甲基苯胺峰,按外标法以峰面积计算,含 2,6-二甲基苯胺不得过盐酸利多卡因标示量的 0.04%。

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(约相当于盐酸利多卡因 40mg),精密称定,置 20ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸利多卡因含量测定项下。

【类别】 同盐酸利多卡因。

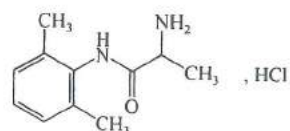
【规格】 (1)10ml:0.2g (2)20ml:0.4g

【贮藏】 密闭保存。

## 盐酸妥卡尼

Yansuan Tuokani

### Tocainide Hydrochloride



$C_{11}H_{16}N_2O \cdot HCl$  228.72

本品为(±)-N-(2,6-二甲基苯基)-2-氨基丙酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{11}H_{16}N_2O \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为粒状结晶,无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在乙醚中微溶,在三氯甲烷中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加水 4ml 溶解后,加盐酸溶

液(9→100)1ml、重氮对硝基苯胺试液 2ml、氢氧化钠试液 4ml 与正丁醇 2ml,振摇,静置俟分层,正丁醇层显红色。

(2)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 0.10g,加水 10ml 溶解后,加甲基红指示液 1 滴,如显红色,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L) 0.25ml,应变为黄色。

溶液的澄清度 取本品 0.25g,加水 10ml 溶解后,依法检查(通则 0902 第一法),与 2 号浊度标准液比较,不得更浓。

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二十。

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%)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 10ml 溶解后,加醋酸汞试液 5ml 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 22.87mg 的  $C_{11}H_{16}N_2O \cdot HCl$ 。

【类别】 抗心律失常药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸妥卡尼片 (2)盐酸妥卡尼胶囊

## 盐酸妥卡尼片

Yansuan Tuokani Pian

Tocainide Hydrochloride Tablets

本品含盐酸妥卡尼( $C_{11}H_{16}N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为糖衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于盐酸妥卡尼 0.2g),加水 20ml,振摇使盐酸妥卡尼溶解,滤过,滤液照盐酸妥卡尼项下鉴别试验,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 20 片,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸妥卡尼 0.8g),置 50ml 量瓶中,加水约 40ml,振摇使盐酸妥卡尼溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25ml,置分液漏斗中,加氨试液 5ml,使成碱性后,用二氯甲烷振摇提取 4 次,每次 20ml,合并二氯甲烷液,置 40~50℃水浴中加热蒸干,再用冷风吹干,精密加硫酸滴定液(0.05mol/L)25ml,加甲基红-溴甲酚绿混合指示液数滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至绿色。每 1ml 硫酸滴定液(0.05mol/L)相当于 22.87mg 的  $C_{11}H_{16}N_2O \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸妥卡尼。

【规格】 0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸妥卡尼胶囊

Yansuan Tuokani Jiaonang

Tocainide Hydrochloride Capsules

本品含盐酸妥卡尼( $C_{11}H_{16}N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于盐酸妥卡尼 0.2g),加水 20ml,振摇使盐酸妥卡尼溶解,滤过,滤液照盐酸妥卡尼项下鉴别试验,显相同的反应。

【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(约相当于盐酸妥卡尼 0.2g),加冰醋酸 20ml 与醋酸汞试液 5ml,振摇使盐酸妥卡尼溶解后,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 22.87mg 的  $C_{11}H_{16}N_2O \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸妥卡尼。

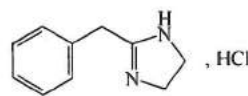
【规格】 0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸妥拉唑林

Yansuan Tuolazuolin

Tolazoline Hydrochloride



$C_{10}H_{12}N_2 \cdot HCl$  196.68

本品为 4,5-二氢-2-苯甲基-1H-咪唑盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{10}H_{12}N_2 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。本品的水溶液对石蕊试纸显微酸性反应。

本品在水中易溶,在乙醇或三氯甲烷中溶解,在乙醚中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 172~176℃。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 1ml 溶解后,加硫氰酸铬铵试液数滴,即生成粉红色沉淀。

(2)取本品约 10mg,加水 1ml 溶解后,加三硝基苯酚试液至不再产生沉淀,滤过,沉淀洗净,烘干,依法测定,熔点为 144~149℃(通则 0612)。



(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1193 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】 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 0.15g,精密称定,加冰醋酸 20ml 溶解后,加醋酸汞试液 5ml 与结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液蓝绿色,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 19.67mg 的  $C_{10}H_{12}N_2 \cdot HCl$ 。

【类别】  $\alpha$  肾上腺素受体阻滞药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸妥拉唑林片 (2)盐酸妥拉唑林注射液

## 盐酸妥拉唑林片

Yansuan Tuolazuolin Pian

Tolazoline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸妥拉唑林( $C_{10}H_{12}N_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为糖衣片,除去包衣后,呈白色。

【鉴别】 取本品 8 片,研细,用乙醇提取 3 次,每次 10ml,加热,滤过,合并滤液蒸干后,加水 10ml,使溶解,滤过,滤液蒸干,残渣做下列试验。

(1)取残渣约 10mg,加水 1ml 使盐酸妥拉唑林溶解,加硫氰酸铬铵试液数滴,即产生粉红色沉淀。

(2)残渣的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 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(约相当于盐酸妥拉唑林 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸妥拉唑林溶解,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 取盐酸妥拉唑林对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.068%磷酸溶液[(50:50),用氨试液调节 pH 值至 3.0]为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按妥拉唑林峰计算不低于 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】 【贮藏】 同盐酸妥拉唑林。

【规格】 25mg

## 盐酸妥拉唑林注射液

Yansuan Tuolazuolin Zhusheye

Tolazoline Hydrochloride Injection

本品为盐酸妥拉唑林的灭菌水溶液。含盐酸妥拉唑林( $C_{10}H_{12}N_2 \cdot HCl$ )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,加硫氰酸铬铵试液数滴,即产生粉红色沉淀。

(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。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【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。

供试品溶液 取本品,用甲醇-水(1:2)稀释制成每 1ml 中约含盐酸妥拉唑林 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-水(1:2)稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸妥拉唑林适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 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-0.068%磷酸溶液[(50:50),用氨试液调节 pH 值至 3.0]为流动相;检测波长为 230nm;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,理论板数按妥拉唑林峰计算不低于 1500,妥拉唑林峰与相邻杂质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的主峰面积(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸妥拉唑林中含内毒素的量应小于 0.80EU。

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(约相当于盐酸妥拉唑林 50mg),置 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。

对照品溶液 取盐酸妥拉唑林对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.05mg 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】 同盐酸妥拉唑林。



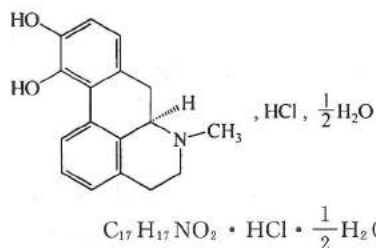
【规格】 1ml : 25mg

【贮藏】 避光, 密闭保存。

## 盐酸阿扑吗啡

Yansuan Apumafei

### Apomorphine Hydrochloride



本品为(R)-6-甲基-5,6,6a,7-四氢-4H-二苯并[de,g]喹啉-10,11-二酚盐酸盐半水合物。按干燥品计算,含 $C_{17}H_{17}NO_2 \cdot HCl$ 不得少于98.0%。

【性状】 本品为白色或灰白色有闪光的结晶或结晶性粉末;无臭;在空气或日光中渐变绿色。

本品在热水中溶解,在水或乙醇中略溶,在三氯甲烷或乙醚中极微溶解。

【鉴别】 (1)取本品10mg,加硝酸1ml,即溶解成暗紫红色的溶液。

(2)取本品约50mg,加水5ml溶解后,加碳酸氢钠试液1ml,即生成白色或绿白色沉淀;再加碘试液3滴,并强力振摇,渐变为翠绿色;加乙醚5ml,强力振摇后,静置俟分层,乙醚层显深宝石红色,水层仍显绿色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集359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0.10g,加水10ml使溶解,依法测定(通则0631),pH值应为3.0~4.0。

溶液的颜色 取本品0.10g,加新沸放冷的水10ml,缓缓振摇溶解后,立即与对照液[取本品5mg,加新沸放冷的水100ml,溶解后,精密量取1ml,置试管中,加新沸放冷的水6ml稀释后,加碳酸氢钠试液1ml与碘滴定液(0.05mol/L)0.5ml,放置30秒钟后,再加硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)0.6ml,并用新沸放冷的水稀释使成10ml]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(约相当于盐酸阿扑吗啡20mg),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0.04mol/L磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节pH值至3.0)-乙腈(80:20)为流动相;检测波长为212nm;进样体积20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按阿扑吗啡峰计算不低于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%)。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得超过5.0%(通则0831)。

炽灼残渣 不得过0.1%(通则0841)。

【含量测定】 取本品约0.25g,精密称定,加0.01mol/L盐酸溶液5ml与乙醇50ml使溶解后,照电位滴定法(通则0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差为滴定体积。每1ml氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于30.38mg的 $C_{17}H_{17}NO_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 催吐药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 盐酸阿扑吗啡注射液

## 盐酸阿扑吗啡注射液

Yansuan Apumafei Zhushuye

### Apomorphine Hydrochloride Injection

本品为盐酸阿扑吗啡的灭菌水溶液。含盐酸阿扑吗啡( $C_{17}H_{17}NO_2 \cdot HCl \cdot \frac{1}{2}H_2O$ )应为标示量的93.0%~107.0%。

本品可加适宜的稳定剂。

【性状】 本品为无色至微带黄绿色的澄明液体,遇光渐变成绿色。

【鉴别】 (1)取本品1ml,加碳酸氢钠试液1ml,即生成白色或绿白色的沉淀;缓缓滴加碘试液,随滴随振摇,即变为翠绿色;加乙醚2ml,强力振摇后,静置俟分层,乙醚层显深宝石红色,水层仍显绿色。

(2)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则0301)。

【检查】 pH值 应为2.5~4.0(通则0631)。

颜色 取本品,与黄绿色3号标准比色液(通则0901第一法)比较,不得更深。

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(约相当于盐酸阿扑吗啡50mg),置分液漏斗中,用新沸放冷的水稀释使成25ml,加碳酸氢钠0.5g,振摇溶解后,用无过氧化物的乙醚振摇提取5次,第一次25ml,以后每次各15ml,合并乙醚液,用水洗涤3次,每次5ml,合并洗液,用无过氧化物的乙醚5ml振摇提取,合并前后两次得到的乙醚液,精密加盐酸滴定液(0.02mol/L)20ml,振摇提取,静置俟分层,分取酸层,乙醚层用水振摇洗涤2次,每次5ml,洗液并入酸液中,加甲基红指示液1~2滴,用氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)进行滴定。每1ml盐酸滴定液(0.02mol/L)



相当于 6.256mg 的  $C_{17}H_{17}NO_2 \cdot HCl \cdot \frac{1}{2}H_2O$ 。

【类别】 同盐酸阿扑吗啡。

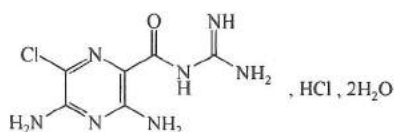
【规格】 1ml : 5mg

【贮藏】 遮光, 密闭保存。

## 盐酸阿米洛利

Yansuan Amiluoli

Amiloride Hydrochloride



$C_6H_8ClN_7O \cdot HCl \cdot 2H_2O$  302.1

本品为 *N*-脒基-3,5-二氨基-6-氯吡嗪-2-甲酰胺盐酸盐二水合物。按无水物计算,含  $C_6H_8ClN_7O \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为淡黄色或黄绿色粉末;无臭或几乎无臭。

本品在水中微溶,在乙醇中极微溶解,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

【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 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 285nm 与 362nm 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 828 图)一致。

(3)取本品约 20mg,加水 20ml 使溶解,滴加过量硝酸使沉淀完全,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【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 3.8~5.2。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

对照品溶液(1) 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 10 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液(2) 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 4 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以二氧六环-稀氨溶液-水(90 : 6 : 6)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ 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 供试品溶液如显与对照品溶液(1)相应的杂质斑点,其荧光强度与对照品溶液(1)的主斑点比较,不得更强;如显其他杂质斑点,与对照品溶液(2)的主斑点比较,不得更强。

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 11.0%~13.0%。

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】 取本品约 0.2g,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml 与乙醇 50ml 使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差作为滴定体积。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 26.61mg 的  $C_6H_8ClN_7O \cdot HCl$ 。

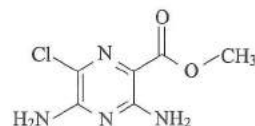
【类别】 利尿药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸阿米洛利片 (2)复方盐酸阿米洛利片

附:

杂质 I



$C_6H_7ClN_4O_2$  202.60

3,5-二氨基-6-氯吡嗪-2-羧酸甲酯

## 盐酸阿米洛利片

Yansuan Amiluoli Pian

Amiloride Hydrochloride Tablets

本品含盐酸阿米洛利按  $C_6H_8ClN_7O \cdot HCl$  计,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,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸阿米洛利 10 $\mu$ g 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 285nm 与 362nm 的波长处有最大吸收。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于盐酸阿米洛利 5mg),加甲醇 25ml,振摇使盐酸阿米洛利溶解,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸阿米洛利对照品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 H 薄层板,以二氧六环-稀氨溶液-水(90 : 6 : 6)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ 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荧光强度应与对照品溶液的主斑点相同。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,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 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。

对照品溶液 取盐酸阿米洛利对照品,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 2.5 $\mu$ 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 362nm 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[约相当于盐酸阿米洛利(按  $C_{20}H_{23}ClN_7O \cdot HCl$  计)5mg],置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 60ml,置水浴中约 30 分钟,并时时振摇,使盐酸阿米洛利溶解,放冷,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,立即取出适量,置具塞离心管中,离心,精密量取上清液 5ml,置 25ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸阿米洛利对照品,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 10 $\mu$ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 362nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸阿米洛利。

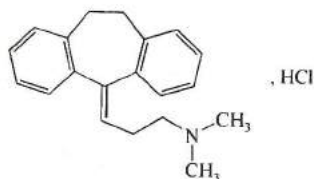
【规格】 2.5mg(按  $C_{20}H_{23}ClN_7O \cdot HCl$  计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸阿米替林

Yansuan Amitilin

Amitriptyline Hydrochloride



本品为 *N,N*-二甲基-3-[10,11-二氢-5*H*-二苯并[*a,d*]环庚三烯-5-亚基]-1-丙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为无色结晶或白色、类白色粉末;无臭或几

乎无臭。

本品在水、甲醇、乙醇或三氯甲烷中易溶,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 195~199℃。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加硫酸 2ml 使溶解,溶液显红色。

(2)取本品,加盐酸溶液(9→1000)溶解并稀释制成每 1ml 中含 12 $\mu$ 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 0.51~0.56。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 360 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 0.10g,加水 10ml 溶解后,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 0.20g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清无色。如显色,与黄色 2 号或橙黄色 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 2 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-三乙胺(60:40:0.3)(用磷酸调节 pH 值至 3.1)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按阿米替林峰计算不低于 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,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*-二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照品溶液 取甲苯、四氢呋喃与异丙醇,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中分别约含甲苯 17.8 $\mu$ g、四氢呋喃 14.4 $\mu$ g 与异丙醇 0.1mg 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 80℃,维持 10 分钟,以每分钟 20℃ 的速率升温至 200℃,维持 5 分钟;进样口温度为 250℃;检测器温度为 250℃;进样体积 1 $\mu$ l。

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,甲苯、四氢呋喃与异丙醇



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 0.3g,精密称定,加冰醋酸 10ml 与醋酐 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 31.39mg 的  $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ 。

**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸阿米替林片

## 盐酸阿米替林片

Yansuan Amitilin Pian

Amitriptyline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸阿米替林( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )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。

**【鉴别】** (1)取溶出度项下的溶液,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。

(2)取本品 1 片,研细,加水 4ml 振摇后,滤过,滤液加稀硝酸 2 滴,再加硝酸银试液 2 滴,即生成白色沉淀。

**【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 中约含盐酸阿米替林 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、系统适用性要求与测定法** 见盐酸阿米替林有关物质项下。

**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%)。

**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。

**测定法** 取溶出液 10ml,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。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 239nm 的波长处测定吸光度,按

$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 444 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(糖衣片除去包衣),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸阿米替林 50mg),置 200ml 量瓶中,加流动相适量振摇使盐酸阿米替林溶解并稀释至刻度,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 中约含 0.02mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸阿米替林对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.02mg 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】 【贮藏】** 同盐酸阿米替林。

**【规格】** 25mg

## 盐酸阿莫地喹片

Yansuan Amodikui Pian

Amodiaquine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸阿莫地喹按阿莫地喹( $C_{20}H_{22}ClN_3O$ )计,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)取溶出度检查项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 223nm 与 342nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品细粉适量(约相当于阿莫地喹 50mg),置分液漏斗中,加水 20ml,振摇 1 分钟,加浓氨溶液 1ml 与三氯甲烷 25ml,振摇 2 分钟,取三氯甲烷层,用三氯甲烷预洗过的脱脂棉滤过,取滤液蒸干,残留物在 105℃干燥 1 小时,作为供试品;另取盐酸阿莫地喹对照品适量,同法处理。供试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** 取本品细粉适量(约相当于阿莫地喹 50mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,超声使阿莫地喹溶解,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 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;以甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 13.6g,加水溶解并稀释至 2000ml,加高氯酸 2.0ml,用磷酸调节 pH 值至  $2.5 \pm 0.5$ ) (22:78)为流动相;检测波长为 224nm;进样体积 10μl。

**系统适用性要求** 理论板数按阿莫地喹峰计算不低于



2000。阿莫地喹峰与相邻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5ml,置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸阿莫地喹对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中含阿莫地喹7.5μg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342nm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(约相当于阿莫地喹50mg),置100ml量瓶中,加水适量,超声使阿莫地喹溶解,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。

**对照品溶液** 取盐酸阿莫地喹对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中含阿莫地喹50μg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】** 抗疟药。

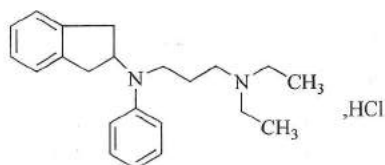
**【规格】** 0.15g(按C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>·HCl计)

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸阿普林定

Yansuan Apulinding

Aprindine Hydrochloride



C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub> · HCl 358.95

本品为N,N-二乙基-N'-2-茚满基-N'-苯基-1,3-丙二胺盐酸盐。按干燥品计算,含C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub> · HCl应为98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色粉末,无臭。

本品在三氯甲烷中极易溶解,在水或乙醇中易溶。

**熔点** 本品的熔点(通则0612)为126.5~130℃。

**吸收系数** 精密称取本品,加乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中含15μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在258nm的波长处测定吸光度,吸收系数(E<sub>1%</sub><sup>1cm</sup>)为334~369。

**【鉴别】** (1)取本品适量,加2%枸橼酸的醋酐溶液(临用新制)10滴,置水浴上加热数分钟,溶液显樱红色。

(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)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集829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0.60g,加水20ml溶解后,依法测定(通则0631),pH值应为5.5~7.0。

**溶液的澄清度** 取本品0.60g,加水20ml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,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,加流动相溶解并稀释制成每1ml中含1.0mg的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液1ml,置100ml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;以甲醇-水-10%四丁基氢氧化铵溶液(40:60:2)(用磷酸调节pH值至3.0)为流动相;检测波长为258nm;进样体积10μl。

**系统适用性要求** 理论板数按阿普林定峰计算不低于3000,阿普林定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的主峰面积(1.0%)。

**残留溶剂** 照残留溶剂测定法(通则0861第一法)测定。

**供试品溶液** 取本品约0.25g,精密称定,置20ml顶空瓶中,精密加水10ml使溶解,密封。

**对照品溶液** 取乙酸乙酯适量,精密称定,用水定量稀释制成每1ml中含乙酸乙酯0.125mg的溶液,精密量取10ml,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70℃;进样口温度200℃;检测器温度250℃;顶空瓶平衡温度为80℃,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,乙酸乙酯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 25mg,精密称定,置 250ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸阿普林定对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含盐酸阿普林定 0.1mg 的溶液。

**色谱条件与系统适用性要求** 除灵敏度要求外,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】** 抗心律失常药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸阿普林定片

## 盐酸阿普林定片

Yansuan Apulinding Pian

Aprindine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸阿普林定( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ )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,除去包衣,研细,称取适量(约相当于盐酸阿普林定 5mg),置小试管中,加 2%枸橼酸的醋酐溶液(临用新制)10 滴,置水浴上加热数分钟,溶液显红紫色。

(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)取鉴别(1)项下的细粉适量,加水振摇,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】** 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,研细,称取细粉适量,加流动相使盐酸阿普林定溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸阿普林定 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,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸阿普林定有关物质项下。

**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%)。

**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 250ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸阿普林定溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求** 见盐酸阿普林定含量测定项下。

**测定法** 见盐酸阿普林定含量测定项下。计算每片的含量,并求得 10 片的平均含量。

**【类别】** 同盐酸阿普林定。

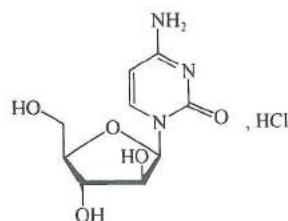
**【规格】** 25mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸阿糖胞苷

Yansuan Atangbaogan

Cytarabine Hydrochloride



$C_9H_{13}N_3O_5 \cdot HCl$  279.68

本品为 1-β-D-阿拉伯呋喃糖基-4-氨基-2(1H)-嘧啶酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_9H_{13}N_3O_5 \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色细小针状结晶或结晶性粉末。

本品在水中极易溶解,在乙醇中略溶,在乙醚中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 189~195℃,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 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),按干燥品计算,比旋度为 +127°至 +133°。

**【鉴别】** (1)取本品适量,加盐酸溶液(9→1000)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 280nm 的波长处有最大吸收,在 241nm 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。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 361



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】溶液的澄清度与颜色** 取本品 1.2g,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。

**含氯量** 取本品约 0.30g,精密称定,加水 50ml 与稀硝酸 2ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),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 3.545mg 的氯(Cl)。按干燥品计算,含氯量应为 12.4%~12.9%。

**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 中约含 5mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸阿糖胞苷对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸阿糖胞苷与尿苷适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中各含 5mg 与 20 $\mu$ 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 $\mu$ m);以磷酸盐缓冲液(pH 7.0)(取 0.02mol/L 磷酸二氢钠溶液与 0.02mol/L 磷酸氢二钠溶液等体积混合后,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液或 0.1mol/L 磷酸溶液调节 pH 值至 7.0)-甲醇(98:2)为流动相 A,以磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(70:30)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 254nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	100	0
20	0	100
25	0	100
30	100	0
50	100	0

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,阿糖胞苷峰与尿苷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,按下式计算,尿嘧啶和尿苷均不得过 0.1%;阿糖尿苷不得过 0.3%;其他单个杂质均不得过 0.1%;所有杂质的总和不得过 0.3%。尿嘧啶峰、尿苷峰和阿糖尿苷峰的相对保留时间分别约为 0.55、1.14 和 1.62,尿嘧啶峰、尿苷峰和阿糖尿苷峰的校正因子分别为 2.9、1.72 和 1.54;相对保留时间约为 0.38 和 0.43 的色谱峰的校正因子均为 1.72,其他杂质峰的校正因子均按 1.1 计算。

$$100(C/W)(r_i/Fr_s)$$

式中  $C$  为对照品溶液中盐酸阿糖胞苷浓度,mg/ml;

$W$  为供试品溶液浓度,mg/ml;

$r_i$  为供试品溶液中各杂质峰的峰面积;

$r_s$  为对照品溶液中阿糖胞苷峰面积;

$F$  为各杂质的校正因子。

**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,摇匀。

**对照品溶液** 取甲醇与乙醇各适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中分别约含甲醇 120 $\mu$ g、乙醇 200 $\mu$ g 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

**系统适用性溶液** 取丁酮与异丙醇各适量,置同一量瓶中,用水稀释制成每 1ml 中分别约含 10 $\mu$ g 的溶液,量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

**色谱条件** 以聚乙二醇(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 60 $^{\circ}$ C,维持 6 分钟,以每分钟 8 $^{\circ}$ C 的速率升温至 100 $^{\circ}$ C,维持 20 分钟;进样口温度为 200 $^{\circ}$ C;检测器温度为 230 $^{\circ}$ 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** 系统适用性溶液色谱图中,丁酮峰与异丙醇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** 按外标法以峰面积分别计算,甲醇与乙醇的残留量均应符合规定。

**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** 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,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** 取盐酸阿糖胞苷对照品,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** 取盐酸阿糖胞苷与阿糖尿苷各适量,置同一量瓶中,加水溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 0.1mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶(4.6mm $\times$ 250mm,5 $\mu$ m)为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取 0.0106mol/L 磷酸二氢钠溶液与 0.0104mol/L 磷酸氢二钠溶液等体积混合)-甲醇(95:5)为流动相;检测波长为 254nm;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,阿糖胞苷峰与阿糖尿苷峰间的分离度应大于 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。按外标法以峰面积计算。

**【类别】** 抗肿瘤药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在冷处保存。

**【制剂】** 注射用盐酸阿糖胞苷



## 注射用盐酸阿糖胞苷

Zhusheyong Yansuan Atangbaogan

## Cytarabine Hydrochloride for Injection

本品为盐酸阿糖胞苷的无菌冻干品。按平均装量计算，含盐酸阿糖胞苷( $C_9H_{13}N_3O_5 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 照盐酸阿糖胞苷项下的鉴别(1)、(2)、(4)项试验，显相同的结果。

【检查】 酸度 取本品，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸阿糖胞苷 10mg 的溶液，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 4.0~6.0。

溶液的澄清度 取本品，按标示量加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 20mg 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。

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，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸阿糖胞苷 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、测定法与限度 见盐酸阿糖胞苷有关物质项下。

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 3.0%。

异常毒性 取本品，加氯化钠注射液溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸阿糖胞苷 30mg 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 盐酸阿糖胞苷中含内毒素的量应小于 0.050EU。

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，分别精密称定内容物重量，并将各容器中内容物分别加水适量溶解后全量转移至同一适宜量瓶中，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 中约含盐酸阿糖胞苷 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 见盐酸阿糖胞苷含量测定项下。

【类别】 同盐酸阿糖胞苷。

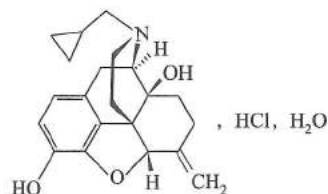
【规格】 (1)50mg (2)100mg (3)0.3g (4)0.5g

【贮藏】 遮光，密闭，在冷处保存。

## 盐酸纳美芬

Yansuan Nameifen

## Nalmefene Hydrochloride


 $C_{21}H_{25}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$  375.90

本品为 17-(环丙基甲基)-4,5 $\alpha$ -环氧-6-亚甲基吗啡喃-3,14-二醇盐酸盐一水合物。按无水与无溶剂物计算，含  $C_{21}H_{25}NO_3 \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色至类白色结晶性粉末；无臭；有引湿性或略有引湿性。

本品在水或甲醇中易溶，在乙醇中溶解，在丙酮中极微溶解。

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  $-165^{\circ}$  至  $-175^{\circ}$ 。

【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品的图谱一致(通则 0402)。

(3)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 0.10g，加水 10ml 使溶解，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 5.0~6.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品适量，加水制成每 1ml 中约含 20mg 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。

杂质对照品溶液 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 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml 与杂质对照品溶液 2ml，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 取盐酸纳美芬对照品适量，加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液，取 10ml，置 25ml 量瓶中，加 0.4% 三氯化铁溶液 1ml，置水浴中加热 10 分钟，放冷，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

(Kromasil C18, 4.6mm × 250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱);以乙腈-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠 7.8g,三乙胺 2ml,加水至 1000ml,用 85%磷酸溶液调节 pH 值至 4.2)(20:80)为流动相;柱温为 30℃;检测波长为 210nm;进样体积 10μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,纳美芬峰保留时间约为 7 分钟,杂质Ⅱ峰相对纳美芬峰的保留时间约为 1.6。

**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不得超过 0.2%;如有与杂质Ⅱ保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以 2 后不得大于对照溶液中纳美芬峰面积(0.1%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中纳美芬峰面积(0.1%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中纳美芬峰面积的 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 0.1g,精密称定,置 20ml 顶空瓶中,精密加入 N,N-二甲基甲酰胺 1ml 使溶解,密封,摇匀。

**对照品溶液** 分别取丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯与四氢呋喃各适量,精密称定,用 N,N-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中分别约含丙酮 0.5mg、二氯甲烷 60μg、乙酸乙酯 0.5mg 与四氢呋喃 72μg 的溶液,精密量取 1ml,置 20ml 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 120℃,维持 5 分钟;进样口温度为 220℃;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,丙酮、二氯甲烷、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,含水分应为 4.0%~6.5%。

**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】** 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** 取盐酸纳美芬对照品适量,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。

**色谱条件** 见有关物质项下。系统适用性溶液进样体积

10μl,其他溶液进样体积 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。

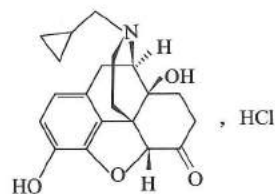
**【类别】** 吗啡拮抗药。

**【贮藏】** 密封,在阴凉处保存。

**【制剂】** 盐酸纳美芬注射液

附:

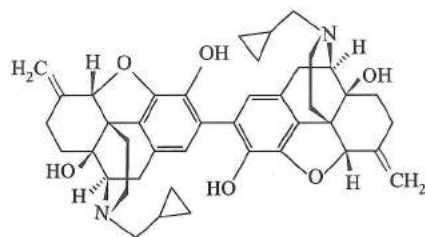
杂质Ⅰ(盐酸纳曲酮)



$C_{20}H_{24}ClNO_4$  377.86

17-(环丙基甲基)-4,5α-环氧-3,14-二羟基吗啡喃-6-酮 盐酸盐

杂质Ⅱ(双纳美芬)



$C_{42}H_{48}N_2O_6$  676.84

2,2'-双纳美芬

## 盐酸纳美芬注射液

Yansuan Nameifen Zhushuye

Nalmefene Hydrochloride Injection

本品为盐酸纳美芬加适量氯化钠的灭菌水溶液,含盐酸纳美芬以纳美芬( $C_{21}H_{25}NO_3$ )计,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 3.5~4.5(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,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** 见盐酸纳美芬有关物质项下。系统适用性溶液进样体积 10 $\mu$ l,其他溶液进样体积 100 $\mu$ l。

**系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法** 见盐酸纳美芬有关物质项下。

**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,其峰面积乘以 2 后不得大于对照溶液中纳美芬峰面积(1.0%);其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中纳美芬峰面积的 0.2 倍(0.2%);其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中纳美芬峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 纳美芬中含内毒素的量应小于 50EU。

**无菌** 取本品,经薄膜过滤法,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** 取本品,即得。

**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** 见盐酸纳美芬含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸纳美芬。

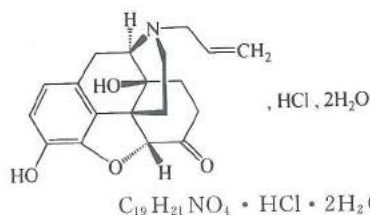
**【规格】** 1ml : 0.1mg(按 C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>NO<sub>3</sub> 计)

**【贮藏】** 密闭,在凉暗处保存。

## 盐酸纳洛酮

Yansuan Naluotong

Naloxone Hydrochloride



本品为 17-烯丙基-4,5 $\alpha$ -环氧基-3,14-二羟基吗啡喃-6-酮盐酸盐二水合物。按干燥品计算,含 C<sub>19</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub> · HCl 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,在甲醇中溶解,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

**比旋度** 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 25mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -170°至 -181°。

**【鉴别】** (1)取本品约 2mg,置小试管中,加枸橼酸醋酐试液 3~4 滴,在 80~90℃ 水浴中加热 3~5 分钟,即显紫红色。

(2)取本品约 1mg,加水 1ml 溶解后,加稀铁氰化钾试液 1

滴,即显蓝绿色。

(3)在 105℃ 下干燥至恒重,本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 646 图)一致。

(4)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 含氯量** 取本品约 0.30g,精密称定,加甲醇 30ml 溶解后,加水 5ml 与荧光黄指示液 6~7 滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显粉红色。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 3.545mg 的 Cl。按干燥品计算,含氯量应为 9.54%~9.94%。

**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 5mg 的溶液。

**杂质Ⅰ对照品溶液** 取杂质Ⅰ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 1mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml 与杂质Ⅰ对照品溶液 5ml,置同一 200ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液(含杂质Ⅱ)** 取盐酸纳洛酮对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,取 10ml 置 25ml 量瓶中,加 0.4% 三氯化铁溶液 1ml,置水浴中加热 10 分钟,放冷,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-四氢呋喃-5mmol/L 辛酸磷酸钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.0)(20 : 40 : 940)为流动相 A,以乙腈-四氢呋喃-5mmol/L 辛酸磷酸钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.0)(255 : 60 : 685)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;流速为每分钟 1.5ml;柱温为 40℃;检测波长为 230nm;进样体积 10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
40	0	100
50	0	100

**系统适用性要求** 系统适用性溶液(含杂质Ⅱ)色谱图中,出峰顺序依次为纳洛酮与杂质Ⅱ,纳洛酮峰的保留时间约为 14~20 分钟;对照溶液色谱图中,杂质Ⅰ峰与纳洛酮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。

**限度** 供试品溶液色谱中如有与杂质Ⅰ保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%;如有与杂质Ⅱ保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 0.53,不得大于对照溶液中纳洛酮峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中纳洛酮峰面积(0.5%),杂质总量不得过 1.0%,小于对照溶液中纳洛酮峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

**干燥失重** 取本品 0.5g, 先在 90℃ 干燥 4 小时, 再在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得过 11.0% (通则 0831)。

**【含量测定】** 取本品约 0.2g, 精密称定, 加冰醋酸 40ml 和醋酐 10ml 超声使溶解后, 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 36.38mg 的  $C_{19}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ 。

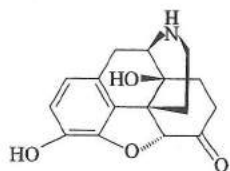
**【类别】** 吗啡拮抗药。

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

**【制剂】** (1) 盐酸纳洛酮注射液 (2) 注射用盐酸纳洛酮

附:

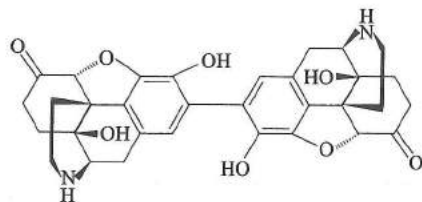
杂质 I



$C_{16}H_{17}NO_4$  287.31

(-)-4,5α-环氧基-3,14-二羟基吗啡喃-6-酮

杂质 II



$C_{32}H_{32}N_2O_8$  572.61

2,2'-双纳洛酮

## 盐酸纳洛酮注射液

Yansuan Naluotong Zhusheyue

Naloxone Hydrochloride Injection

本品为盐酸纳洛酮的灭菌水溶液。含盐酸纳洛酮 ( $C_{19}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ ) 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, 置瓷蒸发皿中, 于沸水浴中蒸干, 加枸橼酸醋酐试液 1 滴, 在 80~90℃ 水浴中加热 3~5 分钟, 显紫红色。

(2) 取本品, 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, 在 263nm 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】 pH 值** 应为 3.0~4.0 (通则 0631)。

**杂质 II** 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。

系统适用性溶液 (含杂质 II) 取盐酸纳洛酮对照品适量, 加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液, 取 10ml, 置 25ml 量瓶中, 加 0.4% 三氯化铁溶液 1ml, 置水浴中加热 10 分钟, 放冷, 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; 以辛烷磺酸钠溶液 (取 1-辛烷磺酸钠 1.36g 与氯化钠 1.0g, 加水 580ml 使溶解, 摇匀)-甲醇-磷酸 (580:420:1) 为流动相; 检测波长为 229nm; 进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液 (含杂质 II) 色谱图中, 出峰顺序依次为纳洛酮与杂质 II。理论板数按纳洛酮峰计算不低于 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。

限度 供试品溶液的色谱中如有与杂质 II 保留时间一致的色谱峰, 其峰面积乘以校正因子 0.53, 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 盐酸纳洛酮中含内毒素的量应小于 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。

溶剂 取乙二胺四醋酸二钠 0.15g, 置 2000ml 量瓶中, 加盐酸 0.9ml, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀。

供试品溶液 精密量取本品适量, 用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸纳洛酮 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸纳洛酮对照品适量, 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。

色谱条件 见杂质 II 项下。

系统适用性要求 理论板数按纳洛酮峰计算不低于 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】** 同盐酸纳洛酮。

**【规格】** (1) 1ml: 0.4mg (2) 1ml: 1mg (3) 2ml: 2mg (4) 10ml: 4mg

**【贮藏】** 密闭, 在干燥处保存。



## 注射用盐酸纳洛酮

Zhusheyong Yansuan Naluotong

## Naloxone Hydrochloride for Injection

本品为盐酸纳洛酮的无菌冻干品。含盐酸纳洛酮( $C_{19}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )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)取本品适量(约相当于盐酸纳洛酮 1mg),加水 1ml 溶解后,加稀铁氰化钾试液 1 滴,即显蓝绿色。

(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。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品适量,加水溶解并制成每 1ml 中含 0.40mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~7.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品适量,加水溶解并制成每 1ml 中含 0.40mg 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 中约含盐酸纳洛酮 0.4mg 的溶液。

杂质 I 对照品溶液 取盐酸纳洛酮杂质 I 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 0.4mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液与杂质 I 对照品溶液各 1ml,置同一 200ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见盐酸纳洛酮有关物质项下。进样体积 50 $\mu$ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液(含杂质 II)色谱图中,出峰顺序依次为纳洛酮峰与杂质 II 峰,纳洛酮峰的保留时间约为 14~20 分钟;对照溶液色谱图中,杂质 I 峰与纳洛酮峰之间的分离度应大于 4.0。

系统适用性溶液(含杂质 II)与测定法 见盐酸纳洛酮有关物质项下。

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,不得过盐酸纳洛酮的 0.5%;如有与杂质 II 保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 0.53,不得大于对照溶液中纳洛酮峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积(相对保留时间 0.2 之前的峰除外)不得大于对照溶液中纳洛酮峰面积(0.5%),杂质总量不得过

2.0%,小于对照溶液中纳洛酮峰面积 0.05 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)。

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%。

细菌内毒素 取本品,依法测定(通则 1143),每 1mg 盐酸纳洛酮中含内毒素的量应小于 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 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸纳洛酮 40 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸纳洛酮对照品适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸纳洛酮 40 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以 5mmol/L 辛烷磺酸钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.0)-乙腈-四氢呋喃(800:255:60)为流动相;检测波长为 230nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按纳洛酮峰计算应不低于 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。按外标法以峰面积分别计算每瓶的含量,以 10 瓶的平均含量计算。

【类别】 同盐酸纳洛酮。

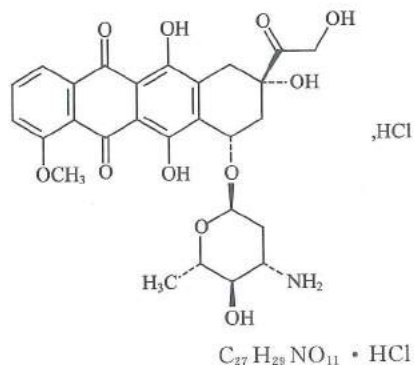
【规格】 (1)0.4mg (2)0.8mg (3)1.0mg (4)1.2mg (5)2.0mg (6)4.0mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸表柔比星

Yansuan Biaoroubixing

## Epirubicin Hydrochloride



本品为(8S,10S)-10-[(3-氨基-2,3,6-三脱氧- $\alpha$ -L-阿拉伯吡喃糖基)氧]-6,8,11-三羟基-8-(羟基乙酰基)-1-甲氧基-7,8,9,10-四氢并四苯-5,12-二酮盐酸盐。按无水与无溶剂物计



算,含盐酸表柔比星( $C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$ )应为 97.0%~102.0%。

【性状】 本品为红色或橙红色粉末;有引湿性。

本品在水或甲醇中溶解,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 0.5mg 的溶液,依法测定(通则 0621),按无水与无溶剂物计算,比旋度为 $+310^{\circ}$ 至 $+340^{\circ}$ 。

吸收系数 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 495nm 的波长处测定吸光度,按无水与无溶剂物计算,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 234nm、252nm、288nm、479nm 和 495nm 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 1022 图)一致。

(4)取本品 10mg,加硝酸 0.5ml 使溶解,加水 0.5ml,火焰灼烧 2 分钟,放冷,滴加硝酸银试液,即生成白色凝乳状沉淀。

【检查】 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 4.0~5.5。

溶液的澄清度 取本品 5 份,各 10mg,分别加水 5ml 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。

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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取多柔比星酮、盐酸多柔比星与盐酸表柔比星各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含多柔比星酮 30 $\mu$ g、盐酸多柔比星 30 $\mu$ g 与盐酸表柔比星 100 $\mu$ g 的混合溶液。

色谱条件 用三甲基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-甲醇-85%磷酸溶液(290:540:170:1)并含 0.2%十二烷基硫酸钠的混合溶液为流动相;流速为每分钟 2.0ml;柱温为 35 $^{\circ}$ C;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,多柔比星酮、多柔比星、表柔比星依次洗脱,表柔比星峰与多柔比星峰间的分离度应大于 2.0,表柔比星峰的拖尾因子应为 0.8~1.4。

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,多柔比星酮按校正后的峰面积计算(乘以校正因子 0.7)不得大于对照溶液

主峰面积(1.0%),多柔比星峰面积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%),各杂质峰面积(多柔比星酮按校正后的峰面积计算)的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%)。

残留溶剂 乙醇、丙酮与二氯甲烷 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 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 取乙醇、丙酮、二氯甲烷各适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中含乙醇 500 $\mu$ g、丙酮 500 $\mu$ g 与二氯甲烷 60 $\mu$ g 的混合溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

色谱条件 以 5%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;柱温为 50 $^{\circ}$ C;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 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,乙醇、丙酮和二氯甲烷依次出峰,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 按外标法以峰面积计算,乙醇的残留量不得过 1.0%,丙酮的残留量不得过 1.5%,二氯甲烷的残留量应符合规定。

二氧六环与吡啶 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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液。

对照品溶液 取二氧六环与吡啶适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中约含二氧六环 38 $\mu$ g 与吡啶 20 $\mu$ g 的混合溶液。

色谱条件 以 5%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;柱温为 100 $^{\circ}$ C;进样体积 1 $\mu$ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,二氧六环峰与吡啶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,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按外标法以峰面积计算,二氧六环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,含水分不得过 3.0%。

降压物质 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射 1mg,应符合规定。(供注射用)

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸表柔比星中含内毒素的量应小于 1.1EU。(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** 取盐酸表柔比星对照品,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。

**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】** 抗肿瘤抗生素类药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

**【制剂】** 注射用盐酸表柔比星

## 注射用盐酸表柔比星

Zhusheyong Yansuan Biaoroubixing

### Epirubicin Hydrochloride for Injection

本品为盐酸表柔比星加适宜赋形剂或(和)抑菌剂制成的无菌冻干品,按平均含量或平均装量计算,含盐酸表柔比星( $C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为红色或橙红色疏松块状物或粉末;有引湿性。

**【鉴别】** 取本品适量,照盐酸表柔比星项下的鉴别(1)、(4)项试验,显相同的结果。

**【检查】 酸度** 取本品适量,加水制成每 1ml 中含盐酸表柔比星 2mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.0。

**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 2mg 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。

**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 中约含盐酸表柔比星 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 中约含盐酸表柔比星 5 $\mu$ 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** 见盐酸表柔比星有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰(如含羟苯甲酯应除外),多柔比星酮按校正后的峰面积计算(乘以校正因子 0.7)不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),多柔比星峰面积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 0.8 倍(0.8%),各杂质峰面积(多柔比星酮按校正后的峰面积计算)的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(2.5%)。

**羟苯甲酯** 如使用羟苯甲酯作为抑菌剂,照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 见含量测定项下供试品溶液。

**对照品溶液** 取羟苯甲酯对照品适量,精密称定,加流动

相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ 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** 精密量取供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** 供试品中如含羟苯甲酯,应为标示量的 80.0%~120.0%(10mg 规格每瓶含羟苯甲酯 2mg;50mg 规格每瓶含羟苯甲酯 10mg)。

**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%。

**含量均匀度**(10mg 规格) 以含量测定项下测得的每瓶含量计算,应符合规定(通则 0941)。

**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。

**降压物质与细菌内毒素** 照盐酸表柔比星项下的方法检查,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** 取本品 10 瓶(10mg 规格),分别加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸表柔比星 0.1mg 的溶液,或取本品装量差异项下的内容物(50mg 规格),精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含盐酸表柔比星 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** 见盐酸表柔比星含量测定项下。

**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。按外标法以峰面积分别计算每瓶的含量,并求出 10 瓶的平均含量(10mg 规格)或计算每 1mg 中盐酸表柔比星的含量(50mg 规格)。

**【类别】** 同盐酸表柔比星。

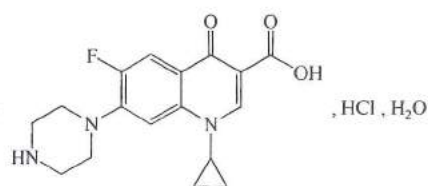
**【规格】** (1)10mg (2)50mg

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。

## 盐酸环丙沙星

Yansuan Huanbingshaxing

### Ciprofloxacin Hydrochloride



$C_{17}H_{18}FN_3O_3 \cdot HCl \cdot H_2O$  385.82

本品为 1-环丙基-6-氟-1,4-二氢-4-氧代-7-(1-哌嗪基)-3-喹啉羧酸盐一水合物。按无水、无溶剂物计算,含



$C_{17}H_{18}FN_3O_3$  不得少于 88.5%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末；几乎无臭。

本品在水中溶解，在甲醇或乙醇中极微溶解；在丙酮、乙酸乙酯或二氯甲烷中几乎不溶。

【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 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 环丙沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解，用乙醇稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 1mg 的溶液。

对照品溶液 取环丙沙星对照品适量，加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 环丙沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解，用乙醇稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 1mg 的溶液。

系统适用性溶液 取环丙沙星对照品与氧氟沙星对照品适量，加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 环丙沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解，用乙醇稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 1mg 与氧氟沙星 1mg 的混合溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板，以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(5:6:2)为展开剂。

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，取出，晾干，置紫外光灯 254nm 或 365nm 下检视。

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。

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 647 图)一致。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 酸度 取本品，加水制成每 1ml 中含 25mg 的溶液，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 3.0~4.5。

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；如显色，与黄色或黄绿色 4 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 中约含环丙沙星 0.5mg 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 中约含环丙沙星 1μg 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 0.6ml 与水适量使溶解，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取 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 取氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质 I 对照品各适量，加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 5μg、环丙沙星 0.5mg 和杂质 I 10μg 的混合溶液。

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 中约含环丙沙星 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 0.025mol/L 磷酸溶液-乙腈(87:13)(用三乙胺调节 pH 值至 3.0±0.1)为流动相 A，以乙腈为流动相 B，按下表进行线性梯度洗脱；流速为每分钟 1.5ml；检测波长为 278nm 和 262nm；进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
16	100	0
53	40	60
54	100	0
65	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图(278nm)中，环丙沙星峰的保留时间约为 12 分钟，氧氟沙星峰与环丙沙星峰和环丙沙星峰与杂质 I 峰间的分离度均应符合要求。灵敏度溶液色谱图(278nm)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 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(262nm)按外标法以峰面积计算，不得过 0.3%。杂质 B、C、D 和 E(278nm)按校正后的峰面积计算(分别乘以校正因子 0.7、0.6、1.4 和 6.7)，均不得大于对照溶液主峰面积(0.2%)；其他单个杂质(278nm)峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%)；各杂质(278nm)校正后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。杂质 E、杂质 B、杂质 C、杂质 I 和杂质 D 峰的相对保留时间分别约为 0.3、0.6、0.7、1.1 和 1.2。

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 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 取甲苯和乙醇各适量，精密称定，用水定量稀释制成每 1ml 中含甲苯 0.05mg 和乙醇 0.1mg 的混合溶液，精密量取 5ml，置顶空瓶中，密封。

色谱条件 以 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱；柱温为 50℃；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，乙醇峰与甲苯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，甲苯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 1)测定，含水量应为 4.7%~6.7%。



**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。

**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 中约含环丙沙星 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取环丙沙星对照品, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 0.1mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质 I 对照品各适量, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 5 $\mu$ g、环丙沙星 0.1mg 和杂质 I 10 $\mu$ 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 0.025mol/L 磷酸溶液-乙腈(87:13)(用三乙胺调节 pH 值至 3.0 $\pm$ 0.1) 为流动相; 流速为每分钟 1.5ml; 检测波长为 278nm; 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, 环丙沙星峰的保留时间约为 12 分钟, 氧氟沙星峰与环丙沙星峰和环丙沙星峰与杂质 I 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供试品中  $C_{17}H_{18}FN_3O_3$  的含量。

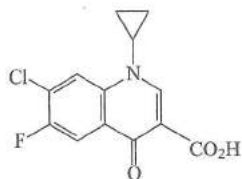
**【类别】** 喹诺酮类抗菌药。

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

**【制剂】** (1) 盐酸环丙沙星片 (2) 盐酸环丙沙星胶囊 (3) 盐酸环丙沙星滴眼液

附:

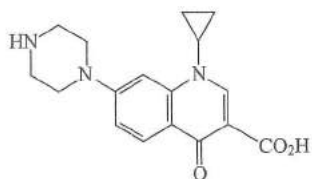
#### 杂质 A



$C_{15}H_9ClFNO_3$  281.68

7-氯-1-环丙基-6-氟-4-氧代-1,4-二氢喹啉-3-羧酸

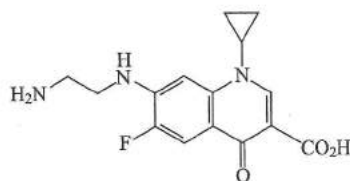
#### 杂质 B



$C_{17}H_{19}N_3O_3$  313.35

1-环丙基-4-氧代-7-(1-哌嗪基)-1,4-二氢喹啉-3-羧酸

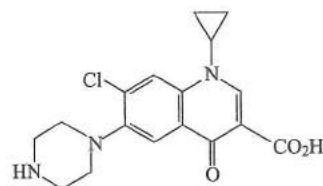
#### 杂质 C



$C_{15}H_{16}FN_3O_3$  305.30

7-[(2-氨基乙基)氨基]-1-环丙基-6-氟-4-氧代-1,4-二氢喹啉-3-羧酸

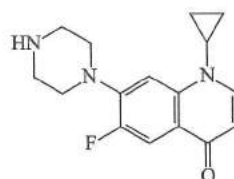
#### 杂质 D



$C_{17}H_{18}ClN_3O_3$  347.80

7-氯-1-环丙基-4-氧代-6-(1-哌嗪基)-1,4-二氢喹啉-3-羧酸

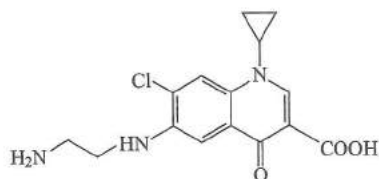
#### 杂质 E



$C_{16}H_{18}FN_3O$  287.33

1-环丙基-6-氟-7-(哌嗪 1-基)喹啉-4-(1H)酮

#### 杂质 I



$C_{15}H_{16}ClN_3O_3$  321.76

1-环丙基-7-氯-6-[(2-氨基乙基)氨基]-4-氧代-1,4-二氢喹啉-3-羧酸

## 盐酸环丙沙星片

Yansuan Huanbingshaxing Pian

Ciprofloxacin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸环丙沙星按环丙沙星( $C_{17}H_{18}FN_3O_3$ )计算应

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,除去包衣后显白色至微黄色。

**【鉴别】** (1)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 环丙沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 1mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照盐酸环丙沙星项下的鉴别(1)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,加水振摇,滤过,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 中约含环丙沙星 0.5mg 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 中约含环丙沙星 1 $\mu$ 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 中约含环丙沙星 0.1 $\mu$ 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 见盐酸环丙沙星有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 A(262nm)按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.3%;杂质 C(278nm)按校正后的峰面积计算(乘以校正因子 0.6),不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%);杂质 B、D 和 E(278nm)按校正后的峰面积计算(分别乘以校正因子 0.7、1.4 和 6.7),均不得大于对照溶液主峰面积(0.2%);其他单个杂质(278nm)峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%);各杂质(278nm)校正后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。

**测定法** 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 中含环丙沙星 5.5 $\mu$ g 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,按  $C_{17}H_{18}FN_3O_3$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 1278 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(约相当于环丙沙星 0.2g),置 200ml 量瓶中,加流动相

适量振摇使溶解并稀释至刻度,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** 见盐酸环丙沙星含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸环丙沙星。

**【规格】** 按  $C_{17}H_{18}FN_3O_3$  计 (1)0.25g (2)0.5g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸环丙沙星胶囊

Yansuan Huanbingshaxing Jiaonang

### Ciprofloxacin Hydrochloride Capsules

本品含盐酸环丙沙星按环丙沙星( $C_{17}H_{18}FN_3O_3$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品内容物为白色至微黄色颗粒或粉末。

**【鉴别】** (1)称取本品内容物适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 环丙沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 1mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照盐酸环丙沙星项下的鉴别(1)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)取本品内容物适量,加水振摇,滤过,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 中约含环丙沙星 0.5mg 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 中约含环丙沙星 1 $\mu$ 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 中约含环丙沙星 0.1 $\mu$ 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 见盐酸环丙沙星有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质 A(262nm)按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.3%;杂质 C(278nm)按校正后的峰面积计算(乘以校正因子 0.6),不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%);杂质 B、D 和 E(278nm)按校正后的峰面积计算(分别乘以校正因子 0.7、1.4 和 6.7),均不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%);其他单个杂质(278nm)峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%);各杂质(278nm)校正后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。

**测定法** 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 100ml 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 277nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{17}H_{18}FN_3O_3$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 1278 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(约相当于环丙沙星 0.2g),置 200ml 量瓶中,加流动相适量振摇溶解并稀释至刻度,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** 见盐酸环丙沙星含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸环丙沙星。

**【规格】** 0.25g(按  $C_{17}H_{18}FN_3O_3$  计)

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸环丙沙星滴眼液

Yansuan Huanbingshaxing Diyanye

### Ciprofloxacin Hydrochloride Eye Drops

本品含盐酸环丙沙星按环丙沙星( $C_{17}H_{18}FN_3O_3$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

本品可加适量的防腐剂。

**【性状】** 本品为无色至微黄色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品适量,用乙醇稀释制成每 1ml 中含环丙沙星 1mg 的溶液,作为供试品溶液,照盐酸环丙沙星项下的鉴别(1)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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

**【检查】 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 15ml,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 0.45mg 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 中约含环丙沙星 0.9 $\mu$ 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 中约含环丙沙星 0.1 $\mu$ 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** 见盐酸环丙沙星有关物质项下。

**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 0.2 的峰和羟苯乙酯峰(相对保留时间约为 2.75)外],杂质 A(262nm)按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.3%;杂质 C(278nm)按校正后的峰面积计算(乘以校正因子 0.6),不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%);杂质 B、D 和 E(278nm)按校正后的峰面积计算(分别乘以校正因子 0.7、1.4 和 6.7),均不得大于对照溶液主峰面积(0.2%);其他单个杂质(278nm)峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%);各杂质(278nm)校正后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** 取本品,即得。

**对照品溶液** 取苯扎溴铵对照品适量,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。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.005mol/L 的醋酸铵溶液(每 1000ml 中含三乙胺 10ml,用冰醋酸调节 pH 值至 5.0 $\pm$ 0.5)-乙腈(35:65)为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 苯扎溴铵峰的拖尾因子应小于 1.5。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

**限度** 供试品中如含苯扎溴铵,按外标法以峰面积计算,应为标示量的 80.0%~120.0%。

**羟苯乙酯** 如使用羟苯乙酯作为防腐剂,照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 精密量取本品 3ml,用水定量稀释制成每 1ml 中约含羟苯乙酯 15 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取羟苯乙酯对照品适量,精密称定,加水适量,在水浴中加热溶解,放冷,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取羟苯甲酯对照品、羟苯乙酯对照品与羟苯丙酯对照品适量,加水适量,在水浴中加热溶解,放冷,用水稀释制成每 1ml 中分别约含 15 $\mu$ 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 0.005mol/L 的醋酸铵溶液(每 1000ml 中含三乙胺 10ml,用冰醋酸调节 pH 值至 5.0 $\pm$ 0.5)-乙腈(50:50)为流动相;检测波长为 256nm;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,羟苯甲酯峰、羟苯乙酯峰与羟苯丙酯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。

**限度** 供试品中如含羟苯乙酯,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 3ml(约相当于环丙沙星 9mg),置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取环丙沙星对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 0.09mg 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** 见盐酸环丙沙星含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸环丙沙星。

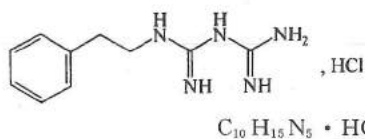
**【规格】** 按  $C_{17}H_{18}FN_3O_3$  计 (1)5ml:15mg  
(2)8ml:24mg

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 盐酸苯乙双胍

Yansuan Benyishuanggua

Phenformin Hydrochloride



本品为 1-(2-苯乙基)双胍盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{10}H_{15}N_5 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 174~178℃。

**【鉴别】** (1)取本品的水溶液(1→20)2ml,加硫酸铜铵试液 2 滴,即生成紫红色沉淀。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 234nm 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 363 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 0.20g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.0~7.0。

**有关物质** 照纸色谱法(通则 0501)试验。

**供试品溶液** 取本品 1.0g,置 10ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 采用色谱滤纸条(7.5cm×50cm),以乙酸乙酯-乙醇-水(6:3:1)为展开剂。

**测定法** 精密吸取供试品溶液 0.2ml,分别点于两张滤纸条上,并以甲醇作空白点于另一滤纸条上,样点直径均为 0.5~

1cm;照下行法,将上述滤纸条同置展开室内,展开至前沿距下端约 7cm 处,取出,晾干,用显色剂(取 10%铁氰化钾溶液 1ml,加 10%亚硝基铁氰化钠溶液与 10%氢氧化钠溶液各 1ml,摇匀,放置 15 分钟,加水 10ml 与丙酮 12ml,混匀)喷其中一张点样纸条(有关双胍显红色带, $R_f$ 值约为 0.1),参照此色谱带,在另一张点样纸条及空白纸条上,剪取其相应部分并向外延伸 1cm,并分剪成碎条,精密量取甲醇各 20ml,分别进行萃取,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。

**限度** 吸光度不得过 0.48。

**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 0.1g,精密称定,加冰醋酸 20ml 使溶解,加醋酐 20ml,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 12.09mg 的  $C_{10}H_{15}N_5 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 降血糖药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 盐酸苯乙双胍片

## 盐酸苯乙双胍片

Yansuan Benyishuanggua Pian

Phenformin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸苯乙双胍( $C_{10}H_{15}N_5 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色片。

**【鉴别】** (1)取本品 20 片,研细,加水 10ml,振摇使盐酸苯乙双胍溶解,滤过,滤液照盐酸苯乙双胍项下的鉴别(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。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】** 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,取细粉适量(约相当于盐酸苯乙双胍 50mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸苯乙双胍溶解,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 中约含盐酸苯乙双胍 50μg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸苯乙双胍对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 10mmol/L 磷酸二氢铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.5)-甲醇



(75 : 25) 为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按苯乙双胍峰计算不低于 1500,苯乙双胍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】 同盐酸苯乙双胍。

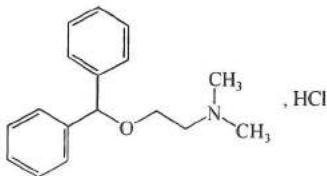
【规格】 25mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸苯海拉明

Yansuan Benhailaming

Diphenhydramine Hydrochloride



$C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$  291.82

本品为 *N,N*-二甲基-2-(二苯基甲氧基)乙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在乙醇或三氯甲烷中易溶,在丙酮中略溶,在乙醚中极微溶解。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 167~171℃。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加硫酸 1 滴,初显黄色,随即变成橙红色;滴加水,即成白色乳浊液。

(2)取本品,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 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 253nm 与 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 365 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】 **溶液的澄清度与颜色** 取本品 1.0g,加新沸的冷水 20ml 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。

**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 2.5mg 的溶液。

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

**系统适用性溶液** 取二苯酮 5mg,置 100ml 量瓶中,加乙腈 5ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀;另取盐酸苯海拉明 5mg,置 10ml 量瓶中,加上述二苯酮溶液 1ml,用水稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用氨基键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-三乙胺

(50 : 50 : 0.5)(用冰醋酸调节 pH 值至 6.5)为流动相;检测波长为 258nm;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,理论板数按苯海拉明峰计算不低于 5000,苯海拉明峰与二苯酮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 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** 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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸苯海拉明对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 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】 抗组胺药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸苯海拉明片 (2)盐酸苯海拉明注射液

## 盐酸苯海拉明片

Yansuan Benhailaming Pian

Diphenhydramine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸苯海拉明( $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品,除去包衣,研细,取适量(约相当于盐酸苯海拉明 0.1g),用三氯甲烷 10ml 振摇提取,滤过;滤液置水浴上蒸干,残渣在 80℃ 干燥后,照盐酸苯海拉明项下的鉴别(1)、(4)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(约相当于盐酸苯海拉明 25mg),置 10ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸苯海拉明溶解并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盐酸苯海拉明有关物质项下。

**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%)。

**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,依法操作,经45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** 取盐酸苯海拉明对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含50μg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,除去包衣后精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸苯海拉明50mg),置100ml量瓶中,加水适量振摇使盐酸苯海拉明溶解并稀释至刻度,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** 见盐酸苯海拉明含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸苯海拉明。

**【规格】** 25mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸苯海拉明注射液

Yansuan Benhailaming Zhushuye

### Diphenhydramine Hydrochloride Injection

本品为盐酸苯海拉明的灭菌水溶液。含盐酸苯海拉明( $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$ )应为标示量的95.0%~105.0%。

**【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** 取本品,用流动相稀释制成每1ml中约含盐酸苯海拉明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。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法

见盐酸苯海拉明有关物质项下。

**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%)。

**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(约相当于盐酸苯海拉明50mg),置100ml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** 见盐酸苯海拉明含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸苯海拉明。

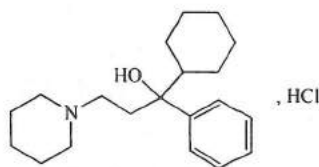
**【规格】** 1ml:20mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸苯海索

Yansuan Benhaisuo

### Trihexyphenidyl Hydrochloride



$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$  337.93

本品为(±)-α-环己基-α-苯基-1-哌啶丙醇盐酸盐。按干燥品计算,含 $C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$ 不得少于98.0%。

**【性状】** 本品为白色轻质结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇、乙醇或三氯甲烷中溶解,在水中微溶。

**【鉴别】** (1)取本品约0.1g,加微温的乙醇5ml溶解后,滴加氢氧化钠试液至遇石蕊试纸显碱性反应,析出的沉淀用乙醇重结晶,干燥后,依法测定(通则0612),熔点为112~116℃。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集366图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则0301)。

**【检查】 旋光度** 取本品,精密称定,加甲醇-二氯甲烷(20:80)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°。

**含氯量** 取本品约0.6g,精密称定,加甲醇50ml、冰醋酸5ml与水5ml溶解后,加曙红钠指示液3滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至迅速变红且生成红色混悬液。每1ml硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于3.545mg的Cl。按干燥品计算,含氯量应为10.3%~10.7%。

**酸度** 取本品0.50g,加水50ml,加热至约80℃,振摇使溶解,放冷,依法测定(通则0631),pH值应为5.0~6.0。

**哌啶苯丙酮** 取本品0.10g,加水40ml,与盐酸溶液(9→100)1ml,加热使溶解,放冷,加水至100ml,摇匀,照紫外-可见



分光光度法(通则 0401),在 247nm 的波长处测定,吸光度不得大于 0.50。

**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** 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以 0.1% 三乙胺溶液(用磷酸调节 pH 值至 4.0)-乙腈(70:30)为流动相,检测波长为 210nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按苯海索峰计算不低于 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(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,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,加无水甲酸 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 33.79mg 的  $C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$ 。

**【类别】** 抗帕金森病药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 盐酸苯海索片

## 盐酸苯海索片

Yansuan Benhaisuo Pian

### Trihexyphenidyl Hydrochloride Tablets

本品含盐酸苯海索( $C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸苯海索 20mg),加水 20ml,振摇使盐酸苯海索溶解,滤过,滤液分为两份:一份中加三硝基苯酚试液,即生成黄色沉淀;另一份中加 20%氢氧化钠溶液,生成白色沉淀。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品细粉适量,加三氯甲烷使盐酸苯海索溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液,滤过。

**对照品溶液** 取盐酸苯海索对照品,加三氯甲烷使溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇(9:1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以稀碘化铋钾试液显色。

**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)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** 取本品细粉适量,加流动相适量振摇使盐酸苯海索溶解并稀释制成每 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、系统适用性要求与测定法** 见盐酸苯海索有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,扣除相对保留时间约为 0.2 以前的峰,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 25ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸苯海索溶解,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 第一法)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** 取溶出液约 10ml,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸苯海索对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 4 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 50 $\mu$ 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,精密称取细粉适量(约相当于盐酸苯海索 4mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸苯海索溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸苯海索对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 80 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。进样体积 10 $\mu$ 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】 同盐酸苯海索。

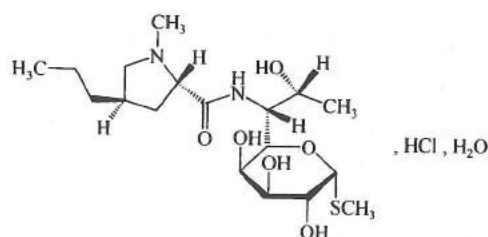
【规格】 2mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸林可霉素

Yansuan Linkemeisu

Lincomycin Hydrochloride



$C_{18}H_{34}N_2O_6S \cdot HCl \cdot H_2O$  461.02

本品为 6-(1-甲基-反-4-丙基-L-2-吡咯烷甲酰氨基)-1-硫代-6,8-二脱氧-D-赤式- $\alpha$ -D-半乳辛吡喃糖甲苷盐酸盐一水合物。按无水物计算,含林可霉素( $C_{18}H_{34}N_2O_6S$ )不得少于 82.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末,有微臭或特殊臭。

本品在水或甲醇中易溶,在乙醇中略溶。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加甲醇制成每 1ml 中约含林可霉素 10mg 的溶液。

对照品溶液 取林可霉素对照品适量,加甲醇制成每 1ml 中约含林可霉素 10mg 的溶液。

系统适用性溶液 取林可霉素对照品与克林霉素对照品适量,加甲醇制成每 1ml 中各约含 10mg 的混合溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-甲酸(1.5:1)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,展开后,晾干,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)本品的红外光吸收图谱应与林可霉素对照品的图谱一致(糊法)(通则 0402)。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **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 3.0~5.5。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 5 份,各 2.0g,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;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,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 中约含林可霉素 4mg 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 硼砂溶液(用 85%磷酸溶液调节 pH 值至 6.1)-甲醇(1:1)为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 供试品溶液色谱图中,林可霉素峰保留时间约为 16 分钟,林可霉素峰与林可霉素 B 峰(与林可霉素峰相对保留时间约为 0.4~0.7)间的分离度应大于 2.6。林可霉素峰与相邻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,除林可霉素 B 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 2 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

**林可霉素 B** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于林可霉素 50mg),精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 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,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中,林可霉素 B 的峰面积不得过林可霉素与林可霉素 B 峰面积和的 5.0%。

**水分** 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量应为 3.0%~6.0%。

**炽灼残渣** 不得过 0.5%(通则 0841)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 林可霉素中含内毒素的量应小于 0.50EU。(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 见林可霉素 B 项下。

对照品溶液 取林可霉素对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 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供试品中  $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  的含量。

【类别】 抗生素类药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸林可霉素片 (2)盐酸林可霉素注射液 (3)盐酸林可霉素胶囊 (4)盐酸林可霉素滴耳液 (5)盐酸林可霉素滴眼液

## 盐酸林可霉素片

Yansuan Linkemeisu Pian

### Lincomycin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸林可霉素按林可霉素( $C_{18}H_{34}N_2O_6S$ )计算,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;除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉,加甲醇适量(每 10mg 林可霉素加甲醇 1ml),振摇 2~3 分钟,静置,取上清液作为供试品溶液,照盐酸林可霉素项下鉴别(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)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 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 中约含林可霉素 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 见盐酸林可霉素有关物质项下。

林可霉素 B 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(约相当于林可霉素 0.2g);如为糖衣片,取 4 片,全部研细。加 80%乙醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 10mg 的溶液,滤过,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 2mg 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见盐酸林可霉素林可霉素 B 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】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 见林可霉素 B 项下。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸林可霉素含量测定项下。

【类别】 同盐酸林可霉素。

【规格】 按  $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  计 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸林可霉素注射液

Yansuan Linkemeisu Zhushhey

### Lincomycin Hydrochloride Injection

本品为盐酸林可霉素的灭菌水溶液。含林可霉素( $C_{18}H_{34}N_2O_6S$ )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)取本品和林可霉素对照品适量,分别加甲醇制成每 1ml 中约含林可霉素 10mg 的溶液,作为供试品溶液和对照品溶液,照盐酸林可霉素项下鉴别(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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 pH 值 取本品,加水制成每 1ml 中含林可霉素 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~5.5。

颜色 本品应无色,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。

供试品溶液 取本品,用流动相稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 4mg 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 硼砂溶液(用 85%磷酸溶液调节 pH 值至 5.0)-甲醇-乙腈(67:33:2)为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 供试品溶液色谱图中,林可霉素峰保留时间约为 16 分钟,林可霉素峰与林可霉素 B 峰(与林可霉素峰相对保留时间约为 0.4~0.7)的分离度应不小于 2.6。林可霉素峰与相邻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,除林可霉素 B 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 2 倍(2.0%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

林可霉素 B 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 中含林可霉素 2mg 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,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中,林可霉素 B 的峰面积不得过林可霉素与林可霉素 B 峰面积和的 5.0%。

苯甲醇 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,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 4mg 的溶液。

对照品溶液 取苯甲醇适量,精密称定,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.13mg 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。

限度 按外标法以峰面积计算,每 1ml 本品中含苯甲醇不得过 9.45mg。

细菌内毒素 照盐酸林可霉素项下的方法检查,应符合规定。

无菌 取本品,用适宜溶剂稀释后,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。

对照品溶液 取林可霉素对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 2mg 的溶液,摇匀。

供试品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见林可霉素 B 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  $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  的含量。

【类别】 同盐酸林可霉素。

【规格】 按  $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  计 (1) 1ml : 0.2g (2) 1ml : 0.3g (3) 2ml : 0.3g (4) 2ml : 0.6g (5) 4ml : 1.2g (6) 10ml : 3g

【贮藏】 密闭保存。

## 盐酸林可霉素胶囊

Yansuan Linkemeisu Jiaonang

Lincomycin Hydrochloride Capsules

本品含盐酸林可霉素按林可霉素( $C_{18}H_{34}N_2O_6S$ )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结晶性粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量,加甲醇制成每 1ml 中约含林可霉素 10mg 的溶液,振摇 2~3 分钟,静置,取上清液作为供试品溶液,照盐酸林可霉素项下鉴别(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)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 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 中约含林可霉素 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 见盐酸林可霉素有关物质项下。

林可霉素 B 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(约相当于林可霉素 0.2g),加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见盐酸林可霉素林可霉素 B 项下。

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 7.0%。

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。

供试品溶液 见林可霉素 B 项下。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸林可霉素含量测定项下。

【类别】 同盐酸林可霉素。

【规格】 按  $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  计 (1) 0.25g (2) 0.5g

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸林可霉素滴耳液

Yansuan Linkemeisu Di'erye

Lincomycin Hydrochloride Ear Drops

本品含盐酸林可霉素按林可霉素( $C_{18}H_{34}N_2O_6S$ )计算,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)取本品与林可霉素对照品各适量,分别加甲醇制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,作为供试品溶液和对照品溶液;照盐酸林可霉素项下鉴别(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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。



【检查】 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 中约含林可霉素 8mg 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。

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 中约含林可霉素 4 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 pH 6.1 缓冲液(取磷酸 34g,溶于 900ml 水中,用浓氨溶液调节 pH 值至 6.1,加水稀释至 1000ml)-甲醇-乙腈(77:8:15)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 供试品溶液色谱图中,林可霉素峰与相对保留时间约为 0.72 的色谱峰间的分离度应大于 5.0。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 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除辅料峰(相对保留时间在 0.27 以前的色谱峰)与林可霉素 B(相对保留时间约为 0.53)峰外,与林可霉素峰相对保留时间约为 0.72 的色谱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(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 2 倍(2.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

林可霉素 B 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 中约含林可霉素 1mg 的溶液,摇匀。

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,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中,林可霉素 B 峰面积不得过林可霉素与林可霉素 B 峰面积之和的 5.0%。

其他 应符合滴耳剂项下有关各项规定(通则 0126)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取林可霉素对照品适量,精密称定,加流动相定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 1mg 的溶液,摇匀。

供试品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见林可霉素 B 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  $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  的含量。

【类别】 同盐酸林可霉素。

【规格】 8ml:180mg(按  $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  计)

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗处保存。

## 盐酸林可霉素滴眼液

Yansuan Linkemeisu Diyanye

### Lincomycin Hydrochloride Eye Drops

本品含盐酸林可霉素按林可霉素( $C_{18}H_{34}N_2O_6S$ )计算,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)取本品与林可霉素对照品适量,分别加甲醇制成每 1ml 中约含林可霉素 10mg 的溶液,作为供试品溶液和对照品溶液,照盐酸林可霉素项下鉴别(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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 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 中约含林可霉素 8mg 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。

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 中约含林可霉素 4 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 pH 6.1 缓冲液(取磷酸 34g,溶于 900ml 水中,用浓氨溶液调节 pH 值至 6.1,加水稀释至 1000ml)-甲醇-乙腈(77:8:15)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 供试品溶液色谱图中,林可霉素峰与相对保留时间约为 0.72 的色谱峰间的分离度应大于 5.0。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 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除辅料峰(相对保留时间在 0.27 以前的色谱峰)、林可霉素 B 峰(相对保留时间约为 0.53)、苯甲酸峰、苯扎溴铵峰与羟苯乙酯峰(必要时,可用苯甲酸钠、苯扎溴铵和羟苯乙酯定位)外,与林可霉素峰相对保留时间约为 0.72 的色谱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(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 2 倍(2.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

林可霉素 B 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 中约含林可霉素 1mg 的溶液,摇匀。

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,注入液相色谱仪,记录色谱图。

限度 供试品溶液色谱图中,林可霉素 B 的峰面积不得过林可霉素与林可霉素 B 峰面积和的 5.0%。

苯甲酸钠、苯扎溴铵与羟苯乙酯 如使用苯甲酸钠、苯扎溴铵与羟苯乙酯作为防腐剂,照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取苯甲酸钠、苯扎溴铵或羟苯乙酯对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含苯甲酸钠 8mg、苯扎溴铵 0.1mg 或羟苯乙酯 0.25mg 的溶液。

供试品溶液与色谱条件 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。

限度 供试品中如含苯甲酸钠、苯扎溴铵或羟苯乙酯,按外标法以峰面积计算,均应为标示量的 80.0%~120.0%。

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。

其他 应符合眼用制剂项下有关各项规定(通则 0105)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

对照品溶液 取林可霉素对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 1mg 的溶液,摇匀。

供试品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见林可霉素 B 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  $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  的含量。

【类别】 同盐酸林可霉素。

【规格】 8ml : 0.2g (按  $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  计)

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗处保存。

本品为 5-甲基-1-苯基-3,4,5,6-四氢-1H-2,5-氧氮苯并辛因盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{19}NO \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中略溶,在乙醇中微溶。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加硫酸 1ml,溶液显橘红色,加硝酸 1 滴,溶液即显紫红色;另取本品约 10mg,加硫酸 1ml 与甲醛溶液 1 滴,溶液即显棕褐色。

(2)取本品,加无水乙醇制成每 1ml 中含 0.15mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 266nm 与 274nm 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 367 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】 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 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;以庚烷磺酸钠溶液(取庚烷磺酸钠 2.02g,加水 900ml 使溶解,加三乙胺 2ml,用稀磷酸调节 pH 值至 3.0,加水至 1000ml)-乙腈(70 : 30)为流动相;检测波长为 215nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按奈福泮峰计算不低于 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 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二十。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加冰醋酸 30ml,微温使溶解,放冷,加醋酐 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 28.98mg 的  $C_{17}H_{19}NO \cdot HCl$ 。

【类别】 镇痛药。

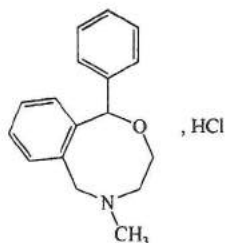
【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)盐酸奈福泮片 (2)盐酸奈福泮注射液 (3)盐酸奈福泮胶囊

## 盐酸奈福泮

Yansuan Naifupan

Nefopam Hydrochloride



$C_{17}H_{19}NO \cdot HCl$  289.80



## 盐酸奈福泮片

Yansuan Naifupan Pian

## Nefopam Hydrochloride Tablets

本品含盐酸奈福泮( $C_{17}H_{19}NO \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸奈福泮 10mg),加硫酸 1ml,溶液显黄色,加硝酸 1 滴即显红色。

(2)取本品的细粉适量(约相当于盐酸奈福泮 10mg),加硫酸 1ml 与甲醛溶液 1 滴,即显棕褐色。

(3)取本品的细粉适量,加无水乙醇制成每 1ml 中含 0.15mg 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 266nm 与 274nm 的波长处有最大吸收。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(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 第二法)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 30 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,弃去初滤液 15ml,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸奈福泮对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 $\mu$ g(20mg 规格)或 30 $\mu$ 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 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(约相当于盐酸奈福泮 20mg),加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸奈福泮 40 $\mu$ g 的溶液,取适量离心,取上清液。

对照品溶液 取盐酸奈福泮对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以庚烷磺酸钠溶液(取庚烷磺酸钠 2.02g,加水 900ml 使溶解,加三乙胺 2ml,用稀磷酸调节 pH 值至 3.0,加水至 1000ml)-乙腈(70:30)为流动相;检测波长为 215nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按盐酸奈福泮峰计算不低于 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】 同盐酸奈福泮。

【规格】 (1)20mg (2)30mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸奈福泮注射液

Yansuan Naifupan Zhushhey

## Nefopam Hydrochloride Injection

本品为盐酸奈福泮的灭菌水溶液。含盐酸奈福泮( $C_{17}H_{19}NO \cdot HCl$ )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 0.5ml,加碘化钾试液或氯化汞试液 1 滴,即生成白色沉淀。

(2)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【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 取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸奈福泮 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 中约含盐酸奈福泮 10 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-三乙胺[(38:62:0.5),用冰醋酸调节 pH 值至 4.2]为流动相;检测波长为 267nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按奈福泮峰计算不低于 1500。奈福泮峰与相邻杂质峰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,除相对保留时间小于 0.30 的色谱峰外,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸奈福泮中含内毒素的量应小于 7.5EU。

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(约相当于盐酸奈福泮 20mg),置 100ml 量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸奈福泮对照品,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸奈福泮 0.2mg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 267nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸奈福泮。

【规格】 (1)1ml:20mg (2)2ml:20mg (3)2ml:100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。



## 盐酸奈福泮胶囊

Yansuan Naifupan Jiaonang

## Nefopam Hydrochloride Capsules

本品含盐酸奈福泮( $C_{17}H_{19}NO \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸奈福泮 10mg),加硫酸 1ml,溶液显黄色,加硝酸 1 滴即显红色。另取本品内容物适量(约相当于盐酸奈福泮 10mg),加硫酸 1ml 与甲醛溶液 1 滴,即显棕褐色。

(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(约相当于盐酸奈福泮 10mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,振摇使盐酸奈福泮溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 与 274nm 的波长处有最大吸收。

(4)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 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 以水 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 10ml,离心,取上清液。

对照品溶液 取盐酸奈福泮对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ 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 精密量取供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度。

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,加水适量,振摇使盐酸奈福泮溶解,用水稀释至刻度,摇匀,取适量离心,精密量取上清液 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸奈福泮对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.01mol/L 庚烷磺酸钠溶液(取庚烷磺酸钠 2.02g,加水 900ml 使溶解,加三乙胺 2ml,用稀磷酸调节 pH 值至 3.0,用水稀释至 1000ml)-乙腈(70:30)为流动相;检测波长为 215nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按奈福泮峰计算不低于 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粒的含量,并求得 10 粒的平均含量。

【类别】 同盐酸奈福泮。

【规格】 20mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸非那吡啶

Yansuan Feinabiding

## Phenazopyridine Hydrochloride



本品为 2,6-二氨基-3-(苯偶氮基)吡啶盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{11}H_{11}N_5 \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为淡红色或暗红色至暗紫色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水、甲醇或乙醇中微溶,在三氯甲烷中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加甲醛试液-硫酸(1:9) 1ml,溶液即显紫黑色。

(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。

(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)本品的水溶液显氯化物鉴别(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,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 2,6-二氨基吡啶对照品与苯胺对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 1 $\mu$ g 与 0.5 $\mu$ g 的混合溶液。

系统适用性溶液 取盐酸非那吡啶、2,6-二氨基吡啶与苯胺各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.5mg、1 $\mu$ g 与 0.5 $\mu$ 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;磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二铵 2.64g,加水 900ml 溶解后,用磷酸调节 pH 值至 3.0,加水使成 1000ml)-甲醇(50:50)为流动相;检测波长为 240nm;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,理论板数按非那吡啶峰计算不低于 2000,2,6-二氨基吡啶峰、苯胺峰与非那吡啶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 倍。



**限度** 供试品溶液色谱图中如有与 2,6-二氨基吡啶和苯胺保留时间一致的色谱峰,分别按外标法以峰面积计算,含 2,6-二氨基吡啶不得过 0.2%,含苯胺不得过 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(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%(通则 0831)。

**水中不溶物** 取本品 2.0g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加水 200ml,加热至沸使溶解,置水浴上加热 1 小时,趁热用经 105℃ 恒重的 4 号垂熔滤器滤过,滤渣用热水充分洗涤,在 105℃ 干燥至恒重,遗留残渣不得过 0.1%。

**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** 取盐酸非那吡啶对照品,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。

**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】** 尿路止痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

**【制剂】** 盐酸非那吡啶片

## 盐酸非那吡啶片

Yansuan Feinabiding Pian

Phenazopyridine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸非那吡啶( $C_{11}H_{11}N_5 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显褐红色至暗红色。

**【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,加硫酸乙醇溶液(1→360)溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸非那吡啶 5μg 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 239nm 与 392nm 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(约相当于盐酸非那吡啶 25mg),精密称定,置 50ml 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。

**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** 见盐酸非那吡啶有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与 2,6-二氨基吡啶和苯胺保留时间一致的色谱峰,分别按外标法以峰面积计算,含 2,6-二氨基吡啶不得过盐酸非那吡啶标示量的 0.2%,含苯胺不得过盐酸非那吡啶标示量的 0.1%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 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(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** 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 3ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸非那吡啶对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 6.7μg 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 422nm 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(约相当于盐酸非那吡啶 25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸非那吡啶溶解,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** 见盐酸非那吡啶含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸非那吡啶。

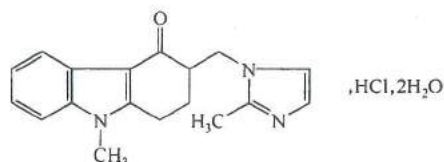
**【规格】** 0.1g

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

## 盐酸昂丹司琼

Yansuan Angdansiqiong

Ondansetron Hydrochloride



$C_{18}H_{19}N_3O \cdot HCl \cdot 2H_2O$  365.86

本品为 2,3-二氢-9-甲基-3-[(2-甲基咪唑-1-基)甲基]-4(1*H*)-呋唑酮盐酸盐二水合物。按无水物计算,含  $C_{18}H_{19}N_3O \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇中易溶,在水中略溶,在丙酮中微溶;在 0.1mol/L 盐酸溶液中略溶。

熔点 取本品,以五氧化二磷为干燥剂干燥 30 分钟后,依法测定(通则 0612),熔点为 175~180℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 5ml 使溶解,加稀碘化铋钾试液 1ml,即生成猩红色沉淀。

(2)取本品,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 248nm、267nm 与 310nm 的波长处有最大吸收,在 282nm 与 257nm 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 832 图)一致。

(4)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【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 4.0~5.5。

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 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。

色谱条件 用氰基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 磷酸二氢钠溶液(用氢氧化钠试液调节 pH 值至 5.4)-乙腈(50:50)为流动相;检测波长为 216nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按昂丹司琼峰计算不低于 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,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%)。

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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照品溶液 取甲苯与丙酮各适量,精密称定,加水定量稀释制成每 1ml 中约含 17.8 $\mu$ g 与 100 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 以 5%苯基-95%甲基聚硅氧烷毛细管柱为色谱柱;柱温为 50℃;进样体积 1~3 $\mu$ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,甲苯峰与丙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,甲苯与丙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,含水分应为 9.0%~10.5%。

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。

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 取盐酸昂丹司琼对照品,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。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。检测波长为 310nm。

测定法 精密量取供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。

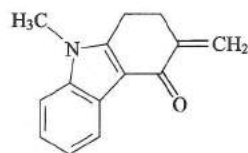
【类别】 抗肿瘤辅助药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸昂丹司琼片 (2)盐酸昂丹司琼注射液

附:

杂质 I



$C_{14}H_{13}NO$  211.26

9-甲基-3-亚甲基-2,3-二氢-1*H*-呋唑-4(9*H*)-酮

## 盐酸昂丹司琼片

Yansuan Angdansiqiong Pian

Ondansetron Hydrochloride Tablets

本品含盐酸昂丹司琼按昂丹司琼( $C_{18}H_{19}N_3O$ )计算,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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 248nm、267nm 与 310nm 的波长处有最大吸收,在 282nm 与 257nm 的波长处有最小吸收。

(3)取本品细粉适量,加水溶解后,滤过,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 取本品细粉适量(约相当于昂丹司琼 4mg),置 10ml 量瓶中,加流动相使盐酸昂丹司琼溶解并稀释至刻度,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 见盐酸昂丹司琼有关物质项下。

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的主峰面积(1.0%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液使盐酸昂丹司琼溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中(4mg 规格)或置 100ml 量瓶中(8mg 规格),用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 310nm 的波长处测定吸光度;另取盐酸昂丹司琼对照品,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含昂丹司琼 8μg 的溶液,同法测定。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 0.1mol/L 盐酸溶液 500ml(4mg 规格)或 1000ml(8mg 规格)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 取盐酸昂丹司琼对照品,精密称定,用 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含昂丹司琼 8μg 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 310nm 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(约相当于昂丹司琼 8mg),加流动相使盐酸昂丹司琼溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含昂丹司琼 80μg 的溶液,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 见盐酸昂丹司琼含量测定项下。

测定法 见盐酸昂丹司琼含量测定项下。并将结果乘以 0.8895。

【类别】 同盐酸昂丹司琼。

【规格】 按  $C_{18}H_{19}N_3O$  计 (1)4mg (2)8mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸昂丹司琼注射液

Yansuan Angdansiqiong Zhusheyey

### Ondansetron Hydrochloride Injection

本品为盐酸昂丹司琼的灭菌水溶液。含盐酸昂丹司琼按昂丹司琼( $C_{18}H_{19}N_3O$ )计算,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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 248nm、267nm 与 310nm 的波长处有最大吸收,在 282nm 与 257nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 3.0~4.0(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 中约含昂丹司琼 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 用氰基硅烷键合硅胶为填充剂(Kromasil CN 柱,4.6mm × 250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以 0.02mol/L 磷酸二氢钠溶液(用氢氧化钠试液调节 pH 值至 5.4)-乙腈(50:50)为流动相;检测波长为 216nm 和 328nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 昂丹司琼峰保留时间约为 11 分钟;理论板数按昂丹司琼峰计算不低于 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 5 倍。

限度 在 216nm 波长下,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(0.2%),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%)。在 328nm 波长下,盐酸昂丹司琼杂质 I(相对保留时间约为 0.6)的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(1.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 昂丹司琼中含内毒素的量应小于 9.9EU。

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 中约含昂丹司琼 80 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸昂丹司琼对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含昂丹司琼 80 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。检测波长为 310nm。

**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,并将结果乘以 0.8895。

**【类别】** 同盐酸昂丹司琼。

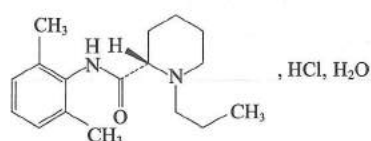
**【规格】** 按  $C_{18}H_{19}N_3O$  计 (1) 2ml : 4mg (2) 4ml : 8mg

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。

## 盐酸罗哌卡因

Yansuan Luopaikayin

### Ropivacaine Hydrochloride



$C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$  310.88

$C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl \cdot H_2O$  328.88

本品为 S-(一)-1-丙基-N-(2,6-二甲苯基)-2-哌啶甲酰胺盐酸盐一水合物或其无水物。按无水与无溶剂物计算,含  $C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$  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。

本品在乙醇中易溶,在水中溶解,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 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-6.5^{\circ}$  至  $-9.0^{\circ}$ 。

**【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 0.3mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 262nm 的波长处有最大吸收,在 270nm 的波长处有一肩峰。

(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) 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 0.50g,加水 50ml 溶解后,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 0.20g,加水 10ml 溶解后,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,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,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 2,6-二甲基苯胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸布比卡因与盐酸罗哌卡因各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 10 $\mu$ 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-磷酸盐缓冲液(取 1mol/L 磷酸二氢钠溶液 1.3ml,0.5mol/L 磷酸氢二钠溶液 32.5ml,加水至 1000ml,调节 pH 值至 8.0)(50 : 50)为流动相;检测波长为 240nm;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,布比卡因峰与罗哌卡因峰之间的分离度应大于 6.0,理论板数按罗哌卡因峰计算不低于 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** 供试品溶液色谱图中如有与布比卡因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 2 倍(0.2%);如有与 2,6-二甲基苯胺保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.001%,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(0.15%),杂质总量不得过 0.5%。

**右旋异构体** 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 0.1mg 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** 取右旋盐酸罗哌卡因对照品与盐酸罗哌卡因各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 0.05mg 的混合溶液。

**色谱条件** 用  $\alpha$ -酸糖蛋白柱(AGP, 4.0mm  $\times$  100mm, 5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以异丙醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 2.72g,加水 800ml 溶解,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.1,用水稀释至 1000ml)(10 : 90)为流动相;检测波长为 210nm;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,右旋盐酸罗哌卡因峰与盐酸罗哌卡因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旋盐酸罗哌卡因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 0.5 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 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、丙酮、异丙醇、三氯甲烷、甲苯与 *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 中含乙醇 500 $\mu$ g、丙酮 500 $\mu$ g、异丙醇 500 $\mu$ g、三氯甲烷 6 $\mu$ g、甲苯 89 $\mu$ g 与 *N,N*-二甲基甲酰胺 88 $\mu$ 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 10 分钟,以每分钟 10℃的速率升温至 240℃,维持 20 分钟;进样口温度为 220℃;检测器温度为 280℃;顶空瓶平衡温度为 110℃,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** 按外标法以峰面积计算,乙醇、丙酮、异丙醇、三氯甲烷、甲苯与 *N,N*-二甲基甲酰胺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,盐酸罗哌卡因一水合物含水分应为 5.0%~6.0%;盐酸罗哌卡因无水物含水分不得过 2.0%。

**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十。

**【含量测定】** 取本品约 0.25g,精密称定,加水 10ml 与乙醇 20ml 溶解后,加酚酞指示液 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 31.09mg 的  $C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$ 。

**【类别】** 局麻药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸罗哌卡因注射液 (2)注射用盐酸罗哌卡因

## 盐酸罗哌卡因注射液

Yansuan Luopaikayin Zhushuye

### Ropivacaine Hydrochloride Injection

本品为盐酸罗哌卡因的灭菌水溶液。含盐酸罗哌卡因( $C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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 0.01mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含盐酸罗哌卡因 0.3mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法

(通则 0401)测定,在 262nm 的波长处有最大吸收,在 270nm 的波长处有一肩峰。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【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** 精密量取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸罗哌卡因 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** 见盐酸罗哌卡因有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中,如有与 2,6-二甲基苯胺保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸罗哌卡因标示量的 0.01%,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 1.0%。

**右旋异构体** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸罗哌卡因 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、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸罗哌卡因右旋异构体项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与右旋盐酸罗哌卡因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 0.5 倍(0.5%)。

**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 1mg 盐酸罗哌卡因中含内毒素的量应小于 0.05EU。

**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 中含盐酸罗哌卡因 0.6mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸罗哌卡因对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.6mg 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】** 同盐酸罗哌卡因。

**【规格】** (1)10ml:75mg (2)10ml:100mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 注射用盐酸罗哌卡因

Zhushheyong Yansuan Luopaikayin

## Ropivacaine Hydrochloride for Injection

本品为盐酸罗哌卡因的无菌冻干品。含盐酸罗哌卡因( $C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸罗哌卡因 0.3mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 262nm 的波长处有最大吸收,在 270nm 的波长处有一肩峰。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取溶液的澄清度与颜色项下的溶液,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 瓶,每瓶加水 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 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 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸罗哌卡因 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 见盐酸罗哌卡因有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中,如有与 2,6-二甲基苯胺保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸罗哌卡因标示量的 0.01%,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 1.0%。

右旋异构体 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,混匀,称取适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸罗哌卡因 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、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸罗哌卡因右旋异构体项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与右旋盐酸罗哌卡因保

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 0.5 倍(0.5%)。

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 5.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸罗哌卡因中含内毒素的量应小于 0.05EU。

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,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含盐酸罗哌卡因 0.6mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸罗哌卡因对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.6mg 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】 同盐酸罗哌卡因。

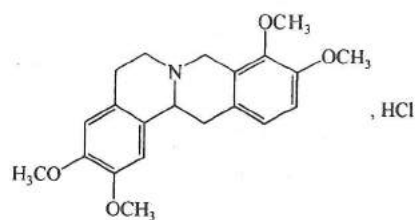
【规格】 75mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸罗通定

Yansuan Luotongding

## Rotundine Hydrochloride


 $C_{21}H_{25}NO_4 \cdot HCl$  391.89

本品为 2,3,9,10-四甲氧基-5,8,13,13 $\alpha$ -四氢-6H-二苯并[ $\alpha$ , $g$ ]喹啉盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{25}NO_4 \cdot HCl$  应为 98.5%~102.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色的结晶;无臭;遇光受热易变黄。

本品在三氯甲烷、甲醇或沸水中溶解,在水中略溶,在水乙醇中微溶,在乙醚或丙酮中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,在 25℃ 时依法测定(通则 0621),比旋度为  $-232^\circ$  以上。

吸收系数 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 30 $\mu$ 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( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 135~146。

【鉴别】 (1)取本品 10mg,加水 2ml 溶解后,加重铬酸钾试液 1 滴,即生成黄色沉淀。

(2)取本品 10mg,加水 2ml 溶解后,加稀铁氰化钾试液,即生成黄色沉淀,渐变为绿色,稍加热,渐变为蓝色。

(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。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 834 图)一致。

【检查】 酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 2.0mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~4.7。

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,置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml,超声使溶解,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 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液[0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液和 0.05mol/L 庚烷磺酸钠溶液(1:1),含 0.2% 三乙胺,用磷酸调节 pH 值至 6.5±0.05]-甲醇(35:65)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20μL。

系统适用性要求 理论板数按罗通定峰计算不低于 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,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,减失重量不得过 6.0%(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 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 10ml,超声使溶解,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。

对照品溶液 取盐酸罗通定对照品约 25mg,精密称定,制备方法同供试品溶液。

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】 镇痛药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 盐酸罗通定片

## 盐酸罗通定片

Yansuan Luotongding Pian

Rotundine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸罗通定( $C_{21}H_{25}NO_4 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸罗通定 0.1g),加水 20ml,振摇使盐酸罗通定溶解,滤过,滤液照盐酸罗通定项下的鉴别(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。

(3)取本品 5 片,研细,加甲醇 30ml,超声 5 分钟使盐酸罗通定溶解,滤过,滤液置水浴上挥干,残渣于 80℃ 减压干燥 3 小时,残渣的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 834 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(约相当于盐酸罗通定 20mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml,超声使盐酸罗通定溶解,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 见盐酸罗通定有关物质项下。

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%)。

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(约相当于盐酸罗通定 25mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇 10ml,超声使盐酸罗通定溶解,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、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸罗通定含量测定项下。

【类别】 同盐酸罗通定。

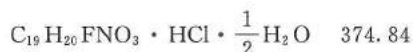
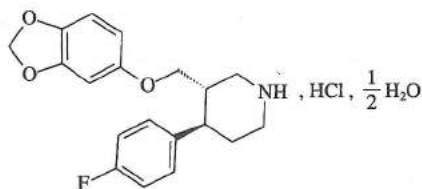
【规格】 30mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸帕罗西汀

Yansuan Paluoxiting

## Paroxetine Hydrochloride



本品为(−)-(3S,4R)-4-(4-氟苯基)-3-[[3-(4-亚二甲氧基)苯氧基]甲基]哌啶盐酸盐半水化合物。按无水与无溶剂物计算,含  $\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{FNO}_3 \cdot \text{HCl}$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇中易溶,在乙醇中溶解,在丙酮中微溶,在水中极微溶解;在 0.1mol/L 盐酸溶液中几乎不溶。

【比旋度】 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-88^{\circ}$  至  $-91^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品,加甲醇溶解并制成每 1ml 中含 50 $\mu\text{g}$  的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 235nm、265nm、271nm 与 295nm 的波长处有最大吸收。235nm 波长处的吸光度与 295nm 波长处的吸光度比值应为 0.92~0.96。

(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)。

(4)本品显有机氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

(5)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 异构体 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 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸帕罗西汀与反式帕罗西汀对照品适量,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  $\alpha$ -酸糖蛋白键合硅胶为填充剂(4.0mm $\times$ 100mm,5 $\mu\text{m}$ );以磷酸氢二钾缓冲液(取磷酸氢二钾 11.4g,加水 1000ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 6.5)-乙腈(94:6)为流动相;柱温为 30 $^{\circ}\text{C}$ ;检测波长为 295nm;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,帕罗西汀峰与反式帕罗西汀峰之间的分离度应大于 2.2。

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反式帕罗西汀峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.1 倍(0.1%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 四氢呋喃-水(1:9)。

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

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 1 $\mu\text{g}$  的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸帕罗西汀、杂质 I 与杂质 II 对照品,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 各含 10 $\mu\text{g}$  的混合溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以三氟乙酸-四氢呋喃-水(5:100:900)为流动相 A,三氟乙酸-四氢呋喃-乙腈(5:100:900)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 295nm;进样体积 20 $\mu\text{l}$ 。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	80	20
30	80	20
50	20	80
60	20	80
65	80	20
70	80	20

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、杂质 II 与帕罗西汀,帕罗西汀峰、杂质 I 峰与杂质 II 峰之间的分离度均应大于 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。

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(0.1%),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 5 倍(0.5%),小于对照溶液主峰面积 0.5 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。

内标溶液 取正丙醇适量,用二甲基亚砜制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 2.0g,精密称定,置 20ml 量瓶中,精密加入内标溶液 2ml,用二甲基亚砜稀释至刻度,摇匀。精密量取 10ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 分别取甲醇、乙醇、丙酮、四氢呋喃、吡啶与甲苯各适量,精密称定,用二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中各含 3mg、5mg、5mg、0.72mg、0.2mg 与 0.89mg 的溶液。精密量取上述溶液与内标溶液各 5ml,置 50ml 量瓶中,用二甲基亚砜稀释至刻度,摇匀。精密量取 10ml,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 50 $^{\circ}\text{C}$ ,维持 10 分钟,以每分钟 6 $^{\circ}\text{C}$  的速率升温至 80 $^{\circ}\text{C}$ ,维持 5 分钟,



再以每分钟 40℃ 的速率升温至 150℃, 维持 5 分钟; 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, 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** 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, 甲醇、乙醇、丙酮、四氢呋喃、吡啶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, 含水量为 2.0%~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 0.1%。

**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 10mg, 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** 取盐酸帕罗西汀对照品约 10mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。

**系统适用性溶液** 分别取盐酸帕罗西汀、杂质 I 与杂质 II 对照品各 5mg, 置同一 10ml 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; 取醋酸铵 3.96g, 加水 720ml 使溶解, 加乙腈 280ml、三乙胺 10ml, 用冰醋酸调节 pH 值至 5.5 为流动相; 检测波长为 295nm; 进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中, 出峰顺序依次为杂质 I、帕罗西汀与杂质 II, 理论板数按帕罗西汀峰计算不低于 3000, 帕罗西汀峰、杂质 I 峰与杂质 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。

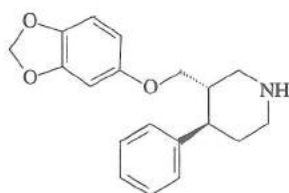
**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 盐酸帕罗西汀片

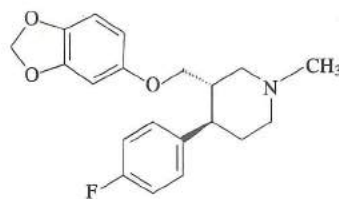
附:

杂质 I (去氟帕罗西汀)



$C_{19}H_{20}NO_3$  310.37

杂质 II (N-甲基帕罗西汀)



$C_{20}H_{22}FNO_3$  343.39

## 盐酸帕罗西汀片

Yansuan Paluoxiting Pian

Paroxetine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸帕罗西汀以帕罗西汀( $C_{19}H_{20}FNO_3$ )计, 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】** 在含量测定项下记录的色谱图中, 供试品溶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(约相当于帕罗西汀 50mg), 置 50ml 量瓶中, 加流动相使盐酸帕罗西汀溶解并稀释至刻度, 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** 分别取盐酸帕罗西汀、杂质 I 与杂质 II 对照品各 5mg, 置同一 10ml 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; 取醋酸铵 3.96g, 加水 720ml 使溶解, 加乙腈 280ml、三乙胺 10ml, 用冰醋酸调节 pH 值至 5.5 为流动相; 检测波长为 295nm; 进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中, 出峰顺序依次为杂质 I、帕罗西汀与杂质 II, 理论板数按帕罗西汀峰计算不低于 3000, 帕罗西汀峰、杂质 I 峰与杂质 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 0.5 倍(0.5%)。

**含量均匀度** 取本品 1 片, 置 100ml 量瓶中, 加流动相适量, 超声使盐酸帕罗西汀溶解, 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 中约含 0.1mg 的溶液, 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)。

**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)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20ml,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸帕罗西汀对照品约23mg,精密称定,置100ml量瓶中,加甲醇5ml使盐酸帕罗西汀溶解,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293nm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(约相当于帕罗西汀10mg),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,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** 见盐酸帕罗西汀含量测定项下。

**【类别】** 抗抑郁药。

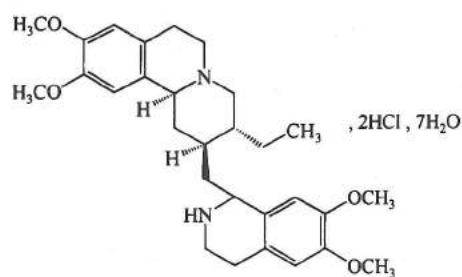
**【规格】** 20mg(按 $C_{19}H_{20}FNO_3$ 计)

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸依米丁

Yansuan Yimiding

Emetine Hydrochloride



本品为6',7',10,11-四甲氧基吐根烷二盐酸盐七水合物。按干燥品计算,含 $C_{29}H_{40}N_2O_4 \cdot 2HCl$ 不得少于98.0%。

**【性状】** 本品为白色至淡黄色结晶性粉末;无臭;遇光易变质。

本品在水、乙醇或三氯甲烷中易溶。

**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50mg的溶液,依法测定(通则0621),比旋度为 $+16^{\circ}$ 至 $+19^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品约5mg,加钼硫酸试液1ml,混匀,即显亮绿色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则

0402)。

(3)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0.10g,加水10ml溶解后,加甲基红指示液1滴,如显红色,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.5ml,应变为黄色。

**吐根酚碱** 照薄层色谱法(通则0502)试验。避光操作。

**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10mg的溶液。

**对照品溶液** 取吐根酚碱对照品适量,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶G薄层板,以三氯甲烷-二乙胺(9:1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开约12cm,取出,晾干,先喷以2.5mol/L氢氧化钠溶液并于50 $^{\circ}$ C干燥5分钟,再喷以重氮对硝基苯试液使显色。

**限度** 供试品溶液如显杂质斑点,其颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深。

**干燥失重** 取本品,在105 $^{\circ}$ C干燥至恒重,减失重量应为15%~19%(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,加醋酐20ml溶解后,加醋酸汞试液4ml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27.68mg的 $C_{29}H_{40}N_2O_4 \cdot 2HCl$ 。

**【类别】** 抗阿米巴病药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸依米丁注射液

## 盐酸依米丁注射液

Yansuan Yimiding Zhushuye

Emetine Hydrochloride Injection

本品为盐酸依米丁的灭菌水溶液。含盐酸依米丁( $C_{29}H_{40}N_2O_4 \cdot 2HCl \cdot 7H_2O$ )应为标示量的95.0%~105.0%。

**【性状】** 本品为无色的澄明液体;遇光易变质。

**【鉴别】** 取本品,蒸干后,照盐酸依米丁项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的反应。

**【检查】 pH值** 应为2.6~4.0(通则0631)。

**吐根酚碱** 照薄层色谱法(通则0502)试验。避光操作。

**供试品溶液** 取本品1ml,置水浴上,在氮气流下蒸干,残渣加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液。



对照品溶液、色谱条件与测定法 见盐酸依米丁吐根酚碱项下。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,其颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深。

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(约相当于盐酸依米丁 0.3g),加水使成 20ml,再加氢氧化钠试液 10ml,用乙醚分次振摇提取,第一次 30ml,以后每次各 15ml,至生物碱提尽为止,合并乙醚液,用水洗涤 2 次,每次 10ml,每次得到的洗液均用同一的乙醚 20ml 振摇提取,合并前后两次得到的乙醚液,精密加盐酸滴定液(0.1mol/L)20ml,振摇提取后,静置俟分层,分取酸层,乙醚层用水振摇洗涤数次,每次 20ml,洗液并入酸液中,加甲基红指示液 1~2 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 33.98mg 的  $C_{29}H_{40}N_2O_4 \cdot 2HCl \cdot 7H_2O$ 。

【类别】 同盐酸依米丁。

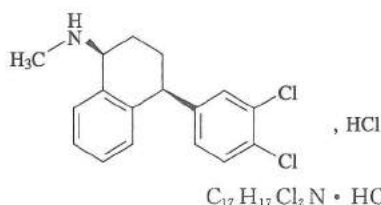
【规格】 (1)1ml:30mg (2)1ml:60mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸舍曲林

Yansuan Shequelin

Sertraline Hydrochloride



本品为(1S,4S)-4-(3,4-二氯苯基)-1,2,3,4-四氢-N-甲基-1-萘胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{17}Cl_2N \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇或乙醇中溶解,在水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 266nm、274nm 和 282nm 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 835 图)一致。

(3)本品的乙醇-水(1:1)溶液显氯化物鉴别(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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 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。

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 用辛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,加三乙胺 5ml,加水溶解并稀释至 1000ml,用磷酸调节 pH 值至 5.0)-甲醇(35:65)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按舍曲林峰计算不低于 2000,舍曲林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,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。

异构体 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 中约含舍曲林 0.4mg 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 取盐酸舍曲林、杂质 I、杂质 II 与杂质 III 的混合对照品各适量,分别先加少量乙醇使溶解,再用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸舍曲林 0.4mg,杂质 I、杂质 II、杂质 III 各 4 $\mu$ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用直链淀粉-三(3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯)硅胶为填充剂(Chiralpak AD-H, 4.6mm $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以正己烷-乙醇-二乙胺(95:5:0.2)为流动相;流速为每分钟 0.8ml;柱温为 20 $^{\circ}$ C;检测波长为 223nm;进样体积 50 $\mu$ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为舍曲林、杂质 I、杂质 II 与杂质 III,舍曲林峰与杂质 I 以及各杂质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与上述各杂质保留时间一致的色谱峰,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 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入 N,N-二甲基甲酰胺 5ml,振摇使溶解,密封。

对照品溶液 分别取甲醇、乙醇、乙酸乙酯、四氢呋喃、异丙醇与正丁醇各适量,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 0.06mg、乙醇 0.1mg、乙酸乙酯 0.1mg、四氢呋喃 0.0144mg、异丙醇 0.1mg 与正丁醇 0.1mg 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 10℃ 的速率升温至 120℃,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** 按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、乙酸乙酯、四氢呋喃、异丙醇与正丁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),含重金属不得过百万分之十。

**【含量测定】** 取本品约 0.25g,精密称定,加无水冰醋酸 10ml 与醋酐 30ml,超声使溶解后,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 34.27mg 的  $C_{17}H_{17}Cl_2N \cdot HCl$ 。

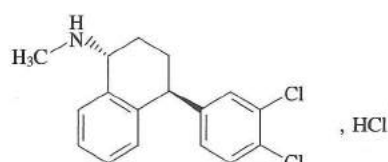
**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸舍曲林片 (2)盐酸舍曲林胶囊

附:

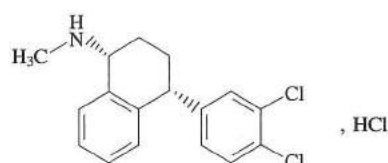
## 杂质 I



$C_{17}H_{17}Cl_2N \cdot HCl$  342.70

(1R,4S)-4-(3,4-二氯苯基)-1,2,3,4-四氢-N-甲基-1-萘胺盐酸盐

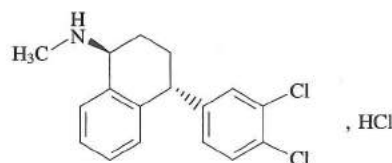
## 杂质 II



$C_{17}H_{17}Cl_2N \cdot HCl$  342.70

(1R,4R)-4-(3,4-二氯苯基)-1,2,3,4-四氢-N-甲基-1-萘胺盐酸盐

## 杂质 III



$C_{17}H_{17}Cl_2N \cdot HCl$  342.70

(1S,4R)-4-(3,4-二氯苯基)-1,2,3,4-四氢-N-甲基-1-萘胺盐酸盐

## 盐酸舍曲林片

Yansuan Shequlin Pian

## Sertraline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸舍曲林按舍曲林( $C_{17}H_{17}Cl_2N$ )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,加乙醇使盐酸舍曲林溶解并稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 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 266nm、274nm 与 282nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品细粉约 0.1g,加乙醇-水(1:1)5ml,振摇使盐酸舍曲林溶解,滤过,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** 取本品细粉适量,加流动相使盐酸舍曲林溶解并稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 0.5mg 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。

**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、系统适用性要求与测定法** 见盐酸舍曲林有关物质项下。

**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 pH 4.5 醋酸钠缓冲液(取醋酸钠 3g,加冰醋酸 1.6ml,用水稀释至 1000ml,必要时用冰醋酸调节 pH 值至 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,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸舍曲林对照品适量,精密称定,先加少量甲醇使溶解,再用 pH 4.5 醋酸钠缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 50 $\mu$ 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,取适量(约相当于舍曲林 10mg),精密称定,加流动相适量,超声使盐酸舍曲林溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 0.05mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸舍曲林对照品约 10mg,精密称定,加流动相适量,超声使盐酸舍曲林溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 0.05mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按舍曲林峰计算不低于 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】** 同盐酸舍曲林。

**【规格】** 50mg(按  $C_{17}H_{17}Cl_2N$  计)

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸舍曲林胶囊

Yansuan Shequlin Jiaonang

### Sertraline Hydrochloride Capsules

本品含盐酸舍曲林按舍曲林( $C_{17}H_{17}Cl_2N$ )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】** (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,加乙醇使盐酸舍曲林溶解并稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 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 266nm、274nm 与 282nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品细粉约 0.1g,加乙醇-水(1:1)5ml,振摇使盐酸舍曲林溶解,滤过,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** 取本品内容物,混匀,取适量,加流动相使盐酸舍曲林溶解并稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 0.5mg 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。

**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、系统适用性要求与测定法** 见盐酸舍曲林有关物质项下。

**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 pH 4.5 醋酸钠缓冲液(取醋酸钠 3g,加冰醋酸 1.6ml,用水稀释至 1000ml,必要时用冰醋酸调节 pH 值至 4.5)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** 取盐酸舍曲林对照品适量,精密称定,先加少量甲醇使溶解,再用 pH 4.5 醋酸钠缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 50 $\mu$ g 的溶液,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,取适量(约相当于舍曲林 10mg),精密称定,加流动相适量,超声使盐酸舍曲林溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 0.05mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸舍曲林对照品约 10mg,精密称定,加流动相适量,超声使盐酸舍曲林溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含舍曲林 0.05mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按舍曲林峰计算不低于 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】** 同盐酸舍曲林。

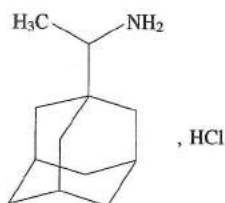
**【规格】** 50mg(按  $C_{17}H_{17}Cl_2N$  计)

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸金刚乙胺

Yansuan Jingangyi'an

Rimantadine Hydrochloride

 $C_{12}H_{21}N \cdot HCl$  215.77

本品为  $\alpha$ -甲基三环[3.3.1.1<sup>3,7</sup>]癸烷-1-胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{12}H_{21}N \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇中易溶,在水或乙醇中溶解。

【鉴别】 (1)取本品 0.1g,加氢氧化钠试液 2ml,振摇使成油珠状,加三氯甲烷 2ml 提取,取三氯甲烷层 1ml,加 2% 2,4-二硝基氯苯三氯甲烷溶液 1ml,10 分钟内即显黄色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(通则 0402)。

(3)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 0.20g,加水 20ml 溶解后,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 0.20g,加水 20ml 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。

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,不得更深(0.05%)。

铵盐 取本品 2.5g,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,取 2ml,加氢氧化钠试液 2ml,振摇使成油珠状,加三氯甲烷 2ml 提取,静置约 5 分钟,取水层 2ml,依法检查(通则 0808),自“加无氨蒸馏水至 50ml”起,与标准氯化铵溶液 2.0ml 按上述方法制成的对照液比较,不得更深(0.08%)。

有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品溶液 取本品约 40mg,置分液漏斗中,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml,振摇使成油珠状,精密加入正己烷 10ml,振摇提取,静置分层,取正己烷层。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用正己烷定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ 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;柱温为 150℃;进样口温度为 220℃;检测器温度为 250℃;进样体积 2 $\mu$ l。

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的主峰面积(1.0%)。

甲苯 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 1g,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 取甲苯适量,精密称定,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.089mg 的溶液。

色谱条件 以聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相似)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 40℃;进样口温度为 220℃;检测器温度为 200℃;进样体积 2 $\mu$ 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。

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 2.0g,加氢氧化钙 1.0g,置石英坩埚中,加少量水搅拌均匀,干燥,依法检查(通则 0822 第一法),不得过 0.0001%。

【含量测定】 取本品 0.15g,精密称定,加三氯甲烷 2ml 溶解,加冰醋酸 30ml 与醋酸汞试液 7ml,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 21.58mg 的  $C_{12}H_{21}N \cdot HCl$ 。

【类别】 抗病毒药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸金刚乙胺片 (2)盐酸金刚乙胺颗粒

## 盐酸金刚乙胺片

Yansuan Jingangyi'an Pian

Rimantadine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸金刚乙胺( $C_{12}H_{21}N \cdot HCl$ )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。

【鉴别】 (1)取本品,除去包衣,研细,称取适量(约相当于盐酸金刚乙胺 0.1g),加乙醇 10ml 振摇,滤过,滤液蒸干。残渣加氢氧化钠试液 2ml,振摇使成油珠状,加三氯甲烷 2ml 提取,取三氯甲烷层 1ml,加 2% 2,4-二硝基氯苯三氯甲烷溶液 1ml,10 分钟内即显黄色。

(2)取本品 1 片,研细,加二氯甲烷 20ml 使盐酸金刚乙胺溶解,滤过,蒸干,残渣的红外光吸收图谱应与盐酸金刚乙胺



对照品的图谱一致(通则 0402)。

(3)取本品细粉适量(约相当于盐酸金刚乙胺 0.1g),加水 10ml,振摇,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品溶液 取本品(薄膜衣片除去包衣),研细,称取适量(约相当于盐酸金刚乙胺 0.2g),置 25ml 量瓶中,加水适量,充分振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置分液漏斗中,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml,振摇,精密加入正己烷 10ml 振摇提取,静置分层,取正己烷层。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用正己烷定量稀释成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件与测定法 见盐酸金刚乙胺有关物质项下。

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。

内标溶液 取金刚烷适量,加正己烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.35mg 的溶液。

供试品溶液 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液 2ml,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,振摇,加内标溶液 1ml 提取,静置分层,取正己烷层。

对照品溶液 取盐酸金刚乙胺对照品,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,精密量取 2ml,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,振摇,加内标溶液 1ml 提取,静置分层,取正己烷层。

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 150℃;进样口温度为 220℃;检测器温度为 250℃;进样体积 2 $\mu$ l。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,照气相色谱法(通则 0521)测定,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。按内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】 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(相当于盐酸金刚乙胺 0.6g),置 100ml 量瓶中,加无水乙醇 70ml,振摇使盐酸金刚乙胺溶解,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25ml,在水浴上蒸干,105℃干燥 10 分钟,放冷,加三氯甲烷 2ml 溶解,加冰醋酸 30ml 与醋酸汞 7ml,加结晶紫指示液 1 滴,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 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 21.58mg 的  $C_{12}H_{21}N \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸金刚乙胺。

【规格】 0.1g

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸金刚乙胺颗粒

Yansuan Jingangyi'an Keli

### Rimantadine Hydrochloride Granules

本品含盐酸金刚乙胺( $C_{12}H_{21}N \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色颗粒。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于盐酸金刚乙胺 0.1g),加氢氧化钠试液 5ml,振摇使盐酸金刚乙胺溶解,加三氯甲烷 2ml 提取,取三氯甲烷层 1ml,加 2% 2,4-二硝基氯苯三氯甲烷溶液 1ml,10 分钟内即显黄色。

(2)取本品 1 袋的内容物,研细,加二氯甲烷 20ml 使盐酸金刚乙胺溶解,滤过,蒸干,残渣的红外光吸收图谱应与盐酸金刚乙胺对照品的图谱一致(通则 0402)。

(3)取本品内容物适量(约相当于盐酸金刚乙胺 0.1g),加水 10ml,振摇,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品溶液 取装量差异项下内容物,混匀,称取适量(约相当于盐酸金刚乙胺 0.2g),置 25ml 量瓶中,加水适量,充分振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置分液漏斗中,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml,振摇,精密加入正己烷 10ml 振摇提取,静置分层,取正己烷层。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用正己烷定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件与测定法 见盐酸金刚乙胺有关物质项下。

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的主峰面积(1.0%)。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(通则 0104)。

【含量测定】 取本品 20 袋,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸金刚乙胺 0.6g),置 100ml 量瓶中,加无水乙醇 70ml,振摇使盐酸金刚乙胺溶解,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25ml,在水浴上蒸干,105℃干燥 10 分钟,放冷,加三氯甲烷 2ml 溶解,加冰醋酸 30ml 与醋酸汞试液 7ml,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 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 21.58mg 的  $C_{12}H_{21}N \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸金刚乙胺。

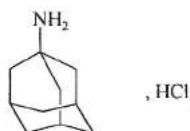
【规格】 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 密封保存。



## 盐酸金刚烷胺

Yansuan Jingangwan'an  
Amantadine Hydrochloride



$C_{10}H_{17}N \cdot HCl$  187.71

本品为三环[3.3.1.1<sup>3,7</sup>]癸烷-1-胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水或乙醇中易溶,在三氯甲烷中溶解。

【鉴别】 (1)取本品 10mg,加水 2ml 溶解后,加盐酸使成酸性,滴加硅钨酸试液,即析出白色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 369 图)一致。

(3)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 2.0g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~5.0。

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 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 2 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。

供试品溶液 取本品约 1.0g,置分液漏斗中,加 5mol/L 氢氧化钠溶液 20ml,三氯甲烷 18ml,振摇 10 分钟,静置分层,取三氯甲烷层,加适量无水硫酸钠振摇脱水,滤过,取滤液置 20ml 量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取金刚烷对照品约 0.5g,置 10ml 量瓶中,加三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,取溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,加供试品溶液 1ml,用三氯甲烷稀释至刻度,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;起始温度为 70℃,维持 5 分钟,以每分钟 10℃ 的速率升温至 250℃,维持 17 分钟;进样口温度为 220℃;检测器温度为 300℃;进样体积 2μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,金刚烷胺峰与金刚烷峰间的分离度应大于 20。金刚烷胺峰高的信噪比应大于 30。

测定法 精密量取供试品溶液,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杂质峰,按归一化法计算,单个杂质峰面积不得大于总峰面积的 0.3%,各杂质峰面积的和不得大于总峰面积的 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 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五。

【含量测定】 取本品约 0.15g,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml 与乙醇 50ml 使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差作为滴定体积。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 18.77mg 的  $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ 。

【类别】 抗帕金森病药、抗病毒药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸金刚烷胺片 (2)盐酸金刚烷胺胶囊 (3)盐酸金刚烷胺颗粒 (4)盐酸金刚烷胺糖浆

## 盐酸金刚烷胺片

Yansuan Jingangwan'an Pian  
Amantadine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸金刚烷胺( $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸金刚烷胺 0.1g),加水 5ml,振摇,滤过,滤液照盐酸金刚烷胺项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量(约相当于盐酸金刚烷胺 0.2g),加二氯甲烷 50ml,振摇使盐酸金刚烷胺溶解,滤过,滤液置水浴蒸干,取残渣依法测定(通则 0402),本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 369 图)一致。

【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(约相当于盐酸金刚烷胺 0.3g),置具塞锥形瓶中,精密加乙醇 50ml,振摇 20 分钟使盐酸金刚烷胺溶解,用干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 20ml,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml 与乙醇约 30ml,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差作为滴定体积。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 18.77mg 的  $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸金刚烷胺。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。



## 盐酸金刚烷胺胶囊

Yansuan Jingangwan'an Jiaonang  
Amantadine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸金刚烷胺( $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【鉴别】(1)取本品内容物适量(约相当于盐酸金刚烷胺 0.1g),加水 5ml,振摇使盐酸金刚烷胺溶解,滤过,取滤液照盐酸金刚烷胺项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量(约相当于盐酸金刚烷胺 0.2g),加二氯甲烷 50ml,振摇使盐酸金刚烷胺溶解,滤过,滤液置水浴蒸干,取残渣,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 369 图)一致。

【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,混匀,精密称取适量(约相当于盐酸金刚烷胺 0.3g),置具塞锥形瓶中,精密加乙醇 50ml,振摇 20 分钟使盐酸金刚烷胺溶解,用干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 20ml,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml 与乙醇约 30ml,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差作为滴定体积。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 18.77mg 的  $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ 。

【类别】同盐酸金刚烷胺。

【规格】0.1g

【贮藏】遮光,密封保存。

## 盐酸金刚烷胺颗粒

Yansuan Jingangwan'an Keli  
Amantadine Hydrochloride Granules

本品含盐酸金刚烷胺( $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】本品为白色颗粒。

【鉴别】(1)取本品适量(约相当于盐酸金刚烷胺 0.1g),加水 5ml,振摇使盐酸金刚烷胺溶解,滤过,取滤液照盐酸金刚烷胺项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量(约相当于盐酸金刚烷胺 0.2g),加二氯甲烷 50ml,振摇使盐酸金刚烷胺溶解,滤过,滤液置水浴蒸干,取残渣,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 369 图)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】取本品 20 袋,精密称定,计算平均装量。取内容物,混匀,研细,精密称取适量(约相当于盐酸金刚烷胺 0.3g),置具塞锥形瓶中,精密加乙醇 50ml,振摇 20 分钟使盐酸金刚烷胺溶解,用干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 20ml,加

0.01mol/L 盐酸溶液 5ml 与乙醇约 30ml,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差作为滴定体积。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 18.77mg 的  $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ 。

【类别】同盐酸金刚烷胺。

【规格】(1)6g : 60mg (2)12g : 140mg

【贮藏】遮光,密封保存。

## 盐酸金刚烷胺糖浆

Yansuan Jingangwan'an Tangjiang  
Amantadine Hydrochloride Syrup

本品含盐酸金刚烷胺( $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【处方】

盐酸金刚烷胺	5g
蔗糖	650g
枸橼酸	4g
苯甲酸钠	3g
食用香精	1ml
调色剂	适量
水	适量
全量	1000ml

【性状】本品为着色的澄明黏稠液体。

【鉴别】取本品 5ml,加 20% 氢氧化钠溶液 1ml,摇匀,加乙酸乙酯 5ml,振摇,静置俟分层,取乙酸乙酯层,加 1mol/L 盐酸溶液 5ml,振摇,静置,分取水层 2ml,滴加硅钨酸试液,即生成白色沉淀。

【检查】pH 值 应为 3.0~4.0(通则 0631)。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601)应不低于 1.240。

其他 应符合糖浆剂项下有关的各项规定(通则 0116)。

【含量测定】用内容量移液管,精密量取本品 50ml(约相当于盐酸金刚烷胺 250mg),置分液漏斗中,用水少量分次洗净移液管内壁,洗液并入分液漏斗中,再加 20% 氢氧化钠溶液 13ml,摇匀,精密加乙酸乙酯 40ml,振摇 15 分钟,静置,分层后,精密量取乙酸乙酯层液 20ml,置预先盛有冰醋酸 50ml 的锥形瓶中,加结晶紫指示液 2 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液由紫色变为蓝色,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 18.77mg 的  $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ 。

【类别】同盐酸金刚烷胺。

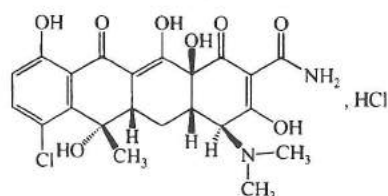
【规格】(1)10ml (2)60ml (3)100ml (4)120ml (5)500ml

【贮藏】遮光,密闭保存。

## 盐酸金霉素

Yansuan Jinmeisu

## Chlortetracycline Hydrochloride

 $C_{22}H_{23}ClN_2O_8 \cdot HCl$  515.35

本品为 6-甲基-4-(二甲氨基)-3,6,10,12,12a-五羟基-1,11-二氧代-7-氯-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-八氢-2-并四苯甲酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含盐酸金霉素( $C_{22}H_{23}ClN_2O_8 \cdot HCl$ )不得少于 91.0%。

【性状】 本品为金黄色或黄色结晶;无臭;遇光色渐变暗。

本品在水或乙醇中微溶,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 5mg 的溶液,避光放置 30 分钟,在 25℃ 时,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-235^{\circ}$  至  $-250^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 0.5mg,加硫酸 2ml 即显蓝色,渐变为橄榄绿色;加水 1ml 后,显金黄色或棕黄色。

(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 370 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,加水制成每 1ml 中含 5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.3~3.3。

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,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 1.0mg 的溶液。

对照品溶液(1) 取盐酸四环素对照品与 4-差向金霉素对照品适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别含 80 $\mu$ g 与 40 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液(2) 取盐酸四环素对照品适量,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 1 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸金霉素对照品、盐酸四环素对照品与 4-差向金霉素对照品各适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 1mg 的混合溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以高氯酸-二甲基亚砷-水(8:525:467)(pH<2.0)为流动相;柱温为 45℃;检测波长为 280nm;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,出峰顺序依次为四环素、4-差向金霉素、金霉素。四环素峰与 4-差向金霉素峰、4-差向金霉素峰与金霉素峰间的分离度均应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液、对照品溶液(1)与对照品溶液(2),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,按外标法以峰面积计算,含 4-差向金霉素不得过 4.0%,含盐酸四环素不得过 8.0%;其他杂质的总量按外标法以 4-差向金霉素计算,不得过 1.5%,小于对照品溶液(2)主峰面积的峰忽略不计。

杂质吸光度 取本品适量,精密称定,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 460nm 的波长处测定,其吸光度不得过 0.40。

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 25mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸金霉素对照品,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 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】 四环素类抗生素。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)盐酸金霉素软膏 (2)盐酸金霉素眼膏

## 盐酸金霉素软膏

Yansuan Jinmeisu Ruangao

## Chlortetracycline Hydrochloride Ointment

本品含盐酸金霉素( $C_{22}H_{23}ClN_2O_8 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为黄色软膏。

【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】 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 1.25g(相当于盐酸金霉素 12.5mg),精密称定,置分液漏斗中,加石油醚(沸程 90~120℃) 30ml,振摇使基质溶解,再精密加入 0.01mol/L 盐酸溶液 50ml,振摇约 15 分钟,静置分层,取水层,置 50ml 量瓶中,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(1)** 取盐酸四环素对照品与 4-差向金霉素对照品各适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别含 20 $\mu$ g 与 15 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(2)、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸金霉素有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,含 4-差向金霉素不得过标示量的 6.0%,含盐酸四环素不得过标示量的 8.0%,其他杂质总量按外标法以 4-差向金霉素计算,不得过标示量的 1.5%,小于对照品溶液(2)主峰面积 0.25 倍的峰忽略不计。

**其他** 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** 见有关物质项下。

**对照品溶液** 取盐酸金霉素对照品约 25mg,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,摇匀。

**系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸金霉素含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸金霉素。

**【规格】** 1%

**【贮藏】** 密闭,在干燥阴凉处保存。

## 盐酸金霉素眼膏

Yansuan Jinmeisu Yangao

Chlortetracycline Hydrochloride Eye

Ointment

本品含盐酸金霉素( $C_{22}H_{23}ClN_2O_8 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为黄色眼膏。

**【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】 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 2.5g(相当于盐酸金霉素 12.5mg),精密称定,置分液漏斗中,加石油醚(沸程 90~120 $^{\circ}$ C)30ml,振摇使基质溶解,再精密加入 0.01mol/L 盐酸溶液 50ml,振摇约 15 分钟,静置分层,取水层,置 50ml 量瓶中,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(1)** 取盐酸四环素对照品与 4-差向金霉素对照品各适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别含 20 $\mu$ g 与 15 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(2)、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性**

**要求与测定法** 见盐酸金霉素有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,含 4-差向金霉素不得过标示量的 6.0%,含盐酸四环素不得过标示量的 8.0%,其他杂质总量按外标法以 4-差向金霉素计算,不得过标示量的 1.5%,小于对照品溶液(2)主峰面积 0.25 倍的峰忽略不计。

**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** 见有关物质项下。

**对照品溶液** 取盐酸金霉素对照品约 25mg,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,摇匀。

**系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法**

见盐酸金霉素含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸金霉素。

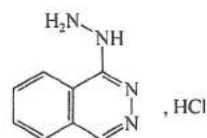
**【规格】** 0.5%

**【贮藏】** 密闭,在干燥阴凉处保存。

## 盐酸胍屈嗪

Yansuan Jingquqin

Hydralazine Hydrochloride



$C_8H_8N_4 \cdot HCl$  196.64

本品为 1-胍基-2,3-二氮杂萘的盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_8H_8N_4 \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色至淡黄色结晶性粉末;无臭。

本品在水中溶解,在乙醇中微溶,在乙醚中极微溶解。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg,置试管中,加水 2ml 溶解后,加氢制硝酸银试液 1ml,即产生气泡与黑色浑浊,并在试管壁上生成银镜。

(2)取本品约 10mg,加水约 5ml、稀盐酸 2 滴与三氯化铁试液数滴,用氢氧化钠试液中和后,溶液初呈红色,继转为蓝色。

(3)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 260nm、303nm 与 315nm 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 374 图)一致。

(5)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 0.50g,加水 25ml 使溶解,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 0.20g,加水 10ml 溶解

后,溶液应澄清;如显色,依法检查(通则 0901 第一法),与黄色 4 号标准比色液比较,不得更深。

**硫酸盐** 取本品 0.50g,依法检查(通则 0802),如发生浑浊,与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.04%)。

**游离胍** 取本品 0.10g,加水 5ml 与水杨醛的乙醇溶液(1→20)0.1ml,1 分钟内不得发生浑浊。

**水中不溶物** 取本品 2.0g,加水 100ml,振摇 30 分钟使溶解,用已恒重的 5 号垂熔玻璃坩埚滤过,滤渣用水洗涤 3 次,每次 10ml,在 105℃ 干燥至恒重,遗留残渣不得过 10mg(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 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取盐酸胍屈嗪与 2,3-二氮杂萘各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 20μg 与 2μg 的溶液。

**色谱条件** 用氨基硅烷键合硅胶为填充剂;以缓冲液(称取十二烷基硫酸钠 1.44g 和溴化四丁基铵 0.75g,加水溶解并稀释至 1000ml,用 0.05mol/L 硫酸溶液调节 pH 值至 3.0)-乙腈(78:22)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,2,3-二氮杂萘峰与胍屈嗪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 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的主峰面积(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】** 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 25ml,置碘瓶中,精密加溴滴定液(0.05mol/L)25ml,加盐酸 5ml,立即密塞,摇匀,在暗处放置 15 分钟,小心微启瓶塞,加碘化钾试液 7ml,立即密塞,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 溴滴定液(0.05mol/L)相当于 4.916mg 的  $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ 。

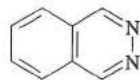
**【类别】** 抗高血压药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

**【制剂】** 盐酸胍屈嗪片

附:

## 2,3-二氮杂萘



$C_8H_8N_2$  130.15

## 盐酸胍屈嗪片

Yansuan Jingquqin Pian

Hydralazine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸胍屈嗪( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ )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,除去包衣后,显白色或类白色。

**【鉴别】** 取本品的细粉适量(约相当于盐酸胍屈嗪 30mg),加水 10ml,振摇使盐酸胍屈嗪溶解,滤过,滤液照盐酸胍屈嗪项下的鉴别(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(糖衣片 60 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 中约含盐酸胍屈嗪 10μg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸胍屈嗪对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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 260nm 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】** 取本品 25 片(10mg 规格)或 20 片(25mg、50mg 规格),如为糖衣片,则除去包衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸胍屈嗪 0.1g),置乳钵中,加水少量,研成糊状后,移至 50ml 量瓶中,乳钵用水分次洗涤,洗液并入量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,用干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 25ml,照盐酸胍屈嗪含量测定项下的方法,自“置碘瓶中,精密加溴滴定液(0.05mol/L)25ml”起,依法测定。每 1ml 溴滴定液(0.05mol/L)相当于 4.916mg 的  $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ 。

**【类别】 【贮藏】** 同盐酸胍屈嗪。

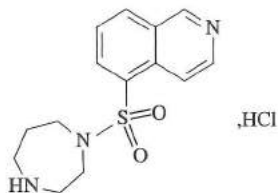
**【规格】** (1)10mg (2)25mg (3)50mg



## 盐酸法舒地尔

Yansuan Fashudi'er

Fasudil Hydrochloride

 $C_{14}H_{17}N_3O_2S \cdot HCl$  327.83

本品为六氢-1-(5-异喹啉磺酰基)-1(H)-1,4-二氮杂萘盐酸盐,按无水物计算,含  $C_{14}H_{17}N_3O_2S \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。无臭;有引湿性。

本品在水中易溶,在甲醇中溶解,在乙醇中微溶,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,置小试管中,试管口用氢氧化镍试纸[取滤纸条浸入 30%硫酸镍浓氨溶液中,取出,晾干;再浸入 1mol/L 氢氧化钠溶液中数分钟,使滤纸上布满均匀的氢氧化镍沉淀,取出滤纸用水洗涤(不可晾干),储藏在潮湿的棉绒上备用]盖住,加热,绿色的氢氧化镍试纸即显黑色或灰色的斑点。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 30 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 275nm、312nm 与 324nm 的波长处有最大吸收,在 250nm 与 297nm 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 1195 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 4.5~6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.15g,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)在 1 小时内比较,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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 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。

系统适用性溶液 取盐酸法舒地尔适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 30 $\mu$ g 的溶液。

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 1.0% 三乙胺水溶液(用磷酸调节 pH 值至 7.0)-甲醇(50:50)为流动相;检测波长为 275nm;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,理论板数按法舒地尔峰计算不低于 3000,法舒地尔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 0.1 倍(0.1%),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。

残留溶剂  $N,N$ -二甲基甲酰胺 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

内标溶液 取正丁醇适量,加二甲基亚砷适量使溶解并稀释制成每 1ml 中含 55 $\mu$ g 的溶液。

供试品溶液 取本品,精密称定,加内标溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

对照品溶液 取  $N,N$ -二甲基甲酰胺,精密称定,加内标溶液定量稀释制成每 1ml 中含 88 $\mu$ g 的溶液。

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 100 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟,以每分钟 20 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C;进样口温度为 250 $^{\circ}$ C;检测器温度为 300 $^{\circ}$ C;进样体积 1 $\mu$ 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 按内标法以峰面积计算,应符合规定。

乙醚、甲醇与二氯甲烷 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

溶剂  $N,N$ -二甲基甲酰胺-水(1:9)。

供试品溶液 取本品约 0.5g,精密称定,置 5ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取乙醚 0.5g,甲醇 0.3g 与二氯甲烷 0.06g,精密称定,置 100ml 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。

色谱条件 以键合/交联聚乙二醇(或极性相近)为固定液;起始温度 45 $^{\circ}$ C,维持 2 分钟,以每分钟 40 $^{\circ}$ C 的速率升温至 120 $^{\circ}$ C,维持 5 分钟;进样口温度为 250 $^{\circ}$ C;检测器温度为 250 $^{\circ}$ C;进样体积 1 $\mu$ 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,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 2.5%。

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。

**【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 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** 取盐酸法舒地尔对照品约 15mg,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。

**色谱条件与系统适用性要求** 除灵敏度要求外,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】** 血管扩张剂。

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

**【制剂】** 盐酸法舒地尔注射液

## 盐酸法舒地尔注射液

Yansuan Fashudi'er Zhushuye

Fasudil Hydrochloride Injection

本品为盐酸法舒地尔的灭菌水溶液,含盐酸法舒地尔( $C_{14}H_{17}N_3O_2S \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为无色至微黄色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 275nm、312nm 与 324nm 的波长处有最大吸收,在 250nm 与 297nm 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】 pH 值** 应为 4.0~6.3 (通则 0631)。

**颜色** 取本品,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,用流动相稀释制成每 1ml 中含 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。

**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。

**系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸法舒地尔有关物质项下。

**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 0.2 倍(0.2%),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。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸法舒地尔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 1ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸法舒地尔含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸法舒地尔。

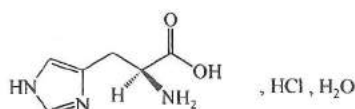
**【规格】** 2ml : 30mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸组氨酸

Yansuan Zu'ansuan

Histidine Hydrochloride



$C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$  209.63

本品为(L)-2-氨基-3-(1H-咪唑-4-基)丙酸盐酸盐一水合物。按干燥品计算,含  $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末,无臭。

本品在水中易溶,在乙醇或乙醚中不溶。

**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 0.11g 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +8.5°至 +10.5°。

**【鉴别】** (1)取本品与盐酸组氨酸对照品各适量,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 372 图)一致。

**【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 3.5~4.5。

**溶液的透光率** 取本品 1.0g,加水 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%。

**含量** 取本品约 0.4g,精密称定,加水 50ml 溶解后,加稀硝酸 2ml,照电位滴定法(通则 0701),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



3.545mg 的 Cl。按干燥品计算,含氯量应为 16.7%~17.1%。

**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 50mg 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** 取盐酸组氨酸对照品与脯氨酸对照品各适量,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-冰醋酸-水(0.95:1:1)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,喷以茚三酮的丙酮溶液(1 $\rightarrow$ 50),在 80℃ 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(0.2%)。

**干燥失重** 取本品,在 105℃ 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** 取本品适量,加内毒素检查用水溶解,用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0,依法检查(通则 1143),每 1g 盐酸组氨酸中含内毒素的量应小于 6.0EU。(供注射用)

**【含量测定】** 取本品约 0.2g,精密称定,加水 5ml 溶解后,加甲醛溶液 1ml 与乙醇 20ml 的中性混合溶液(对酚酞指示液显中性),再加酚酞指示液数滴,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 10.48mg 的  $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ 。

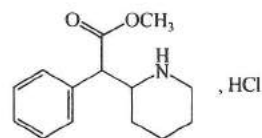
**【类别】** 氨基酸类药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸哌甲酯

Yansuan Paijiazhi

### Methylphenidate Hydrochloride



$C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$  269.77

本品为  $\alpha$ -苯基-2-哌啶乙酸甲酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$  不得少于 98.0%。

**【性状】** 本品为白色的结晶性粉末;无臭。

本品在水或甲醇中易溶,在乙醇中溶解,在三氯甲烷中微溶,在丙酮中几乎不溶。

**【鉴别】** (1)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.0mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 252nm、258nm 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 374 图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

**【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,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 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 1.0mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(19:1:0.1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以碘化铍钾试液,立即检视。

**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 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 1.0g,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 15ml 与醋酸汞试液 5ml 溶解后,加苯酚苯甲醇指示液 4 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 26.98mg 的  $C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 精神兴奋药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸哌甲酯片

## 盐酸哌甲酯片

Yansuan Paijiazhi Pian

## Methylphenidate Hydrochloride Tablets

本品含盐酸哌甲酯( $C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$ )应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取含量测定项下的续滤液,加甲醇稀释制成每1ml中约含盐酸哌甲酯1.0mg的溶液,照盐酸哌甲酯项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

【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60片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸哌甲酯0.25g),置50ml量瓶中,加甲醇30ml,微温,振摇使盐酸哌甲酯溶解,放冷,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液20ml,置水浴上蒸干,照盐酸哌甲酯项下的方法,自“加冰醋酸15ml与醋酸汞试液5ml溶解后”起,依法测定。每1ml高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于26.98mg的 $C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸哌甲酯。

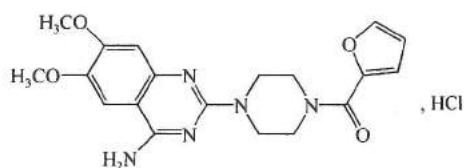
【规格】 10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸哌唑嗪

Yansuan Paizuoqin

## Prazosin Hydrochloride



$C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$  419.87

本品为1-(4-氨基-6,7-二甲氧基-2-喹唑啉基)-4-(2-呋喃乙酰基)哌嗪盐酸盐。按干燥品计算,含 $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$ 不得少于98.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇中微溶,在水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约0.1g,加碳酸钠等量,混匀,置干燥试管中。管口覆以用1% 1,2-萘醌-4-磺酸钠溶液湿润的试纸,在试管底部灼烧后,试纸应显紫堇色。

(2)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每1ml中约含5μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在251nm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375

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20ml,振摇,滤过,取滤液,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,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。

系统适用性溶液 取甲氧氯普胺和盐酸哌唑嗪各适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中分别含32μg和4μg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以pH 5.0缓冲液(取戊烷磺酸钠3.484g和氢氧化四甲基铵3.64g,加水1000ml使溶解,用冰醋酸调节pH值至5.0)-甲醇(50:50)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,甲氧氯普胺峰与哌唑嗪峰的分离度应大于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的主峰面积(0.5%)。

异戊醇 照残留溶剂测定法(通则0861)测定。异戊醇的残留量不得过0.1%(g/g)。

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二。

铁 取本品1.0g,滴加硝酸1.5ml,放置至不产生烟雾,水浴加热蒸干,并在150℃缓缓上升至1000℃炽灼1小时,放冷,加稀盐酸20ml使残渣溶解,水浴上蒸发至溶液约5ml,再用稀盐酸定量转移至25ml量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取铁元素标准溶液,用稀盐酸定量稀释制成每1ml中分别含铁2μg、4μg和6μg的溶液,作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法(通则0406第一法),在248.3nm的波长处测定,计算。含铁不得过0.01%。

镍 取铁检查项下的供试品溶液作为供试品溶液;另取镍元素标准溶液,用稀盐酸定量稀释制成每1ml中分别含镍1μg、2μg和3μg的溶液,作为对照品溶液。照原子吸收分光光度法(通则0406第一法),在232.0nm的波长处测定,计算。含镍不得过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1mg的溶液,精密量取3ml,置100ml



量瓶中,用甲醇-水(7:3)稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸哌唑嗪对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液,精密量取 3ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇-水(7:3)稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用硅胶为填充剂;以甲醇-水-冰醋酸-二乙胺(700:300:10:0.2)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按哌唑嗪峰计算不低于 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】 盐酸哌唑嗪片

## 盐酸哌唑嗪片

Yansuan Paizuoqin Pian

Prazosin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸哌唑嗪( $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸哌唑嗪 20mg),加 10%氢氧化钠溶液 1.5ml,研磨 5 分钟,加三氯甲烷 10ml,振摇 15 分钟,静置,分层,分取三氯甲烷层滤过,滤液蒸干,提取物照盐酸哌唑嗪项下的鉴别(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,加水振摇,滤过,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** 取本品的细粉,加流动相使盐酸哌唑嗪溶解并稀释制成每 1ml 中含 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 1ml,置 200ml 量瓶中,加流动相稀释至刻度,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盐酸哌唑嗪有关物质项下。

**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%)。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 25ml(0.5mg 规格)或 50ml(1mg 规格)或 100ml(2mg 规格)量瓶中,加含量测定项下的溶剂适量,超声使盐酸哌唑嗪溶解,放冷,用上述溶剂稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液作为供试品溶液;另取盐酸哌唑嗪对照品,精密称定,加上述溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 $\mu$ g 的溶液,作为对照品溶液。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 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** 取盐酸哌唑嗪对照品约 20mg,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 2ml,置 200ml 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 246nm 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。

**溶剂** 甲醇-水-冰醋酸(96:2:2)。

**供试品溶液** 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸哌唑嗪 2mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂适量,超声使盐酸哌唑嗪溶解,放冷,用溶剂稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

**对照品溶液** 取盐酸哌唑嗪对照品,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 20 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用硅胶为填充剂;以 0.01%二乙胺甲醇溶液-水-冰醋酸(96:2:2)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按哌唑嗪峰计算不低于 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】 同盐酸哌唑嗪。

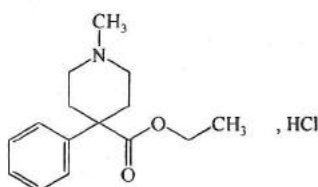
【规格】 (1)0.5mg (2)1mg (3)2mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸哌替啶

Yansuan Paitiding

## Pethidine Hydrochloride

 $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$  283.80

本品为 1-甲基-4-苯基-4-哌啶甲酸乙酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭或几乎无臭。

本品在水或乙醇中易溶,在三氯甲烷中溶解,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 186~190℃。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加乙醇 5ml 溶解后,加三硝基苯酚的乙醇溶液(1→30)5ml,振摇,即析出黄色结晶性沉淀;放置,滤过,沉淀用水洗净后,在 105℃干燥 2 小时,依法测定(通则 0612),熔点为 188~191℃。

(2)取本品约 50mg,加水 5ml 溶解后,加碳酸钠试液 2ml,振摇,即生成油滴状物。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 376 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 4.5~5.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g,加水 5ml 溶解后,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。

色谱条件 用硅胶为填充剂;以 0.0025mol/L 庚烷磺酸钠溶液-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈(3:3:1)(用氢氧化钠试液调节 pH 值至 5.0±0.1)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按哌替啶峰计算不低于 2000,哌替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%)。

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)。

【含量测定】 取本品约 0.25g,精密称定,加冰醋酸 10ml 与醋酸汞试液 5ml 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 28.38mg 的  $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 镇痛药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸哌替啶片 (2)盐酸哌替啶注射液

## 盐酸哌替啶片

Yansuan Paitiding Pian

## Pethidine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸哌替啶( $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片或薄膜衣片。

【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(约相当于盐酸哌替啶 0.1g),加水 10ml 使盐酸哌替啶溶解,滤过;滤液照盐酸哌替啶项下的鉴别(4)项试验,显相同的反应。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 50ml(25mg 规格)或 100ml(50mg 规格)量瓶中,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 第一法)测定。

溶出条件 以水 500ml(25mg 规格)或 900ml(50mg 规格)为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 40 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 取盐酸哌替啶对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.05mg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 50μl。

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(约相当于盐酸哌替啶 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸哌替啶溶解,用流动相稀释至刻度,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 取盐酸哌替啶对照品,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。

**色谱条件** 用硅胶为填充剂;以 0.0025mol/L 庚烷磺酸钠溶液-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈(3:3:1)(用氢氧化钠试液调节 pH 值至 5.0±0.1)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按哌替啶峰计算不低于 2000,哌替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。

**【类别】** 同盐酸哌替啶。

**【规格】** (1)25mg (2)50mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸哌替啶注射液

Yansuan Paitiding Zhushuye

### Pethidine Hydrochloride Injection

本品为盐酸哌替啶的灭菌水溶液。含盐酸哌替啶( $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【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** 取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸哌替啶 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。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸哌替啶有关物质项下。

**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%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸哌替啶中含内毒素的量应小于 0.20EU。

**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 中约含盐酸哌替啶 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸哌替啶对照品,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。

**色谱条件** 见有关物质项下。进样体积 20μl。

**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】** 同盐酸哌替啶。

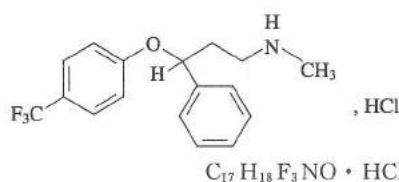
**【规格】** (1)1ml:50mg (2)2ml:100mg

**【贮藏】** 密闭保存。

## 盐酸氟西汀

Yansuan Fuxiting

### Fluoxetine Hydrochloride



本品为(±)-N-甲基-3-苯基-3-(4-三氟甲基苯氧基)丙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{18}F_3NO \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇或乙醇中易溶,在水或三氯甲烷中微溶,在乙醚中不溶。

**【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)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 837 图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 旋光度** 取本品,精密称定,加水-甲醇溶液(15:85)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),旋光度为-0.05°至+0.05°。

**酸度** 取本品适量,精密称定,加水适量,超声使溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,放冷,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.5。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品适量,精密称定,加水-甲醇溶液(15:85)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 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** 取本品约 0.14g,置 25ml 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 2ml,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。

**系统适用性溶液** 取盐酸氟西汀约 22mg,置具塞试管中,加 0.5mol/L 硫酸溶液 10ml,85℃ 水浴 3 小时,放冷,此溶液中含有杂质 I 和杂质 II;取此溶液 0.4ml,置 25ml 量瓶中,分别取盐酸氟西汀约 28mg、杂质 III 对照品与杂质 IV 对照品各约

1mg,置上述 25ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,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** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂(Agilent Zorbax Eclipse Plus C8,4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以三乙胺缓冲溶液(取三乙胺 10ml,加水 980ml,摇匀,用磷酸调节 pH 值至 6.0,用水稀释至 1000ml)-甲醇-四氢呋喃(62:8:30)为流动相;检测波长为 215nm;进样体积 10μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,使主成分峰的保留时间为 10~18 分钟,出峰顺序依次为杂质 I、杂质 III、杂质 IV、氟西汀与杂质 II(相对保留时间分别约为 0.23、0.26、0.94、1.0 与 3.3),除杂质 I 峰与杂质 III 峰之间的分离度应大于 1.0 外,其他各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、杂质 III 和杂质 IV 保留时间一致的色谱峰,杂质 I 与杂质 III 峰面积均不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.25%),杂质 IV 峰面积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%),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。

**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,振摇使溶解,密封。

**对照品溶液** 取甲醇、乙腈、正己烷、乙酸乙酯与甲苯各适量,精密称定,加 N,N-二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含甲醇 150μg、乙腈 20.5μg、正己烷 14.5μg、乙酸乙酯 250μg 与甲苯 44.5μg 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℃,维持 7 分钟,以每分钟 10℃的速率升温至 110℃,再以每分钟 20℃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 90℃,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、乙腈、正己烷、乙酸乙酯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,减失重量不得超过 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 55mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量使盐酸氟西汀溶解并稀释至刻度,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** 取盐酸氟西汀对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.11mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。检测波长为 227nm。

**测定法** 精密量取供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。

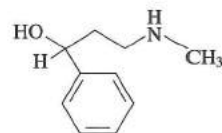
**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸氟西汀片 (2)盐酸氟西汀胶囊

附:

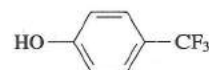
杂质 I



$C_{10}H_{15}NO$  165.23

N-甲基-3-羟基-3-苯基丙胺

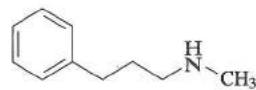
杂质 II



$C_7H_5F_3O$  162.11

4-三氟甲基苯酚

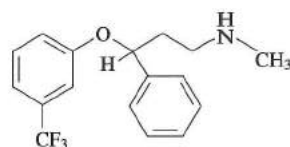
杂质 III



$C_{10}H_{15}N$  149.23

N-甲基-3-苯基丙胺

杂质 IV



$C_{17}H_{18}F_3NO$  309.33

N-甲基-3-苯基-3-(3-(3-(三氟甲基苯氧基)丙基)丙胺



## 盐酸氟西汀片

Yansuan Fuxiting Pian

### Fluoxetine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸氟西汀按氟西汀( $C_{17}H_{18}F_3NO$ )计,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(约相当于氟西汀 20mg),加二氯甲烷 10ml,充分振摇,滤过,滤液置水浴上蒸干,105℃干燥 30 分钟,取残渣照红外分光光度法(通则 0402)测定,供试品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 837 图)一致。

(3)取本品细粉适量,加水适量,充分振摇,滤过,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 取本品细粉适量(约相当于氟西汀 50mg),置 25ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇,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 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸氟西汀约 22mg,置具塞试管中,加 0.5mol/L 硫酸溶液 10ml,85℃水浴 3 小时,放冷,此溶液中含有盐酸氟西汀杂质 I 和杂质 II;取此溶液 0.4ml,置 25ml 量瓶中,分别取盐酸氟西汀约 28mg 与杂质 IV 对照品约 1mg,置上述 25ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 5ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见盐酸氟西汀有关物质项下。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,使主成分峰的保留时间为 10~18 分钟,出峰顺序依次为杂质 I、杂质 IV、氟西汀与杂质 II(相对保留时间分别约为 0.23、0.94、1.0 与 3.3),各成分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 见盐酸氟西汀有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,扣除相对保留时间 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 1.25 倍(0.25%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(0.8%),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 以水 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,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸氟西汀对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含氟西汀 11μg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。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 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸氟西汀溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过。

对照品溶液与色谱条件 见盐酸氟西汀含量测定项下。

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,将结果乘以 0.8946,并求得 10 片的平均含量。

【类别】 同盐酸氟西汀。

【规格】 10mg(按  $C_{17}H_{18}F_3NO$  计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸氟西汀胶囊

Yansuan Fuxiting Jiaonang

### Fluoxetine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸氟西汀按氟西汀( $C_{17}H_{18}F_3NO$ )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)取本品内容物适量(约相当于氟西汀 20mg),加甲醇 10ml,充分振摇,滤过,滤液置水浴上蒸干,105℃干燥 30 分钟,取残渣,照红外分光光度法(通则 0402)测定,供试品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 837 图)一致。

(3)取本品内容物适量,加水适量,充分振摇,滤过,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 取本品内容物适量(约相当于氟西汀 50mg),置 25ml 量瓶中,加流动相适量,充分振摇,加流动相



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 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取盐酸氟西汀约 22mg,置具塞试管中,加 0.5mol/L 硫酸溶液 10ml,85℃ 水浴 3 小时,放冷,此溶液中含有盐酸氟西汀杂质 I 和杂质 II;取此溶液 0.4ml,置 25ml 量瓶中,分别取盐酸氟西汀约 28mg 与杂质 IV 对照品约 1mg,置上述 25ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 5ml,置 20ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 见盐酸氟西汀有关物质项下。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,使主成分峰的保留时间为 10~18 分钟,出峰顺序依次为杂质 I、杂质 IV、氟西汀与杂质 II(相对保留时间分别约为 0.23、0.94、1.0 与 3.3),各成分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** 见盐酸氟西汀有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,扣除相对保留时间 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 1.25 倍(0.25%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(0.8%),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 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,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸氟西汀对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含氟西汀 22μg 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,分别将内容物用流动相转移至 100ml 量瓶中,囊壳用流动相分次洗涤,洗液并入同一量瓶中,充分振摇,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液与色谱条件** 见盐酸氟西汀含量测定项下。

**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,将结果乘以 0.8946,并求得 10 粒的平均含量。

**【类别】** 同盐酸氟西汀。

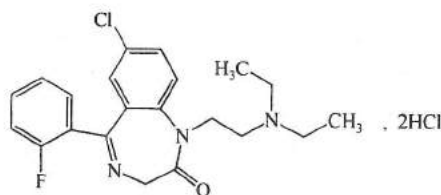
**【规格】** 20mg(按  $C_{17}H_{18}F_3NO$  计)

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸氟西汀

Yansuan Fuxipan

Flurazepam Hydrochloride



$C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot 2HCl$  460.81

本品为 1-[2-(二乙氨基)乙基]-5-(2-氟苯基)-7-氯-1,3-二氢-2H-1,4-苯并二氮杂䓬-2-酮二盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot 2HCl$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为类白色至微黄色结晶性粉末;几乎无臭;有强引湿性;遇光变质。

本品在水中极易溶解,在甲醇中易溶,在乙醇或三氯甲烷中溶解。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg,加水 1ml 使溶解,加碘化铋钾试液,即生成橙红色沉淀。

(2)取本品,加硫酸甲醇溶液(1→36)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 239nm、284nm 与 363nm 的波长处有最大吸收,在 239nm 与 284nm 处的吸光度比值为 1.95~2.50。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 377 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】 氟化物** 对照溶液 精密称取氟化钠 221mg,置 100ml 量瓶中,加水 20ml 使溶解,加氢氧化钠溶液(1→2500)1ml,加水稀释至刻度,摇匀,贮于密闭的塑料容器内备用(每 1ml 相当于 1mg 的 F)。

**供试品溶液** 取本品约 1g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加枸橼酸钠缓冲液(pH 5.25)溶解并稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 取对照溶液适量,加适量枸橼酸钠缓冲液(pH 5.25)分别制成每 1ml 中含 1μg、3μg、5μg 和 10μg 的溶液,另取供试品溶液,置 150ml 的塑料烧杯中(附聚四氟乙烯包裹的搅拌棒),在搅拌下,用装有氟离子选择电极和饱和甘汞电极(玻璃套管内装 30% 异丙醇制饱和氯化钾溶液)系统的电位



计,测定上述各溶液的电位,根据不同的氟离子浓度( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )和相应的电位值(mV),用半对数坐标纸绘制标准曲线,根据测得的供试品溶液电位,在标准曲线上求得氟离子含量,含氟不得过 0.05%。

**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,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.10g 的溶液。

**杂质 I 对照品溶液** 取杂质 I 对照品适量,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

**杂质 II 对照品溶液** 取杂质 II 对照品适量,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙醚-二乙胺(150:4)为展开剂。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 10 $\mu\text{l}$ ,分别点于同一薄层板上,色谱缸四周贴附滤纸预先用展开剂平衡后,弃去,换入新配的展开剂,立即展开,展开后,取出置室温放置 5 分钟,立即用新配的展开剂按同方向重复展开一次,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

**限度** 供试品溶液如显与对照品溶液相应的杂质斑点,其颜色分别与对照品溶液的主斑点比较,不得更深(0.1%)。

**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二十。

**【含量测定】** 取本品约 0.2g,精密称定,置 100ml 烧杯中,加醋酐 20ml 微温使溶解,加醋酸汞试液 5ml,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,以玻璃-甘汞电极指示终点,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 23.04mg 的  $\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{ClFN}_3\text{O} \cdot 2\text{HCl}$ 。

**【类别】** 抗焦虑药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

**【制剂】** 盐酸氟西泮胶囊

附:

杂质 I



$\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{ClFN}_2\text{O}$  288.70

7-氯-5-(2-氟苯基)-1,3-二氢-2H-1,4-苯并二氮杂革-2-酮

杂质 II



$\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{ClFN}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$  385.34

5-氯-2-(2-二乙氨基乙氨基)-2'-氟二苯甲酮盐酸盐

## 盐酸氟西泮胶囊

Yansuan Fuxipan Jiaonang

### Flurazepam Hydrochloride Capsules

本品含盐酸氟西泮( $\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{ClFN}_3\text{O} \cdot 2\text{HCl}$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【鉴别】** (1)取本品的内容物适量(约相当于盐酸氟西泮 10mg),加水 2ml,振摇使盐酸氟西泮溶解,滤过,取滤液,照盐酸氟西泮项下的鉴别(1)、(4)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 239nm 与 284nm 的波长处的吸光度比值应为 1.95~2.50。

**【检查】 有关物质** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。避光操作。

**供试品溶液** 取本品的内容物适量(约相当于盐酸氟西泮 10mg),加甲醇 2ml,振摇,离心,取上清液。

**杂质 I 对照品溶液** 取杂质 I 对照品适量,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50 $\mu\text{g}$  的溶液。

**杂质 II 对照品溶液** 取杂质 II 对照品适量,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50 $\mu\text{g}$  的溶液。

**色谱条件与测定法** 见盐酸氟西泮有关物质项下。

**限度** 供试品溶液如显与对照品溶液相应的杂质斑点,其颜色分别与对照品溶液的主斑点比较,不得更深(1.0%)。

**含量均匀度** 避光操作。取本品 1 粒,将内容物倾入 100ml 量瓶中,囊壳用硫酸甲醇溶液(1→36)洗净,洗液并入量瓶中,加硫酸甲醇溶液(1→36)约 70ml,振摇使盐酸氟西泮溶解,用同一溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 25ml 量瓶中,用硫酸甲醇溶液(1→36)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。

**溶剂** 硫酸甲醇溶液(1→36)。

**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,精密称取适量(约相当于盐酸氟西泮 10mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂约 80ml,振摇使盐酸氟西泮溶解,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸氟西泮对照品,精密称定,加溶剂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,在 239nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸氟西泮。

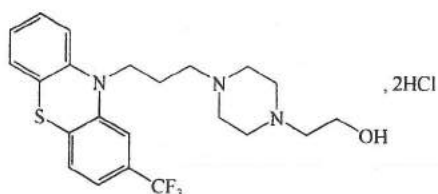
【规格】 15mg

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

## 盐酸氟奋乃静

Yansuan Fufennaijing

### Fluphenazine Hydrochloride



$C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2HCl$  510.44

本品为 4-[3-[2-(三氟甲基)-10H-吩噻嗪-10-基]丙基]-1-哌嗪乙醇二盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2HCl$  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;遇光易变色。

本品在水中易溶,在乙醇中略溶,在丙酮中极微溶解,在乙醚中不溶。

**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 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 255nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 553~593。

【鉴别】 (1)取本品 5mg,加硫酸 5ml 使溶解,即显淡红色;温热后变成红褐色。

(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 378 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 1.0g,加水 20ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 1.9~2.3。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品适量,加流动相 A 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 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相 A 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(用磷酸调节 pH 值至 2.5)-甲醇-乙腈(52:28:20)为流动相 A,以甲醇-乙腈(58:42)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 259nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
36	100	0
60	70	30
61	100	0
70	100	0

**系统适用性要求** 理论板数按氟奋乃静峰计算不低于 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%)。

**干燥失重** 取本品,在 80℃ 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。

【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,加流动相 A 溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 50ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸氟奋乃静对照品,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.08mg 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】 抗精神病药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸氟奋乃静片 (2)盐酸氟奋乃静注射液

## 盐酸氟奋乃静片

Yansuan Fufennaijing Pian

### Fluphenazine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸氟奋乃静( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2HCl$ )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】(1)取本品,除去包衣,研细,称取适量(约相当于盐酸氟奋乃静 30mg),加乙醇 15ml,振摇使盐酸氟奋乃静溶解,滤过,滤液蒸干;残渣照盐酸氟奋乃静项下的鉴别(1)、(4)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 20 片,除去包衣,精密称定,研细,精密称取适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸氟奋乃静 0.4mg 的溶液,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。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸氟奋乃静有关物质项下。

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 0.2 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(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%)。

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,除去包衣,分别置 25ml 量瓶中,加流动相 A 适量,超声使盐酸氟奋乃静溶解,用流动相 A 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 见盐酸氟奋乃静含量测定项下。

测定法 见盐酸氟奋乃静含量测定项下。测定每片的含量,并求得 10 片的平均含量。

【类别】 同盐酸氟奋乃静。

【规格】 2mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸氟奋乃静注射液

Yansuan Fufennaijing Zhushuye

### Fluphenazine Hydrochloride Injection

本品为盐酸氟奋乃静的灭菌水溶液。含盐酸氟奋乃静( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2HCl$ )应为标示量的 95.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】(1)取本品适量(约相当于盐酸氟奋乃静 20mg),加碳酸钠及碳酸钾各约 100mg,混合均匀,先用小火小心加热,并蒸干,然后在 600℃灰化,加水 2ml 使溶解,加盐酸(1:2)酸化,滤过,滤液加茜素锆试液 0.5ml,溶液由红变黄。

(2)取本品适量(约相当于盐酸氟奋乃静 3mg),加硫酸数滴,即显红黄色,加热后变绿色。

(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。

(4)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 4.5~5.5(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(约相当于盐酸氟奋乃静 10mg),置 50ml 量瓶中,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 25ml 量瓶中,用流动相 A 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 见盐酸氟奋乃静含量测定项下。

【类别】 同盐酸氟奋乃静。

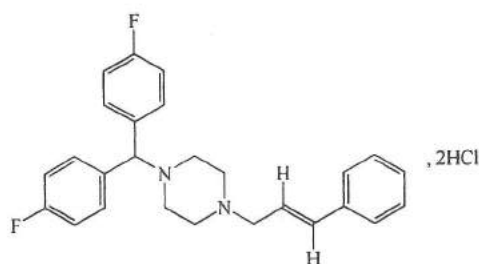
【规格】 2ml:10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸氟桂利嗪

Yansuan Fuguiqin

### Flunarizine Hydrochloride



$C_{26}H_{26}F_2N_2 \cdot 2HCl$  477.42

本品为(E)-1-[双-(4-氟苯基)甲基]-4-(2-丙烯基-3-苯基)哌嗪二盐酸盐。按干燥品计算,含 $C_{26}H_{26}F_2N_2 \cdot 2HCl$ 应为 99.0%~101.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇或乙醇中略溶,在三氯甲烷中微溶,在水中极微溶解。

【鉴别】(1)取本品约 10mg,加乙醇 3ml,振摇溶解后,加氢氧化钾试液 2 滴,摇匀,加高锰酸钾试液 1 滴,紫色立即消失。

(2)取本品约 6mg,加乙醇 5ml 与盐酸溶液(取稀盐酸 24ml 加水至 1000ml)5ml 溶解后,摇匀,量取适量,加上述盐酸溶液制成每 1ml 中含 12μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 226nm 与 253nm 的波长处有最大吸收,在 221nm 与 234nm 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 379 图)一致。

(4)取本品约 5mg,加乙醇 1ml 溶解后,显氯化物的鉴别(1)反应(通则 0301)。



【检查】 酸度 取本品 0.25g,加水 20ml,搅拌 5 分钟,滤过,取滤液依法测定(通则 0631),pH 值应为 1.5~3.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 2.5g,置 25ml 量瓶中,加聚乙二醇 400-水-乙醇(5:2:3)适量,超声使溶解并稀释至刻度,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,不得更浓;如显色,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 0.07。

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,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适量,用流动相定量稀释成每 1ml 中约含 1 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸氟桂利嗪适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 20 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.36g,加水溶解并稀释至 1000ml,加三乙胺 4ml,用磷酸调节 pH 值至 3.5)(75:25)为流动相;检测波长为 253nm;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,理论板数按氟桂利嗪峰计算不低于 3000,氟桂利嗪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 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%)。

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,加乙醇 70ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,以第二突跃点所消耗滴定液的体积计算,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 23.87mg 的  $C_{26}H_{26}F_2N_2 \cdot 2HCl$ 。

【类别】 血管扩张药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸氟桂利嗪片 (2)盐酸氟桂利嗪分散片 (3)盐酸氟桂利嗪胶囊

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(约相当于氟桂利嗪 50mg),加乙醇 10ml,充分振摇,使盐酸氟桂利嗪溶解,滤过,取滤液 2ml,加氢氧化钾试液 2 滴,摇匀,加高锰酸钾试液 1~2 滴,紫色立即消失。

(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 226nm 与 253nm 的波长处有最大吸收,在 221nm 与 234nm 的波长处有最小吸收。

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

【检查】 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 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(取稀盐酸 24ml 加水至 1000ml)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,取续滤液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 253nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{26}H_{26}F_2N_2 \cdot 2HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 439 计算每片的溶出量,并将结果乘以 0.8473。

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 100ml 量瓶中,加乙醇 5ml 与盐酸溶液(取稀盐酸 24ml 加水至 1000ml)5ml,超声使盐酸氟桂利嗪溶解,用上述盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,用上述盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸氟桂利嗪对照品适量,精密称定,加乙醇 10ml,振摇使溶解,用上述盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含氟桂利嗪 10 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.36g,加水溶解并稀释至 1000ml,加三乙胺 4ml,用磷酸调节 pH 值至 3.5)(75:25)为流动相;检测波长为 253nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按氟桂利嗪峰计算不低于 3000,氟桂利嗪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每片的含量,并求得 10 片的平均含量。

【类别】 同盐酸氟桂利嗪。

【规格】 5mg(按  $C_{26}H_{26}F_2N_2$  计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸氟桂利嗪片

Yansuan Fuguilin Pian

Flunarizine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸氟桂利嗪按氟桂利嗪( $C_{26}H_{26}F_2N_2$ )计算,应



## 盐酸氟桂利嗪分散片

Yansuan Fuguilinqin Fensanpian

### Flunarizine Hydrochloride Dispersible Tablets

本品含盐酸氟桂利嗪按氟桂利嗪( $C_{26}H_{26}F_2N_2$ )计算,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(约相当于氟桂利嗪 50mg),加乙醇 10ml,充分振摇,使盐酸氟桂利嗪溶解,滤过,取滤液 2ml,加氢氧化钾试液 2 滴,摇匀,加高锰酸钾试液 1~2 滴,紫色立即消失。

(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 226nm 与 253nm 的波长处有最大吸收,在 221nm 与 234nm 的波长处有最小吸收。

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

【检查】 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 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(取稀盐酸 24ml 加水至 1000ml) 600ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 10 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 253nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{26}H_{26}F_2N_2 \cdot 2HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 439 计算每片的溶出量,并将结果乘以 0.8473。

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 10 片,分别置 100ml 量瓶中,加乙醇 5ml 与盐酸溶液(取稀盐酸 24ml 加水至 1000ml) 5ml,超声使盐酸氟桂利嗪溶解,用上述盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,用上述盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸氟桂利嗪对照品适量,精密称定,加乙醇 10ml,振摇使溶解,用上述盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含氟桂利嗪 10 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.36g,加水溶解并稀释至 1000ml,加三乙胺 4ml,用磷酸调节 pH 值至 3.5)(75:25)为流动相;检测波长为 253nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按氟桂利嗪峰计算不低于

3000,氟桂利嗪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每片的含量,并求得 10 片的平均含量。

【类别】 同盐酸氟桂利嗪。

【规格】 5mg(按  $C_{26}H_{26}F_2N_2$  计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸氟桂利嗪胶囊

Yansuan Fuguilinqin Jiaonang

### Flunarizine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸氟桂利嗪按氟桂利嗪( $C_{26}H_{26}F_2N_2$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于盐酸氟桂利嗪 50mg),加乙醇 10ml,充分振摇,使盐酸氟桂利嗪溶解,滤过,取滤液 2ml,加氢氧化钾试液 2 滴,摇匀,加高锰酸钾试液 1~2 滴,紫色立即消失。

(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 226nm 与 253nm 的波长处有最大吸收,在 221nm 与 234nm 的波长处有最小吸收。

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

【检查】 含量均匀度 取本品 1 粒,将内容物倾入 100ml 量瓶中,加乙醇 5ml,振摇使盐酸氟桂利嗪溶解,加盐酸溶液(取稀盐酸 24ml 加水至 1000ml) 稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,加上述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 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸溶液(取稀盐酸 24ml 加水至 1000ml) 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。

供试品溶液 取溶出液 10ml,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,混合均匀,精密称取适量(约相当于氟桂利嗪 10mg),



置 100ml 量瓶中,加乙醇 10ml,振摇使盐酸氟桂利嗪溶解,加盐酸溶液(取稀盐酸 24ml 加水至 1000ml)稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用上述盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸氟桂利嗪对照品,精密称定,加乙醇 10ml,振摇使溶解,用上述盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含氟桂利嗪 10 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.36g,加水溶解并稀释至 1000ml,加三乙胺 4ml,用磷酸调节 pH 值至 3.5)(75:25)为流动相;检测波长为 253nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按氟桂利嗪峰计算不低于 3000,氟桂利嗪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】 同盐酸氟桂利嗪。

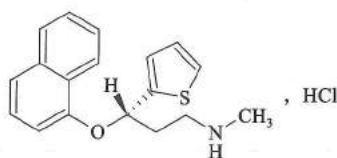
【规格】 5mg(按  $C_{26}H_{26}F_2N_2$  计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸度洛西汀

Yansuan Duluoxiting

### Duloxetine Hydrochloride



$C_{18}H_{19}NOS \cdot HCl$  333.88

本品为(3S)-N-甲基-3-(1-萘氧基)-3-(2-噻吩基)丙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{18}H_{19}NOS \cdot HCl$  应为 97.5%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇中易溶,在水中略溶,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,在 30 分钟内依法测定(通则 0621),比旋度为+119°至+127°。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水 20ml 溶解,加稀碘化铋钾试液 1ml,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。

(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)本品的水溶液显氯化物鉴别(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。

溶剂 乙腈-水(25:75)。

**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 0.2mg 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 0.2 $\mu$ g 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。

**系统适用性溶液** 取盐酸度洛西汀对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,置 60℃ 水浴中加热 1 小时,放冷,此溶液中含有杂质 I、II、III、IV、V。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂(Zorbax SB C8,15cm $\times$ 0.46cm,3.5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取磷酸 2.9g,加水溶解并稀释至 1000ml,用氢氧化钠试液调节 pH 值至 2.5,加己烷磺酸钠一水合物 10.3g,振摇使溶解,即得)-乙腈-正丙醇(70:13:17)为流动相;柱温为 40℃;检测波长为 230nm;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,调节流动相比比例,使主成分峰的保留时间约为 20 分钟。杂质 II 峰与杂质 III 峰、度洛西汀峰与杂质 V 峰之间的分度均应符合要求,度洛西汀峰的拖尾因子不得大于 1.5。各杂质对主成分的相对保留时间见下表。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于 10。

成分	相对保留时间
杂质 I	0.15
杂质 II	0.43
杂质 III	0.48
杂质 IV	0.74
杂质 V	1.1
杂质 VI	1.4

**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,杂质 V 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(0.4%),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 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,精密称定,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 22 $\mu$ g 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** 取盐酸度洛西汀对照品与杂质 VII 对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 22 $\mu$ g 与 0.22 $\mu$ g 的混合溶液。

**色谱条件** 用纤维素-三(3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯)键合硅胶为填充剂(Chiralcel OD-RH,150mm $\times$ 4.6mm,5 $\mu$ m);以 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.3)-乙腈



(66 : 34)为流动相;检测波长为 230nm;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,出峰顺序依次为度洛西汀峰与杂质Ⅶ峰,两者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杂质Ⅶ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 0.5 倍(0.25%)。

**残留溶剂** 乙醇、异丙醇、乙酸乙酯、环己烷与甲苯 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*-二甲基乙酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 100mg 的溶液。

**对照品溶液** 分别取无水乙醇、异丙醇、乙酸乙酯、环己烷与甲苯各适量,精密称定,加 *N,N*-二甲基乙酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含乙醇 300 $\mu$ g、异丙醇 300 $\mu$ g、乙酸乙酯 300 $\mu$ g、环己烷 100 $\mu$ g 与甲苯 89 $\mu$ g 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(30m $\times$ 0.53mm,涂膜厚度 3.0 $\mu$ m);程序升温,起始温度为 50 $^{\circ}$ C,维持 4 分钟,以每分钟 20 $^{\circ}$ C 的速率升温至 150 $^{\circ}$ C,维持 3 分钟;进样体积 1 $\mu$ 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,乙醇、异丙醇与乙酸乙酯的残留量均不得过 0.3%,环己烷的残留量不得过 0.1%,甲苯的残留量应符合规定。

**二甲基亚砜** 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,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 100mg 的溶液。

**对照品溶液** 取二甲基亚砜适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 300 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 以酸改性聚乙二醇(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱(30m $\times$ 0.53mm,涂膜厚度 3 $\mu$ m);柱温为 110 $^{\circ}$ C;进样体积 1 $\mu$ 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,二甲基亚砜的残留量不得过 0.3%。

**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。

**【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 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸度洛西汀对照品适量,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。

**溶剂、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,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。

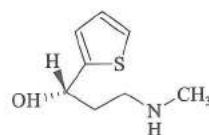
**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。

**【制剂】** (1)盐酸度洛西汀肠溶片 (2)盐酸度洛西汀肠溶胶囊

附:

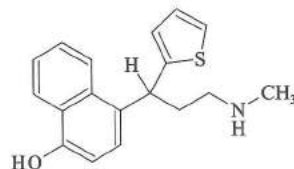
杂质 I



$C_8H_{13}NOS$  171.26

(1S)-3-(甲基氨基)-1-(2-噻吩基)丙醇

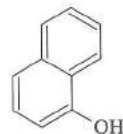
杂质 II



$C_{18}H_{19}NOS$  297.41

4-[3-(甲基氨基)-1-(2-噻吩基)丙基]萘酚

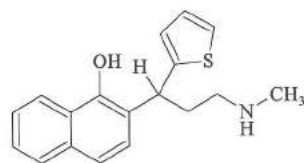
杂质 III



$C_{10}H_8O$  144.17

$\alpha$ -萘酚

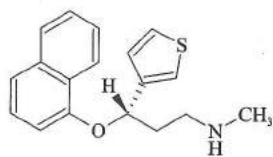
杂质 IV



$C_{18}H_{19}NOS$  297.41

2-[(1RS)-3-(甲基氨基)-1-(2-噻吩基)丙基]萘酚

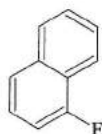
杂质 V (3-异构体)



$C_{18}H_{19}NOS$  297.41

(3S)-N-甲基-3-(1-萘氧基)-3-(3-噻吩基)丙胺

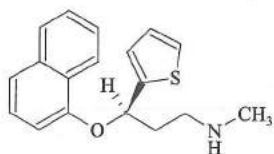
杂质 VI



$C_{10}H_7F$  146.16

1-氟萘

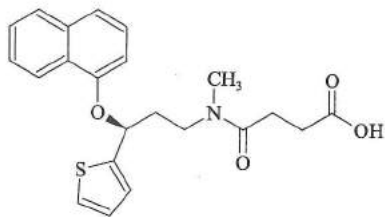
杂质 VII (光学异构体)



$C_{18}H_{19}NOS$  297.41

(3R)-N-甲基-3-(1-萘氧基)-3-(2-噻吩基)丙胺

杂质 VIII (N-琥珀酰度洛西汀)



$C_{22}H_{23}NO_4S$  397.49

(S)-4-[甲基 3-(1-萘氧基)-3-(2-噻吩基)丙基]氨基]-4-氧代丁酸

## 盐酸度洛西汀肠溶片

Yansuan Duluoixiting Changrong Pian

Duloxetine Hydrochloride Enteric-coated Tablets

本品含盐酸度洛西汀按度洛西汀( $C_{18}H_{19}NOS$ )计算,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 5 片,除去包衣,研细,加水适量使盐酸度洛西汀溶解,滤过,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。临用新制。

溶剂 取流动相 1000ml,加入 60%氢氧化钾溶液 10ml,摇匀,调节 pH 值至 10.0。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于度洛西汀 100mg),置 100ml 量瓶中,加溶剂适量,充分振摇 45 分钟使分散均匀,超声 10 分钟使盐酸度洛西汀溶解,放冷,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 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 100ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取盐酸度洛西汀对照品约 11mg、杂质 V 对照品约 1.0mg、杂质 III 对照品约 5.0mg 与杂质 VII 对照品约 2.5mg,置同一 100ml 量瓶中,加甲醇 1ml 使溶解,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, 4.6mm×75mm, 3.5μm 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 3.4g 与三乙胺 15ml,加水 1000ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 5.5)-甲醇-四氢呋喃(587:323:90)为流动相;流速为每分钟 1.5ml;柱温 45℃;检测波长为 230nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,调节流动相比,使主成分峰的保留时间约为 3.4 分钟,出峰顺序依次为度洛西汀峰、杂质 V 峰、杂质 III 峰与杂质 VII 峰(相对保留时间分别约为 1.0、1.12、1.29 与 1.94),理论板数按度洛西汀峰计算不低于 2500,相邻两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,按面积归一化法计算,杂质 III(校正因子 1.7)、杂质 VII 与其他单个杂质均不得过 0.2%,杂质总量不得过 0.4%,小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰与杂质 V 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 第一法肠溶制剂方法 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 小时取样。

供试品溶液(1) 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液(2) 取盐酸度洛西汀对照品适量,精密称



定,加甲醇 1ml 使溶解,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)定量稀释制成每 1ml 中约含度洛西汀 20 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液(1)** 精密量取对照品溶液(2)适量,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)定量稀释制成每 1ml 中约含度洛西汀 2 $\mu$ 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** 精密量取供试品溶液(1)与对照品溶液(1),分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液(1)按外标法以度洛西汀峰面积与杂质Ⅲ峰面积的 2.04 倍之和计算每片在酸中的溶出量。

**限度** 不大于标示量的 10%,应符合规定。

**缓冲液中溶出量 溶出条件** 取酸中溶出量项下经 2 小时的转篮,立即浸入预热至 37℃的磷酸盐缓冲液(pH 6.8) 1000ml 的溶出介质中,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 1 小时取样。

**供试品溶液(2)** 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

**对照品溶液(2)** 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** 精密量取供试品溶液(2)与对照品溶液(2),分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液(2)按外标法以度洛西汀峰面积计算每片在缓冲液中的溶出量。

**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,分别置研钵中,加少量溶剂研磨,用溶剂转移至 100ml 量瓶中,加溶剂适量,充分振摇 45 分钟使分散均匀,超声 10 分钟使溶解,放冷,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 10ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸度洛西汀对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含度洛西汀 0.1mg 的溶液。

**溶剂、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,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】** 同盐酸度洛西汀。

**【规格】** 20mg(按  $C_{18}H_{19}NOS$  计)。

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。

## 盐酸度洛西汀肠溶胶囊

Yansuan Duluoixiting Changrong Jiaonang

### Duloxetine Hydrochloride Enteric Capsules

本品含盐酸度洛西汀按度洛西汀( $C_{18}H_{19}NOS$ )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小丸。

**【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(约相当于度洛西汀 0.1g),研细,加水适量使盐酸度洛西汀溶解,滤过,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。临用新制。

**溶剂** 取流动相 1000ml,加入 60%氢氧化钾溶液 10ml,摇匀,调节 pH 值至 10.0。

**供试品溶液** 取本品内容物适量(约相当于度洛西汀 0.1g),置 100ml 量瓶中,加溶剂适量,充分振摇 45 分钟使分散均匀,超声 10 分钟使盐酸度洛西汀溶解,放冷,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 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 100ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取盐酸度洛西汀对照品约 11mg、杂质 V 对照品约 1.0mg、杂质Ⅲ对照品约 5.0mg 与杂质Ⅷ对照品约 2.5mg,置同一 100ml 量瓶中,加甲醇 1ml 使溶解,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, 4.6mm×75mm, 3.5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 3.4g 与三乙胺 15ml,加水 1000ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 5.5)-甲醇-四氢呋喃(587:323:90)为流动相;流速为每分钟 1.5ml;柱温 45℃;检测波长为 230nm;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,调节流动相比,使主成分峰的保留时间约为 3.4 分钟,出峰顺序依次为度洛西汀峰、杂质 V 峰、杂质Ⅲ峰与杂质Ⅷ峰(相对保留时间分别约为 1.0、1.12、1.29 与 1.94),理论板数按度洛西汀峰计算不低于 2500,相邻两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,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,按面积归一化法计算,杂质Ⅲ(校正因子 1.7)、杂质Ⅷ与其他单个杂质均不得过 0.2%,杂质总量不得过 0.4%,小于灵敏度溶液主峰面



积的色谱峰与杂质 V 峰忽略不计。

**含量均匀度** (20mg 规格)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 第一法肠溶制剂方法 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(1) 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液(2) 取盐酸度洛西汀对照品适量,精密称定,加甲醇 1ml 使溶解,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)定量稀释制成每 1ml 中约含度洛西汀 20 $\mu$ g(20mg 规格)或 30 $\mu$ g(30mg 规格)或 60 $\mu$ g(60mg 规格)的溶液。

对照品溶液(1) 精密量取对照品溶液(2)适量,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)定量稀释制成每 1ml 中约含度洛西汀 2 $\mu$ g(20mg 规格)或 3 $\mu$ g(30mg 规格)或 6 $\mu$ g(60mg 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** 精密量取供试品溶液(1)与对照品溶液(1),分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液(1)按外标法以度洛西汀峰面积与杂质 III 峰面积的 2.04 倍之和计算每粒在酸中的溶出量。

**限度** 不大于标示量的 10%,应符合规定。

**缓冲液中溶出量** 溶出条件 取酸中溶出量项下经 2 小时时的转篮,立即浸入预热至 37℃ 的磷酸盐缓冲液(pH 6.8) 1000ml 的溶出介质中,转速不变,继续依法操作,经 1 小时时取样。

供试品溶液(2) 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液(2) 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** 精密量取供试品溶液(2)与对照品溶液(2),分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液(2)按外标法以度洛西汀峰面积计算每粒在缓冲液中的溶出量。

**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。

**20mg 规格** 供试品溶液 取本品 10 粒,分别将内容物用溶剂转移至 100ml 量瓶中,囊壳用溶剂分次洗涤,洗液并入同一量瓶中,加溶剂适量,充分振摇 45 分钟使分散均匀,再超声 10 分钟使溶解,放冷,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 10ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸度洛西汀对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含度洛西汀 0.1mg 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每粒的含量,并求得 10 粒的平均含量。

**30mg 规格或 60mg 规格** 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(约相当于度洛西汀 0.1g),置 100ml 量瓶中,加溶剂适量,充分振摇 45 分钟使分散均匀,超声处理 10 分钟使溶解,放冷,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸度洛西汀对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含度洛西汀 0.1mg 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。

**【类别】** 同盐酸度洛西汀。

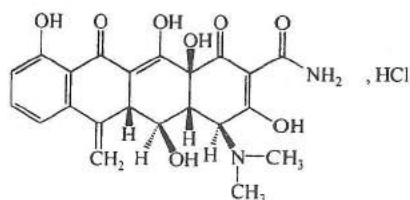
**【规格】** 按  $C_{18}H_{19}NOS$  计 (1) 20mg (2) 30mg (3) 60mg

**【贮藏】** 密封,在阴凉处保存。

## 盐酸美他环素

Yansuan Meitahuansu

Metacycline Hydrochloride



$C_{22}H_{22}N_2O_8 \cdot HCl$  478.89

本品为 6-亚甲基-4-(二甲氨基)-3,5,10,12,12a-五羟基-1,11-二氧化-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-八氢-并四苯甲酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含美他环素( $C_{22}H_{22}N_2O_8$ )不得少于 87.0%。

**【性状】** 本品为黄色结晶性粉末;无臭。

本品在水或甲醇中略溶。

**【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)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 345nm、282nm 和 241nm 的波长处有最大吸收,在 264nm 和 222nm 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 1026 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 0.10g,加水 10ml 超声使溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.0~3.0。

**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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 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 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 2 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取土霉素对照品与美他环素对照品各适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各含 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;以醋酸盐缓冲液[0.25mol/L 醋酸铵溶液-0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液-三乙胺(100:10:1),用冰醋酸调节 pH 值至 8.3]-乙腈(85:15)为流动相;柱温为 35℃;检测波长为 280nm;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,土霉素峰与美他环素峰间的分离度应大于 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 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 1.2 倍(1.2%),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%)。

**杂质吸光度** 取本品,加 1mol/L 盐酸甲醇溶液(1→100)溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 490nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.20。

**干燥失重** 取本品 0.2~0.3g,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)。

**【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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含美他环素 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取美他环素对照品适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含美他环素 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,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  $C_{22}H_{22}N_2O_8$  的含量。

**【类别】** 四环素类抗生素。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸美他环素片 (2)盐酸美他环素胶囊

## 盐酸美他环素片

Yansuan Meitahuansu Pian

### Metacycline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸美他环素按美他环素( $C_{22}H_{22}N_2O_8$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显黄色至土黄色。

**【鉴别】** (1)取本品,除去包衣后,研细,细粉照盐酸美他环素项下的鉴别(1)和(4)项试验,显相同的结果。

(2)取本品,除去包衣后,研细,取适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含美他环素 10 $\mu$ g 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照盐酸美他环素鉴别(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。

**供试品溶液** 取本品细粉适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含美他环素 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 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含美他环素 2 $\mu$ 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** 见盐酸美他环素有关物质项下。

**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** 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 60 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 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取美他环素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含美他环素 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 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 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(约相当于美他环素 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液使溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用 0.01mol/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** 见盐酸美他环素含量测定项下。



【类别】 同盐酸美他环素。

【规格】 0.1g(按  $C_{22}H_{22}N_2O_8$  计)

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸美他环素胶囊

Yansuan Meitahuansu Jiaonang

### Metacycline Hydrochloride Capsules

本品含盐酸美他环素按美他环素( $C_{22}H_{22}N_2O_8$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)取本品内容物,照盐酸美他环素项下的鉴别(1)和(4)项试验,显相同的结果。

(2)取本品内容物,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含美他环素  $10\mu\text{g}$  的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照盐酸美他环素鉴别(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。

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 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含美他环素 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 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含美他环素  $2\mu\text{g}$  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 见盐酸美他环素有关物质项下。

干燥失重 取本品内容物,在  $105^\circ\text{C}$  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 以水 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 60 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 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取美他环素对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含美他环素  $10\mu\text{g}$  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 345nm 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(约相当于美他环素 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.01mol/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 0.01mol/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 见盐酸美他环素含量测定项下。

【类别】 同盐酸美他环素。

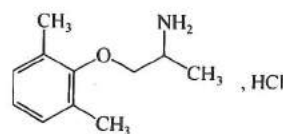
【规格】 按  $C_{22}H_{22}N_2O_8$  计 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸美西律

Yansuan Meixilü

### Mexiletine Hydrochloride



$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$  215.72

本品为(±)-1-(2,6-二甲基苯氧基)-2-丙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,几乎无臭。

本品在水或乙醇中易溶,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为  $200\sim 204^\circ\text{C}$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加水 2ml 溶解后,加碘试液 2 滴,即生成棕红色沉淀。

(2)取本品,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.4mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 261nm 的波长处有最大吸收,吸光度为 0.44~0.48。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 381 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 1.0g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.5。

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,依法检查(通则 0901 第一法),与橙黄色 3 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 取本品约 50mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

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 中含 2mg 的溶液,精密量取 1ml,置 200ml 量瓶中,再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-0.1mol/L 醋酸钠溶液(50:50)(用冰醋酸调节 pH 值至  $5.8\pm 0.1$ )为流动相;检测波长为 262nm;进样体积  $20\mu\text{l}$ 。



系统适用性要求 美西律峰与杂质 I 峰的分度应大于 6.0, 美西律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 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 0.2%; 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中美西律峰面积的 0.4 倍 (0.2%), 除杂质 I 峰外, 其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中美西律峰面积 (0.5%)。

干燥失重 取本品, 在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得过 1.0% (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, 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, 加冰醋酸 25ml 与醋酐 25ml, 振摇使溶解, 照电位滴定法 (通则 0701), 立即用高氯酸滴定液 (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 21.57mg 的  $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$ 。

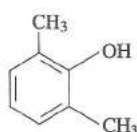
【类别】 抗心律失常药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1) 盐酸美西律片 (2) 盐酸美西律注射液  
(3) 盐酸美西律胶囊

附:

杂质 I



$C_8H_{10}O$  122.16

2,6-二甲苯酚

## 盐酸美西律片

Yansuan Meixilü Pian

Mexiletine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸美西律 ( $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$ ) 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 (约相当于盐酸美西律 0.5g), 加水 10ml, 搅拌, 使盐酸美西律溶解, 滤过, 滤液照盐

酸美西律项下的鉴别 (1)、(4) 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 261nm 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 (约相当于盐酸美西律 50mg), 置 10ml 量瓶中, 加流动相使盐酸美西律溶解, 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 取盐酸美西律适量, 加水溶解并稀释制成每 1ml 含 25μg 的溶液。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 理论板数按美西律峰计算不低于 1000, 美西律峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

色谱条件与测定法 见盐酸美西律有关物质项下。

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%)。

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 (约相当于盐酸美西律 50mg), 置 100ml 量瓶中, 加水 70ml, 超声约 10 分钟使盐酸美西律溶解, 放冷, 用水稀释至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜 (0.45μm) 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取盐酸美西律对照品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 25μg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 除检测波长为 216nm 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】 【贮藏】 同盐酸美西律。

【规格】 (1) 50mg (2) 100mg

## 盐酸美西律注射液

Yansuan Meixilü Zhushēyē

Mexiletine Hydrochloride Injection

本品为盐酸美西律的灭菌水溶液。含盐酸美西律 ( $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$ ) 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, 加碘试液 2 滴, 即产生棕红色沉淀。

(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 261nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【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。

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 中约含盐酸美西律 5mg 的溶液。

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 2mg 的溶液,精密量取 1ml,置 200ml 量瓶中,再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、系统适用性要求与测定法 见盐酸美西律有关物质项下。

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,不得过盐酸美西律标示量的 0.2%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中美西律峰面积(0.5%);除杂质 I 峰外,其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中美西律峰面积的 2 倍(1.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸美西律中含内毒素的量应小于 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】 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 2ml,置 200ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸美西律对照品适量,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 0.5mg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 261nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸美西律。

【规格】 2ml : 100mg

【贮藏】 密闭,在凉暗处保存。

## 盐酸美西律胶囊

Yansuan Meixilü Jiaonang

Mexiletine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸美西律( $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$ )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)取本品的内容物适量(约相当于盐酸美西律 0.5g),加水 10ml,振摇,滤过;滤液照盐酸美西律项下的鉴别(1)、(4)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 261nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关各项规定(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(约相当于盐酸美西律 50mg),置 100ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液约 50ml,充分振摇使盐酸美西律溶解,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,用 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸美西律对照品适量,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 0.5mg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 261nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸美西律。

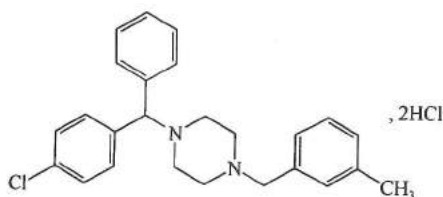
【规格】 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸美克洛嗪

Yansuan Meikeluoqin

Meclozine Hydrochloride



$C_{25}H_{27}ClN_2 \cdot 2HCl$  463.88

本品为 1-[(4-氯苯基)苯甲基]-4-[(3-甲基)甲基]哌嗪二盐酸盐。按无水物计算,含  $C_{25}H_{27}ClN_2 \cdot 2HCl$  不得少于 97.0%。

【性状】 本品为淡黄色至黄色结晶性粉末,微臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在乙醇中溶解,在水中极微溶解,在乙醚中几乎不溶。

吸收系数 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 15 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 232nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 345~380。

【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)本品的乙醇溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品 0.20g,加乙醇 10ml 溶解,溶液应澄清无色;如显色,依法检查(通则 0901 第一法),与黄色 2 号标准比色液比较,不得更深。

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,加二氯甲烷-甲醇(1:1)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用二氯甲烷-甲醇(1:1)定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以二氯甲烷-甲苯-甲醇-浓氨溶液(60:30:5:0.5)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。

**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。

**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%。

**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,加三氯甲烷 50ml 溶解,加冰醋酸 50ml、醋酐 5ml 与醋酸汞试液 10ml,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 23.19mg 的  $C_{25}H_{27}ClN_2 \cdot 2HCl$ 。

**【类别】** 抗组胺药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸美克洛嗪片

## 盐酸美克洛嗪片

Yansuan Meikeluoqin Pian

### Meclozine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸美克洛嗪( $C_{25}H_{27}ClN_2 \cdot 2HCl$ )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)取本品细粉适量(约相当于盐酸美克洛嗪 20mg),加乙醇适量,振摇使盐酸美克洛嗪溶解,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含 0.01mg 的溶液,滤过,取滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0402)测定,在 230nm 的波长处有最大吸收。

(2)取本品 15 片,研细,用三氯甲烷研磨提取三次,滤过,滤液置水浴上蒸干后,置 105℃ 干燥 1 小时,取残渣约 25mg,加水溶解后,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【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(约相当于盐酸美克洛嗪 0.2g),置分液漏斗中,加水 50ml,振摇,分别用三氯甲烷 50ml、20ml 与 20ml 提取 3 次,合并三氯甲烷液,置水浴上蒸发至剩 10~15ml,放冷,加冰醋酸 15ml、醋酐 5ml、醋酸汞试液 5ml 与喹哪啶红指示液 2 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至红色消失,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 23.19mg 的  $C_{25}H_{27}ClN_2 \cdot 2HCl$ 。

**【类别】** 同盐酸美克洛嗪。

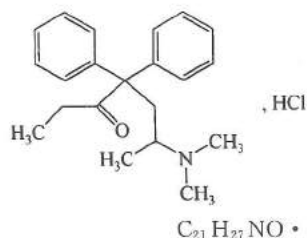
**【规格】** 25mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸美沙酮

Yansuan Meishatong

### Methadone Hydrochloride



本品为 4,4-二苯基-6-(二甲氨基)-3-庚酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为无色结晶或白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇或三氯甲烷中易溶,在水中溶解,在乙醚中几乎不溶。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg,加水 2ml 使溶解,加甲基橙指示液 2ml,即生成黄色沉淀。

(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)本品显氯化物的鉴别反应(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 4.5~6.5。

**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,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。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(50:50),用 2mol/L 磷酸或 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5.5 为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按美沙酮峰计算不低于 3000,美沙酮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 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 0.1 倍(0.1%),各杂质峰面

积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.3 倍(0.3%)。

**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,加水 15ml 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。

**【含量测定】** 取本品约 0.25g,精密称定,加冰醋酸 40ml 使溶解,加醋酸汞试液 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 34.59mg 的  $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$ 。

**【类别】** 镇痛药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸美沙酮口服溶液 (2)盐酸美沙酮片  
(3)盐酸美沙酮注射液

## 盐酸美沙酮口服溶液

Yansuan Meishatong Koufurongye

Methadone Hydrochloride Oral Solution

本品含盐酸美沙酮( $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为着色的澄明液体;无臭。

**【鉴别】** (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品适量(约相当于盐酸美沙酮 10mg),加氢氧化钠试液 5ml,振摇,用乙醚 25ml 提取,分取乙醚液,加 1mol/L 盐酸溶液 1ml,挥去乙醚,加乙醇 9ml,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸美沙酮对照品适量,加乙醇-水(9:1)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,以乙醇-冰醋酸-水(60:30:10)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。

**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。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

**【检查】 pH 值** 应为 5.0~7.0(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。避光操作。

**供试品溶液** 精密量取本品适量,加流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸美沙酮对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(50:50),用 2mol/L 磷酸或 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5.5 为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按美沙酮峰计算不低于 3000,美沙酮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】** 同盐酸美沙酮。

**【规格】** (1)10ml:1mg (2)10ml:2mg (3)10ml:5mg (4)10ml:10mg

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 盐酸美沙酮片

Yansuan Meishatong Pian

Methadone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸美沙酮( $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸美沙酮 60mg),用微温的乙醇 10ml 研磨,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照盐酸美沙酮项下的鉴别(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】 含量均匀度** 避光操作。取本品 1 片,置 50ml 量瓶(2.5mg 规格)或 100ml 量瓶(5mg 规格)或 200ml 量瓶(10mg 规格)中,加流动相适量,振摇或超声使盐酸美沙酮溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,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。

**溶出条件** 以盐酸溶液(0.9→1000)500ml 为溶出介质,转速为每分钟 60 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,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸美沙酮对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g(2.5mg 规格)、10 $\mu$ g(5mg 规格)、20 $\mu$ g(10mg 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 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。避光操作。

供试品溶液 取本品 20 片(2.5mg 规格取 30 片)，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于盐酸美沙酮 25mg)，置 50ml 量瓶中，加流动相适量，振摇使盐酸美沙酮溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤膜滤过，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 取盐酸美沙酮对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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-0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(50 : 50)，用 2mol/L 磷酸或 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5.5 为流动相；检测波长为 220nm；进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按美沙酮峰计算不低于 3000，美沙酮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】 同盐酸美沙酮。

【规格】 (1)2.5mg (2)5mg (3)10mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸美沙酮注射液

Yansuan Meishatong Zhusheye

### Methadone Hydrochloride Injection

本品为盐酸美沙酮的灭菌水溶液。含盐酸美沙酮( $C_{22}H_{27}NO \cdot HCl$ )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)取本品约 2ml，加甲基橙指示液 2ml，即生成黄色沉淀。

(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 4.5~6.5(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(约相当于盐酸美沙酮 25mg)，置 50ml 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。

对照品溶液 取盐酸美沙酮对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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-0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液(50 : 50)，用 2mol/L 磷酸或

2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5.5 为流动相；检测波长为 220nm；进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按美沙酮峰计算不低于 3000，美沙酮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】 同盐酸美沙酮。

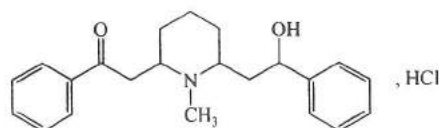
【规格】 1ml : 5mg

【贮藏】 密闭保存。

## 盐酸洛贝林

Yansuan Luobeilin

### Lobeline Hydrochloride



$C_{22}H_{27}NO_2 \cdot HCl$  373.92

本品为 2-[1-甲基-6-(β-羟基苯乙基)-2-哌啶基]苯乙酮盐酸盐。按干燥品计算，含  $C_{22}H_{27}NO_2 \cdot HCl$  应为 99.0%~101.5%。

【性状】 本品为白色结晶或颗粒状粉末；无臭；水溶液显弱酸性反应。

本品在乙醇或三氯甲烷中易溶，在水中略溶。

比旋度 取本品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，依法测定(通则 0621)，比旋度为  $-56^{\circ}$  至  $-58^{\circ}$ 。

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 10μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 249nm 的波长处测定吸光度，吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 360~390。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg，加硫酸 1ml 溶解后，加甲醛溶液 1 滴，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 1197 图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 0.25g，加水溶解并稀释至 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。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。

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(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-甲醇

(55 : 45)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按洛贝林峰计算不低于 3000,洛贝林峰与相邻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 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的主峰面积(1.0%)。

**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 1.0%(通则 0831)。

**炽灼残渣** 不得过 0.1%(通则 0841)。

**【含量测定】** 取本品约 0.3g,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml 与乙醇 50ml 溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差为滴定体积。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 37.39mg 的 C<sub>22</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>2</sub>·HCl。

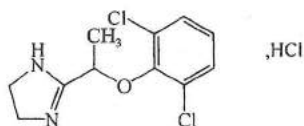
**【类别】** 呼吸兴奋药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 盐酸洛非西定

Yansuan Luofeixiding

Lofexidine Hydrochloride



C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O·HCl 295.60

本品为 2-[1-(2,6-二氯苯氧基)-乙基]-2-咪唑啉盐酸盐。按干燥品计算,含 C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O·HCl 不得少于 99.0%。

**【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,在丙酮中极微溶解,在乙醚中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 224~229℃。

**【鉴别】** (1)取本品约 1mg,加水 2ml 溶解后,加新制的 5%亚硝基铁氰化钠溶液 1ml,氢氧化钠试液 2ml 与碳酸氢钠 1g,振摇,溶液即变为紫色,放置后颜色加深。

(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 2mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸洛非西定对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 2mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以无水乙醇-三氯甲烷-浓氨试液(70 : 50 : 2)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ 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相同。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1025 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 0.10g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~6.5。

**溶液的澄清度** 取本品 0.10g,加水 10ml 使溶解,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 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取盐酸洛非西定约 25mg,置 50ml 量瓶中,加流动相 30ml,置热水浴(70℃~80℃)中放置 2 小时,并时时振摇,取出放冷,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 0.27%磷酸二氢钾溶液-甲醇(35 : 65)为流动相;检测波长为 210nm;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,洛非西定峰的保留时间约为 8 分钟,理论板数按洛非西定峰计算不低于 2000,相对保留时间约 1.65 的杂质峰与主成分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 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%)。

**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】** 取本品约 0.2g,精密称定,加乙醇 70ml 使溶解,照电位滴定法(通则 0701),用乙醇制氢氧化钾滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 乙醇制氢氧化钾滴定液(0.1mol/L)相当于 29.56mg 的 C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O·HCl。

**【类别】** 抗高血压药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸洛非西定片

## 盐酸洛非西定片

Yansuan Luofeixiding Pian

Lofexidine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸洛非西定(C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O·HCl)应为标示量的 90.0%~110.0%。



【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 10 片,研细,加水 10ml,搅拌均匀,超声约 5 分钟使盐酸洛非西定溶解,滤过,将滤液移至分液漏斗中,用浓氨溶液调至碱性,加三氯甲烷 20ml,振摇提取;分取提取液,蒸干三氯甲烷,残渣加甲醇 1ml 溶解。

对照品溶液 取盐酸洛非西定对照品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以无水乙醇-三氯甲烷-浓氨试液(70:50:2)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视,再喷以稀碘化铋钾试液显色。

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。

(2)取点样后剩余的供试品溶液,加水 1ml,摇匀,加新制的 5%亚硝基铁氰化钠溶液 1ml,氢氧化钠试液 2ml 与碳酸氢钠 1g,振摇,溶液即变为紫色,放置后颜色加深。

(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】 含量均匀度 取本品 1 片,研细,用水定量转移至 10ml 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,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 第三法)测定。

溶出条件 以水 150ml 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 5ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸洛非西定对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.3 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件和系统适用性要求 除进样体积为 20 $\mu$ l 外,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(约相当于盐酸洛非西定 0.2mg),置 10ml 量瓶中,加水 5ml,超声约 10 分钟使盐酸洛非西定溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸洛非西定对照品适量,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 用辛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 值为 3.2)-乙腈(4:1)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按洛非西定峰计算不低于

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】 同盐酸洛非西定。

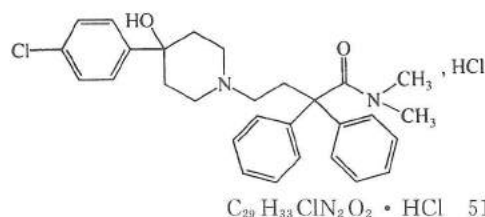
【规格】 0.2mg

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

## 盐酸洛哌丁胺

Yansuan Luopaiding'an

Loperamide Hydrochloride



本品为 *N,N*-二甲基- $\alpha,\alpha$ -二苯基-4-(对氯苯基)-4-羟基-1-哌啶丁酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$  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。本品在乙醇或冰醋酸中易溶,在水中微溶。

【鉴别】 (1)取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.4mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 265nm、259nm 与 253nm 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 1257 图)一致。

【检查】 含氯量 取本品约 15mg,精密称定,照氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏,以 1mol/L 氢氧化钠溶液 20ml 为吸收液,俟燃烧完毕后,强力振摇 15 分钟,用少量水冲洗瓶塞及铂丝,洗液并入吸收液中,加溴酚蓝指示液 1 滴,用稀硝酸调节至溶液变为黄色后,再加稀硝酸 1ml、乙醇 20ml 与 1% 二苯偕肼乙醇溶液 5~10 滴,用硝酸汞滴定液(0.005mol/L)滴定,近终点时强力振摇,至溶液显淡玫瑰红色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硝酸汞滴定液(0.005mol/L)相当于 0.3545mg 的 Cl。含氯量应为 13.52%~14.20%。

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 0.1g,置 100ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 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 0.01mol/L 硫酸氢四丁基铵溶液-乙腈-甲醇(63:26:11)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按洛哌丁胺峰计算不低于

3000,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0.4倍(0.2%),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。

**【含量测定】** 取本品约0.4g,精密称定,加乙醇50ml与0.01mol/L盐酸溶液5.0ml,振摇使溶解。照电位滴定法(通则0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,记录两个突跃点消耗滴定液的体积差,每1ml氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于51.35mg的 $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 止泻药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸洛哌丁胺胶囊

## 盐酸洛哌丁胺胶囊

Yansuan Luopaiding'an Jiaonang

Loperamide Hydrochloride Capsules

本品含盐酸洛哌丁胺( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )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】** 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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,将内容物与囊壳置同一50ml具塞锥形瓶中,精密加甲醇20ml,振摇30分钟,离心,取上清液作为供试品溶液,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pH4.7醋酸盐缓冲液(取1mol/L醋酸溶液200ml,加水600ml,混匀,用1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值为4.70±0.05,用水稀释至1000ml)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。

**对照品溶液** 取盐酸洛哌丁胺对照品约20mg,精密称定,置100ml量瓶中,加甲醇适量使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀;精密量取2ml,置100ml量瓶中,用溶出介质稀

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5粒,将内容物与囊壳置同一具塞锥形瓶中,精密加甲醇100ml,振摇30分钟,离心5分钟,转速为每分钟3500转,取上清液。

**对照品溶液** 取盐酸洛哌丁胺对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1mg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硫酸氢四丁基铵溶液-乙腈-甲醇(63:26:11)为流动相;检测波长为220nm;进样体积20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按洛哌丁胺峰计算不低于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】** 同盐酸洛哌丁胺。

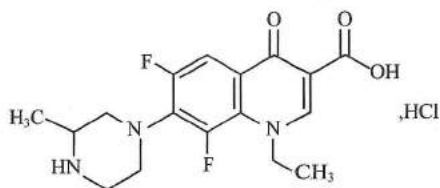
**【规格】** 2mg

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

## 盐酸洛美沙星

Yansuan Luomeishaxing

Lomefloxacin Hydrochloride



$C_{17}H_{19}F_2N_3O_3 \cdot HCl$  387.81

本品为(±)-1-乙基-6,8-二氟-1,4-二氢-7-(3-甲基-1-哌嗪基)-4-氧代-3-喹啉羧酸盐。按干燥品计算,含洛美沙星( $C_{17}H_{19}F_2N_3O_3$ )不得少于89.2%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末;几乎无臭。

本品在水中微溶,在甲醇和乙醇中几乎不溶;在氢氧化钠试液中易溶,在稀盐酸中极微溶解。

**【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的主峰保留时间一致。

(2)取本品,加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml中约含5μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在287nm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650



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,加水制成每 1ml 中含 5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~4.5。

溶液的澄清度 取本品 5 份,分别加水制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液,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,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 的波长处测定吸光度,均不得过 0.25。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶液 取戊烷磺酸钠 1.5g,磷酸二氢铵 3.5g,加水 950ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.0,用水稀释至 1000ml。

溶剂 溶液-甲醇(65:35)。

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 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 10 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取洛美沙星对照品约 25mg,加 30% 过氧化氢溶液 1ml 使溶解,用溶剂稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,水浴加热 2 小时,冷却,得含相对保留时间约 0.8 和 1.1 的两个杂质的溶液。

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 0.2 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以溶液为流动相 A,甲醇为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟 1.2ml;检测波长为 287nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	65	35
15	65	35
20	55	45
26	55	45
27	65	35
37	65	35

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,洛美沙星峰保留时间约为 9 分钟,相对保留时间约 0.8 处杂质峰与洛美沙星峰间的分离度应大于 2.0,相对保留时间约 1.1 处杂质峰与洛美沙星峰间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分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,置铂坩埚,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。

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 0.3g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入 0.8mol/L 氢氧化钠溶液 3ml 使溶解,密封。

对照品溶液 分别取乙醚、无水乙醇、丙酮各适量,精密称定,用 0.8mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中各含 0.5mg 的混合溶液,精密量取 3ml,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 50℃,保持 5 分钟,再以每分钟 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℃,平衡时间为 30 分钟。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,按乙醚、丙酮、乙醇顺序洗脱,乙醚峰与丙酮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,乙醚、乙醇与丙酮的残留量均应符合规定。

【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 中约含洛美沙星 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取洛美沙星对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 0.1mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以溶液-甲醇(65:35)为流动相;流速为每分钟 1.2ml;检测波长为 287nm;进样体积 20 $\mu$ l。

溶液、溶剂与系统适用性溶液 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出供试品中 C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>F<sub>2</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> 的含量。

【类别】 喹诺酮类抗菌药。

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

【制剂】 (1)盐酸洛美沙星片 (2)盐酸洛美沙星胶囊

# 盐酸洛美沙星片

Yansuan Luomeishaxing Pian

## Lomefloxacin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸洛美沙星按洛美沙星( $C_{17}H_{15}F_2N_3O_3$ )计算,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)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 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含洛美沙星 0.5mg 的溶液,振摇,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取洛美沙星对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含洛美沙星 0.5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-氨制氯化铵试液(6:4:1)为展开剂。

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

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)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 5 $\mu$ 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。

(4)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)。

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 取本品细粉适量,精密称定,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 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,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 10 $\mu$ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用溶剂稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 0.2 $\mu$ g 的溶液。

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 见盐酸洛美沙星有关物质项下。

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 1.5 倍(1.5%),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 中约含洛美沙星 5 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取洛美沙星对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 5 $\mu$ 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 287nm 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(约相当于洛美沙星 0.1g),加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 0.1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

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 见盐酸洛美沙星含量测定项下。

【类别】 同盐酸洛美沙星。

【规格】 按  $C_{17}H_{15}F_2N_3O_3$  计 (1)0.1g (2)0.2g (3)0.3g (4)0.4g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

# 盐酸洛美沙星胶囊

Yansuan Luomeishaxing Jiaonang

## Lomefloxacin Hydrochloride Capsules

本品含盐酸洛美沙星按洛美沙星( $C_{17}H_{15}F_2N_3O_3$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容为白色或类白色粉末。

【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,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含洛美沙星 0.5mg 的溶液,振摇,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取洛美沙星对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含洛美沙星 0.5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-氨制氯化铵试液(6:4:1)为展开剂。

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

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)取本品的内容物适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 5 $\mu$ 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。

(4)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)。

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 取装量差异项下内容物适量,精密称定,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 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,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 10 $\mu$ 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 中约含洛美沙星 0.2 $\mu$ g 的溶液。

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 见盐酸洛美沙星有关物质项下。

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 1.5 倍(1.5%),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 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 中约含洛美沙星 5 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取洛美沙星对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 5 $\mu$ 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 287nm 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,研细,精密称取适量(约相当于洛美沙星 0.1g),加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含洛美沙星 0.1mg 的溶液,滤过,取续滤液。

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 见盐酸洛美沙星含量测定项下。

【类别】 同盐酸洛美沙星。

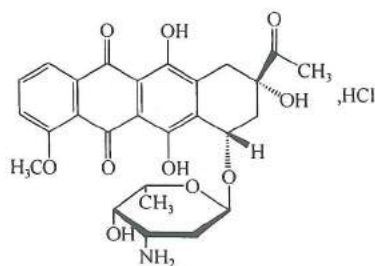
【规格】 按  $C_{17}H_{19}F_2N_3O_3$  计 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

## 盐酸柔红霉素

Yansuan Rouhongmeisu

Daunorubicin Hydrochloride



$C_{27}H_{29}NO_{10} \cdot HCl$  563.98

本品为 10-[(3-氨基-2,3,6-三去氧基- $\alpha$ -L-来苏己吡喃基)氧]-7,8,9,10-四氢-6,8,11-三羟基-8-乙酰基-1-甲氧基-5,12-萘二酮的盐酸盐。按无水与无溶剂物计算,含柔红霉素( $C_{27}H_{29}NO_{10}$ )不得少于 88.9%。

【性状】 本品为橙红色结晶性粉末;有引湿性。

本品在水或甲醇中易溶,在乙醇中微溶,在丙酮中几乎不溶。

【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,加甲醇制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 234nm、252nm、290nm、480nm、495nm 与 532nm 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 323 图)一致。

(4)取本品 10mg,加硝酸 0.5ml 使溶解,加水 0.5ml,火焰灼烧 2 分钟,放冷,滴加硝酸银试液,即生成白色凝乳状沉淀。

【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 5mg 的溶液,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,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 10 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取柔红霉素对照品与盐酸多柔比星对照品各适量,加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;以水-乙腈(62:38)(用磷酸调节 pH 值至 2.2 $\pm$ 0.2)为流动相;检测



波长为 254nm;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,柔红霉素峰与多柔比星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 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 1.5 倍(1.5%),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** 分别取甲醇、乙醇、丁醇、丙酮与三氯甲烷各适量,精密称定,用二甲基亚砷定量稀释制成各自的贮备液,分别精密量取适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含甲醇与乙醇各 10 $\mu$ g、丁醇 0.2mg、丙酮 20 $\mu$ g 和三氯甲烷 6 $\mu$ 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;柱温为 50℃;进样口温度为 140℃;检测器温度为 250℃;载气为氦气或氮气,流速为每分钟 5.0ml;顶空瓶平衡温度为 80℃,平衡时间为 45 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、三氯甲烷与丁醇顺序洗脱,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,丁醇的残留量不得超过 1.0%,甲醇、乙醇、丙酮与三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 3.0%。

**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)

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 柔红霉素中含内毒素的量应小于 4.3EU。(供注射用)

**降压物质** 取本品,依法检查(通则 1145),剂量按猫体重每 1kg 注射柔红霉素 1mg,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** 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含柔红霉素 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取柔红霉素对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含柔红霉素 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 C<sub>27</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>10</sub> 的含量。

**【类别】** 抗肿瘤抗生素类。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

**【制剂】** 注射用盐酸柔红霉素

## 注射用盐酸柔红霉素

Zhusheyong Yansuan Rouhongmeisu

### Daunorubicin Hydrochloride for Injection

本品为盐酸柔红霉素加适量甘露醇或其他赋形剂制成的无菌冻干品。含柔红霉素(C<sub>27</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>10</sub>)应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为红色疏松块状物或粉末。

**【鉴别】** 取本品,照盐酸柔红霉素项下的鉴别(1)、(4)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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含柔红霉素 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 中含柔红霉素 10 $\mu$ 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盐酸柔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,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%)。

**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)。

**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。

**酸度、水分、细菌内毒素与降压物质** 照盐酸柔红霉素项下的方法检查,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** 取本品 10 瓶,分别加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含柔红霉素 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** 见盐酸柔红霉素含量测定项下。

**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。分别测定每瓶的含量,并求出 10 瓶的平均含量。

**【类别】** 同盐酸柔红霉素。

**【规格】** 20mg(按 C<sub>27</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>10</sub> 计)

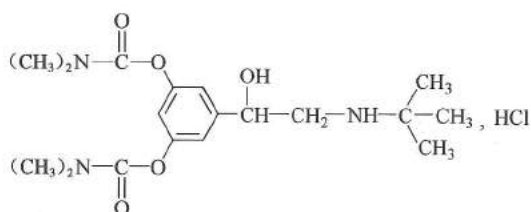
**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。



## 盐酸班布特罗

Yansuan Banbuteluo

## Bambuterol Hydrochloride

 $C_{18}H_{29}N_3O_5 \cdot HCl$  403.91

本品为 1-[双-(3',5'-N,N-二甲氨基乙酰氧基)苯基]-2-N-叔丁基氨基乙醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{18}H_{29}N_3O_5 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水或甲醇中易溶,在乙醇或三氯甲烷中溶解,在乙酸乙酯或丙酮中几乎不溶。

【鉴别】 (1) 取本品约 20mg,加水 5ml 溶解,加硫氰酸铬铵试液 5 滴,即生成淡红色的沉淀。

(2) 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.40mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 263nm 的波长处有最大吸收,在 238nm 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)。如不一致,取本品与对照品适量,分别加丙酮-水(6:1)溶液使溶解,置冰浴中,待结晶析出,滤过,滤渣经 50℃ 减压干燥后,再测定。

(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 0.20g,加水 10ml 溶解后,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 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,不得更深;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。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以[甲醇-乙腈-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.8g,加水 800ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.0,加水使成 1000ml,摇匀)](30:18:52),每 1000ml 含辛烷磺酸钠 1.5g 为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按班布特罗峰计算不低于 3000,班布特罗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 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 取本品 1.0g,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十五。

【含量测定】 取本品约 0.3g,精密称定,加冰醋酸 20ml,醋酸汞试液 5ml 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,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 40.39mg 的  $C_{18}H_{29}N_3O_5 \cdot HCl$ 。

【类别】  $\beta_2$ 受体激动剂。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 盐酸班布特罗片

## 盐酸班布特罗片

Yansuan Banbuteluo Pian

## Bambuterol Hydrochloride Tablets

本品含盐酸班布特罗( $C_{18}H_{29}N_3O_5 \cdot HCl$ )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) 取本品细粉适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸班布特罗 0.4mg 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 263nm 的波长处有最大吸收,在 238nm 的波长处有最小吸收。

(3) 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】 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(约相当于盐酸班布特罗 50mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇,使盐酸班布特罗溶解,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。

色谱条件与系统适用性要求 见盐酸班布特罗有关物质项下。

**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%)。

**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 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,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸班布特罗 10 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸班布特罗对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ 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 10 片,分别置 50ml 量瓶中,加水适量,充分振摇使盐酸班布特罗溶解,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 中约含盐酸班布特罗 40 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸班布特罗对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ 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】** 同盐酸班布特罗。

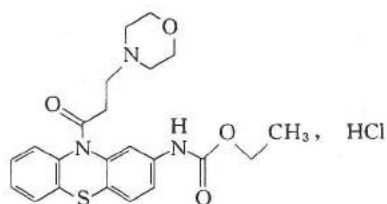
**【规格】** (1)10mg (2)20mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸莫雷西嗪

Yansuan Moleixiqin

Moracizine Hydrochloride



$C_{22}H_{25}N_3O_4S \cdot HCl$  463.98

本品为 10-(3-吗啉丙酰基)吩噻嗪-2-氨基甲酸乙酯盐酸

盐。按干燥品计算,含  $C_{22}H_{25}N_3O_4S \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色的粉末。

本品在甲醇中易溶,在水或乙醇中溶解,在丙酮中微溶,在乙酸乙酯中不溶;在冰醋酸中易溶。

**吸收系数** 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;精密量取适量,加水稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 268nm 处测定吸光度,按干燥品计算,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 360~375。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg,加水 5ml 溶解后,加碘化铋钾试液 1 滴,立即产生橙红色沉淀。

(2)取本品约 15mg,加水 2ml 溶解后,加 1mol/L 盐酸羟胺溶液 0.5ml,滴加 5mol/L 乙醇制氢氧化钾溶液使呈碱性,生成白色沉淀,将混合物加热煮沸几分钟,冷却,加稀盐酸使呈酸性,混合物变为浅紫色,滴加三氯化铁试液 1~2 滴,转变为深紫色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 651 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】 有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**溶剂** 0.02mol/L 盐酸溶液-乙腈(58:42)。

**供试品溶液** 取本品 25mg,置 25ml 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。

**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(420:580:1)(含 0.003mol/L 辛烷磺酸钠,用冰醋酸调节 pH 值至 4.2)为流动相;检测波长为 270nm;柱温为 35℃;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按莫雷西嗪峰计算不低于 3000,莫雷西嗪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 5.5 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%)。

**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二十。

**【含量测定】** 取本品约 0.35g,精密称定,加冰醋酸 10ml 溶解后,加醋酐 30ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 46.40mg



的  $C_{22}H_{25}N_3O_4S \cdot HCl$ 。

【类别】 抗心律失常药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 盐酸莫雷西嗪片

## 盐酸莫雷西嗪片

Yansuan Moleixiqin Pian

### Moracizine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸莫雷西嗪( $C_{22}H_{25}N_3O_4S \cdot HCl$ )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,除去包衣,研细,取适量(约相当于盐酸莫雷西嗪 15mg),加水 2ml,振摇使盐酸莫雷西嗪溶解,滤过,滤液中加入 1mol/L 盐酸羟胺溶液 0.5ml,加 5mol/L 乙醇制氢氧化钾溶液使成碱性,生成白色沉淀,将混合物加热煮沸几分钟,冷却,加稀盐酸使成酸性,混合物变为浅紫色,滴加三氯化铁试液 1~2 滴,转变为深紫色。

(2)取本品,除去包衣,研细,称取适量(约相当于盐酸莫雷西嗪 30mg),加水 10ml,振摇使盐酸莫雷西嗪溶解,滤过,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 取含量测定项下的细粉适量(约相当于盐酸莫雷西嗪 50mg),置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使盐酸莫雷西嗪溶解,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 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 见盐酸莫雷西嗪有关物质项下。

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%)。

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 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 60 分钟时取样。

测定法 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 中约含盐酸莫雷西嗪 10 $\mu$ g 的溶液。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  $C_{22}H_{25}N_3O_4S \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 367 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,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸莫雷西嗪 50mg),置 250ml 量瓶中,加乙醇 25ml,充分振摇使盐酸莫雷西嗪溶解,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。

测定法 取供试品溶液,在 268nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{22}H_{25}N_3O_4S \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 367 计算。

【类别】 同盐酸莫雷西嗪。

【规格】 50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸索他洛尔

Yansuan Suotaluo'er

### Sotalol Hydrochloride



本品为 4'-(1-羟基-2-异丙氨基乙基)甲磺酰苯胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{12}H_{20}N_2O_3S \cdot HCl$  应为 98.5%~101.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水或甲醇中易溶,在乙醇中溶解,在三氯甲烷中几乎不溶。

吸收系数 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 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 249nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 456~504。

【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 249nm 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 1199 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 0.40g,加水 20ml 溶解后,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 1.0g,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 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

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%)。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**溶剂** 水(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈(79:21)。

**供试品溶液** 取本品,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.2% 辛烷磺酸钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈(79:21)为流动相;检测波长为 228nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按索他洛尔峰计算不低于 2000,索他洛尔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,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.6 倍(0.3%);各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

**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,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%)。

**【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 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸索他洛尔对照品,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。

**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】**  $\beta$  肾上腺素受体拮抗药。

**【贮藏】** 遮光,密封,干燥处保存。

**【制剂】** 盐酸索他洛尔片

## 盐酸索他洛尔片

Yansuan Suotaluo'er Pian

Sotalol Hydrochloride Tablets

本品含盐酸索他洛尔( $C_{12}H_{20}N_2O_3S \cdot HCl$ )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)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品细粉适量(约相当于盐酸索他洛尔 250mg),置 50ml 量瓶中,加 25ml 甲醇振摇 10 分钟使盐酸索他洛尔溶解,用甲醇稀释至刻度,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸索他洛尔对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以甲醇-三氯甲烷(3:7)为展开剂。

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

**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 228nm 的波长处有最大吸收。

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(约相当于盐酸索他洛尔 50mg),置 25ml 量瓶中,加溶剂使盐酸索他洛尔溶解并稀释至刻度,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 中含盐酸索他洛尔 10 $\mu$ g 的溶液。

**溶剂、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸索他洛尔有关物质项下。

**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 0.6 倍(0.3%);各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

**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** 取溶出液滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸索他洛尔 10 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸索他洛尔对照品,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。

**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 228nm 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(约相当于盐酸索他洛尔 50mg),置 50ml 量瓶中,加溶剂使盐酸索他洛尔溶解并稀释至刻度,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 0.1mg 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盐酸索他洛尔含量测定项下。

【类别】 同盐酸索他洛尔。

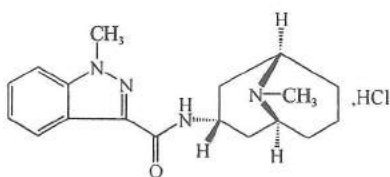
【规格】 80mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸格拉司琼

Yansuan Gelasiqiong

Granisetron Hydrochloride



$C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$  348.87

本品为 1-甲基-N-[9-甲基-桥-9-氮杂双环[3,3,1]壬烷-3-基]-1H-吲唑-3-甲酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在甲醇中略溶,在乙醇中微溶;在 0.1mol/L 盐酸溶液中略溶。

【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)取本品,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 302nm 的波长处有最大吸收,在 251nm 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 1027 图)一致。

(4)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【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 4.0~6.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g,加水 10ml 使溶解,溶液应澄清无色。

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%)。

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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 5 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸格拉司琼适量,加溶剂(取磷酸

0.16ml 加水至 80ml,加乙腈 20ml,混匀,加己胺 0.1ml,用三乙胺调 pH 值至 7.5)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,取适量,置试管中,密塞,在强光下照射 4 小时。

色谱条件 用氰基硅烷键合硅胶为填充剂;以含 0.25% (ml/ml)三乙胺的 0.05mol/L 醋酸钠溶液(用冰醋酸调节 pH 值至 6.0)-甲醇(50:50)为流动相;检测波长为 302nm;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,格拉司琼峰前应产生明显的光降解产物峰,格拉司琼峰与光降解产物峰的分度应符合要求。理论板数按格拉司琼峰计算不低于 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 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%)。

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 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸格拉司琼对照品,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。

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】 抗肿瘤辅助药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸格拉司琼片 (2)盐酸格拉司琼注射液

## 盐酸格拉司琼片

Yansuan Gelasiqiong Pian

Granisetron Hydrochloride Tablets

本品含盐酸格拉司琼按格拉司琼( $C_{18}H_{24}N_4O$ )计算,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)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液使盐酸格拉司琼溶解并稀释制成每 1ml 中约含格拉司琼 10 $\mu$ g 的溶液,照

紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 302nm 的波长处有最大吸收,在 251nm 的波长处有最小吸收。

(3)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】 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 中约含格拉司琼 0.5mg 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 中含格拉司琼 5 $\mu$ 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盐酸格拉司琼有关物质项下。

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 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 50ml,振摇使崩解后,继续振摇 30 分钟使盐酸格拉司琼溶解,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 302nm 的波长处测定吸光度;另取盐酸格拉司琼对照品,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 10 $\mu$ g 的溶液,同法测定。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(约相当于格拉司琼 8mg),加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含格拉司琼 80 $\mu$ g 的溶液,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见盐酸格拉司琼含量测定项下。

测定法 见盐酸格拉司琼含量测定项下,并将结果乘以 0.8955。

【类别】 同盐酸格拉司琼。

【规格】 1mg(按  $C_{18}H_{24}N_4O$  计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸格拉司琼注射液

Yansuan Gelasiqiong Zhushuye

### Granisetron Hydrochloride Injection

本品为盐酸格拉司琼的灭菌水溶液。含盐酸格拉司琼按格拉司琼( $C_{18}H_{24}N_4O$ )计算,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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约

含格拉司琼 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 302nm 的波长处有最大吸收,在 251nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 4.5~7.0(通则 0631)。

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 中约含格拉司琼 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 中含格拉司琼 5 $\mu$ 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盐酸格拉司琼有关物质项下。

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%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 格拉司琼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 中约含格拉司琼 80 $\mu$ g 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 见盐酸格拉司琼含量测定项下。

测定法 见盐酸格拉司琼含量测定项下,并将结果乘以 0.8955。

【类别】 同盐酸格拉司琼。

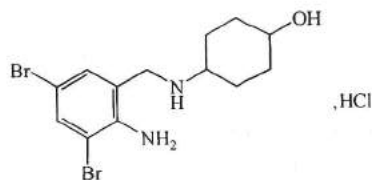
【规格】 按  $C_{18}H_{24}N_4O$  计 (1)1ml:1mg (2)3ml:3mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸氨溴索

Yansuan Anxiusuo

### Ambroxol Hydrochloride



$C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$  414.57

本品为反式-4-[(2-氨基-3,5-二溴苄基)氨基]环己醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末;几乎无臭。

本品在甲醇中溶解,在水中略溶,在乙醇中微溶。

吸收系数 取本品适量,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 25 $\mu$ g 的溶液,照紫外-



可见分光光度法(通则 0401),在 244nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 233~247。

【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 0.01mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中约含 25 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 244nm 与 308nm 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 1102 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 0.20g,加水 20ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.0。

甲醇溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50g,加甲醇 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,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,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 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 取盐酸氨溴索约 5mg,加甲醇 0.2ml 溶解,再加甲醛溶液(1→100)40 $\mu$ l,摇匀,置 60℃ 水浴中加热 5 分钟,氮气吹干。残渣加水 5ml 溶解,用流动相稀释至 20ml,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 磷酸氢二钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 7.0)-乙腈(50:50)为流动相;检测波长为 248nm;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,氨溴索峰与杂质 I 峰(相对保留时间约为 0.8)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 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 0.3 倍(0.3%)。

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,加 80% 二甲基亚砜溶液制成每 1ml 中约含丁酮 0.05mg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.3g,精密称定,置 10ml 顶空瓶中,精密加入内标溶液 3ml 使溶解,密封。

对照品溶液 分别精密称取甲醇、无水乙醇、丙酮、二氯甲烷与三氯甲烷各适量,加内标溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别含甲醇 0.3mg、乙醇 0.5mg、丙酮 0.5mg、二氯甲烷 0.06mg 与三氯甲烷 0.006mg 的混合溶液,精密量取 3ml,置 10ml 顶空瓶中,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℃ 速率升温至 120℃,维持 5 分钟;检测器温度为 220℃;进样口温度为 150℃;顶空瓶平衡温度为 85℃,

平衡时间为 25 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 按内标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷与三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),含重金属不得过百万分之二十。

砷盐 取本品 1.0g,加水 10ml 与盐酸 15ml 使溶解,依法检查(通则 0822 第一法),应符合规定(0.0002%)。

【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 30 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸氨溴索对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30 $\mu$ 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。

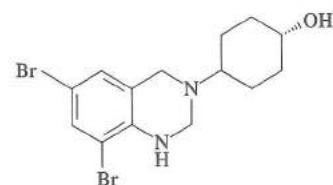
【类别】祛痰药。

【贮藏】遮光,密封保存。

【制剂】(1)盐酸氨溴索口服溶液 (2)盐酸氨溴索片 (3)盐酸氨溴索注射液 (4)盐酸氨溴索胶囊 (5)盐酸氨溴索缓释胶囊 (6)盐酸氨溴索糖浆

附:

杂质 I



$C_{14}H_{18}Br_2N_2O$  390.11

反式-4-(6,8-二溴-1,4-二氢喹啉-3(2H)-基)环己醇

## 盐酸氨溴索口服溶液

Yansuan Anxiusuo Koufufurongye

Ambroxol Hydrochloride Oral Solution

本品含盐酸氨溴索( $C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。



【性状】 本品为无色至微黄色的澄清液体。

【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)取本品适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含盐酸氨溴索 30 $\mu$ g 的溶液,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。

【检查】 相对密度 本品的相对密度(通则 0601)不得过 1.200(含糖型)。

pH 值 应为 2.5~6.0(通则 0631)。

澄清度与颜色 本品应澄清无色;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 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

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 精密量取本品适量(黏稠液体用内容量移液管量取),用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸氨溴索 30 $\mu$ 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 见盐酸氨溴索含量测定项下。

【类别】 同盐酸氨溴索。

【规格】 (1)5ml:15mg (2)10ml:30mg (3)60ml:180mg (4)100ml:0.3g (5)100ml:0.6g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸氨溴索片

Yansuan Anxiusuo Pian

### Ambroxol Hydrochloride Tablets

本品含盐酸氨溴索( $C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$ )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)取溶出度项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 244nm 与 308nm 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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸氨溴索 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 见盐酸氨溴索有关物质项下。

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 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 5ml,置 10ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸氨溴索对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ 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 244nm 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,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸氨溴索 30 $\mu$ g 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 见盐酸氨溴索含量测定项下。

【类别】 同盐酸氨溴索。

【规格】 30mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸氨溴索注射液

Yansuan Anxiusuo Zhushuye

### Ambroxol Hydrochloride Injection

本品为盐酸氨溴索的灭菌水溶液。含盐酸氨溴索( $C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含盐酸氨溴索 15 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 244nm 与 308nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 pH 值 应为 3.5~5.5(通则 0631)。

澄清度与颜色 本品应澄清无色(通则 0902 第一法);如显色,与黄绿色 3 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 精密量取本品 3ml,置 20ml 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 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,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



见盐酸氨溴索有关物质项下。

**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%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸氨溴索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。

**供试品溶液** 精密量取本品 1ml,置 250ml 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** 见盐酸氨溴索含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸氨溴索。

**【规格】** (1)1ml : 7.5mg (2)2ml : 15mg (3)4ml : 30mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸氨溴索胶囊

Yansuan Anxiusuo Jiaonang

Ambroxol Hydrochloride Capsules

本品含盐酸氨溴索( $C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$ )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)取溶出度项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 244nm 与 308nm 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** 取本品内容物细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸氨溴索 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** 见盐酸氨溴索有关物质项下。

**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。

**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** 取溶出液适量,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** 取盐酸氨溴索对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ 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 244nm 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,研细,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸氨溴索 30 $\mu$ g 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** 见盐酸氨溴索含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸氨溴索。

**【规格】** 30mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸氨溴索缓释胶囊

Yansuan Anxiusuo Huanshijiaonang

Ambroxol Hydrochloride Sustained-release Capsules

本品含盐酸氨溴索( $C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【性状】** 本品内容物为白色或类白色的小丸。

**【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】 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 中约含盐酸氨溴索 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、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸氨溴索有关物质项下。

**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 第二法)测定。

**酸中溶出量 溶出条件** 以氯化钠盐酸溶液(取氯化钠 2g,加水适量溶解,加盐酸 7ml,用水稀释至 1000ml,pH 值为 1.2)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 1

小时时取样。

**供试品溶液(1)** 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸氨溴索对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 取供试品溶液(1)与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 244nm 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 15%~45%,应符合规定。

**缓冲液中溶出量 溶出条件** 酸中溶出量项下 1 小时取样后,随即换以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.805g,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 22.4ml,加水使成 1000ml, pH 值为 6.8)1000ml 为溶出介质,继续依法操作,并连续计时,经 2 小时与 4 小时时分别取溶出液 5ml,并即时在溶出杯中补充相同体积相同温度的溶出介质。

**供试品溶液(2)** 取 2 小时的溶出液,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。

**供试品溶液(3)** 取 4 小时的溶出液,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** 见酸中溶出量。

**测定法** 取供试品溶液(2)、供试品溶液(3)与对照品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 244nm 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** 每粒在 2 小时与 4 小时的溶出量应分别为标示量的 45%~80%与 80%以上,均应符合规定。

**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,研细,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸氨溴索 30 $\mu$ g 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** 见盐酸氨溴索含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸氨溴索。

**【规格】** 75mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸氨溴索糖浆

Yansuan Anxiusuo Tangjiang

Ambroxol Hydrochloride Syrup

本品含盐酸氨溴索( $C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【性状】** 本品为澄清黏稠液体。

**【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)取本品适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml

中约含盐酸氨溴索 30 $\mu$ g 的溶液,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。

**【检查】 相对密度** 本品的相对密度(通则 0601)为 1.10~1.30。

**澄清度** 本品应澄清,如显浑浊,与 1 号浊度标准液(通则 0902 第一法)比较,不得更浓。

**其他** 应符合糖浆剂项下有关的规定(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 2ml,置 100ml 量瓶中,用流动相清洗移液管内壁,洗液并入量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 20ml 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** 见盐酸氨溴索含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸氨溴索。

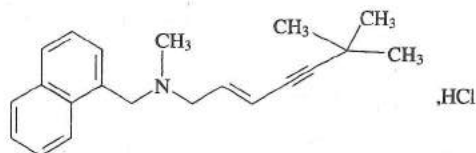
**【规格】** 100ml : 0.6g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸特比萘芬

Yansuan Tebinaifen

Terbinafine Hydrochloride



$C_{21}H_{25}N \cdot HCl$  327.89

本品为(E)-N-(6,6-二甲基-2-庚烯-4-炔基)-N-甲基-1-萘甲胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{25}N \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末,微有特臭。

本品在甲醇或乙醇中易溶,在水中微溶或极微溶解,在乙醚中几乎不溶。

**【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 840 图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 盐酸盐** 取本品约 0.26g,精密称定,加甲醇 25ml 与硝酸 0.5ml 溶解后,再加水 25ml,照电位滴定法(通则 0701),使用复合银电极,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 3.646mg 的 HCl。按干燥品计算,含盐酸盐以盐酸(HCl)计,应为 10.90%~11.35%。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。



溶剂 乙腈-水(1:1)。

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 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 0.5 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸特比萘芬适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,置紫外光灯 254nm 下照射 1 小时。

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 0.05 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(3.0mm $\times$ 150mm,5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以三乙胺缓冲液(取 0.2%三乙胺溶液,用冰醋酸调节 pH 值至 7.5)-甲醇-乙腈(30:42:28)为流动相 A,以三乙胺缓冲液-甲醇-乙腈(5:57:38)为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟 0.8ml;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
4	100	0
25	0	100
30	0	100
31	100	0
38	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,特比萘芬峰的保留时间约为 16 分钟,在相对保留时间 0.8~1.2 之间应有三个较大杂质峰,相对保留时间分别约为 0.87、0.95 与 1.1。特比萘芬峰与相对保留时间约 0.95、1.1 处杂质峰间的分离度均应大于 2.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰峰高的信噪比应大于 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。

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 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入内标溶液 1.0ml,振摇,密封。

对照品溶液 分别取甲醇、乙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯与甲苯各适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含甲醇 300 $\mu$ g、乙醇 500 $\mu$ g、二氯甲烷 60 $\mu$ g、乙酸乙酯 500 $\mu$ g 与甲苯 89 $\mu$ g 的混合溶液,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(或

极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为 45 $^{\circ}$ C,维持 7 分钟,以每分钟 55 $^{\circ}$ C 速率升至 200 $^{\circ}$ C,维持 2 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 85 $^{\circ}$ 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,出峰顺序依次为甲醇、乙醇、二氯甲烷、正丙醇(内标)、乙酸乙酯、甲苯,相邻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 按内标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯与甲苯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 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,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸特比萘芬对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

溶剂、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】抗真菌药。

【贮藏】遮光,密封保存。

【制剂】(1)盐酸特比萘芬片 (2)盐酸特比萘芬乳膏

## 盐酸特比萘芬片

Yansuan Tebinaifen Pian

### Terbinafine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸特比萘芬按特比萘芬( $C_{21}H_{25}N$ )计算,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,在 258nm 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,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含特比萘芬 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 中约含特比萘芬 0.5 $\mu$ 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 中约含特比萘芬 0.05 $\mu$ 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** 见盐酸特比萘芬有关物质项下。

**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(0.1%),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 pH 3.0 枸橼酸盐缓冲液(取枸橼酸 21.0g,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 200ml 溶解,用水稀释至 1000ml,取 403ml,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至 1000ml,摇匀)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,取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含特比萘芬 25 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸特比萘芬对照品适量,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含特比萘芬 25 $\mu$ 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 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,研细,精密称取细粉适量,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含特比萘芬 0.2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸特比萘芬对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含特比萘芬 0.2mg 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** 见盐酸特比萘芬含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸特比萘芬。

**【规格】** 按  $C_{21}H_{25}N$  计 (1)0.125g (2)0.25g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸特比萘芬乳膏

Yansuan Tebinaifen Rugao

Terbinafine Hydrochloride Cream

本品含盐酸特比萘芬( $C_{21}H_{25}N \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色乳膏。

**【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】 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,加异丙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸特比萘芬 0.5mg 的溶液,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用异丙醇定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸特比萘芬 2.5 $\mu$ g 的溶液。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液适量,用异丙醇定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸特比萘芬 0.25 $\mu$ 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** 见盐酸特比萘芬有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除 2 分钟前的色谱峰外,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 4 倍(2.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

**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,精密称定,加异丙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸特比萘芬 0.2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸特比萘芬对照品适量,精密称定,加异丙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 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** 见盐酸特比萘芬含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸特比萘芬。

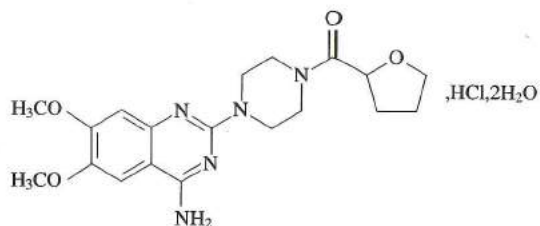
**【规格】** 1%

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸特拉唑嗪

Yansuan Telazuoqin

Terazosin Hydrochloride



$C_{19}H_{25}N_5O_4 \cdot HCl \cdot 2H_2O$  459.93

本品为 1-(4-氨基-6,7-二甲氧基-2-喹唑啉基)-4-(四氢-2-呋喃甲酰基)哌嗪盐酸盐二水合物。按干燥品计算,含



$C_{19}H_{25}N_5O_4 \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；几乎无臭。

本品在甲醇中溶解，在水中略溶，在乙醇中微溶。

【鉴别】 (1)取本品适量，加甲醇-水-盐酸(300:700:0.9)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 211nm、246nm 与 331nm 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 841 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 0.20g，加水 20ml 溶解后，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 3.0~4.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g，加 90% 甲醇溶液 10ml 溶解后，溶液应澄清；如显色，与黄色 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。

溶剂 乙腈-水(20:80)。

供试品溶液 取本品约 50mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加溶剂溶解并稀释至刻度，摇匀。

对照品贮备液(1) 取杂质 I 对照品与盐酸特拉唑嗪对照品各 30mg 及杂质 III 对照品 10mg，精密称定，置同一 100ml 量瓶中，加溶剂溶解并稀释至刻度，摇匀。

对照品贮备液(2) 取杂质 IV 对照品 10mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加溶剂溶解并稀释至刻度，摇匀。

对照品贮备液(3) 取杂质 II 对照品 30mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加二甲基亚砜溶解并稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 分别精密量取对照品贮备液(1)、(2)与(3) 1ml、4ml 与 1ml，置同一 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(Agilent XDB-C18 或 Inertsil ODS-3V C18, 4.6mm $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱)；以乙腈为流动相 A，以高氯酸溶液(取三乙胺 2ml，加水至 1000ml，用高氯酸调节 pH 值至 2.0)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 246nm；柱温 30 $^{\circ}$ C；进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	7.5	92.5
10	13	87
20	16	84
40	24	76
50	24	76
55	7.5	92.5
58	7.5	92.5

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中，特拉唑嗪峰保留时间约为 33 分钟，杂质 I 峰、杂质 II 峰、杂质 III 峰与杂质 IV

峰的相对保留时间分别约为 0.45、0.66、0.7 与 1.5，杂质 II 峰与杂质 III 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与杂质 I 峰、杂质 II 峰、杂质 III 峰与杂质 IV 峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，杂质 I 与杂质 II 均不得过 0.3%，杂质 III 不得过 0.1%，杂质 IV 不得过 0.4%，其他单个杂质按外标法以对照品溶液中特拉唑嗪峰面积计算，均不得过 0.3%，杂质总量不得过 0.6%。

1-[(四氢呋喃-2-基)甲酰基]哌嗪(杂质 V) 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。

对照品贮备液(1) 取杂质 V 对照品约 10mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

对照品贮备液(2) 取杂质 III 对照品约 5mg，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 精密量取对照品贮备液(1)与(2)各 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Agilent XDB-C18, 4.6mm $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱)；以癸烷磺酸钠溶液(取癸烷磺酸钠 2.44g，加水 1000ml，加三乙胺 2ml，用磷酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(70:30)为流动相；检测波长为 210nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温 30 $^{\circ}$ C；进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中，出峰顺序：杂质 V 峰、杂质 III 峰；杂质 V 峰与杂质 III 峰间的分离度应大于 9.5。

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 供试品溶液色谱图中如有与杂质 V 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%。

干燥失重 取本品，在 120 $^{\circ}$ C 干燥至恒重，减失重量应为 7.0%~9.0%(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。

溶剂 见有关物质项下。

供试品溶液 取本品约 20mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加溶剂溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 100ml 量瓶中，用溶剂稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取盐酸特拉唑嗪对照品适量，加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-高氯酸溶液(取三乙胺 2ml，加水至 1000ml，用高氯酸调节 pH 值至 2.0)(20:80)为流动相；检测波长为 246nm；进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按特拉唑嗪峰计算不低于 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】** 抗高血压药及泌尿生殖系统药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸特拉唑嗪片 (2)盐酸特拉唑嗪胶囊

附:

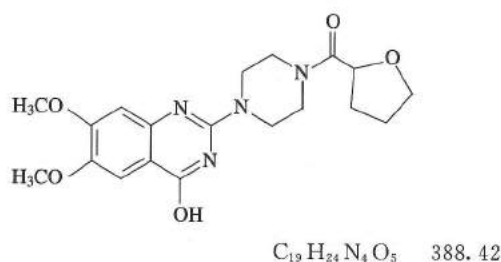
### 杂质 I



### 杂质 II



### 杂质 III



### 杂质 IV



### 杂质 V



## 盐酸特拉唑嗪片

Yansuan Telazuozin Pian

Terazosin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸特拉唑嗪按特拉唑嗪( $C_{19}H_{25}N_5O_4$ )计算,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)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品细粉适量(约相当于特拉唑嗪 4mg),加甲醇 4ml,振摇 15 分钟,静置分层后,取上清液。

**对照品溶液** 取盐酸特拉唑嗪对照品适量,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 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙酸乙酯-甲醇-二乙胺(40:0.2:3)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ 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,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含特拉唑嗪 4 $\mu$ g 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 246nm 的波长处有最大吸收。

(4)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)。

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** 乙腈-水-盐酸(200:800:0.9)。

**供试品溶液** 取本品细粉适量(约相当于特拉唑嗪 12.5mg),置 25ml 量瓶中,加溶剂适量,超声使盐酸特拉唑嗪溶解,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 1ml,置 200ml 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;以乙腈-高氯酸溶液(取三乙胺 2ml,置 1000ml 水中,用高氯酸调节 pH 值至 2.0)(20:80)为流动相;检测波长为 246nm;进样体积 20 $\mu$ l。



**系统适用性要求** 理论板数按特拉唑嗪峰计算不低于 3000, 特拉唑嗪峰与相邻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%), 小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计。

**含量均匀度** 取本品 1 片, 置 100ml 量瓶中, 加有关物质项下溶剂适量, 超声使盐酸特拉唑嗪溶解, 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, 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** 取溶出液滤过, 弃去初滤液 15ml, 取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸特拉唑嗪对照品适量, 加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含特拉唑嗪 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 246nm 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(约相当于特拉唑嗪 2mg), 置 100ml 量瓶中, 加溶剂适量, 超声使盐酸特拉唑嗪溶解, 放冷, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸特拉唑嗪对照品适量, 精密称定, 加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含特拉唑嗪 20μg 的溶液。

**溶剂、色谱条件与系统适用性要求** 见有关物质项下。进样体积 10μl。

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

**【类别】** 同盐酸特拉唑嗪。

**【规格】** 2mg(按  $C_{19}H_{25}N_5O_4$  计)

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

## 盐酸特拉唑嗪胶囊

Yansuan Telazuoqin Jiaonang

Terazosin Hydrochloride Capsules

本品含盐酸特拉唑嗪按特拉唑嗪( $C_{19}H_{25}N_5O_4$ )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】** (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 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含特拉唑嗪 4μg 的溶液, 滤过, 滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 246nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品的内容物适量, 加水振摇, 滤过, 滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】** 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-盐酸(200:800:0.9)。

**供试品溶液** 取本品内容物的细粉适量(约相当于特拉唑嗪 12.5mg), 置 25ml 量瓶中, 加溶剂适量, 超声使盐酸特拉唑嗪溶解, 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 1ml, 置 200ml 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; 以乙腈-高氯酸溶液(取三乙胺 2ml, 置 1000ml 水中, 用高氯酸调节 pH 值至 2.0)(20:80)为流动相; 检测波长为 246nm; 进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按特拉唑嗪峰计算不低于 3000, 特拉唑嗪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 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(0.5%); 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%), 小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计。

**含量均匀度** 取本品 1 粒, 将内容物倾入 100ml(2mg 规格)或 50ml(1mg 规格)量瓶中, 囊壳用有关物质项下溶剂分次洗净, 洗液并入量瓶中, 超声使盐酸特拉唑嗪溶解, 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, 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 0.1mol/L 盐酸溶液 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** 取溶出液滤过, 弃去初滤液 15ml, 取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸特拉唑嗪对照品适量, 加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含特拉唑嗪 4μg(2mg 规格)或 2μg(1mg 规格)的溶液。

**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 246nm 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 取本品 20 粒，精密称定，倾出内容物，囊壳用小刷拭净，再精密称定囊壳重量，求出平均装量。取内容物，研细，混合均匀，精密称取适量(约相当于特拉唑嗪 2mg)，置 100ml 量瓶中，加溶剂适量，超声使盐酸特拉唑嗪溶解，放冷，用溶剂稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取盐酸特拉唑嗪对照品适量，精密称定，加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含特拉唑嗪 20 $\mu$ 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。进样体积 10 $\mu$ 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】 同盐酸特拉唑嗪。

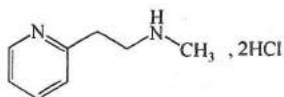
【规格】 按  $C_{19}H_{25}N_5O_4$  计 (1)1mg (2)2mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

## 盐酸倍他司汀

Yansuan Beitasiting

Betahistine Hydrochloride



$C_8H_{12}N_2 \cdot 2HCl$  209.12

本品为 N-甲基-2-吡啶乙胺二盐酸盐。按干燥品计算，含  $C_8H_{12}N_2 \cdot 2HCl$  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，易潮解。

本品在水中极易溶解，在乙醇中微溶，在丙酮中几乎不溶。

【鉴别】 (1)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 838 图)一致。

(2)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 0.10g，加水溶解后，依法测定(通则 0631)，pH 值应为 2.0~3.0。

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 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 0.01mol/L 醋酸钠缓冲液(含 0.004mol/L 庚烷磺酸钠，0.2% 三乙胺，用冰醋酸调节 pH 值至 3.3)-甲醇(70:30)为流动

相；检测波长为 261nm；进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按倍他司汀峰计算不低于 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 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 0.4 倍(0.2%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

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 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 0.1g，精密称定，加冰醋酸 20ml 溶解后，加醋酸汞试液 5ml 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 10.46mg 的  $C_8H_{12}N_2 \cdot 2HCl$ 。

【类别】 血管扩张药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 盐酸倍他司汀片

## 盐酸倍他司汀片

Yansuan Beitasiting Pian

Betahistine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸倍他司汀( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为糖衣片，除去包衣后，显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸倍他司汀 10mg)，加亚硝基铁氰化钠试液 1 滴与 5% 碳酸钠溶液 2 滴，混匀，放入滤纸一条，备用。另取试管一支，加硫酸氢钾约 0.5g，甘油 1~2 滴，管口放上述滤纸，小心直接加热，滤纸条应显蓝色；取滤纸条，加 2% 氢氧化钠溶液数滴，即显红色。

(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 261nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品的细粉，加水使盐酸倍他司汀溶解，滤过，滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片，除去包衣后，置 50ml(4mg、5mg 规格)或 100ml(10mg 规格)量瓶中，加盐酸溶液(9→1000)适量，振摇，使盐酸倍他司汀溶解，用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 20ml，置 100ml 量瓶中，用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)，在 261nm 的波长处测定吸光度，按  $C_8H_{12}N_2 \cdot 2HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 352 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,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸胺碘酮 4mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸胺碘酮溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸胺碘酮对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 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 醋酸钠缓冲液(含 0.004mol/L 庚烷磺酸钠,0.2% 三乙胺,用冰醋酸调节 pH 值至 3.3)-甲醇(70 : 30)为流动相;检测波长为 261nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,理论板数按胺碘酮峰计算不低于 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】 同盐酸胺碘酮。

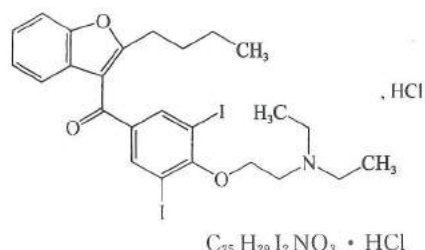
【规格】 (1)4mg (2)5mg (3)10mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

## 盐酸胺碘酮

Yansuan Andiantong

Amiodarone Hydrochloride



本品为(2-丁基-3-苯并呋喃基)[4-[2-(二乙氨基)乙氧基]-3,5-二碘苯基]甲酮盐酸盐。按干燥品计算,含 $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末;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。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 158~162℃,熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 242nm 的波长处有最大吸收,在 223nm 的波长处有最小吸收,242nm 波长处的吸光度与 223nm 波长处的吸光度比值应为 1.47~1.61。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 382 图)一致。

(3)本品的乙醇溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品 0.50g,加水 10ml,置 80℃ 水浴中加热溶解,放冷,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.4~3.9。

甲醇溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加甲醇 20ml,振摇使溶解,溶液应澄清无色;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。

游离碘 取本品 0.50g,加水 10ml,振摇 30 秒钟,放置 5 分钟,滤过,滤液加稀硫酸 1ml 与三氯甲烷 2ml,振摇,三氯甲烷层不得显色。

2-氯-N,N-二乙基乙胺(杂质 I) 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 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 100mg 的溶液。

对照品溶液 取 2-氯-N,N-二乙基乙胺盐酸盐对照品适量,精密称定,加二氯甲烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2-氯-N,N-二乙基乙胺(杂质 I) 0.02mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 2ml,混匀。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以二氯甲烷-甲醇-无水甲酸(85 : 10 : 5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 50μl、对照溶液 100μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷稀碘化铋钾试液,然后喷过氧化氢试液,立即检视。

限度 供试品溶液如显与对照溶液中杂质 I R<sub>f</sub> 值一致的斑点,与对照品溶液的主斑点比较,不得更深(0.02%)。

有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 乙腈-水(1 : 1)。

供试品溶液 取本品约 25mg,置 50ml 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。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以缓冲溶液(取冰醋酸 3.0ml,加水 800ml,用氨试液调节 pH 值至 4.9,再加水稀释至 1000ml)-甲醇-乙腈(30 : 30 : 40)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按胺碘酮峰计算不低于 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,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%)。

含碘量 取本品约 20mg,精密称定,照氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏,用氢氧化钠试液 2ml 与水 10ml 为吸收液,俟吸收完全后,加溴醋酸溶液(取醋酸钾 10g,加冰醋酸适量使溶解,加溴 0.4ml,再加冰醋酸使成 100ml)10ml,密塞,振摇,放置数分钟,加甲酸约 1ml,用水洗涤瓶口并通入空气流

约 3~5 分钟以除去剩余的溴蒸气,加碘化钾 2g,密塞,摇匀,用硫代硫酸钠滴定液(0.02mol/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(0.02mol/L)相当于 0.423mg 的碘(I),含碘量应为 36.0%~38.0%。

**干燥失重** 取本品,在 50℃减压干燥 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 0.5g,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5.0ml 和乙醇 75ml 溶解,照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差为滴定体积。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 68.18mg 的  $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ 。

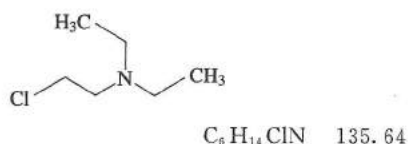
**【类别】** 抗心律失常药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸胺碘酮片 (2)盐酸胺碘酮注射液 (3)盐酸胺碘酮胶囊

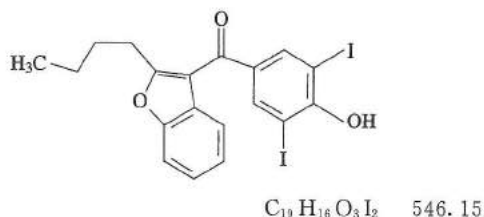
附:

杂质 I



2-氯-N,N-二乙基胺

杂质 II



(2-丁基苯并呋喃-3-基)(4-羟基-3,5-二碘苯基)-甲酮

## 盐酸胺碘酮片

Yansuan Andiantong Pian

Amiodarone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸胺碘酮( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【性状】** 本品为类白色片。

**【鉴别】** (1)取本品细粉适量(约相当于盐酸胺碘酮 0.1g),加乙醇适量溶解,滤过,滤液照盐酸胺碘酮项下鉴别 (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。

**【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(约相当于盐酸胺碘酮 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使盐酸胺碘酮溶解并稀释至刻度,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** 见盐酸胺碘酮有关物质项下。

**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的主峰面积(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 0.25%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** 取溶出液滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml(0.1g 规格)或 100ml(0.2g 规格)量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸胺碘酮对照品 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇溶解并稀释至刻度,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 243nm 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(约相当于盐酸胺碘酮 20mg),置 200ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使盐酸胺碘酮溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸胺碘酮对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。

**溶剂与色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按胺碘酮峰计算不低于 3000,胺碘酮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】** 同盐酸胺碘酮。

**【规格】** (1)0.1g (2)0.2g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。



## 盐酸胺碘酮注射液

Yansuan Andiantong Zhushuye

### Amiodarone Hydrochloride Injection

本品为盐酸胺碘酮的灭菌水溶液。含盐酸胺碘酮( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )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】 (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,加乙醇稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 242nm 的波长处有最大吸收,在 223nm 的波长处有最小吸收,242nm 波长处的吸光度与 223nm 波长处的吸光度比值应为 1.47~1.61。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 2.5~4.0(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,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含盐酸胺碘酮 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 中含盐酸胺碘酮 1 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取杂质 II 对照品约 16mg,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 8 $\mu$ g 的溶液。

溶剂、色谱条件与系统适用性要求 见盐酸胺碘酮有关物质项下。

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 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 II 峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸胺碘酮标示量的 1.6%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(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%),小于对照溶液主峰面积 0.25 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 盐酸胺碘酮中含内毒素的量应小于 1.0EU。

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,用溶剂定量稀释制成每 1ml 中含盐酸胺碘酮 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸胺碘酮对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

溶剂与色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 理论板数按胺碘酮峰计算不低于 3000,胺碘酮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】 同盐酸胺碘酮。

【规格】 (1)2ml : 150mg (2)3ml : 150mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸胺碘酮胶囊

Yansuan Andiantong Jiaonang

### Amiodarone Hydrochloride Capsules

本品含盐酸胺碘酮( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于盐酸胺碘酮 0.1g),加乙醇适量溶解,滤过,滤液照盐酸胺碘酮项下鉴别(1)、(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】 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(约相当于盐酸胺碘酮 25mg),置 50ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使盐酸胺碘酮溶解并稀释至刻度,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 见盐酸胺碘酮有关物质项下。

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的主峰面积(0.5%)。

干燥失重 取本品的内容物,在 50℃减压干燥 4 小时,减失重量不得过 1.0%(通则 0831)。

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(约相当于盐酸胺碘酮 20mg),置 200ml 量瓶中,加溶剂适量,振摇使盐酸胺碘酮溶解并稀释至刻度,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸胺碘酮对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。

溶剂与色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 理论板数按胺碘酮峰计算不低于 3000,胺碘酮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】 同盐酸胺碘酮。

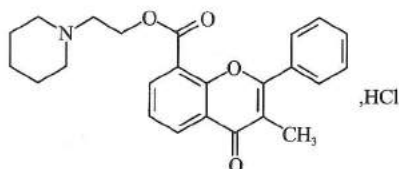
【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸黄酮哌酯

Yansuan Huangtongpaizhi

Flavoxate Hydrochloride



$C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$  427.93

本品为 3-甲基-2-苯基-4-氧代-4H-1-苯并吡喃-8-羧酸-2-哌啶乙酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中溶解,在水或甲醇中略溶,在丙酮或乙醚中几乎不溶;在冰醋酸中溶解。

吸收系数 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 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 293nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 300~330。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加甲醇 3ml 溶解后,加盐酸 0.5ml,加镁粉 50mg,振摇,放置 10 分钟,显橙黄色。

(2)取本品,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 241nm、293nm 与 318nm 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 1031 图)一致。

(4)本品的水溶液(1→100)显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 溶液的澄清度 取本品 0.10g,加热水 20ml,振摇溶解后,放冷,溶液应澄清。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

溶剂 三氯甲烷-甲醇(1:1)。

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 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 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 0.10mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以环己烷-乙酸乙酯-甲醇-二乙胺(8:2:2:1)为展开剂。

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

限度 供试品溶液如显杂质斑点,不得多于 2 个,其中在与对照品溶液相同位置上所显杂质斑点的颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深,另一杂质斑点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 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 2.0g,置瓷坩埚中,加硝酸镁 1.0g,乙醇 10ml,点火,缓缓燃烧至炭化,再用少量硝酸湿润,加热灼烧并在 500℃ 炽灼至灰化,放冷,加盐酸 3ml,置水浴上加热溶解残留物,用水 23ml 将残留物转移至砷瓶中,加盐酸 2ml,作为供试品溶液;另取标准砷溶液 2ml,置坩埚中,自“加硝酸镁 1.0g”起,与供试品溶液同法操作,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 0.3g,精密称定,加冰醋酸 5ml 与乙腈 20ml 溶解后,加醋酐 25ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 42.79mg 的  $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$ 。

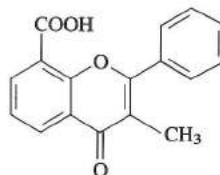
【类别】 解痉药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸黄酮哌酯片 (2)盐酸黄酮哌酯胶囊

附:

杂质 I



$C_{17}H_{12}O_4$  280.27

3-甲基黄酮-8-羧酸

## 盐酸黄酮哌酯片

Yansuan Huangtongpaizhi Pian

Flavoxate Hydrochloride Tablets

本品含盐酸黄酮哌酯( $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$ )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。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于盐酸黄酮哌酯 0.1g),加甲醇 10ml,振摇,置 60℃ 水浴加热 5 分钟使盐酸黄酮哌酯溶解,放冷,滤过,取滤液,加盐酸 0.5ml,加镁粉约 50mg,振摇,放置 10 分钟,溶液显橙黄色。

(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 241nm、293nm 与 318nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉适量,精密称定,加溶剂振摇使盐酸黄酮哌酯溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸黄酮哌酯 20mg 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 中约含盐酸黄酮哌酯 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品适量,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.20mg 的溶液。

溶剂、色谱条件与测定法 见盐酸黄酮哌酯有关物质项下。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,不得多于 2 个,其中在对照品溶液相同位置上所显的斑点颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深,另一杂质斑点颜色与对照溶液的主斑点比较,不得更深。

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 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 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸黄酮哌酯 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 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(约相当于盐酸黄酮哌酯 0.2g),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,置 60℃ 水浴加热 20 分钟,并不断振摇使盐酸黄酮哌酯溶解,放冷,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸黄酮哌酯 20μg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸黄酮哌酯对照品适量,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 20μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 293nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸黄酮哌酯。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸黄酮哌酯胶囊

Yansuan Huangtongpaizhi Jiaonang

Flavoxate Hydrochloride Capsules

本品含盐酸黄酮哌酯( $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$ )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)取本品的内容物适量(约相当于盐酸黄酮哌酯 0.1g),加甲醇 10ml,振摇,置 60℃ 水浴上加热 5 分钟使盐酸黄酮哌酯溶解,放冷,滤过,取滤液,加盐酸 0.5ml,加镁粉约 50mg,振摇,放置 10 分钟,溶液显橙黄色。

(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 241nm、293nm 与 318nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品内容物适量,精密称定,加溶剂振摇使盐酸黄酮哌酯溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸黄酮哌酯 20mg 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 中约含盐酸黄酮哌酯 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品适量,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.20mg 的溶液。

溶剂、色谱条件与测定法 见盐酸黄酮哌酯有关物质项下。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,不得多于 2 个,其中在与对照品溶液相同位置上所显的斑点颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深,另一杂质斑点颜色与对照溶液主斑点比较,不得更深。

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 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 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸黄酮哌酯 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(约相当于盐酸黄酮哌酯 0.2g),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,置 60℃ 水浴加热 20 分钟,并不断振摇使盐酸黄酮哌酯溶解,放冷,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸黄酮哌酯 20μg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸黄酮哌酯对照品适量,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 20μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 293nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸黄酮哌酯。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

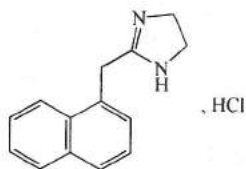
【贮藏】 遮光,密封保存。



## 盐酸萘甲唑啉

Yansuan Naijiazuolin

Naphazoline Hydrochloride

 $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$  246.74

本品为 4,5-二氢-2-(1-萘甲基)-1H-咪唑盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在三氯甲烷中极微溶解,在乙醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加稀盐酸数滴与水 5ml 溶解后,加硫氰酸铬铵试液数滴,即发生紫红色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 385 图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(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 5.5~6.5。

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;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 1 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

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 中约含 20mg 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 0.10mg 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 0.20mg 的溶液。

对照溶液(3) 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 0.30mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以甲醇-二乙胺(100:2)为展开剂。

测定法 吸取上述四种溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,在 105℃加热 1 小时,放冷,在饱和碘蒸气中显色至对照溶液(1)、(2)与(3)均显示明显色斑。

限度 供试品溶液如显杂质斑点,其颜色与对照溶液(1)、(2)与(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 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.2%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml 与乙醇 50ml,振摇溶解后,照电位滴定法(通则

0701),用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定,两个突跃点体积的差作为滴定体积。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 24.67mg 的  $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 血管收缩药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸萘甲唑啉滴眼液 (2)盐酸萘甲唑啉滴鼻液

## 盐酸萘甲唑啉滴眼液

Yansuan Naijiazuolin Diyanye

Naphazoline Hydrochloride Eye Drops

本品含盐酸萘甲唑啉( $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸萘甲唑啉 25mg),置分液漏斗中,加氢氧化钠试液 5ml,加氯化钠饱和后,用乙醚提取 2 次,每次 25ml,合并乙醚液,用水 5ml 洗涤,滤过,蒸去乙醚,残渣照盐酸萘甲唑啉项下的鉴别(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 5.5~7.0(通则 0631)。

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。

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 5ml(0.1%规格)或 10ml(0.05%规格),置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸萘甲唑啉对照品约 25mg,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 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;以甲醇-水-三乙胺-磷酸(50:50:0.25:0.075)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,理论板数按萘甲唑啉峰计算不低于 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】 同盐酸萘甲唑啉。

【规格】 (1)0.05% (2)0.1%

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸萘甲唑啉滴鼻液

Yansuan Naijiazuolin Dibiye

Naphazoline Hydrochloride Nasal Drops

本品含盐酸萘甲唑啉( $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$ )应为标示量的



90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄清液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于盐酸萘替芬 25mg),置分液漏斗中,加氢氧化钠试液 5ml,加氯化钠饱和后,用乙醚提取 2 次,每次 25ml,合并乙醚液,用水 5ml 洗涤,滤过,蒸去乙醚,残渣照盐酸萘替芬项下的鉴别(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 5.5~7.0(通则 0631)。

其他 应符合鼻用制剂项下有关的各项规定(通则 0106)。

【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(0.1%规格)或 10ml(0.05%规格),置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸萘替芬对照品约 25mg,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 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;以甲醇-水-三乙胺-磷酸(50:50:0.25:0.075)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,理论板数按萘替芬峰计算不低于 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】 同盐酸萘替芬。

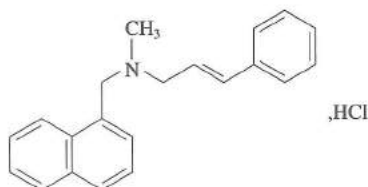
【规格】 (1)0.05% (2)0.1%

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸萘替芬

Yansuan Naitifen

Naftifine Hydrochloride



$C_{21}H_{21}N \cdot HCl$  323.88

本品为(E)-N-甲基-N-(3-苯基-2-丙烯基)-1-萘胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$  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、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 175~180℃。

【鉴别】 (1)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在

223nm 与 254nm 的波长处有最大吸收。

(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)本品的甲醇溶液显氯化物鉴别(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,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 20 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以醋酸铵溶液(取醋酸铵 1.154g,加水 300ml 使其溶解,加冰醋酸 0.2ml)-甲醇(30:70)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按萘替芬峰计算不低于 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 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。

砷盐 取本品 1.0g,加盐酸 5ml 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 0.25g,精密称定,加冰醋酸 10ml 与醋酐 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 32.39mg 的  $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$ 。

【类别】 抗真菌药。

【制剂】 (1)盐酸萘替芬软膏 (2)盐酸萘替芬溶液

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸萘替芬软膏

Yansuan Naitifen Ruangao

Naftifine Hydrochloride Ointment

本品含盐酸萘替芬( $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色软膏。

【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(约相当于盐酸萘替芬 4mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇约 30ml,超声使盐酸萘替芬溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸萘替芬对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 80μg 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 1.154g,加水 300ml 溶解,加冰醋酸 0.2ml,摇匀)-甲醇(30:70)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按萘替芬峰计算不低于 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】 同盐酸萘替芬。

【规格】 10g:0.1g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 盐酸萘替芬溶液

Yansuan Naitifen Rongye

### Naftifine Hydrochloride Solution

本品含盐酸萘替芬( $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄清液体。

【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】 乙醇量 应为 14%~18%(通则 0711)。

其他 应符合涂剂项下有关的各项规定(通则 0118)。

【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,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸萘替芬 80μg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸萘替芬对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 80μg 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 1.154g,加水 300ml 使其溶解,加冰醋酸 0.2ml,摇匀)-甲醇(30:70)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 理论板数按萘替芬峰计算不低于 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】 同盐酸萘替芬。

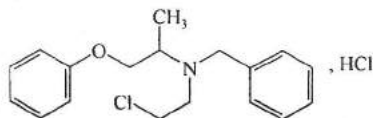
【规格】 10ml:0.1g

【贮藏】 遮光,密闭,在阴凉处保存。

## 盐酸酚苄明

Yansuan Fenbianming

### Phenoxybenzamine Hydrochloride



$C_{18}H_{22}ClNO \cdot HCl$  340.29

本品为 *N*-(1-甲基-2-苯氧乙基)-*N*-(2-氯乙基)苯甲胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{18}H_{22}ClNO \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇或三氯甲烷中易溶,在水中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 137~140℃。

【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 384 图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【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 0.2g,置 10ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 5ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以丙酮-三氯甲烷(8:2)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,喷以稀碘化铋钾试液,立即检视。

系统适用性要求 灵敏度溶液的主斑点应清晰可见。

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,置五氧化二磷干燥器内减压干燥至恒重,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。

【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 0.1mol/L 盐酸



溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸酚苄明对照品适量,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 0.5mg 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-醋酸铵缓冲液(取醋酸铵 10g 溶于 1000ml 水中,用磷酸调节 pH 值至 3.0)(80:20)为流动相;检测波长为 267nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按酚苄明峰计算不低于 2000,酚苄明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】**  $\alpha$  肾上腺素受体阻滞药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸酚苄明片 (2)盐酸酚苄明注射液

## 盐酸酚苄明片

Yansuan Fenbianming Pian

Phenoxybenzamine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸酚苄明( $C_{18}H_{22}ClNO \cdot HCl$ )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。

**【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 262nm、267nm 与 274nm 的波长处有最大吸收。

(2)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 含量均匀度** 取本品 1 片,置 100ml(10mg 规格)或 50ml(5mg 规格)量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,充分振摇,使盐酸酚苄明溶解后,用上述溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,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 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 中约含盐酸酚苄明 10 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸酚苄明对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-醋酸铵缓冲液(取醋酸铵 10g 溶于 1000ml 水中,用磷酸调节 pH 值至 3.0)(80:20)为流动相;检测波长为 267nm;进样体积 50 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按酚苄明峰计算不低于 2000,酚苄明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(约相当于盐酸酚苄明 10mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液使盐酸酚苄明溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸酚苄明对照品 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 267nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 同盐酸酚苄明。

**【规格】** (1)5mg (2)10mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸酚苄明注射液

Yansuan Fenbianming Zhushuye

Phenoxybenzamine Hydrochloride Injection

本品为盐酸酚苄明的灭菌水溶液。含盐酸酚苄明( $C_{18}H_{22}ClNO \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为无色的澄明液体。

**【鉴别】** 取本品 1ml,加 0.01mol/L 盐酸溶液 20ml,用三氯甲烷振摇提取,提取液加用酸处理的三氯甲烷(取三氯甲烷,用 0.01mol/L 盐酸溶液振摇洗涤,分离后,加无水硫酸钠脱水,取上清液蒸馏)稀释成每 1ml 中约含盐酸酚苄明 0.1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 272nm 与 279nm 的波长处有最大吸收。

**【检查】 pH 值** 应为 1.3~3.0(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】** 精密量取本品 10ml,置水浴上蒸干,在 105 $^{\circ}$ C 干燥 30 分钟,放冷,加冰醋酸 10ml 与醋酸汞试液 5ml 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 17.02mg 的  $C_{18}H_{22}ClNO \cdot HCl$ 。

**【类别】** 同盐酸酚苄明。

**【规格】** 1ml:10mg

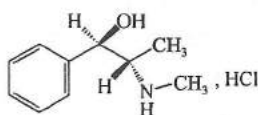
**【贮藏】** 遮光,密闭保存。



## 盐酸麻黄碱

Yansuan Mahuangjian

## Ephedrine Hydrochloride

 $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$  201.70

本品为 $[R-(R^*, S^*)]-\alpha$ -[1-(甲氨基)乙基]苯甲醇盐酸盐。按干燥品计算,含 $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ 不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色针状结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在三氯甲烷或乙醚中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 $217 \sim 220^\circ\text{C}$ 。

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 $-33^\circ$ 至 $-35.5^\circ$ 。

【鉴别】 (1)取本品约10mg,加水1ml溶解后,加硫酸铜试液2滴与20%氢氧化钠溶液1ml,即显蓝紫色;加乙醚1ml,振摇后,放置,乙醚层即显紫红色,水层变成蓝色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 387图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸碱度 取本品1.0g,加水20ml溶解后,加甲基红指示液1滴,如显黄色,加硫酸滴定液(0.01mol/L)0.10ml,应变为红色;如显淡红色,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.10ml,应变为黄色。

溶液的澄清度 取本品1.0g,加水20ml溶解后,溶液应澄清。

硫酸盐 取本品1.0g,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(0.010%)。

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;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾6.8g,三乙胺5ml,磷酸4ml,加水至1000ml,用稀磷酸或三乙胺调节pH值至 $3.0 \pm 0.1$ )-乙腈(90:10)为流动相;检测波长为210nm;进样体积10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按麻黄碱峰计算不低于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 $105^\circ\text{C}$ 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二。

【含量测定】 取本品约0.15g,精密称定,加冰醋酸10ml,加热溶解后,加醋酸汞试液4ml与结晶紫指示液1滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显翠绿色,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20.17mg的 $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ 。

【类别】  $\beta_2$  肾上腺素受体激动药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸麻黄碱注射液 (2)盐酸麻黄碱滴鼻液

## 盐酸麻黄碱注射液

Yansuan Mahuangjian Zhushuye

## Ephedrine Hydrochloride Injection

本品为盐酸麻黄碱的灭菌水溶液。含盐酸麻黄碱( $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ )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,照盐酸麻黄碱项下的鉴别(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】 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。

供试品溶液 取本品,用流动相稀释制成每1ml中约含盐酸麻黄碱0.9mg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中约含盐酸麻黄碱9 $\mu$ g的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸麻黄碱有关物质项下。

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的主峰面积(1.0%)。

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30 $\mu$ g的溶液。

对照品溶液 取盐酸麻黄碱对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含30 $\mu$ g的溶液。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 见有关物质项下。麻黄碱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,注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。



【类别】 同盐酸麻黄碱。  
【规格】 1ml : 30mg  
【贮藏】 遮光, 密闭保存。

### 盐酸麻黄碱滴鼻液

Yansuan Mahuangjian Dibiye

#### Ephedrine Hydrochloride Nasal Drops

本品含盐酸麻黄碱( $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄清液体。

【鉴别】 (1)取本品适量,照盐酸麻黄碱项下的鉴别(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】 pH 值 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

其他 应符合鼻用制剂项下有关的各项规定(通则 0106)。

【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 30 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸麻黄碱对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 30 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.8g,三乙胺 5ml,磷酸 4ml,加水至 1000ml,用稀磷酸或三乙胺调节 pH 值至 3.0 $\pm$ 0.1)-乙腈(90:10)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按麻黄碱峰计算不低于 3000,麻黄碱峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

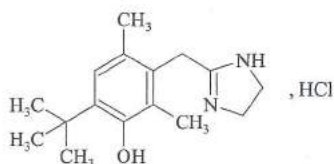
测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同盐酸麻黄碱。  
【规格】 1%  
【贮藏】 遮光,密闭保存。

### 盐酸羟甲唑啉

Yansuan Qiangjiazulin

#### Oxymetazoline Hydrochloride



$C_{16}H_{24}N_2O \cdot HCl$  296.84

本品为 6-叔丁基-3-[(4,5-二氢-1H-咪唑-2-基)甲基]-2,4-二甲基苯酚盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{16}H_{24}N_2O \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭,味苦。  
本品在水或乙醇中易溶,在乙醚或三氯甲烷中不溶。

【鉴别】 (1)取本品 2mg,加水 1ml 使溶解,加亚硝基铁氰化钠试液 0.2ml 与 15%氢氧化钠溶液 0.2ml,摇匀,放置 10 分钟,加 5%碳酸氢钠溶液 2ml,即显紫色。

(2)取本品适量,加水制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 279nm 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 653 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 0.50g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.5。

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,精密称定,加水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,用水定量稀释制成每 1ml 中含 1 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 精密称取盐酸羟甲唑啉杂质 I 对照品与盐酸羟甲唑啉各 5mg,置同一 50ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 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;流动相 A 为 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0),流动相 B 为乙腈,流速为每分钟 1.0ml,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 220nm;进样体积 10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	70	30
5	70	30
20	15	85
35	15	85
38	70	30
48	70	30

系统适用性要求 对照品溶液色谱图中,羟甲唑啉峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 4.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分色谱峰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(0.1%);杂质总量不得过 0.5%。供试品溶液的色谱图中峰面积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)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 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** 取炽灼残渣项下残留的残渣,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,加无水冰醋酸和醋酐各 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 29.68mg 的  $C_{16}H_{24}N_2O \cdot HCl$ 。

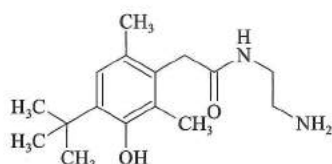
**【类别】**  $\alpha$  肾上腺素受体激动药。

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

**【制剂】** (1)盐酸羟甲唑啉喷雾剂 (2)盐酸羟甲唑啉滴鼻液

附:

杂质 I



$C_{16}H_{26}N_2O_2$  278.40

N-(2-氨基乙基)-2-(4-叔丁基-3-羟基-2,6-二甲基苯基)乙酰胺

## 盐酸羟甲唑啉喷雾剂

Yansuan Qiangjiazulin Penwuji

Oxymetazoline Hydrochloride Spray

本品为定量非吸入型喷雾剂,含盐酸羟甲唑啉( $C_{16}H_{24}N_2O \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为无色的澄清液体。

**【鉴别】** (1)取本品适量(约相当于盐酸羟甲唑啉 2.5mg),置分液漏斗中,加水 10ml,加碳酸钠试液 2ml,摇匀,加三氯甲烷 10ml,充分振摇提取,将三氯甲烷层移至另一个分液漏斗中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml,充分振摇提取,弃去三氯甲烷层,取此酸化水层 8ml,置试管中,用氢氧化钠试液调节至中性,再加 1 滴,摇匀,加亚硝基铁氰化钠试液数滴和 15% 氢氧化钠溶液 2 滴,摇匀,放置 10 分钟,用 0.1mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 8~9,放置 10 分钟,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。

**【检查】 pH 值** 应为 4.0~6.5(通则 0631)。

**每喷主药含量** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取供试品 1 瓶,除去帽盖,试喷数次,直至呈正常雾状喷量后,用水洗净喷头,取洁净干燥的小烧杯斜扣喷嘴上,连续喷射 20 次,用流动相将烧杯中的药液定量转移至 10ml 量瓶中,并用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 精密称取盐酸羟甲唑啉对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成与供试品溶液中盐酸羟甲唑啉浓度相当的溶液。

**色谱条件与系统适用性要求** 见含量测定项下。

**测定法** 精密量取对照品溶液和供试品溶液,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喷主药含量。

**限度** 应为标示喷量的 80%~120%。

**其他** 应符合喷雾剂项下有关的各项规定(通则 0112)。

**【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** 精密称取盐酸羟甲唑啉对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 或 0.25mg (5ml : 1.25mg 规格)的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-三乙胺-磷酸(550 : 450 : 5 : 1.5)(用磷酸或三乙胺调节 pH 值至 7.3)为流动相;检测波长为 279nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按羟甲唑啉峰计算应不低于 2000,羟甲唑啉峰和相邻杂质峰的分度应符合要求。

**测定法** 精密量取对照品溶液和供试品溶液,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】** 同盐酸羟甲唑啉。

**【规格】** (1)10ml : 5mg,每瓶总喷次 80 次,每喷含盐酸羟甲唑啉 0.05mg (2)10ml : 5mg,每瓶总喷次 150 次,每喷含盐酸羟甲唑啉 0.033mg (3)10ml : 5mg,每瓶总喷次 120 次,每喷含盐酸羟甲唑啉 0.037mg (4)5ml : 2.5mg,每瓶总喷次 75 次,每喷含盐酸羟甲唑啉 0.033mg (5)5ml : 1.25mg,每瓶总喷次 75 次,每喷含盐酸羟甲唑啉 0.0167mg。

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸羟甲唑啉滴鼻液

Yansuan Qiangjiazulin Dibiye

Oxymetazoline Hydrochloride Nasal Drops

本品含盐酸羟甲唑啉( $C_{16}H_{24}N_2O \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸羟甲唑啉



2.5mg),置分液漏斗中,加水 10ml,加碳酸钠试液 2ml,摇匀,加三氯甲烷 10ml 充分振摇提取,将三氯甲烷层移至另一个分液漏斗中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml,充分振摇提取,弃去三氯甲烷层,取此酸化水层 8ml,置试管中,用氢氧化钠试液调节至中性,再多加 1 滴,摇匀,加亚硝基铁氰化钠试液数滴和 15%氢氧化钠溶液 2 滴,摇匀,放置 10 分钟,用 0.1mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 8~9,放置 10 分钟,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。

【检查】 pH 值 应为 4.0~6.5(通则 0631)。

其他 应符合鼻用制剂项下有关的各项规定(通则 0106)。

【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 精密称定盐酸羟考酮对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-三乙胺-磷酸(550:450:5:1.5)(用磷酸或三乙胺调节 pH 值至 7.3)为流动相;检测波长为 279nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按羟考酮峰计算应不低于 2000。羟考酮峰和相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 精密量取对照品溶液和供试品溶液,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】 同盐酸羟考酮。

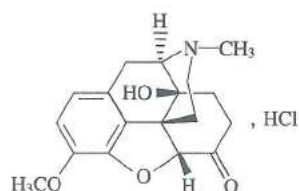
【规格】 (1)3ml:1.5mg (2)5ml:2.5mg (3)10ml:5mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸羟考酮

Yansuan Qiangkaotong

Oxycodone Hydrochloride



$C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl$  351.83

本品为 4,5 $\alpha$ -环氧基-14-羟基-3-甲氧基-17-甲基吗啡喃-6-酮盐酸盐。按无水与无溶剂物计算,含  $C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl$  应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或粉末;无臭,有引湿性。

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 25mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为

-137° 至 -149°。

【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 250mg,加水 25ml 溶解后,加 6mol/L 氢氧化铵溶液适量使呈碱性,摇匀,静置直至沉淀出现,滤过,沉淀用冷水 50ml 洗涤,并在 105℃ 干燥 2 小时,其红外光吸收图谱应与同法处理的盐酸羟考酮对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 含氯量 取本品约 0.3g,精密称定,加甲醇 50ml 使溶解,加冰醋酸 5ml,照电位滴定法(通则 0701),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 3.545mg 的 Cl。按无水与无溶剂物计算,含氯量应为 9.8%~10.4%。

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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 分别取盐酸羟考酮与磷酸可待因对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含盐酸羟考酮 10 $\mu$ g 与磷酸可待因 13 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.005mol/L 庚烷磺酸钠溶液-甲醇-磷酸-三乙胺(850:150:3:2),并用 50%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 2.5 $\pm$ 0.1 为流动相;检测波长为 206nm;柱温为 50℃;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,羟考酮峰与可待因峰之间的分离度应大于 3.0。供试品溶液色谱图中,羟考酮峰的拖尾因子应在 0.75~1.25 之间。

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(0.5%),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%),小于对照溶液主峰面积 0.03 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 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 取丙酮约 0.25g,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为贮备溶液(1);另精密量取三氯甲烷( $d_4^{20}$ =1.484)40 $\mu$ l,置 2000ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为贮备溶液(2);精密量取贮备溶液(1)与贮备溶液(2)各 10ml,置同一 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,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 60℃,维持 3 分钟,再以每分钟 20℃ 的速率升温至 170℃,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 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,丙酮峰与三氯



甲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,丙酮与三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 7.0%。

**炽灼残渣** 取本品 1.0g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 0.05%。

**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,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸羟考酮对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 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** 系统适用性溶液色谱图中,羟考酮峰与可待因峰的分离度应大于 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】** 镇痛药。

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

**【制剂】** 盐酸羟考酮片

## 盐酸羟考酮片

Yansuan Qiangkaotong Pian

Oxycodone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸羟考酮( $C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )应为标示量 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)取本品 4 片,置试管中,加水 5ml,振摇 10 分钟,滤过,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** 取本品细粉适量(约相当于盐酸羟考酮 10mg),置 10ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸羟考酮溶解,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 5 $\mu$ 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** 见盐酸羟考酮有关物质项下。

**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%),小于对照溶液主峰面积 0.03 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 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** 取盐酸羟考酮对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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 225nm 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,分别置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸羟考酮溶解,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** 见盐酸羟考酮含量测定项下。

**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。按外标法以峰面积分别计算每片的含量,求得 10 片的平均含量。

**【类别】** 同盐酸羟考酮。

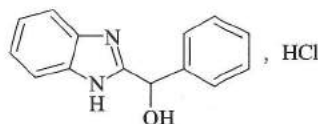
**【规格】** 5mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸羟苄唑

Yansuan Qiangbianzuo

Hydrobenzole Hydrochloride



$C_{14}H_{12}N_2O \cdot HCl$  260.76

本品为(±)- $\alpha$ -羟基苄基苯并咪唑。按干燥品计算,含  $C_{14}H_{12}N_2O \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,味微苦,水溶液呈酸性。

本品易溶于乙醇,略溶于水,在三氯甲烷或丙酮中几乎不溶。

**【鉴别】** (1)取本品水溶液,加 1 滴碘化汞钾试液,即产生微黄色沉淀。

(2)取本品,加无水乙醇制成每 1ml 中含 10 $\mu$ g 溶液,照紫



外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 277nm 与 271nm 的波长处有最大吸收,其比值应为 1.04~1.08。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 388 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】 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,用水定量稀释制成每 1ml 中含 2μg 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含 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-冰醋酸-三乙胺(20:80:3:0.3)为流动相;检测波长为 277nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按羟苄唑峰计算不低于 1500,羟苄唑峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,羟苄唑峰的信噪比应大于 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%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

干燥失重 取本品约 1g,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

【含量测定】 取本品约 0.2g,精密称定,加冰醋酸 20ml,超声使溶解,冷却,再加醋酐 25ml,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 26.07mg 的  $C_{14}H_{12}N_2O \cdot HCl$ 。

【类别】 抗病毒药。

【贮藏】 密闭保存。

【制剂】 盐酸羟苄唑滴眼液

## 盐酸羟苄唑滴眼液

Yansuan Qiangbianzuo Diyanye

Hydrobenzole Hydrochloride Eye Drops

本品含盐酸羟苄唑( $C_{14}H_{12}N_2O \cdot HCl$ )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 8ml,置水浴上蒸发至约 2ml,放冷,滴加碘化汞钾试液,即产生微黄色沉淀。

(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 277nm 与 271nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 pH 值 应为 3.5~5.0(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,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。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 20ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件与系统适用性要求 见盐酸羟苄唑有关物质项下。

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的主峰面积(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计(0.05%)。

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。

无菌 取本品,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,用无水乙醇定量稀释制成每 1ml 中含 10μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 277nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{14}H_{12}N_2O \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 416 计算。

【类别】 同盐酸羟苄唑。

【规格】 8ml:8mg

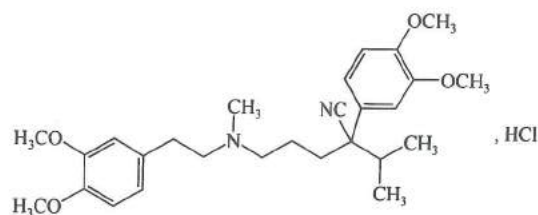
【贮藏】 遮光,密闭,在阴凉处保存。

曾用名:羟苄唑滴眼液

## 盐酸维拉帕米

Yansuan Weilapami

Verapamil Hydrochloride



$C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$  491.07

本品为(±)-α-[3-[[2-(3,4-二甲氧苯基)乙基]甲氨基]

丙基]-3,4-二甲氧基- $\alpha$ -异丙基苯乙腈盐酸盐。按干燥品计算,含 $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色粉末;无臭。

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 141~145℃。

【鉴别】 (1)取本品的水溶液(1→20)2ml,加硫氰酸铬铵试液 5 滴,即生成淡红色的沉淀。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.02mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 229nm 与 278nm 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 389 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 1.0g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~6.5。

溶液的澄清度 取本品 1.0g,加水 20ml 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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 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;以醋酸-醋酸钠溶液(取醋酸钠 1.36g,加水适量,振摇使溶解,加冰醋酸 33ml,加水稀释至 1000ml,摇匀)-甲醇-三乙胺(55:45:1)为流动相;柱温为 40℃;检测波长为 278nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按维拉帕米峰计算不低于 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 *N,N*-二甲基甲酰胺 1ml,密封。

对照品溶液 分别取乙醇、丙酮、苯甲醛、二甲基亚砜、甲苯、三氯甲烷各适量,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中含乙醇、丙酮、苯甲醛、二甲基亚砜均为 0.5mg、甲苯 89 $\mu$ g、三氯甲烷 6 $\mu$ g 的混合溶液,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(或极性相近)为固定液;起始温度为 40℃,维持 3 分钟,以每分钟 3℃的速率升温至 100℃,再以每分钟 30℃的速率升温至 240℃,维持 3 分钟;进样口温度为 150℃;检测器温度为 280℃;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,苯甲醛的残留量不得超过 0.5%,乙醇、丙酮、二甲基亚砜、甲苯与三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】 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 0.25mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸维拉帕米对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 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】 钙通道阻滞药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸维拉帕米片 (2)盐酸维拉帕米注射液 (3)盐酸维拉帕米缓释片

## 盐酸维拉帕米片

Yansuan Weilapami Pian

### Verapamil Hydrochloride Tablets

本品含盐酸维拉帕米( $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ )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】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸维拉帕米 0.1g),加水 5ml,振摇使盐酸维拉帕米溶解,滤过,滤液照盐酸维拉帕米项下的鉴别(1)、(4)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 取含量测定项下的续滤液。

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 见盐酸维拉帕米



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** 取盐酸维拉帕米对照品,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 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 与 300nm 的波长处分别测定吸光度。求出各自的吸光度差值( $\Delta A$ ),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,除去包衣,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸维拉帕米 0.125g),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸维拉帕米溶解并稀释至刻度,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、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸维拉帕米含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸维拉帕米。

**【规格】** 40mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸维拉帕米注射液

Yansuan Weilapami Zhushuye

### Verapamil Hydrochloride Injection

本品为盐酸维拉帕米的灭菌水溶液。含盐酸维拉帕米( $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为无色的澄明液体。

**【鉴别】** 取本品,置水浴上蒸干后,残渣照盐酸维拉帕米项下的鉴别(1)、(2)、(4)项试验,显相同的结果。

**【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** 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** 见盐酸维拉帕米有关物质项下。

**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的主峰面积(1.0%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸维拉帕米中含内毒素的量应小于 7.5EU。

**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** 精密量取本品适量(约相当于盐酸维拉帕米 12.5mg),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** 见盐酸维拉帕米含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸维拉帕米。

**【规格】** 2ml : 5mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸维拉帕米缓释片

Yansuan Weilapami Huanshipian

### Verapamil Hydrochloride Sustained-release

#### Tablets

本品含盐酸维拉帕米( $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为类白色片。

**【鉴别】** (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸维拉帕米 0.1g),加水 5ml,振摇使盐酸维拉帕米溶解,滤过,滤液照盐酸维拉帕米项下的鉴别(1)、(4)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】 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 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 2 小时、6 小时与 12 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 小时与 12 小时时的溶出液,滤过,精密量取续滤液各 5ml,加水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸维拉帕米 20μg 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 229nm 的波长处分别测定吸光度,按  $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 313 计算每片在不同时间的溶出量。

**限度** 每片在 2 小时、6 小时与 12 小时时的溶出量应分别为标示量的 20%~45%、45%~70%与 70%以上,均应符合规定。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品的细粉适量(约相当于盐酸维拉帕米 25mg),置 10ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸维拉帕米溶解并稀释至刻度,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,





## 盐酸替扎尼定片

Yansuan Tizhaniding Pian

## Tizanidine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸替扎尼定按替扎尼定( $C_9H_8ClN_5S$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色至类白色片。

【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,加水 10ml,振摇使盐酸替扎尼定溶解,滤过,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 取本品适量,加流动相使盐酸替扎尼定溶解并稀释制成每 1ml 中约含替扎尼定 0.1mg 的溶液,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 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 见盐酸替扎尼定有关物质项下。

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 0.4 倍(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置 50ml 量瓶(1mg 规格)、100ml 量瓶(2mg 规格)或 200ml 量瓶(4mg 规格)中,加流动相适量,超声使盐酸替扎尼定溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取盐酸替扎尼定对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含替扎尼定 20 $\mu$ 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 15 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 取盐酸替扎尼定对照品,精密称定,加盐酸溶液(9→1000)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含替扎尼定 1 $\mu$ g(1mg 规格)、2 $\mu$ g(2mg 规格)或 4 $\mu$ 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 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(约相当于替扎尼定 2mg),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 取盐酸替扎尼定对照品,精密称定,加流动

相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含替扎尼定 20 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸替扎尼定含量测定项下。

【类别】 同盐酸替扎尼定。

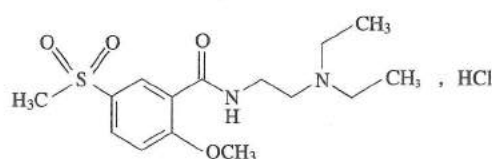
【规格】 按  $C_9H_8ClN_5S$  计 (1)1mg (2)2mg (3)4mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸硫必利

Yansuan Liubili

## Tiapride Hydrochloride


 $C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$  364.89

本品为  $N$ -[2-(二乙氨基)乙基]-5-(甲磺酰基)-2-甲氧基苯甲酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色针状结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在三氯甲烷中略溶,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 198~202℃。熔融时同时分解。

【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)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 2.5g,加水 50ml 溶解后,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 2.5g,加水 50ml 溶解后,溶液应澄清;取上述溶液,依法检查(通则 0901 第二法),在 450nm 的波长处测定吸光度,不得过 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,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 取盐酸硫必利适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,取 1ml,加过氧化氢试液 1ml,水浴加热 30 分钟,放冷,用水稀释至 10ml,摇匀。该溶液中含有杂质 I。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂(Phenomenex luna C8, 4.6mm×250mm, 5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以每 1000ml 中含磷酸二氢钾 6.8g 与辛烷磺酸钠 0.1g 的溶液(用磷酸调节 pH



值至 2.7)-甲醇-乙腈(80:15:5)为流动相;检测波长为 240nm;流速为每分钟 1.5ml;柱温为 40℃;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,硫必利峰保留时间约为 8.5 分钟,杂质 I(相对保留时间约为 1.3)峰与硫必利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%),小于对照溶液主峰面积 0.5 倍的色谱峰忽略不计。

**N,N-二乙基乙二胺** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品约 0.4g,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-二乙基乙二胺对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以浓氨水-二氧六环-甲醇-二氯甲烷(2:10:14:90)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开(大于 12cm),晾干,喷以 0.2%茚三酮丁醇溶液,100℃加热 15 分钟。

**结果判定** 供试品溶液如显 N,N-二乙基乙二胺的斑点,其颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深(0.1%)。

**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,加冰醋酸 20ml 使溶解,再加入醋酐 20ml,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,即得。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 36.49mg 的 C<sub>15</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S·HCl。

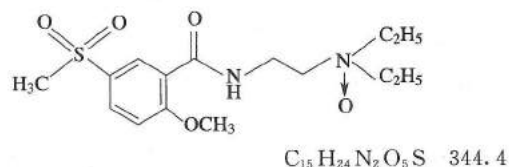
**【类别】** 抗精神病药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸硫必利注射液

附:

杂质 I



硫必利氮氧化物

## 盐酸硫必利注射液

Yansuan Liubili Zhusheye

### Tiapride Hydrochloride Injection

本品为盐酸硫必利的灭菌水溶液。含盐酸硫必利按硫必利(C<sub>15</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S)计算,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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【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 2ml,置 100ml 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,用流动相稀释至刻度,摇匀,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、色谱条件、系统适用性要求与测定法见盐酸硫必利有关物质项下。

**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(0.1%),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%),小于对照溶液主峰面积 0.5 倍的色谱峰忽略不计。

**N,N-二乙基乙二胺** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含硫必利 36mg 的溶液,摇匀。

**对照品溶液、色谱条件与测定法** 见盐酸硫必利 N,N-二乙基乙二胺项下。

**结果判定** 供试品溶液如显 N,N-二乙基乙二胺的斑点,其颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深(0.1%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 硫必利中含内毒素的量应小于 1.5EU。

**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** 取有关物质项下的供试品溶液。

**对照品溶液** 取盐酸硫必利对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.1mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。检测波长为 287nm。

**测定法** 精密量取供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 0.9。

**【类别】** 同盐酸硫必利。

**【规格】** 2ml:100mg(按 C<sub>15</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S 计)

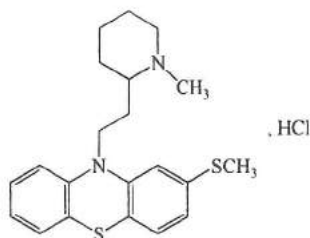
**【贮藏】** 遮光,密闭保存。



## 盐酸硫利达嗪

Yansuan Liulidaqin

## Thioridazine Hydrochloride

 $C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$  407.04

本品为 10-[2-(1-甲基-2-哌啶基)乙基]-2-甲硫基吩噻嗪盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;微臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在乙醇或水中溶解,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 159~165℃,熔距不得超过 2℃。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加硫酸 2ml 使溶解,溶液显蓝色。

(2)取本品,加乙醇制成每 1ml 中约含 8μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 264nm 与 315nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照图谱(光谱集 1034 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 0.20g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.2~5.2。

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,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 250μg 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 1.25μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以三乙胺-乙腈-水(2:400:600)为流动相 A,以三乙胺-乙腈(2:1000)为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱,流速为每分钟 1.0ml;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
5	100	0
35	5	95
40	5	95
41	100	0
46	100	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 0.2 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%)。

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】 取本品约 0.3g,精密称定,加无水冰醋酸-醋酸(1:1)80ml 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 40.70mg 的  $C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 抗精神病药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 盐酸硫利达嗪片

## 盐酸硫利达嗪片

Yansuan Liulidaqin Pian

## Thioridazine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸硫利达嗪( $C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为糖衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸硫利达嗪 5mg),加硫酸 5ml 溶解后,放置 5 分钟,即显深蓝色。

(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 264nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(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。避光操作。

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸硫利达嗪 250μg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸硫利达嗪 1.25μg 的溶液。

色谱条件与测定法 见盐酸硫利达嗪有关物质项下。

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 第一法)测定。避光操作。

**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 45 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 5 $\mu$ g 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, 按  $C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 913 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, 除去糖衣后, 精密称定, 研细, 精密称取适量, 加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸硫利达嗪 100 $\mu$ g 的溶液, 滤过, 取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸硫利达嗪对照品适量, 精密称定, 加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 100 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以三乙胺-乙腈-水(1:850:150)为流动相; 检测波长为 264nm; 进样体积 20 $\mu$ 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】** 同盐酸硫利达嗪。

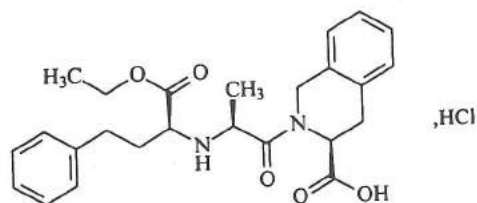
**【规格】** (1)25mg (2)50mg

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

## 盐酸喹那普利

Yansuan Kuinapuli

Quinapril Hydrochloride



$C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$  474.98

本品为(S)-2-[(S)-N-[(S)-1-羧基-3-苯丙基]丙氨酰]-1,2,3,4-四氢-3-异喹啉羧酸-1-乙酯盐酸盐。按无水物计算, 含  $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$  应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末; 无臭; 有引湿性。

本品在甲醇中极易溶解, 在三氯甲烷中易溶, 在水中溶解, 在乙酸乙酯或乙醚中几乎不溶; 在 0.1mol/L 盐酸溶液中易溶。

**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 20mg 的溶液, 依法测定(通则 0621), 比旋度为

+13.0°至+17.0°。

**【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图谱(光谱集 1201 图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 酸度** 取本品 0.10g, 加水 100ml 溶解后, 依法测定(通则 0631), pH 值应为 2.0~3.0。

**氯化物** 取本品约 0.1g, 精密称定, 置 100ml 锥形瓶中, 加乙醇 10ml 与水 50ml 使溶解, 加硝酸酸化, 照电位滴定法(通则 0701), 用硝酸银滴定液(0.05mol/L)滴定, 每 1ml 的硝酸银滴定液(0.05mol/L)相当于 1.7725mg 的 Cl。含氯化物以氯(Cl)计, 应为 7.2%~7.6%。

**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, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.5mg 的溶液。

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

**系统适用性溶液** 取盐酸喹那普利与杂质 I 对照品各适量, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 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; 以甲醇-水-磷酸-二乙胺(60:40:0.13:0.16)为流动相; 检测波长为 215nm; 柱温为 40℃; 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, 喹那普利峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 4.0。理论板数按喹那普利峰计算不低于 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的主峰面积(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%); 其他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 第一法)测定。

**供试品溶液** 取本品约 0.5g, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液, 精密量取 4ml, 置顶空瓶中, 密封。

**对照品溶液** 取乙腈适量, 精密称定, 用水定量稀释制成每 1ml 中约含 4.1 $\mu$ g 的溶液, 精密量取 4ml, 置顶空瓶中, 密封。

**色谱条件** 以聚乙二醇 20M(或极性相近)为固定液; 柱温为 80℃; 进样口温度为 140℃; 检测器温度为 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, 乙腈的残留量应符合



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。避光操作,临用新制。

**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 中含盐酸氮芥 0.2mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸氮芥对照品,精密称定,加水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** 见有关物质项下。

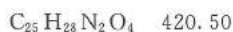
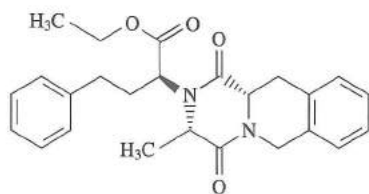
**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

**【类别】** 血管紧张素转移酶抑制药。

**【贮藏】** 30℃ 以下,密封保存。

附:

杂质 I

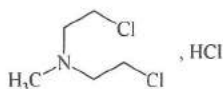


[3S-[2(R\*),3a,11aβ]]-1,3,4,6,11,11a-六氢-3-甲基-1,4-二氧代-α-(2-苯乙基)-2H-吡嗪并[1,2-b]异喹啉-2-乙酸乙酯

## 盐酸氮芥

Yansuan Danjie

Chlormethine Hydrochloride



本品为 N-甲基-N-(2-氯乙基)-2-氯乙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{Cl}_2\text{N} \cdot \text{HCl}$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末;有引湿性与腐蚀性。

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 108~111℃。

**【鉴别】** (1)取本品约 50mg,加硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)0.5ml 与碳酸氢钠 50mg,小心加热,放冷,加稀盐酸使成酸性后,再加碘滴定液(0.05mol/L)1 滴,黄色不得消失。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 390 图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 酸度** 取本品 50mg,加水 25ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~5.0。

**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】** 取本品约 0.2g,精密称定,加 1mol/L 氢氧化钾的乙醇溶液 15ml,加水 15ml,摇匀,加热回流 2 小时,在水浴上蒸发使溶液体积减少一半,用水稀释至约 150ml,加硝酸 3ml,精密加硝酸银滴定液(0.1mol/L)50ml,剧烈振摇,滤过,用水洗涤滤渣,合并滤液与洗液,加 10%硫酸铁铵 1ml,用硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显淡红棕色,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 6.418mg 的  $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{Cl}_2\text{N} \cdot \text{HCl}$ 。

**【类别】** 抗肿瘤药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸氮芥注射液

## 盐酸氮芥注射液

Yansuan Danjie Zhushuye

Chlormethine Hydrochloride Injection

本品为盐酸氮芥的灭菌溶液。含盐酸氮芥( $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{Cl}_2\text{N} \cdot \text{HCl}$ )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黏稠液体。

**【鉴别】** (1)取本品 2ml,加水 10ml 与氢氧化钠试液 1ml,用乙醚振摇提取,分取乙醚层,加水 1ml 与稀盐酸 2 滴,蒸去乙醚,加碘化汞钾试液 2 滴,即生成白色浑浊及沉淀。

(2)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 pH 值** 取本品 2ml,加水 8ml,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~5.0。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸氮芥中含内毒素的量应小于 12EU。

**其他** 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

**【含量测定】** 用容量移液管精密量取本品适量(约相当于盐酸氮芥 0.1g),置具塞锥形瓶内,加少量水洗出移液管内壁的附着液,洗液并入锥形瓶中,加碳酸氢钠 0.1g,精密加硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)20ml,静置 2.5 小时后,加淀粉指示液 2ml,用碘滴定液(0.05mol/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

硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 9.626mg 的  $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸氮芥。

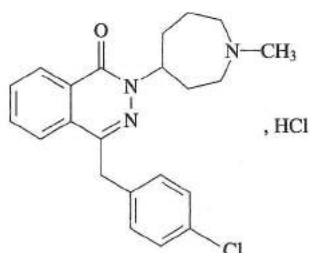
【规格】 (1)1ml:5mg (2)2ml:10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸氮草斯汀

Yansuan Danzhuositing

Azelastine Hydrochloride



$C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$  418.37

本品为(±)4-(4-氯苄基)-2-(6-氢-1-甲基-1H-氮杂萘-4-基)-1(2H)-2,3-二氮杂萘酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇中略溶,在水或乙醇中微溶,在冰醋酸中溶解。

【鉴别】 (1)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 30μg 的溶液,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,在 264nm 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)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 旋光度 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 5mg 的溶液(必要时可超声助溶),依法测定(通则 0621),旋光度为-0.01°至+0.01°。

酸度 取本品 50mg,加水 30ml 使溶解(必要时可超声助溶),依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.0。

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 4%三乙胺溶液(用磷酸调节 pH 值至 6.0)-乙腈-甲醇(50:18:32)为流动相;检测波长为 289nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按氮草斯汀峰计算不低于 3000,氮草斯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,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(0.5%)。

残留溶剂 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

内标溶液 取乙酸乙酯适量,加 50%N,N-二甲基甲酰胺溶液制成每 1ml 中约含乙酸乙酯 80μg 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入 5ml 内标溶液使溶解,密封。

对照品溶液 精密称取甲醇、乙醇、异丙醇、丙酮与二氯甲烷各适量,加内标溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含甲醇 60μg、乙醇 100μg、丙酮 100μg、异丙醇 100μg 与二氯甲烷 12μg 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 60℃速率升温至 160℃,维持 2 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 85℃,平衡时间为 15 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 按内标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、异丙醇、丙酮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 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】 取本品约 0.3g,精密称定,加无水甲酸 5ml 与醋酐 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 41.84mg 的  $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ 。

【类别】  $H_1$  受体拮抗剂。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸氮草斯汀片 (2)盐酸氮草斯汀喷雾剂

## 盐酸氮草斯汀片

Yansuan Danzhuositing Pian

Azelastine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸氮草斯汀( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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,加水振摇,滤过,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** 取本品的细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸氮草斯汀 0.5mg 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。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸氮草斯汀有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间 0.25 之前的色谱峰外,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

**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 第三法)测定。

**溶出条件** 以盐酸溶液(2→1000)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** 取溶出液适量,滤过,取续滤液(1mg 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(2mg 规格)。

**对照品溶液** 取盐酸氮草斯汀对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10μg 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 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 25ml 量瓶(1mg 规格)或 50ml 量瓶(2mg 规格)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** 取盐酸氮草斯汀对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 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】** 同盐酸氮草斯汀。

**【规格】** (1)1mg (2)2mg

**【贮藏】** 密封,干燥处保存。

## 盐酸氮草斯汀鼻喷雾剂

Yansuan Danzhuositing Bipenwuji

### Azelastine Hydrochloride Nasal Spray

本品为多剂量、定量鼻用喷雾剂,含盐酸氮草斯汀( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品内容物为无色透明液体,揿压阀门,药液即呈雾状喷出。

**【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 10ml,加磷钨酸试液 1ml,即生成白色沉淀。

**【检查】 pH 值** 取本品,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.0。

**每喷主药含量** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品 1 瓶,充分振摇,除去帽盖,试喷 5 次,用甲醇洗净喷口,充分干燥后,使喷头恰好插入一倒立倾斜的 25ml 量瓶中,喷射 10 次或 20 次(喷射每次间隔 5 秒并缓缓振摇),取出药瓶,用流动相洗净喷口内外,洗液并入量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,制成每 1ml 中约含盐酸氮草斯汀 56μg 的溶液。

**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。所得结果除以 10 或 20,即为平均每喷主药含量。

**限度** 每喷含盐酸氮草斯汀应为标示量的 80.0%~120.0%。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 量取本品内容物适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸氮草斯汀 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、系统适用性要求与测定法** 见盐酸氮草斯汀有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间 0.25 之前的色谱峰外,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

**其他** 应符合鼻用制剂(通则 0106)和喷雾剂(通则 0112)项下有关的各项规定。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 精密量取本品内容物适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸氮草斯汀 0.05mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸氮草斯汀对照品适量,精密称定,

加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.05mg 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】** 同盐酸氮草斯汀。

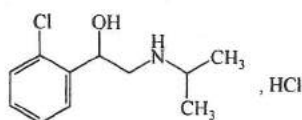
**【规格】** (1)10ml:10mg,70 喷,每喷 0.14mg (2)10ml:10mg,140 喷,每喷 0.07mg

**【贮藏】** 密闭,阴凉处保存。

## 盐酸氯丙那林

Yansuan Lübingnalin

### Clorprenaline Hydrochloride



$C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl$  250.17

本品为(±)- $\alpha$ -[[[1-甲基乙基]氨基]甲基]-2-氯苯甲醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭。

本品在水或乙醇中易溶,在丙酮中微溶,在乙醚中不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 165~169℃。

**【鉴别】** (1)取本品 1% 水溶液 1ml,加 20% 硫酸制高锰酸钾饱和溶液 5ml,振摇数分钟,加草酸适量,摇匀,使溶液澄清,加水 5ml,加二硝基苯胍试液,即有沉淀析出。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 655 图)一致。

(3)本品显氯化物鉴别(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 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-水-三乙胺(10:90:1)(用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相;检测波长为 212nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按氯丙那林峰计算不低于 3000,氯丙那林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,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%),各杂质峰面积之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 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 0.15g,精密称定,加冰醋酸 20ml,必要时微温使溶解,加醋酸汞试液 3ml 与结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至蓝绿色,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 25.02mg 的  $C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl$ 。

**【类别】**  $\beta$  肾上腺素受体激动药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸氯丙那林片

## 盐酸氯丙那林片

Yansuan Lübingnalin Pian

### Clorprenaline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸氯丙那林( $C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸氯丙那林 50mg),加水 5ml,搅拌使盐酸氯丙那林溶解,滤过,滤液照盐酸氯丙那林项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同反应。

**【检查】 有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品的细粉适量(约相当于盐酸氯丙那林 25mg),置 25ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸氯丙那林溶解,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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含盐酸氯丙那林 10 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸氯丙那林有关物质项下。

**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%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(1.5%)。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,加流动相振摇使盐酸氯丙那林溶解,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(约相当于盐酸氯丙嗪 10mg),置 100ml 量瓶中,加流动相振摇使盐酸氯丙嗪溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸氯丙嗪对照品约 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相振摇使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见有关物质项下。

系统适用性要求 氯丙嗪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】 同盐酸氯丙嗪。

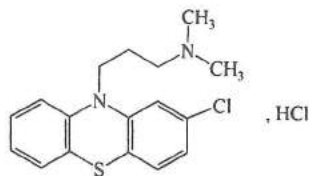
【规格】 5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸氯丙嗪

Yansuan Lübingqin

Chlorpromazine Hydrochloride



$C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$  355.33

本品为 *N,N*-二甲基-2-氯-10*H*-吩噻嗪-10-丙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或乳白色结晶性粉末;有微臭,有引湿性;遇光渐变色;水溶液显酸性反应。

本品在水、乙醇或三氯甲烷中易溶,在乙醚或苯中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 194~198℃。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 1ml 溶解后,加硝酸 5 滴即显红色,渐变淡黄色。

(2)取本品,加盐酸溶液(9→1000)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 254nm 与 306nm 的波长处有最大吸收,在 254nm 的波长处吸光度约为 0.46。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 391 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】 溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50g,加水 10ml,振摇使溶解后,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 3 号或黄绿色 3 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更

深,并不得显其他颜色。

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 20mg,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 中约含 2 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.5%三氟乙酸(用四甲基乙二胺调节 pH 值至 5.3)(50:50)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 10 $\mu$ 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 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(0.5%),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 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 10ml 与醋酐 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 35.53mg 的  $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ 。

【类别】 抗精神病药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸氯丙嗪片 (2)盐酸氯丙嗪注射液

## 盐酸氯丙嗪片

Yansuan Lübingqin Pian

Chlorpromazine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸氯丙嗪( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为糖衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 取本品,除去包衣,研细,称取细粉适量(约相当于盐酸氯丙嗪 50mg),加水 5ml,振摇使盐酸氯丙嗪溶解,滤过;滤液照盐酸氯丙嗪项下的鉴别(1)、(4)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。避光操作。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于盐酸氯丙嗪 20mg),置 50ml 量瓶中,加流动相使盐酸氯丙嗪溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸氯丙嗪 2 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件与测定法 见盐酸氯丙嗪有关物质项下。

**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%)。

**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** 以水 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 10ml 滤过,精密量取续滤液适量,用盐酸溶液(9→1000)定量稀释制成每 1ml 中含盐酸氯丙嗪 5 $\mu$ g 的溶液,摇匀。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 254nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 915 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。避光操作。

**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(约相当于盐酸氯丙嗪 10mg),置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)70ml,振摇使盐酸氯丙嗪溶解,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 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 254nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 915 计算。

**【类别】** 同盐酸氯丙嗪。

**【规格】** (1)12.5mg (2)25mg (3)50mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸氯丙嗪注射液

Yansuan Lübingqin Zhushuye

### Chlorpromazine Hydrochloride Injection

本品为盐酸氯丙嗪的灭菌水溶液。含盐酸氯丙嗪( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸氯丙嗪 10mg),照盐酸氯丙嗪项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的溶液,照盐酸氯丙嗪项下的鉴别(2)项试验,显相同的结果。

**【检查】 pH 值** 应为 3.0~5.0(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** 取本品适量,用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸氯丙嗪 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 中约含盐酸氯丙嗪 2 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件与测定法** 见盐酸氯丙嗪有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,大于对照溶液

主峰面积(0.5%)且小于对照溶液主峰面积 10 倍(5%)的杂质峰不得多于一个,其他单个杂质峰面积均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(约相当于盐酸氯丙嗪 50mg),置 200ml 量瓶中,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀;精密量取 2ml,置 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 254nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 915 计算。

**【类别】** 同盐酸氯丙嗪。

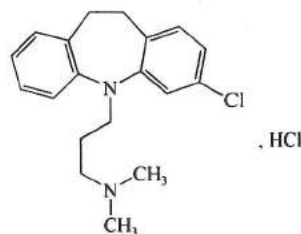
**【规格】** (1)1ml:10mg (2)1ml:25mg (3)2ml:50mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸氯米帕明

Yansuan Lümpaming

### Clomipramine Hydrochloride



$C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$  351.32

本品为 *N,N*-二甲基-10,11-二氢-3-氯-5*H*-二苯并[*b,f*]氮杂萘-5-丙胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色至微黄色结晶性粉末;无臭;遇光色渐变黄。

本品在三氯甲烷或冰醋酸中极易溶解,在水或乙醇中易溶,在丙酮中微溶,在乙醚中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 190~196℃,熔距不得超过 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 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 252nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 220~233。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg,滴加少量硝酸,即显深蓝色。

(2)取本品 1g,置分液漏斗中,加水 10ml 使溶解,加氢氧化钠试液 5ml,用乙醚提取两次,每次 30ml,合并乙醚提取液,加无水硫酸钠适量,振摇,滤过,挥去乙醚,取残留物约 50mg,



加碳酸钠 0.2g,混匀,炽灼至完全炭化,放冷,加水 5ml,煮沸,放冷,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 842 图)一致。

(4)取鉴别(2)项下乙醚提取的水溶液,显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 酸度** 取本品 2.0g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~5.0。

**溶液的颜色** 取本品 1.0g,加水 10ml 使溶解,溶液应无色;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。

**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 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取盐酸氯米帕明与盐酸丙米嗪对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 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-1.25%庚烷磺酸钠溶液-1.0%三氯醋酸溶液-2.5%磷酸二氢钾溶液(330:80:50:40)为流动相;检测波长为 251nm;柱温为 40℃;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,氯米帕明峰与丙米嗪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 2 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与盐酸丙米嗪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 0.5 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 0.5 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%)。

**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,加乙醇 50ml 溶解,精密加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml,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 35.13mg 的  $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 抗抑郁药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸氯米帕明片 (2)盐酸氯米帕明注射液

## 盐酸氯米帕明片

Yansuan Lümipaming Pian

### Clomipramine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸氯米帕明( $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色至微黄色。

**【鉴别】** (1)取本品的细粉适量,照盐酸氯米帕明项下的鉴别(1)、(2)、(4)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,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并制成每 1ml 中含盐酸氯米帕明 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 252nm 的波长处有最大吸收,在 270~280nm 的波长处有一肩峰。

**【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,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸氯米帕明 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 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盐酸氯米帕明有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与盐酸丙米嗪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 0.5 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 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%)。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声使盐酸氯米帕明溶解,放冷,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 中含盐酸氯米帕明 0.1mg 的溶液,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 1000ml(25mg 规格)或 500ml(10mg 规格)为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 30 分钟时(糖衣片)或 20 分钟时(薄膜衣片)取样。

**供试品溶液** 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸氯米帕明对照品适量,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 25μg(25mg 规格)或 20μg(10mg 规格)的溶液,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 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 80%，应符合规定。

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。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(约相当于盐酸氯米帕明 50mg)，置 50ml 量瓶中，加流动相适量，超声使盐酸氯米帕明溶解，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 取盐酸氯米帕明对照品，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。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。进样体积 20 $\mu$ l。

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。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同盐酸氯米帕明。

【规格】 (1)10mg (2)25mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

## 盐酸氯米帕明注射液

Yansuan Lümipaming Zhushuye

### Clomipramine Hydrochloride Injection

本品为盐酸氯米帕明的灭菌水溶液。含盐酸氯米帕明( $C_{15}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$ )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，加硝酸，即显深蓝色。

(2)照薄层色谱法(通则 0502)试验。避光操作。

供试品溶液 取本品适量，用甲醇稀释制成每 1ml 中约含盐酸氯米帕明 2.5mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸氯米帕明对照品适量，加甲醇溶解并制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板，以乙酸乙酯-冰醋酸-盐酸-水(55:35:5:5)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 $\mu$ l，分别点于同一薄层板上，展开，晾干，喷以 0.5%重铬酸钾的 20%硫酸溶液使显色，立即检视。

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。

(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 3.5~5.0(通则 0631)。

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，其吸光度不得过 0.025。

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，用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸氯米帕明 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、色谱条件、系统适用性要求与测定法见盐酸氯米帕明有关物质项下。

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 0.25 的峰外，与盐酸丙米嗪保留时间一致的色谱峰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 0.5 倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.2 倍(1.2%)。

细菌内毒素 取本品，依法检查(通则 1143)，每 1mg 盐酸氯米帕明中含内毒素的量应小于 2.0EU。

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。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 中约含盐酸氯米帕明 0.1mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸氯米帕明对照品适量，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。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。进样体积 20 $\mu$ l。

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。按外标法以峰面积计算。

【类别】 同盐酸氯米帕明。

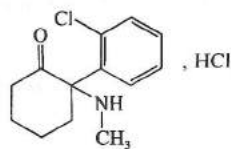
【规格】 2ml:25mg

【贮藏】 遮光，密闭保存。

## 盐酸氯胺酮

Yansuan Lù'antong

### Ketamine Hydrochloride



$C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$  274.19

本品为 2-(2-氯苯基)-2-(甲氨基)环己酮盐酸盐。按干燥品计算，含  $C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末；无臭。

本品在水中易溶，在热乙醇中溶解，在乙醚中不溶。

【鉴别】 (1)取本品适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定，在 269nm 与 277nm 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 393 图)一致。



(3)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 0.10g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~5.5。

溶液的澄清度 取本品 1.0g,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,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。

色谱条件 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以 0.0025mol/L 庚烷磺酸钠溶液(用 5%醋酸调节 pH 值为 6.0±0.1)-乙腈(40:30)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按氯胺酮峰计算不低于 4000,氯胺酮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(0.25%),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 40ml 和醋酐 10ml 超声使溶解后,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 27.42mg 的  $C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$ 。

【类别】 静脉全麻药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 盐酸氯胺酮注射液

## 盐酸氯胺酮注射液

Yansuan Lü'antong Zhusheyey

Ketamine Hydrochloride Injection

本品为盐酸氯胺酮的灭菌水溶液。含氯胺酮( $C_{13}H_{16}ClNO$ )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 2 滴,加 0.5%硫酸溶液 4ml 与碘化铋钾试液 1 滴,即生成红棕色沉淀。

(2)取本品适量,照盐酸氯胺酮项下的鉴别(1)项试验,显

相同的结果。

【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,用流动相稀释制成每 1ml 中含盐酸氯胺酮 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。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸氯胺酮有关物质项下。

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(0.25%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸氯胺酮中含内毒素的量应小于 0.40EU。

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(约相当于盐酸氯胺酮 25mg),置 100ml 量瓶中,用 0.05mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸氯胺酮对照品适量,精密称定,加 0.05mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 269nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同盐酸氯胺酮。

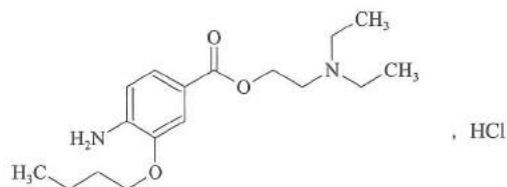
【规格】 (1)2ml:0.1g (2)10ml:0.1g (3)20ml:0.2g

【贮藏】 密闭保存。

## 盐酸奥布卡因

Yansuan Aobukayin

Oxybuprocaine Hydrochloride



$C_{17}H_{29}ClN_2O_3$  344.88

本品为 2-(二乙氨基)乙基 4-氨基-3-丁氧基苯甲酸酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{28}N_2O_3 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶或结晶性粉末;无臭,遇光或空气色渐变深。

本品在水中极易溶解,在乙醇中易溶,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 158~162℃。

【鉴别】 (1)本品的水溶液显芳香第一胺的鉴别反应(通则 0301)。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 230nm 与 308nm 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一致(光谱集 316 图)。

(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 1.0g,加水 10ml 溶解后,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 1.0g,加水 10ml 溶解后,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,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 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,再精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取杂质 I 适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 2 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取对照溶液 50ml 与对照品溶液 5ml,混匀。

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;以乙腈-pH 2.5 缓冲液[取高氯酸溶液(取高氯酸 8.5ml,用水稀释至 100ml)6ml 与稀磷酸溶液(取磷酸 70ml,加水 885ml,混匀)12ml,加水 950ml,用 1mol/L 氢氧化钠调节 pH 值至 2.5,用水稀释至 1000ml](30:70)为流动相;检测波长为 309nm;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,盐酸奥布卡因峰与杂质 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杂质峰,杂质 I 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(0.1%),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%)。

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 1.0g,精密称定,置 10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取甲苯约 0.178g,精密称定,置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 0.5ml,置 10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,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 40 $^{\circ}$ C;进样口温度 220 $^{\circ}$ C,检测器温度 220 $^{\circ}$ C;进样体积 2 $\mu$ 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。

干燥失重 取本品,在 105 $^{\circ}$ C 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 取本品 1.0g,加水 20ml 使溶解,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 0.3g,精密称定,加冰醋酸 20ml 与醋酐 20ml 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 34.49mg 的  $C_{17}H_{23}N_2O_3 \cdot HCl$ 。

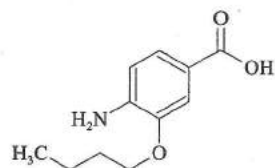
【类别】 局麻药。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

【制剂】 (1)盐酸奥布卡因滴眼液 (2)盐酸奥布卡因凝胶

附:

杂质 I



$C_{11}H_{15}NO_3$  209.24

4-氨基-3-丁氧基苯甲酸

## 盐酸奥布卡因滴眼液

Yansuan Aobukayin Diyanye

### Oxybuprocaine Hydrochloride Eye Drops

本品含盐酸奥布卡因( $C_{17}H_{23}N_2O_3 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)本品显芳香第一胺的鉴别反应(通则 0301)。

(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,用水稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 230nm 与 308nm 的波长处有最大吸收。

【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 5ml, 置 100ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 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, 用水稀释至刻度, 摇匀, 再精密量取 5ml, 置 10ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**系统适用性溶液** 取对照溶液 10ml 与对照品溶液 5ml, 混匀。

**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。

**对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸奥布卡因有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 杂质 I 按外标法以峰面积计算, 不得过盐酸奥布卡因标示量的 1.0%; 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%), 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%)。

**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, 转移至 500ml 的 0.9% 无菌氯化钠水溶液中, 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), 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** 应符合滴眼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 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸奥布卡因对照品适量, 加流动相溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 40μg 的溶液。

**系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求** 理论板数按盐酸奥布卡因峰计算不低于 3000。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。

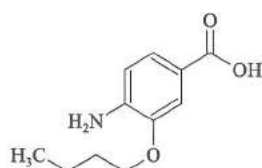
**【类别】** 同盐酸奥布卡因。

**【规格】** (1) 1ml : 4mg (2) 5ml : 20mg (3) 0.5ml : 2.0mg

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

附:

杂质 I



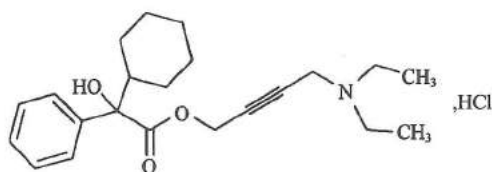
$C_{11}H_{15}NO_3$  209.24

4-氨基-3-丁氧基苯甲酸

## 盐酸奥昔布宁

Yansuan Aoxibuning

Oxybutynin Hydrochloride



$C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$  393.95

本品为  $\alpha$ -环己基- $\alpha$ -羟基-苯乙酸-4-二乙氨基-2-丁炔酯盐酸盐。按干燥品计算, 含  $C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$  不得少于 98.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末; 无臭。

本品在甲醇或三氯甲烷中易溶, 在水中溶解, 在正己烷中几乎不溶; 在冰醋酸中溶解。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 124~129℃。

**【鉴别】** (1) 取本品约 0.2g, 加乙醇 20ml 与水 5ml 使溶解, 加硫酸汞约 30mg 与 0.5mol/L 硫酸溶液 10ml, 搅拌使溶解, 放冷, 用 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.0, 用乙醚 20ml 振摇提取, 乙醚提取液置水浴上蒸干, 取残渣置试管中, 加乙醇 3ml 使溶解, 加二硝基苯肼试液 3ml, 振摇, 置水浴中煮沸 1 分钟, 即显橙色。

(2) 取本品适量, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液, 作为供试品溶液; 另取盐酸奥昔布宁对照品适量, 同法制备, 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 1032 图)一致。

(4) 本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】旋光度** 取本品, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.10g 的溶液, 依法测定(通则 0621), 旋光度为  $-0.10^{\circ}$  至  $+0.10^{\circ}$ 。

**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。

**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 1.94g 与磷酸氢二钾 2.48g, 加水 1000ml 使溶解, 用 1mol/L 磷酸调节 pH 值至 6.8)-甲醇 (15 : 85) 为流动相; 检测波长为 220nm; 进样体积 10μl。

**系统适用性要求** 理论板数按奥昔布宁峰计算不低于 2000, 奥昔布宁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的主峰面积(1.0%)。

**干燥失重** 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 3.0%(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),含重金属不得过百万分之十。

**含氯量** 取本品约 0.6g,精密称定,加水 5ml 与冰醋酸 5ml 使溶解,加甲醇 50ml 与曙红指示液 5 滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至红色。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 3.54mg 的氯,按干燥品计算,含氯量应为 8.0%~10.0%。

**【含量测定】** 取本品约 0.3g,精密称定,加无水冰醋酸 20ml 使溶解,加醋酐 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 39.40mg 的  $C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 解痉药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 盐酸奥昔布宁片

## 盐酸奥昔布宁片

Yansuan Aoxibuning Pian

Oxybutynin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸奥昔布宁( $C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$ )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)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品细粉适量(约相当于盐酸奥昔布宁 50mg),加三氯甲烷 10ml,研磨使盐酸奥昔布宁溶解,滤过,取滤液。

**对照品溶液** 取盐酸奥昔布宁对照品 50mg,加三氯甲烷 10ml 使溶解。

**色谱条件** 采用硅胶 G 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 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置饱和碘蒸气中显色。

**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)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** 取本品细粉适量(约相当于盐酸奥昔布宁 25mg),置 25ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸奥昔布宁溶解,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** 见盐酸奥昔布宁有关物质项下。

**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 倍(2.0%)。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加甲醇 7.5ml,振摇使盐酸奥昔布宁溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,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 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** 取盐酸奥昔布宁对照品,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。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 20 $\mu$ 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(约相当于盐酸奥昔布宁 10mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇 15ml,振摇使盐酸奥昔布宁溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸奥昔布宁对照品 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 15ml,振摇使溶解,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。

**【类别】** 同盐酸奥昔布宁。

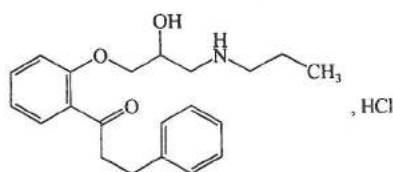
**【规格】** 5mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸普罗帕酮

Yansuan Puluopatong

Propafenone Hydrochloride



$C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$  377.91

本品为 3-苯基-1-[2-[3-(丙氨基)-2-羟基丙氧基]苯基]-1-



丙酮盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色的结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇、三氯甲烷或冰醋酸中微溶,在水中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为  $171 \sim 174^\circ C$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加乙醇 4ml 使溶解,加入二硝基苯胍试液,振摇,即生成金黄色沉淀。

(2)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含  $20\mu g$  的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 210nm、248nm 与 304nm 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 395 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】 甲醇溶液的澄清度 取本品 0.10g,加甲醇 20ml,在约  $60^\circ C$  水浴中加热溶解后,放冷,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。

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,加乙腈适量使溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸普罗帕酮 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  $1\mu g$  的溶液。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以  $0.0015mol/L$  磷酸氢二钾(用磷酸调节 pH 值至 2.5)-乙腈(65:35)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积  $10\mu l$ 。

系统适用性要求 理论板数按普罗帕酮峰计算不低于 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的主峰面积(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,精密加入二甲基亚砩 5ml 使溶解,密封。

对照品溶液 分别取甲醇、乙醇、丙酮与乙酸乙酯适量,精密称定,用二甲基亚砩定量稀释制成每 1ml 中含甲醇 0.12mg,乙醇、丙酮与乙酸乙酯各 0.2mg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,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;起始温度为  $40^\circ C$ ,维持 7 分钟,以每分钟  $8^\circ C$  速率升温至  $120^\circ C$ ,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  $90^\circ C$ ,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、丙酮与乙酸乙酯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 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,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,加无水甲酸 2ml 溶解,加醋酐 50ml,照电位滴定法(通则 0701),立即用高氯酸滴定液( $0.1mol/L$ )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 37.79mg 的  $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ 。

【类别】 抗心律失常药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸普罗帕酮片 (2)盐酸普罗帕酮注射液 (3)盐酸普罗帕酮胶囊

## 盐酸普罗帕酮片

Yansuan Puluopatong Pian

### Propafenone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸普罗帕酮( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸普罗帕酮 20mg),加乙醇 4ml 使盐酸普罗帕酮溶解,静置片刻,取上清液,加二硝基苯胍试液,振摇,即生成金黄色沉淀。

(2)取本品的细粉,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸普罗帕酮  $20\mu g$  的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 210nm、248nm 与 304nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品的细粉,加水使盐酸普罗帕酮溶解,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 以水 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,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸普罗帕酮  $25\mu g$  的溶液。

对照品溶液 取盐酸普罗帕酮对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含  $25\mu g$  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 250nm 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(约相当于盐酸普罗帕酮 50mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,振摇使盐酸普罗帕酮溶解,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,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 取供试品溶液,在 248nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 220 计算。

【类别】 同盐酸普罗帕酮。

【规格】 (1)50mg (2)100mg (3)150mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸普罗帕酮注射液

Yansuan Puluopatong Zhusheyey

### Propafenone Hydrochloride Injection

本品为盐酸普罗帕酮的灭菌水溶液。含盐酸普罗帕酮( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )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,置水浴上蒸干,残渣加乙醇 4ml 使溶解,加二硝基苯肼试液,振摇,即生成金黄色沉淀。

(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 210nm、248nm 与 304nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 pH 值 应为 3.5~5.0(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,用流动相稀释制成每 1ml 中约含盐酸普罗帕酮 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 2 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸普罗帕酮有关物质项下。

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的主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的总和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸普罗帕酮中含内毒素的量应小于 1.5EU。

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,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸普罗帕酮 20 $\mu$ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 248nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 220 计算。

【类别】 同盐酸普罗帕酮。

【规格】 (1)5ml : 17.5mg (2)5ml : 35mg (3)10ml : 35mg (4)20ml : 70mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸普罗帕酮胶囊

Yansuan Puluopatong Jiaonang

### Propafenone Hydrochloride Capsules

本品含盐酸普罗帕酮( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于盐酸普罗帕酮 20mg),加乙醇 4ml,使盐酸普罗帕酮溶解,滤过,取滤液加二硝基苯肼试液,振摇,即生成金黄色沉淀。

(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 210nm、248nm 与 304nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品的内容物,加水使盐酸普罗帕酮溶解,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(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】 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(约相当于盐酸普罗帕酮 20mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,振摇使盐酸普罗帕酮溶解(必要时可在温水浴中加热,使溶解后再放冷),用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 248nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 220 计算。

【类别】 同盐酸普罗帕酮。

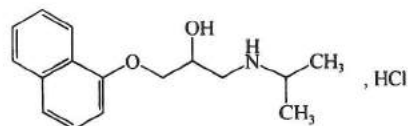
【规格】 (1)100mg (2)150mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸普萘洛尔

Yansuan Punailuo'er

### Propranolol Hydrochloride



$C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$  295.81

本品为 1-异丙氨基-3-(1-萘氧基)-2-丙醇盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在水或乙醇中溶解,在三氯甲烷中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 162~165℃。

【鉴别】 (1)取本品,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 290nm 与 319nm 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 396 图)一致。



(3) 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 0.10g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~6.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加水 20ml 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。

游离萘酚 取本品 20mg,加乙醇与 10%氢氧化钠溶液各 2ml,振摇使溶解,加重氮苯磺酸试液 1ml,摇匀,放置 3 分钟,如显色,与  $\alpha$ -萘酚的乙醇溶液(每 1ml 中含  $\alpha$ -萘酚 20 $\mu$ g) 0.30ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更深(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,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 2 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-硫酸(55:45:0.1)的混合液(取十二烷基硫酸钠 1.6g 与磷酸二氢四丁基铵 0.31g 溶于 1000ml 混合液中,用 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 3.3)为流动相;检测波长为 292nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 供试品溶液色谱图中,普萘洛尔峰保留时间约为 5 分钟,理论板数按普萘洛尔峰计算不低于 3000,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 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 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】 取本品约 0.25g,精密称定,加醋酐-冰醋酸(7:3)混合液 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 29.58mg 的  $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ 。

【类别】  $\beta$  肾上腺素受体阻滞剂。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸普萘洛尔片 (2)盐酸普萘洛尔注射液

## 盐酸普萘洛尔片

Yansuan Punailuo'er Pian

### Propranolol Hydrochloride Tablets

本品含盐酸普萘洛尔( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸普萘洛尔 0.1g),加乙醇 20ml,搅拌使盐酸普萘洛尔溶解,滤过,滤液蒸干,残渣照盐酸普萘洛尔项下的鉴别(3)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 290nm 与 319nm 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,加水 1ml,振摇使完全崩解,加甲醇 30ml,振摇 5 分钟使盐酸普萘洛尔溶解,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(1→100)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。

供试品溶液 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸普萘洛尔对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 $\mu$ 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 290nm 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(约相当于盐酸普萘洛尔 20mg),置 100ml 量瓶中,加水 2ml,振摇 5 分钟使盐酸普萘洛尔溶解,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。

测定法 取供试品溶液,在 290nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 207 计算。

【类别】 同盐酸普萘洛尔。

【规格】 10mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸普萘洛尔注射液

Yansuan Punailuo'er Zhushuye

### Propranolol Hydrochloride Injection

本品为盐酸普萘洛尔的灭菌水溶液。含盐酸普萘洛尔( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )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,加硅钨酸试液数滴,即产生淡粉红色沉淀。

(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 290nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。



【检查】 pH 值 应为 3.0~4.0(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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸普鲁卡因 2 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸普鲁卡因有关物质项下。

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 4 倍(0.8%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸普鲁卡因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】 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,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸普鲁卡因 20 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 290nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 207 计算。

【类别】 同盐酸普鲁卡因。

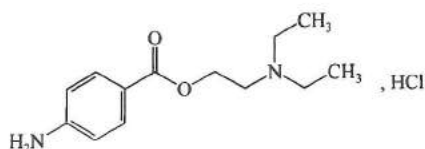
【规格】 5ml:5mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸普鲁卡因

Yansuan Pulukayin

### Procaine Hydrochloride



$C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$  272.77

本品为 4-氨基苯甲酸-2-(二乙氨基)乙酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中略溶,在三氯甲烷中微溶,在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612 第一法)为 154~157℃。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加水 2ml 溶解后,加 10% 氢氧化钠溶液 1ml,即生成白色沉淀;加热,变为油状物;继续加热,发生的蒸气能使湿润的红色石蕊试纸变为蓝色;热至油状物消失后,放冷,加盐酸酸化,即析出白色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 397 图)一致。

(3)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

(4)本品显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品 0.40g,加水 10ml 溶解后,加甲

基红指示液 1 滴,如显红色,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L) 0.20ml,应变为橙色。

溶液的澄清度 取本品 2.0g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清。

对氨基苯甲酸 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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取对氨基苯甲酸对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液 1ml 与对照品溶液 9ml,混匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以含 0.1% 庚烷磺酸钠的 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-甲醇(68:32)为流动相;检测波长为 279nm;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,理论板数按对氨基苯甲酸峰计算不低于 2000,普鲁卡因峰与对氨基苯甲酸峰的分离度应大于 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。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对氨基苯甲酸峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%。

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%。

铁盐 取炽灼残渣项下遗留的残渣,加盐酸 2ml,置水浴上蒸干,再加稀盐酸 4ml,微温溶解后,加水 30ml 与过硫酸铵 50mg,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 15ml 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 0.6g,精密称定,照永停滴定法(通则 0701),在 15~25℃,用亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 27.28mg 的  $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 局麻药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸普鲁卡因注射液 (2)注射用盐酸普鲁卡因

## 盐酸普鲁卡因注射液

Yansuan Pulukayin Zhushuye

### Procaine Hydrochloride Injection

本品为盐酸普鲁卡因加氯化钠适量使成等渗的灭菌水溶



液。含盐酸普鲁卡因( $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ )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,照盐酸普鲁卡因项下的鉴别(3)、(4)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(约相当于盐酸普鲁卡因 80mg),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 397 图)一致。

【检查】 pH 值 应为 3.5~5.0(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 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸普鲁卡因 0.2mg 的溶液。

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

对照品溶液 取对氨基苯甲酸对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.4μg 的溶液。

系统适用性溶液 取供试品溶液 1ml 与对照品溶液 9ml,混匀。

色谱条件与系统适用性要求 见盐酸普鲁卡因对氨基苯甲酸项下。

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 4 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对氨基苯甲酸保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸普鲁卡因标示量的 1.2%,其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

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。

细菌内毒素 取本品,可用 0.06EU/ml 以上高灵敏度的鲎试剂,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸普鲁卡因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 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每 1ml 中含盐酸普鲁卡因 0.02mg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸普鲁卡因对照品适量,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 除检测波长为 290nm 外,其他见有关物质项下。

系统适用性要求 理论板数按普鲁卡因峰计算不低于 2000。普鲁卡因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】 同盐酸普鲁卡因。

【规格】 (1)2ml : 40mg (2)10ml : 100mg (3)20ml :

50mg (4)20ml : 100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 注射用盐酸普鲁卡因

Zhusheyong Yansuan Pulukayin

### Procaine Hydrochloride for Injection

本品为盐酸普鲁卡因的无菌粉末。按平均装量计算,含盐酸普鲁卡因( $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

【鉴别】 取本品,照盐酸普鲁卡因项下的鉴别(1)、(3)、(4)项试验,显相同的反应。

【检查】 酸度 取本品 0.40g,加水 10ml 溶解后,加甲基红指示液 1 滴,如显红色,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L) 0.20ml,应变为橙色。

溶液的澄清度 取本品 2.0g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清。

对氨基苯甲酸 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 中含盐酸普鲁卡因 0.2mg 的溶液。

对照品溶液 取对氨基苯甲酸对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1μg 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盐酸普鲁卡因对氨基苯甲酸项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对氨基苯甲酸峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸普鲁卡因标示量的 0.5%。

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)。

细菌内毒素 取本品,照盐酸普鲁卡因注射液项下的方法检查,应符合规定。

无菌 取本品,分别用灭菌水制成每 1ml 中含 30mg 的溶液,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】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于盐酸普鲁卡因 0.6g),照永停滴定法(通则 0701),在 15~25℃,用亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 27.28mg 的  $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸普鲁卡因。

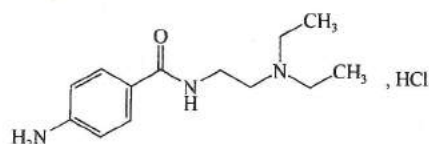
【规格】 (1)0.15g (2)1g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸普鲁卡因胺

Yansuan Pulukayin'an

## Procainamide Hydrochloride

 $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$  271.79

本品为  $N$ -(2-二乙氨基)乙基-4-氨基苯甲酰胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在水中易溶,在乙醇中溶解,在三氯甲烷中微溶,在乙醚中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为  $165 \sim 169^{\circ}C$ 。

【鉴别】 (1)取本品 0.1g,加水 5ml,加三氯化铁试液与浓过氧化氢溶液各 1 滴,缓缓加热至沸,溶液显紫红色,随即变为暗棕色至棕黑色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 398 图)一致。

(3)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 1.0g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为  $5.0 \sim 6.5$ 。

干燥失重 取本品,在  $105^{\circ}C$  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十。

【含量测定】 取本品约 0.55g,精密称定,照永停滴定法(通则 0701),用亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 27.18mg 的  $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ 。

【类别】 局麻药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)盐酸普鲁卡因胺片 (2)盐酸普鲁卡因胺注射液

## 盐酸普鲁卡因胺片

Yansuan Pulukayin'an Pian

## Procainamide Hydrochloride Tablets

本品含盐酸普鲁卡因胺( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )应为标示量

的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色片或糖衣片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量,加水振摇使盐酸普鲁卡因胺溶解,滤过,取续滤液加水制成每 1ml 中含盐酸普鲁卡因胺  $5\mu g$  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。

(2)取本品的细粉适量(约相当于盐酸普鲁卡因胺 0.1g),加水 5ml 与稀盐酸 0.5ml,振摇使盐酸普鲁卡因胺溶解,滤过,滤液显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

(3)上述剩余的续滤液显氯化物鉴别(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 75 分钟时取样。

测定法 取溶出液 10ml,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 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 273nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 605 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 10 片,置 100ml 量瓶中,加水 50ml,振摇使盐酸普鲁卡因胺溶解,加水稀释至刻度,摇匀,精密量取上清液 20ml,照永停滴定法(通则 0701),用亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 27.18mg 的  $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ 。

【类别】 同盐酸普鲁卡因胺。

【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸普鲁卡因胺注射液

Yansuan Pulukayin'an Zhushuye

## Procainamide Hydrochloride Injection

本品为盐酸普鲁卡因胺的灭菌水溶液。含盐酸普鲁卡因胺( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )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,加水制成每 1ml 中含盐酸普鲁卡因胺  $5\mu g$  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。

(2)本品显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)和氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为  $3.5 \sim 6.0$ (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 0.5ml,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】** 精密量取本品 5ml,加水 40ml 与盐酸溶液(1→2)10ml,迅速煮沸,立即冷却至室温,照永停滴定法(通则 0701),用亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 27.18mg 的  $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 同盐酸普鲁卡因胶。

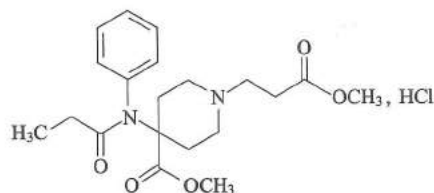
**【规格】** (1)1ml:0.1g (2)2ml:0.2g (3)5ml:0.5g (4)10ml:1g

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸瑞芬太尼

Yansuan Ruifentaini

### Remifentanyl Hydrochloride



$C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot HCl$  412.91

本品为 4-(甲氧甲酰基)-4-(N-苯基-N-丙酰氨基)-1-哌啶甲酸甲酯盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot HCl$  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、甲醇或三氯甲烷中易溶,在乙醇中略溶,在丙酮中微溶。

**【鉴别】** (1)取本品约 5mg,加水适量使溶解,滴加磷酸试液 1~2 滴,即析出白色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1288 图)一致。

(3)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 0.20g,加水 20ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~5.0。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.10g,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,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。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。

**含杂质 I 的降解溶液** 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,在 60℃ 水浴中加热 3 小时,放冷。

**系统适用性溶液** 取杂质 II 对照品适量,加含杂质 I 的降解溶液制成每 1ml 中约含杂质 II 0.02mg 的溶液。

**色谱条件** 用氰基键合硅胶为填充剂(Phenomenex Luna CN 柱,4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以 0.03mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-甲醇-乙腈(77:20:3)为流动相;检测波长为 225nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为杂质 II、杂质 I 与瑞芬太尼,瑞芬太尼的保留时间约为 7 分钟,杂质 I 的相对保留时间约为 0.88,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%)。

**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 100ml 量瓶中,加水适量,超声使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml 置顶空瓶中,密封。

**对照品溶液** 分别取丙酮、异丙醇与甲醇各适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中约含丙酮 50μg、异丙醇 50μg 与甲醇 30μg 的混合溶液,精密量取 2ml 置顶空瓶中,密封。

**色谱条件** 以交联聚乙二醇为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 50℃;进样口温度为 250℃;检测器温度为 250℃;顶空瓶平衡温度为 70℃,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、异丙醇与甲醇的残留量均应符合规定。

**氟化物** 取本品 0.1g,依法检查(通则 0806),含氟化物不得过百万分之五。

**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 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】** 精密称取本品 0.3g,加冰醋酸 20ml 溶解后,加醋酸汞试液 4ml 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 41.29mg 的  $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot HCl$ 。

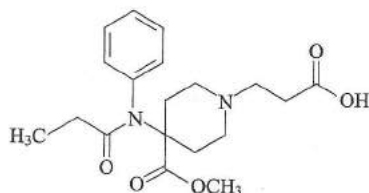
【类别】 镇痛药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 注射用盐酸瑞芬太尼

附:

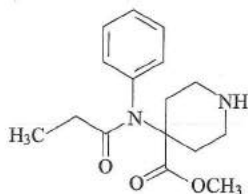
杂质 I



$C_{19}H_{26}N_2O_5$  362.2

4-(甲氧甲酰基)-4-(N-苯基-N-丙酰氨基)-1-哌啶丙酸

杂质 II



$C_{16}H_{22}N_2O_3$  290.1

4-(甲氧甲酰基)-4-(N-苯基-N-丙酰氨基)-1-哌啶

## 注射用盐酸瑞芬太尼

Zhusheyong Yansuan Ruifentaini

### Remifentanil Hydrochloride for Injection

本品为盐酸瑞芬太尼的无菌冻干品,含盐酸瑞芬太尼以瑞芬太尼( $C_{20}H_{28}N_2O_5$ )计,应为标示量的 90.0%~115.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于盐酸瑞芬太尼 1mg),加水 1ml,振摇使溶解,滴加磷钨酸试液 1~2 滴,即析出白色沉淀。

(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,加水制成每 1ml 中含瑞芬太尼 0.5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 2.5~4.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,分别加水制成每 1ml 中含瑞芬太尼 1mg 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。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 中约含瑞芬太尼 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。

含杂质 I 的降解溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸瑞芬太尼有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰(除甘氨酸峰外),杂质 I 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%),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%),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%)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每瓶含量计算,限度为±20%,应符合规定(通则 0941)。

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 盐酸瑞芬太尼中含内毒素的量应小于 90EU。

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,分别加流动相 1ml 使内容物溶解并转移至适宜量瓶中,用流动相多次洗涤容器,洗液并入量瓶中并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸瑞芬太尼 40μg 的溶液,摇匀。

对照品溶液 取盐酸瑞芬太尼对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液。

含杂质 I 的降解溶液、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,并将结果乘以 0.9117 计算每瓶的含量,求得 10 瓶的平均含量。

【类别】 同盐酸瑞芬太尼。

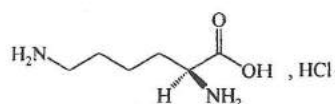
【规格】 按  $C_{20}H_{28}N_2O_5$  计 (1) 1mg (2) 2mg (3) 5mg

【贮藏】 遮光,密闭,在 2~25℃保存。

## 盐酸赖氨酸

Yansuan Lai'ansuan

### Lysine Hydrochloride



$C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$  182.65



本品为 L-2,6-二氨基己酸盐。按干燥品计算,含  $C_8H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$  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,在乙醇中极微溶解,在乙醚中几乎不溶。

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 中含 80mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $+20.4^{\circ}$  至  $+21.5^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品与盐酸赖氨酸对照品各适量,分别加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 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与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品的图谱(通则 0402)一致。如不一致,取本品与对照品适量,分别加水溶解后,置  $60^{\circ}C$  水浴蒸干,同法测定。

(3)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【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 5.0~6.0。

溶液的透光率 取本品 0.50g,加水 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%。

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 取盐酸赖氨酸对照品与精氨酸对照品各适量,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,以正丙醇-浓氨溶液(2:1)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 5 $\mu$ 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 0.4%(通则 0831)。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

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 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 盐酸赖氨酸中含内毒素的量应小于 10EU。(供注射用)

含氯量 取本品约 0.35g,精密称定,加水 20ml 溶解后,加稀醋酸 2ml 与溴酚蓝指示液 8~10 滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至蓝紫色。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 3.545mg 的 Cl。按干燥品计算,含氯量应为 19.0%~19.6%。

【含量测定】 取本品约 90mg,精密称定,加无水甲酸 3ml 使溶解,加冰醋酸 50ml 与醋酸汞试液 10ml,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 9.133mg 的  $C_8H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$ 。

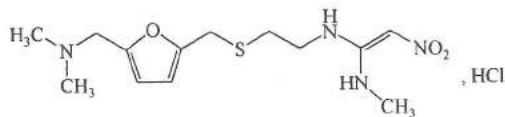
【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 盐酸雷尼替丁

Yansuan Leinitiding

### Ranitidine Hydrochloride



$C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$  350.87

本品为 N'-甲基-N-[2-[[[5-[(二甲氨基)甲基]-2-呋喃基]甲基]硫基]乙基]-2-硝基-1,1-乙烯二胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$  应为 97.5%~102.0%。

【性状】 本品为类白色至淡黄色结晶性粉末;有异臭;极易潮解,吸潮后颜色变深。

本品在水或甲醇中易溶,在乙醇中略溶,在丙酮中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 0.2g,置试管中,用小火缓缓加热,产生的气体能使湿润的醋酸铅试纸显黑色。

(2)在含量测定项下记录的图谱中,供试品溶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 中含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 228nm 与 314nm 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 401 图)一致。

(5)本品的水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

可选做(2)、(4)和(5)项或(1)、(2)、(3)和(5)项。

【检查】 酸度 取本品 0.20g,加水 10ml 溶解后,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 1.0g,加水溶解使成 100ml,溶液应澄清无色;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。

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 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。

系统适用性溶液 取盐酸雷尼替丁约 0.1g,置 100ml 量瓶中,加 50%氢氧化钠溶液 1ml,加水约 60ml,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,室温放置 1 小时。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Kromasil C18, 4.6mm × 150mm, 5μm 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取磷酸 6.8ml 置 1900ml 水中,加入 50%氢氧化钠溶液 8.6ml,加水至 2000ml,用磷酸或 50%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.1 ± 0.05)-乙腈(98:2)为流动相 A,以磷酸盐缓冲液-乙腈(78:22)为流动相 B;按下表进行梯度洗脱;流速为每分钟 1.5ml;柱温为 35℃;检测波长为 230nm;进样体积 10μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
15	0	100
23	0	100
24	100	0
30	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,调节流速或流动相比例,使主成分色谱峰的保留时间约为 12 分钟,杂质 I 的相对保留时间约为 0.85,雷尼替丁峰与杂质 I 峰的分度应大于 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。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,相对保留时间约为 1.75 的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%),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%),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,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 0.75%(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 22mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取盐酸雷尼替丁对照品约 22mg,精密称定,置 200ml 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。

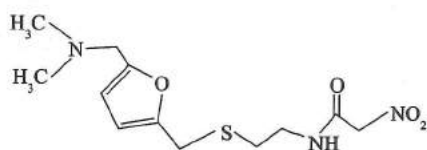
【类别】  $H_2$  受体拮抗药。

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 (1)盐酸雷尼替丁片 (2)盐酸雷尼替丁泡腾颗粒 (3)盐酸雷尼替丁注射液 (4)盐酸雷尼替丁胶囊

附:

杂质 I



$C_{12}H_{19}N_3O_4S$  301

N-[2-[[[5-[(二甲基氨基)甲基]呋喃-2-基]甲基]硫基]乙基]-2-硝基乙酰胺

## 盐酸雷尼替丁片

Yansuan Leinitiding Pian

Ranitidine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸雷尼替丁按雷尼替丁( $C_{13}H_{22}N_4O_3S$ )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至微黄色。

【鉴别】 (1)取本品,除去包衣,研细,称取适量(约相当于雷尼替丁 0.2g),照盐酸雷尼替丁项下的鉴别(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)取鉴别(1)项下的细粉适量,加水振摇,滤过,滤液显



氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 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(约相当于雷尼替丁 100mg),置 100ml 量瓶中,加水使盐酸雷尼替丁溶解并稀释至刻度,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盐酸雷尼替丁有关物质项下。

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(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 45 分钟时取样。

测定法 取溶出液 20ml,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 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 314nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{13}H_{22}N_4O_3S$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 495 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,糖衣片除去包衣后,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于雷尼替丁 20mg),置 200ml 量瓶中,加水使盐酸雷尼替丁溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见盐酸雷尼替丁含量测定项下。

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,并将结果乘以 0.8961。

【类别】 同盐酸雷尼替丁。

【规格】 按  $C_{13}H_{22}N_4O_3S$  计 (1)75mg (2)150mg

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

## 盐酸雷尼替丁泡腾颗粒

Yansuan Leinitiding Paoteng Keli

Ranitidine Hydrochloride Effervescent Granules

本品含盐酸雷尼替丁按雷尼替丁( $C_{13}H_{22}N_4O_3S$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色颗粒,气芳香,味微甜;遇水即呈

泡腾状。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于雷尼替丁 0.2g),置试管中,用小火缓缓加热,产生的气体能使湿润的醋酸铅试纸显黑色。

(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。

(3)取本品适量,加水振摇,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 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(约相当于雷尼替丁 100mg),置 100ml 量瓶中,加水振摇使盐酸雷尼替丁溶解,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 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

定位溶液 取阿司帕坦适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 约含 0.37mg 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盐酸雷尼替丁有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,扣除相对保留时间 0.15 之前的辅料峰与阿司帕坦峰,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 倍的色谱峰忽略不计。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在 80℃ 减压干燥 4 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】 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于雷尼替丁 20mg),精密称定,置 200ml 量瓶中,加水振摇使盐酸雷尼替丁溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见盐酸雷尼替丁含量测定项下。

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,并将结果乘以 0.8961。

【类别】 同盐酸雷尼替丁。

【规格】 每袋 1.5g (含  $C_{13}H_{22}N_4O_3S$  0.15g)

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 盐酸雷尼替丁注射液

Yansuan Leinitiding Zhushuye

Ranitidine Hydrochloride Injection

本品为盐酸雷尼替丁的灭菌水溶液。含盐酸雷尼替丁

按雷尼替丁( $C_{13}H_{22}N_4O_3S$ )计算,应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 2ml,置试管中,在水浴上蒸干,用小火缓缓加热,产生的气体能使湿润的醋酸铅试纸显黑色。

(2)取本品,照盐酸雷尼替丁项下的鉴别(3)、(5)项试验,显相同的结果。

(3)在含量测定项下记录的图谱中,供试品溶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)。

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。

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,用水稀释制成每 1ml 约含雷尼替丁 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。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见盐酸雷尼替丁有关物质项下。

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的 1.5 倍(1.5%),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 倍的色谱峰忽略不计。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 雷尼替丁中含内毒素的量应小于 1.0EU。

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,用水定量稀释制成每 1ml 约含雷尼替丁 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 见盐酸雷尼替丁含量测定项下。

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,并将结果乘以 0.8961。

【类别】 同盐酸雷尼替丁。

【规格】 按  $C_{13}H_{22}N_4O_3S$  计 (1)2ml : 50mg  
(2)5ml : 50mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 盐酸雷尼替丁胶囊

Yansuan Leinitiding Jiaonang

### Ranitidine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸雷尼替丁按雷尼替丁( $C_{13}H_{22}N_4O_3S$ )计算,应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为类白色至黄色的粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于雷尼替丁 0.2g),照盐酸雷尼替丁项下的鉴别(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)取本品的内容物适量,加水振摇,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 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(约相当于雷尼替丁 100mg),置 100ml 量瓶中,加水使盐酸雷尼替丁溶解并稀释至刻度,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盐酸雷尼替丁有关物质项下。

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(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 倍的色谱峰忽略不计。

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 4 小时,减失重量不得过 4.0%(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(约相当于雷尼替丁 20mg),置 200ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见盐酸雷尼替丁含量测定项下。

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,并将结果乘以 0.8961。

【类别】 同盐酸雷尼替丁。

【规格】 按  $C_{13}H_{22}N_4O_3S$  计 (1)75mg (2)100mg  
(3)150mg

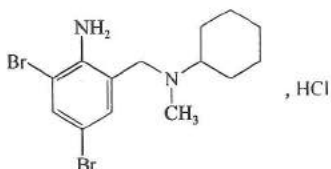
【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。



## 盐酸溴己新

Yansuan Xiujixin

Bromhexine Hydrochloride

 $C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$  412.60

本品为 *N*-甲基-*N*-环己基-2-氨基-3,5-二溴苯甲胺盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$  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。

本品在甲醇中略溶,在乙醇中微溶,在水中极微溶解。

吸收系数 取本品适量,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 249nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 262~278。

【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 402 图)一致。

(3)取本品约 10mg,加乙醇 1ml,微热溶解后,溶液显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

(4)取本品 10mg,加乙醇 2ml,微热溶解后,溶液显氯化物鉴别(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 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并稀释制成每 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 取杂质 I 对照品与盐酸溴己新各适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 5 $\mu$ g 与 2.5mg 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(取磷酸二氢钾 1.0g,加 900ml 水使溶解,用 0.5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0,用水稀释至 1000ml,摇匀)-乙腈(20:80)为流动相;柱温为 40℃;检测波长为 245nm;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,杂质 I 峰与溴己新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 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,峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.75 倍(0.15%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(0.3%)。

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。

对照品溶液 取盐酸溴己新对照品适量,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。

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。

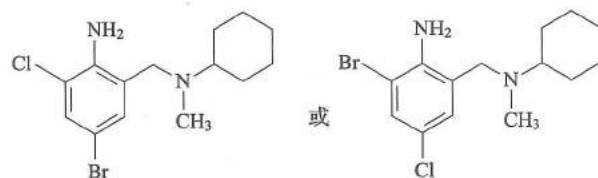
【类别】 祛痰药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 盐酸溴己新片

附:

杂质 I

 $C_{14}H_{20}BrClN_2$  331.70

*N*-甲基-*N*-环己基-2-氨基-3-氯-5-溴苯甲胺或 *N*-甲基-*N*-环己基-2-氨基-5-氯-3-溴苯甲胺

## 盐酸溴己新片

Yansuan Xiujixin Pian

Bromhexine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸溴己新( $C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【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)取含量均匀度项下的溶液,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。

【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(约相当于盐酸溴己新 50mg),置 20ml 量瓶中,加甲醇适量超声使盐酸溴己新溶解,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 中约含盐酸溴己新 5 $\mu$ 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盐酸溴己新有关物质项下。

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,峰面积不得大于对照溶液主峰面积(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%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(0.3%)。

含量均匀度 取本品 1 片,置乳钵中,研细,加乙醇适量,研磨,并用乙醇分次定量转移至 50ml 量瓶中,微温使盐酸溴己新溶解,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 249nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 270 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 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,至少弃去初滤液 5ml,取续滤液。

对照品溶液 取盐酸溴己新对照品约 16mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 4ml 振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 20ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 50 $\mu$ 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 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(约相当于盐酸溴己新 12.5mg),置 25ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使盐酸溴己新溶解并用甲醇稀释至刻度,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 见盐酸溴己新含量测定项下。

【类别】 同盐酸溴己新。

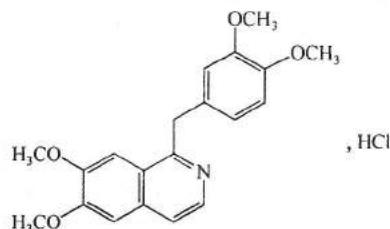
【规格】 8mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸罂粟碱

Yansuan Yingsujian

Papaverine Hydrochloride



$C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$  375.85

本品为 1-[(3,4-二甲氧基苯基)甲基]-6,7-二甲氧基异喹啉盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$  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,在水中略溶,在乙醇中微溶,在乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加水 10ml 溶解后,加热至约 50℃,滴加稍过量的氨试液使成碱性,并不断搅拌使析出沉淀,放置 5 分钟,滤过,沉淀用少量的水洗涤后,在 105℃ 干燥 1 小时,依法测定(通则 0612),熔点为 146~148℃。

(2)取本品约 10mg,加水 10ml 溶解后,加稀盐酸 3 滴与铁氰化钾试液 5 滴,即生成浅黄色沉淀(与其他阿片生物碱的区别)。

(3)取本品 5mg,加甲醛硫酸试液 1ml,溶液应无色或显淡黄色,渐渐变成深玫瑰红色,最后变成紫色(吗啡或吗啡的酯化物立即显紫色或紫堇色)。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 405 图)一致。

(5)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 0.20g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.0~4.0。

溶液的颜色 取本品 0.20g,加新沸并放冷的水 10ml 溶解后,与橙黄色 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。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以含 0.005mol/L 庚烷磺酸钠的 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-甲醇(50:50)为流动相;检测波长为 250nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 罂粟碱峰与相邻杂质峰之间的分离度



应符合要求,理论板数按罂粟碱峰计算不低于 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(1.0%)。

**易炭化物** 取本品 50mg,加硫酸 2ml 溶解后,如显色,与同体积的对照液[取高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)2ml 加水至 1000ml]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** 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 30ml 与醋酐 20ml 使溶解后,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 37.58mg 的  $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 血管扩张药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸罂粟碱片 (2)盐酸罂粟碱注射液

## 盐酸罂粟碱片

Yansuan Yingsujian Pian

### Papaverine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸罂粟碱( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为白色片。

**【鉴别】** 取本品细粉适量(约相当于盐酸罂粟碱 60mg),加水 10ml,振摇使盐酸罂粟碱溶解,滤过,滤液照盐酸罂粟碱项下的鉴别(2)、(3)、(5)项试验,显相同的反应。

**【检查】 含量均匀度** 取本品 1 片,置乳钵中研细,加水适量研磨,用水 50ml 分次转移至 250ml 量瓶中,加盐酸 3ml,振摇 15 分钟后,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 1ml,置 50ml 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 250nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 1830 计,依法计算含量,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,精密量取续滤液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含盐酸罂粟碱 2.4μg 的溶液。照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 250nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$  的吸收系

数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 1830 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(约相当于盐酸罂粟碱 0.12g),置分液漏斗中,加水 20ml,摇匀,加氨试液 7.5ml,用三氯甲烷振摇提取 6 次(30ml、15ml、10ml、10ml、10ml、10ml),每次得到的三氯甲烷液,均用同一份水 10ml 洗涤后,用经三氯甲烷润湿的脱脂棉滤过,滤器再用三氯甲烷洗涤 2 次,每次 10ml,合并三氯甲烷液,置水浴上蒸干,加无水乙醇 5ml,蒸干,再加无水乙醇 5ml,蒸干至无乙醇臭,在 105℃ 干燥半小时,加冰醋酸 10ml,振摇使溶解,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显绿色,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.05mol/L)相当于 18.79mg 的  $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 同盐酸罂粟碱。

**【规格】** 30mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸罂粟碱注射液

Yansuan Yingsujian Zhushuye

### Papaverine Hydrochloride Injection

本品为盐酸罂粟碱的灭菌水溶液。含盐酸罂粟碱( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【性状】** 本品为无色至淡黄色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品 5ml 置水浴上蒸干,残渣照盐酸罂粟碱项下的鉴别(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。

(3)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 pH 值** 应为 2.5~4.0(通则 0631)。

**颜色** 取本品,与黄色 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,用流动相稀释制成每 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。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸罂粟碱有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除相对保留时间为 0.3 以前的辅料峰外,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 盐酸罂粟碱中含内毒素的量应小于 2.5EU。

**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。

**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中约含盐酸罂粟碱60μg的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸罂粟碱对照品适量,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】** 同盐酸罂粟碱。

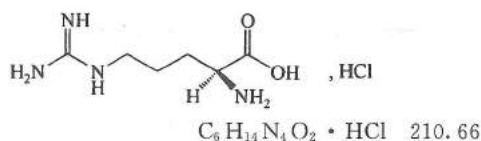
**【规格】** 1ml:30mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 盐酸精氨酸

Yansuan Jing'ansuan

Arginine Hydrochloride



本品为L-2-氨基-5-胍基戊酸盐。按干燥品计算,含 $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$ 应不少于98.5%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在水中易溶,在乙醇中极微溶解。

**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+21.5°至+23.5°。

**【鉴别】** (1)取本品与盐酸精氨酸对照品各适量,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406图)一致。

**【检查】 溶液的透光率** 取本品1.0g,加水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%。

**硫酸盐** 取本品0.50g,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,不得更深(0.02%)。

**磷酸盐** 取本品0.40g,置坩埚中,加硝酸镁0.3g与水5ml,置水浴上蒸发至干,用小火灼烧至完全灰化,加水5ml与硫酸溶液(1→4)3ml,缓缓加热5分钟,加热水10ml,滤过,滤液置比色管中,滤渣用热水适量洗涤,洗液并入滤液中并使总液量达25ml,加钼酸铵溶液[取钼酸铵0.5g,加

硫酸溶液(3→100)10ml使溶解]与磷试液各1ml,在60℃加热10分钟,如显蓝色,与标准磷酸盐溶液(精密称取磷酸二氢钾0.143g,置1000ml量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度)0.8ml用同一方法制成的对照液比较,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%)。

**蛋白质** 取本品1.0g,加水10ml溶解后,加20%三氯醋酸溶液5滴,不得生成沉淀。

**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500ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取精氨酸对照品与盐酸赖氨酸对照品各适量,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,以正丙醇-浓氨溶液(2:1)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,晾干,喷以茚三酮的丙酮溶液(1→50),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,不得多于1个,且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2.0g,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(0.001%)。

**重金属** 取本品2.0g,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,加灭菌注射用水溶解并稀释制成每1ml中含50mg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)

**含氯量** 取本品约0.35g,精密称定,加水20ml溶解后,加稀醋酸2ml与溴酚蓝指示液8~10滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至显蓝紫色。每1ml硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于3.545mg的Cl。按干燥品计算,含氯量应为16.5%~17.1%。

**【含量测定】** 取本品约0.1g,精密称定,加无水甲酸3ml使溶解,加冰醋酸50ml与醋酸汞试液6ml,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 10.53mg 的  $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ 。

【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸精氨酸片 (2)盐酸精氨酸注射液

## 盐酸精氨酸片

Yansuan Jing'ansuan Pian

Arginine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸精氨酸( $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ )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(约相当于盐酸精氨酸 0.25g),加水 5ml,搅拌使盐酸精氨酸溶解,滤过,取滤液 1ml,加  $\alpha$ -萘酚溶液(取  $\alpha$ -萘酚 0.5g,加 10%氢氧化钠溶液 10ml,使溶解)与次溴酸钠溶液(取溴 0.2ml,加 5%氢氧化钠溶液 20ml,使溶解)各 0.5ml,即显红色。

(2)取鉴别(1)项下的滤液适量,用水稀释制成每 1ml 中约含盐酸精氨酸 0.4mg 的溶液,作为供试品溶液。照盐酸精氨酸项下的鉴别(1)试验,应显相同的结果。

(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。

(4)取鉴别(1)项下的滤液试验,应显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 采用适宜的氨基酸分析方法或照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

内标溶液 取丙氨酸适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液,摇匀。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸精氨酸 100mg),置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液与内标溶液各 1ml,置同一 10ml 量瓶中,加 0.5mol/L 的碳酸氢钠溶液(pH 9.0)1ml 与 1% 2,4-二硝基氟苯乙腈溶液 150 $\mu$ l,摇匀,避光置水浴(60 $\pm$ 2 $^{\circ}$ C)中加热 60 分钟,取出,放冷,用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取精氨酸对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.8mg 的溶液;精密量取 1ml 与内标溶液 1ml,照供试品溶液项下自“置同一 10ml 量瓶中”起操作。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 的醋酸盐缓冲液(pH 6.4)-50% 乙腈溶液(65:35)为流动相;检测波长为 362nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按精氨酸峰计算不低于 3000,精氨酸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,并将结果与 1.209 相乘即得供试品中盐酸精氨酸( $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ )的含量。

【类别】 同盐酸精氨酸。

【规格】 0.25g

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

## 盐酸精氨酸注射液

Yansuan Jing'ansuan Zhushuye

Arginine Hydrochloride Injection

本品为盐酸精氨酸的灭菌水溶液。含盐酸精氨酸( $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ )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,加茚三酮约 2mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含盐酸精氨酸 0.4mg 的溶液,作为供试品溶液。照盐酸精氨酸项下的鉴别(1)试验,应显相同的结果。

【检查】 pH 值 应为 3.0~5.0(通则 0631)。

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 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】 精密量取本品 10ml,置 100ml 量瓶中,用盐酸溶液(6 $\rightarrow$ 10)稀释至刻度,摇匀,依法测定旋光度(通则 0621),与 4.444 相乘即得供试品中含盐酸精氨酸( $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ )的重量(g)。

【类别】 同盐酸精氨酸。

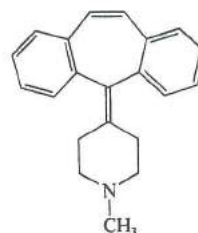
【规格】 20ml:5g

【贮藏】 密闭保存。

## 盐酸赛庚啉

Yansuan Saigengding

Cyproheptadine Hydrochloride



$\cdot HCl, 1\frac{1}{2}H_2O$

$C_{21}H_{21}N \cdot HCl \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$  350.89

本品为 1-甲基-4-(5*H*-二苯并[*a,d*]环庚三烯-5-亚基)哌啶盐酸盐倍半水合物。按无水物计算,含  $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色至微黄色的结晶性粉末;几乎无臭。

本品在甲醇中易溶,在三氯甲烷中溶解,在乙醇中略溶,在水中微溶,在乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品适量,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含  $16\mu g$  的溶液,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,在 264nm 的波长处有最小吸收;286nm 波长处的吸光度与 264nm 波长处的吸光度的比值应为 1.6~1.8。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 404 图)一致。

(3)本品的饱和水溶液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 酸度 取本品 1.00g,加水 25ml,振摇,加甲基红指示液 1 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显黄色,消耗氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)不得过 0.15ml。

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 A 稀释至刻度,摇匀,精密量取 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 取杂质 I 对照品约 2mg,置 100ml 量瓶中,加流动相 A 适量使溶解,加供试品溶液 1ml,用流动相 A 稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢钾缓冲液(取磷酸二氢钾 6.12g,加水 900ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 4.5,用水稀释至 1000ml)-乙腈(6:4)作为流动相 A,以磷酸二氢钾缓冲液-乙腈(4:6)作为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 230nm;进样体积 10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	100	0
10.1	0	100
35	0	100

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,杂质 I 峰与赛庚啉峰之间的分离度应大于 7.0。

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 1.5 倍(0.15%),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%),小于对照溶液主峰面积 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,

含水分应为 7.0%~9.0%。

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】 取本品约 0.3g,精密称定,加无水甲酸 10ml 与醋酐 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 32.39mg 的  $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$ 。

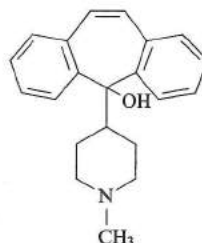
【类别】 抗组胺药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 盐酸赛庚啉片

附:

杂质 I



$C_{21}H_{23}NO$  305.41

1-甲基-4-(5*H*-二苯并[*a,d*]环庚三烯-5-亚基)哌啶

## 盐酸赛庚啉片

Yansuan Saigengding Pian

Cyproheptadine Hydrochloride Tablets

本品含无水盐酸赛庚啉( $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的供试品溶液,照盐酸赛庚啉项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)取本品细粉适量(约相当于无水盐酸赛庚啉 20mg),置分液漏斗中,加水 10ml 和 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 2.5ml,振摇使盐酸赛庚啉溶解,加二氯甲烷 10ml 振摇提取,静置使分层,二氯甲烷层经铺有脱脂棉与无水硫酸钠的滤器滤过,滤液蒸发至干,取残渣,依法测定(通则 0402)。本品的红外光吸收图谱应与盐酸赛庚啉对照品同法制备的图谱一致。

(3)取本品的细粉适量(约相当于无水盐酸赛庚啉 20mg),加水 7ml,振摇使盐酸赛庚啉溶解,滤过,滤液显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→50)2.0ml,振摇使崩解后,照含量测定项下的方法,自



“加无水乙醇约 50ml”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,取续滤液。

**对照品溶液** 取盐酸赛庚啉对照品约 11mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,振摇使溶解,用乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢钾缓冲液(取磷酸二氢钾 6.12g,加水 900ml 使溶解,用磷酸调节 pH 值至 4.5,用水稀释至 1000ml)-乙腈(60:40)为流动相;检测波长为 285nm;进样体积 25 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按赛庚啉峰计算不低于 2000,拖尾因子不得过 2.5。

**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)测定,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)。

**供试品溶液** 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于无水盐酸赛庚啉 1.5mg),置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9 $\rightarrow$ 50)2.0ml,振摇 2~3 分钟,加无水乙醇约 50ml,振摇 10 分钟,使盐酸赛庚啉溶解,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

**测定法** 取供试品溶液,在 286nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 353 计算。

**【类别】** 同盐酸赛庚啉。

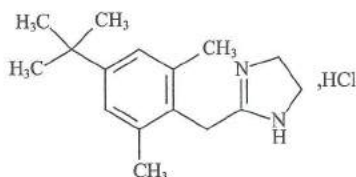
**【规格】** 2mg(按  $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$  计)

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸赛洛唑啉

Yansuan Sailuozuolin

Xylometazoline Hydrochloride



$C_{16}H_{24}N_2 \cdot HCl$  280.84

本品为 2-(4-叔丁基-2,6-二甲苯基)-2-咪唑啉盐酸盐。按干燥品计算,含  $C_{16}H_{24}N_2 \cdot HCl$  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,在水或三氯甲烷中溶解,在乙醚中几乎不溶。

**【鉴别】** (1)取本品约 3mg,加水 3ml 溶解后,加亚硝基铁氰化钠试液 1ml 与氢氧化钠试液 0.5ml,放置 10 分钟,加碳酸氢钠试液 4ml,振摇后应显紫色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 657)一致。

(3)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 0.50g,加水 10ml,振摇使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~6.6。

**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 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 1 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取盐酸赛洛唑啉约 12.5mg,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml,摇匀,水浴加热约 5 分钟使产生杂质 I,放冷,加 1mol/L 盐酸溶液 10ml 中和后,用水稀释至 25ml,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 中含 0.25 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.1% 三乙胺(用冰醋酸调节 pH 值至 5.0)-乙腈(45:55)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,杂质 I 峰(相对保留时间约为 0.8)与赛洛唑啉峰的分离度应大于 2.5。灵敏度溶液色谱图中,赛洛唑啉峰高的信噪比不小于 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,杂质 I 峰面积乘以校正因子 1.55 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%),其他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(0.05%)。

**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** 不得过 0.1%(通则 0841)。

**【含量测定】** 取本品约 0.22g,精密称定,加无水冰醋酸 60ml 溶解后,加醋酐 5ml,照电位滴定法(通则 0701),以硝酸钾的饱和无水甲醇溶液为盐桥溶液,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 28.08mg 的  $C_{16}H_{24}N_2 \cdot HCl$ 。

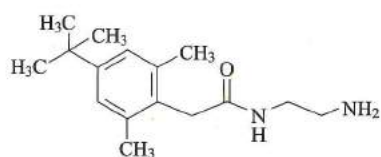
**【类别】** 血管收缩药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 盐酸赛洛唑啉滴鼻液

附:

杂质 I

C<sub>16</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O 262.39

N-(2-氨基乙基)-2-[4-(1,1-二甲基乙基)-2,6-二甲基苯基]

乙酰胺

## 盐酸赛洛唑啉滴鼻液

Yansuan Sailuozuolin Dibiye

## Xylometazoline Hydrochloride Nasal Drops

本品含盐酸赛洛唑啉(C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>·HCl)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄清液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于盐酸赛洛唑啉 3mg),加亚硝基铁氰化钠试液 1ml 与氢氧化钠试液 0.5ml,放置 10 分钟,加碳酸氢钠试液 4ml,振摇后应显紫色。

(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。

【检查】 pH 值 应为 5.6~6.6(通则 0631)。

杂质 I 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,必要时用水稀释制成每 1ml 中含盐酸赛洛唑啉 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盐酸赛洛唑啉有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质 I 的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 1.55 不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(1.5%)。

其他 应符合鼻用制剂项下有关的各项规定(通则 0106)。

【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 中约含盐酸赛洛唑啉 50μg 的溶液。

对照品溶液 取盐酸赛洛唑啉对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见杂质 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。

【类别】 同盐酸赛洛唑啉。

【规格】 (1)5ml:2.5mg (2)5ml:5mg (3)10ml:

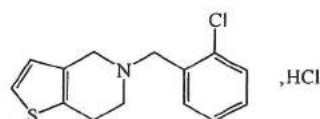
5mg (4)10ml:10mg

【贮藏】 密封保存。

## 盐酸噻氯匹定

Yansuan Sailüpingding

## Ticlopidine Hydrochloride

C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>ClNS·HCl 300.25

本品为 5-[(2-氯苯基)甲基]-4,5,6,7-四氢噻吩并[3,2-c]吡啶盐酸盐。按干燥品计算,含 C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>ClNS·HCl 应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,味微咸。

本品在甲醇或三氯甲烷中溶解,在水中略溶,在丙酮中极微溶解;在冰醋酸中易溶。

【鉴别】 (1)取本品约 1mg,加入甲醛硫酸试液 1ml 中,液面即显紫红色。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 与 276nm 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 640 图)一致。

(4)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【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 3.0~4.5。

酸性溶液的澄清度 取本品 0.50g,加盐酸溶液(1→100) 20ml 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,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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 3μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.022% 的戊烷磺酸钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.5)-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.8g,加 900ml 水溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.0,再加水稀释至 1000ml,摇匀)-甲醇-乙腈(26:55:23:15)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按噻氯匹定峰计算不低于 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 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(1.0%)。

**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,精密称定,加二甲基亚砷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40mg 的溶液。

**对照品溶液** 取甲苯,精密称定,加二甲基亚砷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 35.6 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 以 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为 50℃;进样体积 1~3 $\mu$ 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。

**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 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 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取盐酸噻氯匹定对照品适量,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】** 抗血小板聚集药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)盐酸噻氯匹定片 (2)盐酸噻氯匹定胶囊

## 盐酸噻氯匹定片

Yansuan Sailüpingding Pian

Ticlopidine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸噻氯匹定( $C_{14}H_{11}ClNS \cdot HCl$ )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)取本品细粉适量(约相当于盐酸噻氯匹定 1mg),加入甲醛硫酸试液 1ml 中,液面即显紫红色。

(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)取本品细粉适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约

含盐酸噻氯匹定 0.4mg 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 与 276nm 的波长处有最大吸收。

(4)取本品细粉适量,加水振摇使盐酸噻氯匹定溶解,滤过,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** 取含量测定项下的细粉适量(约相当于盐酸噻氯匹定 30mg),置 100ml 量瓶中,加流动相使盐酸噻氯匹定溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 3 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸噻氯匹定有关物质项下。

**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。

**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** 取溶出液滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸噻氯匹定 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取盐酸噻氯匹定对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸噻氯匹定 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 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** 取本品的细粉适量(约相当于盐酸噻氯匹定 25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸噻氯匹定溶解并稀释至刻度,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、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见盐酸噻氯匹定含量测定项下。

**【类别】** 同盐酸噻氯匹定。

**【规格】** (1)0.125g (2)0.25g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 盐酸噻氯匹定胶囊

Yansuan Sailüpingding Jiaonang

Ticlopidine Hydrochloride Capsules

本品含盐酸噻氯匹定( $C_{14}H_{11}ClNS \cdot HCl$ )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)取含量测定项下的细粉适量(约相当于盐酸噻氯匹定 1mg),加入甲醛硫酸试液 1ml 中,液面即显紫红色。

(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)取含量测定项下的细粉适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸噻氯匹定 0.4mg 的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm 与 276nm 的波长处有最大吸收。

(4)取含量测定项下细粉适量,加水振摇使盐酸噻氯匹定溶解,滤过,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 取含量测定项下的细粉适量(约相当于盐酸噻氯匹定 30mg),置 100ml 量瓶中,加流动相使盐酸噻氯匹定溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 3 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸噻氯匹定有关物质项下。

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。

溶出条件 以水 500ml(0.125g 规格)或 1000ml(0.25g 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,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 取盐酸噻氯匹定对照品,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 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 取装量差异项下的内容物,混合均匀,研细,精密称取适量(约相当于盐酸噻氯匹定 25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸噻氯匹定溶解并稀释至刻度,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、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见盐酸噻氯匹定含量测定项下。

【类别】 同盐酸噻氯匹定。

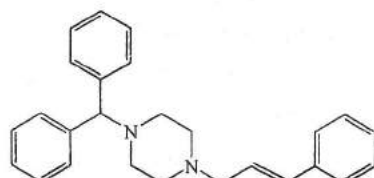
【规格】 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 桂 利 嗪

Guiliqin

Cinnarizine



$C_{26}H_{28}N_2$  368.52

本品为 1-二苯甲基-4-(3-苯基-2-丙烯基)哌嗪。按干燥品计算,含  $C_{26}H_{28}N_2$  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。本品在三氯甲烷中易溶,在沸乙醇中溶解,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 117~121℃。

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 7.5 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 253nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 558~592。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加乙醇 5ml,加热溶解后,加氢氧化钾试液 2 滴,摇匀,加高锰酸钾试液 2~3 滴,紫色即消失。

(2)取本品约 10mg,加 2%甲醛的硫酸溶液数滴,即显红色。

(3)取本品约 50mg,置试管中,管口覆以用 2%三氯醋酸溶液湿润并滴加 5%对二甲氨基苯甲醛的盐酸溶液 1 滴的滤纸,加热后,滤纸即显紫色。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 306 图)一致。

【检查】 碱度 取本品 0.50g,加水 20ml,搅拌 5 分钟后,滤过,滤液加甲基橙指示液 1 滴与硫酸滴定液(0.01mol/L) 0.50ml,应显红色。

氯化物 取本品 0.20g,加水 25ml,置水浴上加热 10 分钟,充分搅拌,滤过,滤液置 50ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,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(0.1%)。

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 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 0.15g,精密称定,加冰醋酸 20ml 与醋酐 4ml 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 18.43mg 的  $C_{26}H_{28}N_2$ 。



【类别】 血管扩张药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)桂利嗪片 (2)桂利嗪胶囊

## 桂 利 嗪 片

Guiliqin Pian

Cinnarizine Tablets

本品含桂利嗪( $C_{26}H_{28}N_2$ )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(约相当于桂利嗪 0.25g),加乙醇 25ml,加热使桂利嗪溶解,滤过,滤液蒸干,残渣照桂利嗪项下的鉴别(1)、(2)、(3)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 100 转,依法操作,经 45 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 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 253nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{26}H_{28}N_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 575 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(约相当于桂利嗪 30mg),置 200ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)约 150ml,振摇使桂利嗪溶解,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 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 253nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{26}H_{28}N_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 575 计算。

【类别】 同桂利嗪。

【规格】 25mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 桂 利 嗪 胶 囊

Guiliqin Jiaonang

Cinnarizine Capsules

本品含桂利嗪( $C_{26}H_{28}N_2$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【鉴别】 取本品的细粉适量(约相当于桂利嗪 0.25g),加乙醇 25ml,加热使桂利嗪溶解,滤过,滤液蒸干,残渣照桂利

嗪项下的鉴别(1)、(2)、(3)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 100 转,依法操作,经 45 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 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 253nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{26}H_{28}N_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 575 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(约相当于桂利嗪 30mg),置 200ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)约 150ml,振摇使桂利嗪溶解,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 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 253nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{26}H_{28}N_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 575 计算。

【类别】 同桂利嗪。

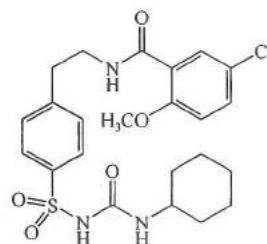
【规格】 25mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 格 列 本 脲

Geliebenniao

Glibenclamide



$C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$  494.01

本品为  $N$ -[2-[4-[[[(环己氨基)羰基]氨基]磺酰基]苯基]乙基]-2-甲氧基-5-氯苯甲酰胺。按干燥品计算,含  $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末,几乎无臭。

本品在三氯甲烷中略溶,在甲醇或乙醇中微溶,在水或乙醚中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 170~174℃。

【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

274nm 与 300nm 的波长处有最大吸收,在 272nm 与 278nm 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 307 图)一致。

(4)取本品约 0.1g 与硝酸钾 0.2g,混合,加热使炭化,然后灰化,放冷,残渣加水 10ml 使溶解,滤过,滤液显氯化物与硫酸盐(通则 0301)的鉴别反应。

【检查】 氯化物 取本品 1.0g,加水 50ml,煮沸,迅速放冷,滤过,滤液加水使成 50ml,取 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(0.040%)。

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,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml,超声使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

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

对照溶液 分别精密量取供试品溶液与混合杂质对照品贮备液各 1ml,置同一 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(3:5)为流动相;检测波长为 300nm;进样体积 20 $\mu$ l。

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

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色谱图中杂质 I 或杂质 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%,其他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 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 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 12ml,超声使格列本脲溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取格列本脲对照品约 10mg,精密称定,置

50ml 量瓶中,加甲醇 12ml,超声使格列本脲溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照溶液、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】 降血糖药。

【贮藏】 密闭保存。

【制剂】 格列本脲片

附:

杂质 I



杂质 II



## 格列本脲片

Geliebenniao Pian

Glibenclamide Tablets

本品含格列本脲( $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ )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(约相当于格列本脲 10mg),加乙醇适量,振摇使格列本脲溶解,滤过,滤液加乙醇使成 100ml,照格列本脲项下鉴别(2)项试验,显相同的结果。

(3)取本品细粉适量(约相当于格列本脲 0.1g),照格列本脲项下鉴别(4)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(相当于格列本脲 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml,超声使格列本脲溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 分别精密量取供试品溶液与混合杂质对照品贮备液各 1ml,置同一 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**混合杂质对照品贮备液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见格列本脲有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与对照溶液色谱图中杂质 I 或杂质 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格列本脲标示量的 0.6%;其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)(扣除相对保留时间 0.18 之前的峰)。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,加甲醇 6ml,超声使格列本脲溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取格列本脲对照品约 12.5mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml,超声使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 50 $\mu$ g 的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,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 0.02% 三羟甲基氨基甲烷 250ml 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,取续滤液。

**对照品溶液** 取格列本脲对照品 10mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇 10ml,超声使溶解,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 225nm 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(约相当于格列本脲 10mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇 12ml,超声使格列本脲溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液、对照溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见格列本脲含量测定项下。

**【类别】** 同格列本脲。

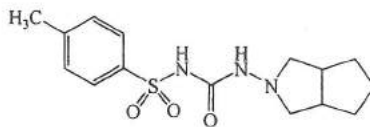
**【规格】** 2.5mg

**【贮藏】** 密闭保存。

## 格列齐特

Gliclazide

Gliclazide



$C_{15}H_{21}N_3O_3S$  323.41

本品为 1-(3-氮杂双环[3.3.0]辛基)-3-对甲苯磺酰脲。按干燥品计算,含  $C_{15}H_{21}N_3O_3S$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中溶解,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 162~166℃。

**【鉴别】** (1)取本品适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 228nm 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 629 图)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** 取本品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加乙腈约 20ml 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适量,用 40% 乙腈溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 2 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

**对照品溶液** 取杂质 I 对照品适量,精密称量,加乙腈适量溶解,用 40% 乙腈溶液稀释制成每 1ml 中约含 1 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

**系统适用性溶液** 取格列齐特和杂质 I 对照品各适量,加乙腈适量使溶解,用 40% 乙腈溶液稀释制成每 1ml 中各约含 5 $\mu$ g 和 15 $\mu$ g 的混合溶液,摇匀。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-三乙胺-三氟醋酸(40:60:0.1:0.1)为流动相;检测波长为 235nm;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,理论板数按格列齐特峰计算不低于 3000,格列齐特峰与杂质 I 峰之间的分离度应大于 1.8。

**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主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主峰面积的 0.5 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(0.2%)。

**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 0.2g,精密称定,加冰醋酸 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 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 32.34mg 的  $C_{15}H_{21}N_3O_3S$ 。

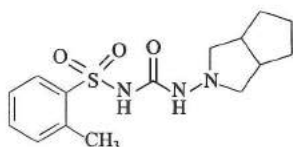
**【类别】** 降血糖药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 格列齐特片(Ⅱ)

附:

杂质 I



$C_{15}H_{21}N_3O_3S$  323.41

1-(3-氮杂双环[3.3.0]辛基)-3-邻甲苯磺酰脲

## 格列齐特片(Ⅱ)

Gelieqite Pian(Ⅱ)

Gliclazide Tablets(Ⅱ)

本品含格列齐特( $C_{15}H_{21}N_3O_3S$ )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(约相当于格列齐特 0.4g),用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 10ml,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 228nm 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)取本品细粉适量(约相当于格列齐特 400mg),加二氯甲烷 10ml,研磨溶解,滤过,滤液蒸干,残渣经减压干燥,依法测定(通则 0402)。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 629 图)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(约相当于格列齐特

100mg),置 100ml 量瓶中,加乙腈约 40ml 使格列齐特溶解,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 40%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用 40%乙腈溶液稀释至刻度,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格列齐特有关物质项下。

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 倍(0.4%)。

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 8.6)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 150 转,依法操作,经 60 分钟、180 分钟时分别取溶出液 8ml,并即时在溶出杯中补充相同温度的磷酸盐缓冲液(pH 8.6)8ml。

供试品溶液 分别取 60 分钟、180 分钟时的溶出液,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取格列齐特对照品约 20mg,精密称定,置 250ml 量瓶中,加溶出介质适量,置温水浴中振摇使溶解,放冷,用溶出介质稀释至刻度,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,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 226nm 的波长处分别测定吸光度,分别计算每片在上述两时间的溶出量。

限度 在 60 分钟与 180 分钟时的溶出量应分别相应为不得多于标示量的 50%与不得少于标示量的 75%,照缓释制剂进行结果判定,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 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于格列齐特 20mg),置 100ml 量瓶中,加 40%乙腈溶液约 60ml,超声使格列齐特溶解,用 40%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀,滤过。

对照品溶液 取格列齐特对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加乙腈 20ml 使溶解,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 理论板数按格列齐特峰计算不低于 3000,格列齐特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】** 同格列齐特。

**【规格】** 80mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。



注:磷酸盐缓冲液(pH 8.6)的制备

溶液 A:取氢氧化钠 42.0g,加除气水至 5000ml,摇匀。

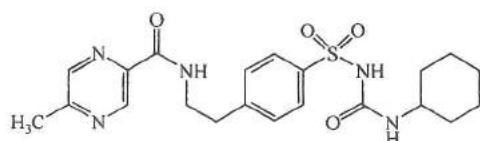
溶液 B:取磷酸二氢钾 136.0g,加除气水至 5000ml,摇匀。

取 2300ml 溶液 A 与 2500ml 溶液 B,加乙醇 3150ml(无水乙醇 3000ml)摇匀,再加除气水至 10 000ml,摇匀,测 pH 值应为  $8.60 \pm 0.05$ ,即得。

## 格 列 吡 嗪

Geliebiqin

Glipizide



$C_{21}H_{27}N_5O_4S$  445.54

本品为 5-甲基-N-[2-[4-[[[(环己基氨基)羰基]氨基]磺酰基]苯基]乙基]-吡嗪甲酰胺。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{27}N_5O_4S$  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 N,N-二甲基甲酰胺中易溶,在丙酮、三氯甲烷、二氧六环或甲醇中微溶,在乙醇中极微溶解,在水中几乎不溶;在稀氢氧化钠溶液中易溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为  $203 \sim 208^{\circ}\text{C}$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 50mg,加二氧六环 5ml,置水浴中加热溶解,加 0.5% 2,4-二硝基氟苯的二氧六环溶液 1ml,煮沸 2~3 分钟,溶液显亮黄色。

(2)取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含  $20\mu\text{g}$  的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 226nm 与 274nm 的波长处有最大吸收,两吸收峰的吸光度比值为  $2.0 \sim 2.4$ 。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 808 图)一致。

(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 取本品约 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml 使溶解,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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。

对照品溶液 取杂质 I 对照品约 12.5mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,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 取格列吡嗪对照品与杂质 I 对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 0.5mg 与  $2.5\mu\text{g}$

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 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(用 2.0mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至  $6.00 \pm 0.05$ )-甲醇(55:45)为流动相;检测波长为 225nm;进样体积  $20\mu\text{l}$ 。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,理论板数按格列吡嗪峰计算不低于 2000,格列吡嗪峰与杂质 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主峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%;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(1.0%)。

干燥失重 取本品,在  $105^{\circ}\text{C}$  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 50ml 量瓶中,加甲醇适量,振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,加甲醇 20ml,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取格列吡嗪对照品约 25mg,精密称定,制备方法同供试品溶液。

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】 降血糖药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)格列吡嗪片 (2)格列吡嗪胶囊 (3)格列吡嗪缓释胶囊

## 格 列 吡 嗪 片

Geliebiqin Pian

Glipizide Tablets

本品含格列吡嗪( $C_{21}H_{27}N_5O_4S$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片或薄膜衣片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于格列吡嗪 50mg),加二氧六环 10ml,置水浴中加热振摇,使格列吡嗪溶解,滤过,加 0.5% 2,4-二硝基氟苯的二氧六环溶液 1ml,煮沸 2~3 分钟,溶液显亮黄色。

(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)取本品细粉适量,加甲醇振摇使格列吡嗪溶解并稀释制成每 1ml 中含格列吡嗪 20 $\mu$ 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 226nm 与 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 取本品细粉适量(约相当于格列吡嗪 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml,振摇使格列吡嗪溶解,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见格列吡嗪有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液主峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过格列吡嗪标示量的 1.0%;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%)。

含量均匀度 取本品 1 片,研细,用甲醇 25ml(2.5mg 规格)或 50ml(5mg 规格)分次转移至 50ml(2.5mg 规格)或 100ml(5mg 规格)量瓶中,超声使格列吡嗪溶解,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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,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 以磷酸盐缓冲液(pH 7.4)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 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取格列吡嗪对照品约 20mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加甲醇 20ml,振摇使溶解,用磷酸盐缓冲液(pH 7.4)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶(2.5mg 规格)或 50ml 量瓶(5mg 规格)中,用磷酸盐缓冲液(pH 7.4)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 222nm 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(约相当于格列吡嗪 5mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇 50ml,超声使格列吡嗪溶解,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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 见格列吡嗪含量测定项下。

【类别】 同格列吡嗪。

【规格】 (1)2.5mg (2)5mg

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

## 格列吡嗪胶囊

Geliebiqin Jiaonang

Glipizide Capsules

本品含格列吡嗪( $C_{21}H_{27}N_5O_4S$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含格列吡嗪 20 $\mu$ 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 226nm 与 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 取本品内容物适量(约相当于格列吡嗪 25mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml 使格列吡嗪溶解,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见格列吡嗪有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液主峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过格列吡嗪标示量的 1.0%;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%)。

含量均匀度 取本品 1 粒,将内容物倾入 100ml(5mg 规格)或 50ml(2.5mg 规格)量瓶中,囊壳用甲醇 50ml(5mg 规格)或 25ml(2.5mg 规格)洗净,洗液并入量瓶中,超声使格列吡嗪溶解,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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,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** 以磷酸盐缓冲液(pH 7.8~8.0)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,取续滤液。

**对照品溶液** 取格列吡嗪对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml 溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml(5mg 规格)或 200ml(2.5mg 规格)量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,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(约相当于格列吡嗪 5mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇 50ml,超声使格列吡嗪溶解,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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** 见格列吡嗪含量测定项下。

**【类别】** 同格列吡嗪。

**【规格】** (1)2.5mg (2)5mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 格列吡嗪缓释胶囊

Glipizide Sustained-release Capsules

Glipizide Sustained-release Capsules

本品含格列吡嗪( $C_{21}H_{27}N_5O_4S$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品内容物为白色球形颗粒。

**【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 中含格列吡嗪 20 $\mu$ 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 226nm 与 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** 取本品内容物的细粉适量(约相当于格列吡嗪 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇 25ml,振摇使格列吡嗪溶解,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见格列吡嗪有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与对照品溶液主峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过格列吡嗪标示量的 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 倍(0.5%),其他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。

**含量均匀度** 取本品 1 粒,将内容物倾入 100ml(5mg 规格)或 200ml(10mg 规格)量瓶中,加甲醇 50ml(5mg 规格)或 100ml(10mg 规格),超声使格列吡嗪溶解,加 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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,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** 以磷酸盐缓冲液(pH 7.4 $\pm$ 0.05)600ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 1 小时、4 小时、8 小时,分别取溶出液 5ml,并即时补足相同温度相同体积的溶出介质。

**供试品溶液** 分别取 1 小时、4 小时、8 小时时的溶出液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取格列吡嗪对照品 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 10ml 使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀;精密量取 2ml,置 50ml(5mg 规格)或 25ml(10mg 规格)量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,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。分别计算每粒在不同时间的溶出量。

**限度** 在 1 小时、4 小时、8 小时时的溶出量应分别为标示量的 20%~40%、50%~70% 和 70% 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** 取本品 20 粒的内容物,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于格列吡嗪 10mg),置 200ml 量瓶中,加甲醇 100ml,超声使格列吡嗪溶解,用 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液稀释至刻度,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** 见格列吡嗪含量测定项下。

**【类别】** 同格列吡嗪。

**【规格】** (1)5mg (2)10mg

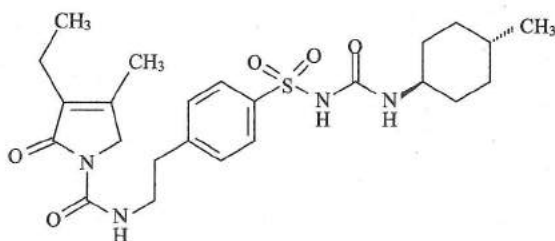
**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。



## 格列美脲

Geliemeiniao

Glimepiride

 $C_{24}H_{34}N_4O_5S$  490.62

本品为 1-[[4-[2-(3-乙基-4-甲基-2-氧代-3-吡咯啉-1-甲酰氨基)乙基]苯基]磺酰基]-3-(反式-4-甲基环己基)脲。按干燥品计算,含  $C_{24}H_{34}N_4O_5S$  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。

本品在三氯甲烷中溶解,在乙醇中极微溶解,在水或 0.1mol/L 盐酸溶液中几乎不溶;在 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中极微溶解。

【鉴别】 (1)取本品适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 228nm 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 1085 图)一致。

(3)取本品约 0.1g 与硝酸钾 0.2g 混合,加热使炭化后灰化,放冷,残渣加水 10ml 使溶解,滤过,滤液显硫酸盐(通则 0301)的鉴别反应。

【检查】 氯化物 取本品 1.0g,加水 50ml,煮沸,迅速放冷,滤过,滤液加水使成 50ml,取 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 取本品 0.50g,加水 25ml,煮沸,迅速放冷,滤过,滤液加水使成 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(0.040%)。

氟化物 取本品 0.50g,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 80%乙腈溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.20mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用 80%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀。

杂质对照品贮备液 取杂质 I、杂质 II、杂质 III、杂质 IV 对照品各适量,加 80%乙腈溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 100 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取格列美脲对照品约 20mg,置 100ml

量瓶中,加杂质对照品贮备液 2ml,加 80%乙腈溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml,置 20ml 量瓶中,用 80%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.1%磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0 $\pm$ 0.5)-乙腈(50:50)为流动相;检测波长为 228nm;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,出峰顺序依次为杂质 III、杂质 II、杂质 I、格列美脲与杂质 IV,理论板数按格列美脲峰计算不低于 2000,各色谱峰之间的分离度均应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,格列美脲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、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 0.1 倍(0.1%);如有与杂质 III 保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 0.77 后不得大于对照溶液主峰面积的 0.4 倍(0.4%);如有与杂质 IV 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的 0.1 倍(0.1%);除杂质 III 峰外,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%)。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液色谱图中主成分峰面积的峰忽略不计(0.05%)。

顺式异构体(杂质 V) 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 25ml 量瓶中,加二氯甲烷 6ml,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 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取杂质 V 对照品约 5mg,置 25ml 量瓶中,加二氯甲烷 5ml,振摇使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,取 0.2ml,置 10ml 量瓶中,用供试品溶液稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用二羟基丙基键合硅胶为填充剂(Macherey-Nagel 100-5 OH 色谱柱,4.6mm $\times$ 250mm 或分离效能相当的色谱柱);以正庚烷-无水乙醇-冰醋酸(900:100:1)为流动相;检测波长为 228nm;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,格列美脲峰的保留时间约为 21 分钟,杂质 V 峰的相对保留时间约为 0.9,杂质 V 峰与格列美脲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系统适用性溶液色谱图中杂质 V 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 0.5 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 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 10mg, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加 80% 乙醇溶液适量, 超声使溶解, 放冷, 用 80% 乙醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5ml, 置 25ml 量瓶中, 用 80% 乙醇溶液稀释至刻度, 摇匀。

**对照品溶液** 取格列美脲对照品适量, 精密称定, 加 80% 乙醇溶液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** 见有关物质项下。

**色谱条件** 见有关物质项下。进样体积 10μl。

**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。

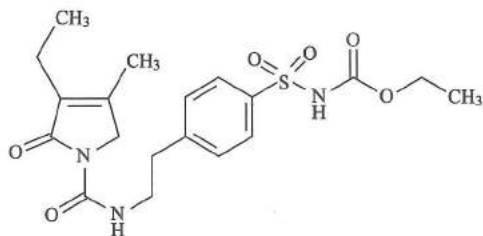
【类别】 降血糖药。

【贮藏】 密封, 在阴凉处保存。

【制剂】 (1) 格列美脲片 (2) 格列美脲胶囊

附:

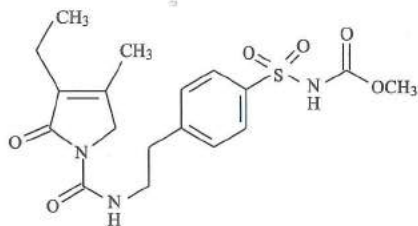
#### 杂质 I



$C_{19}H_{25}N_3O_6S$  423.48

$N$ -[[4-[2-(3-乙基-4-甲基-2-氧代-3-吡咯啉-1-甲酰氨基)乙基]苯基]磺酰基]氨基甲酸乙酯

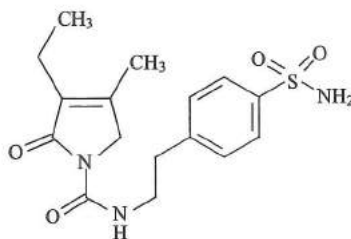
#### 杂质 II



$C_{18}H_{23}N_3O_6S$  409.46

1-[[4-[2-(3-乙基-4-甲基-2-氧代-3-吡咯啉-1-甲酰氨基)乙基]苯基]磺酰基]氨基甲酸甲酯

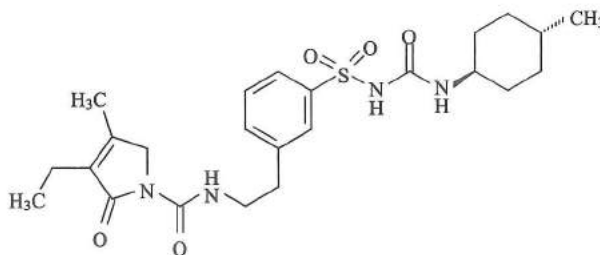
#### 杂质 III



$C_{18}H_{21}N_3O_4S$  351.42

4-[2-(3-乙基-4-甲基-2-氧代-3-吡咯啉-1-甲酰氨基)乙基]苯磺酰胺

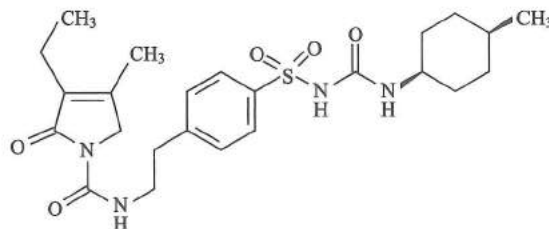
#### 杂质 IV



$C_{24}H_{34}N_4O_5S$  490.62

1-[[3-[2-(3-乙基-4-甲基-2-氧代-3-吡咯啉-1-甲酰氨基)乙基]苯基]磺酰基]-3-(反式-4-甲基环己基)脲

#### 杂质 V



$C_{24}H_{34}N_4O_5S$  490.62

1-[[4-[2-(3-乙基-4-甲基-2-氧代-3-吡咯啉-1-甲酰氨基)乙基]苯基]磺酰基]-3-(顺式-4-甲基环己基)脲

## 格列美脲片

Geliemeiniaio Pian

Glimepiride Tablets

本品含格列美脲 ( $C_{24}H_{34}N_4O_5S$ ) 应为标示量的 90.0% ~ 110.0%。

【性状】 本品为白色片或着色异形片。

【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 (约相当于格列美脲 1mg), 置 100ml 量瓶中, 加乙醇适量, 超声使格列美脲溶解, 用乙醇稀

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 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** 取本品的细粉适量(约相当于格列美脲 2mg),置 10ml 量瓶中,加 80%乙腈溶液适量,超声使格列美脲溶解,放冷,用 80%乙腈溶液稀释至刻度,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 80%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀。

**杂质对照品贮备液** 取杂质 I 对照品、杂质 II 对照品与杂质 III 对照品各适量,加 80%乙腈溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 20 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取格列美脲对照品约 10mg,置 100ml 量瓶中,加杂质对照品贮备液 1ml,加 80%乙腈溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 1ml,置 20ml 量瓶中,用 80%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 见格列美脲有关物质项下。灵敏度溶液进样体积 20 $\mu$ l,其他溶液进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,出峰顺序依次为杂质 III、杂质 II、杂质 I 与格列美脲,理论板数按格列美脲峰计算不低于 2000,各色谱峰之间的分离度均应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,格列美脲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 III 保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 0.77 后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%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),小于灵敏度溶液色谱图中主成分峰面积的峰忽略不计(0.05%)。

**含量均匀度** 取本品 1 片,置 25ml(1mg 规格)或 50ml(2mg 规格)量瓶中,加水 1~2ml,超声使崩解,加 80%乙腈溶液适量,超声使格列美脲溶解,放冷,用 80%乙腈溶液稀释至刻度,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** 以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 0.58g 与磷酸氢二钠 22.34g,加水 1000ml,振摇使溶解,用 10%磷酸溶液或 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.80 $\pm$ 0.05)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 15 分钟时取样。

**供试品溶液** 取溶出液 5ml,滤过,取续滤液;或者以每分钟 4000 转离心 10 分钟,取上清液。

**对照品溶液** 取格列美脲对照品约 10mg,精密称定,置

100ml 量瓶中,加 80%乙腈溶液适量使溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 1ml,置 100ml(1mg 规格)或 50ml(2mg 规格)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。进样体积 50 $\mu$ 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 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于格列美脲 10mg),置 50ml 量瓶中,加 80%乙腈溶液适量,超声使格列美脲溶解,放冷,用 80%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用 80%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取格列美脲对照品适量,精密称定,加 80%乙腈溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 40 $\mu$ g 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】** 同格列美脲。

**【规格】** (1)1mg (2)2mg

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

## 格列美脲胶囊

Gliemeiniao Jiaonang

Glimepiride Capsules

本品含格列美脲( $C_{24}H_{34}N_4O_5S$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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(约相当于格列美脲 1mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,超声使格列美脲溶解,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 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** 取本品内容物适量(约相当于格列美脲 2mg),置 10ml 量瓶中,加 80%乙腈溶液适量,超声使格列美脲溶解,放冷,用 80%乙腈溶液稀释至刻度,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 80% 乙腈溶液稀释至刻度, 摇匀。

**杂质对照品贮备液** 取杂质 I 对照品、杂质 II 对照品与杂质 III 对照品各适量, 加 80% 乙腈溶液溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 20 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取格列美脲对照品约 10mg, 置 100ml 量瓶中, 加杂质对照品贮备液 1ml, 加 80% 乙腈溶液溶解并稀释至刻度, 摇匀。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 1ml, 置 20ml 量瓶中, 用 80% 乙腈溶液稀释至刻度, 摇匀。

**色谱条件** 见格列美脲有关物质项下。灵敏度溶液进样体积 20 $\mu$ l, 其他溶液进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中, 出峰顺序依次为杂质 III、杂质 II、杂质 I 与格列美脲, 理论板数按格列美脲峰计算不低于 2000, 各色谱峰之间的分离度均应符合要求。灵敏度溶液色谱图中, 格列美脲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 III 保留时间一致的色谱峰, 其峰面积乘以校正因子 0.77 后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%), 其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积 (1.0%), 小于灵敏度溶液色谱图中主成分峰面积的峰忽略不计 (0.05%)。

**含量均匀度** 取本品 1 粒, 置 50ml 量瓶中, 加水 1~2ml, 超声使崩解, 加 80% 乙腈溶液适量, 超声使格列美脲溶解, 放冷, 用 80% 乙腈溶液稀释至刻度, 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 第二法) 测定。

**溶出条件** 以磷酸盐缓冲液 (取磷酸二氢钾 0.58g 与磷酸氢二钠 22.34g, 加水 1000ml, 振摇使溶解, 用 10% 磷酸溶液或 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.80 $\pm$ 0.05) 900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 75 转, 依法操作, 经 15 分钟时取样。

**供试品溶液** 取溶出液 5ml, 滤过, 取续滤液; 或者以每分钟 4000 转离心 10 分钟, 取上清液。

**对照品溶液** 取格列美脲对照品约 10mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加 80% 乙腈溶液适量使溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 1ml, 置 50ml 量瓶中, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 50 $\mu$ 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 20 粒, 精密称定, 倾出内容物, 精密

称定囊壳重量, 计算平均装量, 取内容物, 研细, 精密称取细粉适量 (约相当于格列美脲 10mg), 置 50ml 量瓶中, 加 80% 乙腈溶液适量, 超声使格列美脲溶解, 放冷, 用 80% 乙腈溶液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 25ml 量瓶中, 用 80% 乙腈溶液稀释至刻度, 摇匀。

**对照品溶液** 取格列美脲对照品适量, 精密称定, 加 80% 乙腈溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 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】** 同格列美脲。

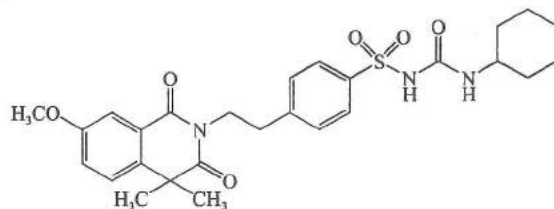
**【规格】** 2mg

**【贮藏】** 遮光, 密封, 在干燥处保存。

## 格列喹酮

Geliekuitong

Gliquidone



C<sub>27</sub>H<sub>33</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>S 527.64

本品为 1-环己基-3-[[[对-[2-(3,4-二氢-7-甲氧基-4,4-二甲基-1,3-二氧化-2(1H)-异喹啉基)乙基]苯基]磺酰基]脲。按干燥品计算, 含 C<sub>27</sub>H<sub>33</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>S 应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末; 无臭。

本品在三氯甲烷中易溶, 在丙酮中略溶, 在乙醇或甲醇中微溶, 在水中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点 (通则 0612) 为 178~182℃。

**【鉴别】** (1) 取本品约 10mg, 加苯胼 5 滴, 加热至溶液变清, 放冷, 加氨试液 0.5ml、10% 硫酸镍溶液 0.5ml 与三氯甲烷 1ml, 剧烈振摇, 静置, 下层溶液应变成紫红色。

(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) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱 (光谱集 1097 图) 一致。

**【检查】 氯化物** 取本品 2.0g, 加水 100ml, 煮沸, 至剩余约 50ml 时, 迅速放冷, 滤过, 滤液加水使成 50ml, 量取 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 (0.007%)。



**硫酸盐** 取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 2.0ml 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。

**供试品溶液** 取本品适量,精密称定,加流动相超声使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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。

**对照品溶液** 取异喹啉物对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取格列喹酮对照品与异喹啉物对照品各适量,加流动相超声使溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 50 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解后,用磷酸调节 pH 值至 3.5 $\pm$ 0.1)-乙腈(3:5)为流动相;检测波长为 310nm;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,理论板数按格列喹酮峰计算不低于 2000,格列喹酮峰与异喹啉物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异喹啉物保留时间一致的杂质峰,按外标法以峰面积计算,含异喹啉物不得过 0.75%;其他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。

**【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,加流动相超声使溶解,放冷,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取格列喹酮对照品适量,精密称定,加流动相超声使溶解,放冷,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、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。

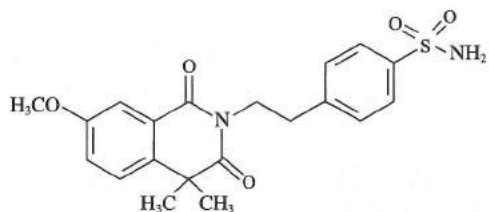
**【类别】** 降血糖药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 格列喹酮片

附:

异喹啉物



$C_{20}H_{22}N_2O_5S$  402.46

4-[2-(3,4-二氢-7-甲氧基-4,4-二甲基-1,3-二氧代-2(1H)异喹啉基)乙基]苯磺酰胺

## 格列喹酮片

Geliekuitong Pian

Gliquidone Tablets

本品含格列喹酮( $C_{27}H_{33}N_3O_5S$ )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,加流动相适量,超声使格列喹酮溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,滤过,滤液作为供试品溶液;另取格列喹酮对照品适量,加流动相超声使溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,作为对照品溶液。照有关物质检查项下的方法,取供试品溶液与对照品溶液各 20 $\mu$ 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(约相当于格列喹酮 20mg),研细,加甲醇 10ml,研磨溶解,滤过,滤液蒸干,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 1097 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,精密称定,加流动相适量,超声使格列喹酮溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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。

**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** 见格列喹酮有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与异喹啉物保留时间一致的杂质峰,按外标法以峰面积计算,含异喹啉物不得过格列喹酮标示量的 1.0%,其他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** 以磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二钠 71.2g,加水 1000ml 使溶解,用 10%枸橼酸溶液调节 pH 值至 8.5)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** 取格列喹酮对照品约 30mg,精密称定,加 N,N-二甲基甲酰胺 10ml 使溶解,用溶出介质定量稀释制成每 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 314nm 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(约相当于格列喹酮 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇约 70ml,置水浴中超声使格列喹酮溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,置 50ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取格列喹酮对照品适量,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。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 310nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 同格列喹酮。

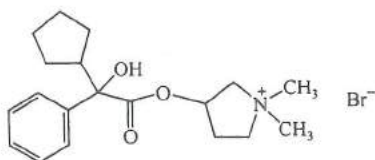
**【规格】** 30mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 格 隆 溴 铵

Gelongxiu'an

Glycopyrrolate



$C_{19}H_{28}BrNO_3$  398.34

本品为溴化 3-羟基-1,1-二甲基吡咯烷基-α-环戊基扁桃酸酯。按干燥品计算,含  $C_{19}H_{28}BrNO_3$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末,无臭。

本品在水、甲醇或乙醇中易溶,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 191~195℃(熔距不得超过 2℃)。

**【鉴别】** (1)取本品约 50mg,用稀醋酸 5ml 溶解,加碘化铋钾试液数滴,即产生橙色沉淀。

(2)取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含格隆溴铵 0.5mg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 258nm 与 264nm 的波长处有最大吸收,在 254nm 与 261nm 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 308)一致。

(4)本品的水溶液显溴化物的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 有关物质** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-水-无水甲酸(74:16:10)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,展开后,晾干,喷以稀碘化铋钾试液,立即检视。

**限度** 供试品溶液如显杂质斑点,不得多于 3 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 25ml 使溶解,加醋酸汞试液 5ml 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 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 39.83mg 的  $C_{19}H_{28}BrNO_3$ 。

**【类别】** 抗胆碱药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 格隆溴铵片

## 格 隆 溴 铵 片

Gelongxiu'an Pian

Glycopyrrolate Tablets

本品含格隆溴铵( $C_{19}H_{28}BrNO_3$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色片。

**【鉴别】** (1)取本品的细粉适量(约相当于格隆溴铵 10mg),加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含格隆溴铵 0.5mg 的溶液,滤过,取滤液适量,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 258nm 与 264nm 的波长处有最大吸收,在 255nm 与 262nm 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】 含量均匀度** 取本品 1 片,置 25ml(0.5mg 规

格)或 50ml(1mg 规格)量瓶中,加水适量振摇使格隆溴铵溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,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 第一法)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 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** 取格隆溴铵对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含格隆溴铵  $1\mu\text{g}$ (0.5mg 规格)或  $2\mu\text{g}$ (1mg 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。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 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于格隆溴铵 2mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取格隆溴铵对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含  $20\mu\text{g}$  的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以戊烷磺酸钠溶液(取戊烷磺酸钠 0.2g 与无水硫酸钠 1.0g 溶于 615ml 水中,加 0.5mol/L 硫酸溶液 3.0ml)-乙腈-甲醇(615:235:150)为流动相;检测波长为 222nm;进样体积  $20\mu\text{l}$ 。

**系统适用性要求** 理论板数按格隆溴铵峰计算不低于 2000,格隆溴铵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】** 同格隆溴铵。

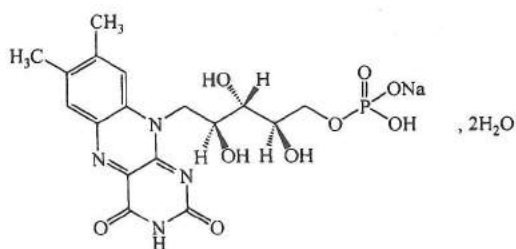
**【规格】** (1)0.5mg (2)1mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 核黄素磷酸钠

Hehuangsu Linsuanna

Riboflavin Sodium Phosphate



本品为核黄素 5'-(二氢磷酸酯)单钠盐二水合物。按干燥品计算,含核黄素( $\text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_6$ )应为 74.0%~79.0%。

**【性状】** 本品为橙黄色结晶性粉末,几乎无臭;有引湿性。

本品在水中溶解,在乙醇、三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

**比旋度** 避光操作。取本品适量,精密称定,加盐酸溶液(45→100)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $+38.0^\circ$  至  $+42.0^\circ$ 。

**【鉴别】** (1)取本品约 1mg,加水 100ml 溶解后,溶液在透射光下显淡黄色并有强烈的黄绿色荧光;加无机酸或碱溶液,荧光即消失。

(2)取本品适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中含  $10\mu\text{g}$  的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 267nm、372nm 与 444nm 的波长处有最大吸收,在 240nm 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 628 图)一致。

(4)取本品 0.5g,加硝酸 10ml,在水浴上蒸干,炽灼,残渣加水 5ml 使溶解,必要时滤过,滤液显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 酸度** 取本品 0.40g,加水 20ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.0~6.5。

**溶液的澄清度** 取本品 0.20g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清。

**感光黄素** 取本品 35mg,加无醇三氯甲烷 10ml,振摇 5 分钟,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 440nm 的波长处测定,吸光度不得过 0.025。

**游离磷酸** 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

**供试品溶液** 取本品 0.20g(按干燥品计算),精密称定,置 100ml 量瓶中,加水 30ml,振摇使溶解;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,摇匀,用水稀释至刻度,摇匀,在  $20^\circ\text{C}$  放置 30 分钟。

**对照溶液** 精密量取磷酸盐对照溶液[精密称取经  $105^\circ\text{C}$  干燥 2 小时的磷酸二氢钾 0.42g,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 5 倍]20ml,置 100ml 量瓶中,加水 10ml,摇匀;自“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。避光操作。

**供试品溶液** 取本品 10mg,精密称定,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 2ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。



**核黄素对照品溶液** 精密量取含量测定项下的核黄素对照品溶液 1ml, 置 10ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

**系统适用性溶液** 取核黄素磷酸钠混合对照品 10mg, 置 50ml 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 0.054mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇(85:15)为流动相; 检测波长为 267nm; 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, 核黄素磷酸钠峰的保留时间约为 40 分钟; 各色谱峰出峰顺序如下表所示, 核黄素磷酸钠峰与 4'-核黄素磷酸钠峰之间的分离度应大于 2.0。

成分	相对保留时间
3',4'-核黄素二磷酸酯	0.2
3',5'-核黄素二磷酸酯	0.3
4',5'-核黄素二磷酸酯	0.5
3'-核黄素磷酸钠	0.7
4'-核黄素磷酸钠	0.9
核黄素磷酸钠	1
核黄素	2

**测定法** 精密量取供试品溶液、对照溶液与核黄素对照品溶液, 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系统适用性溶液色谱图中相对应的杂质峰, 按外标法以峰面积计算。按干燥品计, 核黄素二磷酸酯(按核黄素计)含量不得过 6.0%, 游离核黄素含量不得过 6.0%。

核黄素二磷酸酯与游离核黄素计算公式如下:

$$\text{核黄素二磷酸酯} = \frac{\sum A \times W_s \times 1/10}{A_s \times W_t \times (1-d)} \times 100\%$$

$$\text{游离核黄素} = \frac{A_t \times W_s \times 1/10}{A_s \times W_t \times (1-d)} \times 100\%$$

式中  $\sum A$  为供试品溶液色谱图中 3',4'-核黄素二磷酸酯峰、3',5'-核黄素二磷酸酯峰与 4',5'-核黄素二磷酸酯峰的峰面积之和;

$A_t$  为供试品溶液色谱图中游离核黄素峰的峰面积;

$A_s$  为核黄素对照品溶液色谱图中核黄素峰面积;

$W_t$  为核黄素磷酸钠供试品称样量;

$W_s$  为核黄素对照品称样量乘以对照品含量;

$d$  为干燥失重。

供试品溶液色谱图中除主成分峰、游离核黄素峰与核黄素二磷酸酯峰外, 如有其他杂质峰, 单个杂质不得大于对照溶液主峰面积的 0.25 倍(1.0%), 其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(4.0%)。

**干燥失重** 取本品约 0.3g, 在 130℃ 干燥至恒重, 减失重量不得过 10.0%(通则 0831)。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。避光操作。

**对照品溶液** 取核黄素对照品 10mg, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加盐酸 1ml 使溶解, 用流动相稀释至刻度, 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, 记录色谱图至核黄素磷酸钠峰保留时间的 2.5 倍。按外标法以峰面积计算。计算公式如下:

$$\frac{\sum A_t \times W_s}{A_s \times W_t \times (1-d)} \times 100\%$$

式中  $\sum A_t$  为供试品溶液色谱图中核黄素磷酸钠峰、3'-核黄素磷酸钠峰、4'-核黄素磷酸钠峰及游离核黄素峰的峰面积之和;

$A_s$  为对照品溶液色谱图中核黄素峰面积;

$W_t$  为核黄素磷酸钠供试品称样量;

$W_s$  为核黄素对照品称样量乘以对照品含量;

$d$  为干燥失重。

**【类别】** 维生素类药。

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

**【制剂】** 核黄素磷酸钠注射液

## 核黄素磷酸钠注射液

Hehuangsu Linsuanna Zhushuye

### Riboflavin Sodium Phosphate Injection

本品为核黄素磷酸钠的灭菌水溶液。含核黄素磷酸钠按核黄素( $C_{17}H_{20}N_4O_6$ )计, 应为标示量的 90.0%~115.0%。

**【性状】** 本品为黄色至橙黄色的澄明液体; 遇光易变质。

**【鉴别】** (1) 取本品适量(约相当于核黄素 1mg), 加水至 100ml, 溶液在透射光下显淡黄色并有强烈的黄绿色荧光; 加盐酸或氢氧化钠溶液, 荧光即消失。

(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系统适用性溶液中核黄素磷酸钠峰的保留时间一致。

(3) 取本品适量(约相当于核黄素磷酸钠 0.1g), 在水浴上蒸干, 加硝酸 10ml, 在水浴上蒸干后, 炽灼, 残渣加水 5ml 使溶解, 必要时滤过, 滤液显钠盐与磷酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 pH 值** 应为 5.6~6.5(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** 精密量取本品适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg(以  $C_{17}H_{20}N_4O_6$  计)的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 2ml, 置 50ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

核黄素对照品溶液、系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见核黄素磷酸钠有关物质项下。

**限度** 核黄素二磷酸酯(按核黄素计)含量不得过标示量的 6.0%, 游离核黄素含量不得过标示量的 10.0%。供试品溶液色谱图中除主成分峰、游离核黄素峰与核黄素二磷酸酯峰外, 如有其他杂质峰, 单个杂质不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(2.0%), 其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主



峰面积的 1.5 倍(6.0%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 核黄素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。避光操作。

**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** 见核黄素磷酸钠含量测定项下。

**【类别】** 同核黄素磷酸钠。

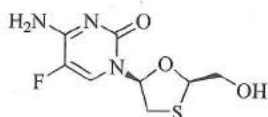
**【规格】** 按核黄素计 (1)2ml:5mg (2)2ml:10mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 恩曲他滨

Enqutabin

Emtricitabine



$C_8H_{10}FN_3O_3S$  247.24

本品为(2R,5S)-5-氟-1-[2-羟甲基-1,3-氧硫杂环戊烷-5-基]胞嘧啶。按干燥品计算,含  $C_8H_{10}FN_3O_3S$  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,微臭。

本品在水或甲醇中易溶,在无水乙醇中略溶,在乙酸乙酯或二氯甲烷中不溶。

**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 2.5mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-105^{\circ}$  至  $-115^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 235nm 与 280nm 的波长处有最大吸收;吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )分别为 325~355 与 350~380。

(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 0.10g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.0。

**氯化物** 取本品 0.10g,加水 25ml 与稀硝酸 10ml 使溶解,加水稀释至 40ml,作为供试品溶液,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(0.05%)。

**硫酸盐** 取本品 0.50g,加水 40ml 与稀盐酸 2ml 使溶解,作为供试品溶液,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 3.0ml 制成的对照溶液比较,不得更浓(0.06%)。

**异构体** 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 10ml 量瓶中,加甲醇 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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 3 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取恩曲他滨异构体检查系统适用性试验混合对照品 5mg,加甲醇 0.5ml 使溶解,用流动相稀释至 5ml。

**色谱条件** 用多糖衍生物类手性色谱柱(CHIRALPAK AD-H, 4.6mm $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以正己烷-乙醇-甲醇-三氟醋酸-二乙胺(800:150:50:1:1)为流动相;检测波长为 280nm;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,恩曲他滨峰与非对映异构体峰(相对保留时间约为 1.2)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 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有异构体峰,对映异构体峰(相对保留时间约为 0.6)面积乘以 1.11 后不得大于对照溶液的主峰面积(0.3%),非对映异构体峰(相对保留时间约为 1.2 与 1.3)面积乘以 1.35 后均不得大于对照溶液主峰面积的 2/3(0.2%)。

**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 0.75mg 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 中含 0.75 $\mu$ g 的溶液。

**对照品贮备液** 取杂质 I 对照品、杂质 II 对照品、杂质 III 对照品、杂质 IV 对照品与杂质 V 对照品各适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.75mg 的溶液。

**对照品溶液** 精密量取供试品溶液与对照品贮备液各适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中含恩曲他滨与各杂质对照品各为 0.75 $\mu$ 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 1.54g/L 的醋酸铵溶液,用冰醋酸调节 pH 为 4.0 为流动相 A,以乙腈为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;柱温为 40 $^{\circ}$ C;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	98	2
10	80	20
20	40	60
35	20	80
40	20	80
41	98	2
50	98	2

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,各杂质的相对保留时间见下表,恩曲他滨峰与杂质 IV 峰的分离度应大于 5.0。



杂质相对保留时间表

杂质	相对保留时间
I	0.46
II	0.70
III	0.87
IV	1.13
V	2.82

**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，杂质 I、杂质 II、杂质 III、杂质 IV 与杂质 V 按外标法以峰面积计算，分别不得过 0.1%、0.3%、0.2%、0.2% 与 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%)，所有杂质的总和不得过 1.0%。小于对照溶液主峰面积 0.5 倍(0.05%)的峰忽略不计。

**残留溶剂** 甲醇、乙醇、四氢呋喃与苯 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 0.2g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入 10% N,N-二甲基甲酰胺 2ml 使溶解，密封。

**对照品溶液** 取苯约 20mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，用 N,N-二甲基甲酰胺稀释至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，精密加入 N,N-二甲基甲酰胺 9ml；另取无水乙醇约 0.5g、甲醇约 0.3g、四氢呋喃约 72mg，精密称定，置同一量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用 10% 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% 聚二甲基硅氧烷为固定液(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱；起始温度为 40℃，维持 4 分钟，以每分钟 5℃ 的速率升温至 180℃，维持 1 分钟；检测器温度为 250℃；进样口温度为 200℃；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。

**正己烷** 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，加 N,N-二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 0.1g 的溶液。

**对照品溶液** 取正己烷约 29mg，精密称定，置 100ml 的量瓶中，用 N,N-二甲基甲酰胺稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 50ml 的量瓶中，用 N,N-二甲基甲酰胺稀释至刻度，摇匀。

**色谱条件** 以 100% 聚二甲基硅氧烷为固定液(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱；起始温度为 40℃，维持 4 分钟，以每分钟 5℃ 的速率升温至 180℃，维持 1 分钟；检测器温度为 250℃；进样口温度为 200℃；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** 按外标法以峰面积计算，应符合规定。

**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** 取本品，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。

**供试品溶液** 取本品约 10mg，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** 取恩曲他滨对照品约 10mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。

**系统适用性溶液** 取恩曲他滨 10mg，置 100ml 量瓶中，加 1mol/L 盐酸溶液 3ml，水浴加热 30 分钟，用 1mol/L 的氢氧化钠溶液调至中性，用水稀释至刻度。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以水-甲醇(80:20)为流动相；检测波长为 280nm；柱温为 40℃；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，恩曲他滨峰与相对保留时间约为 1.3 的杂质峰(杂质 IV)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。

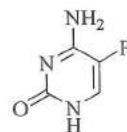
**【类别】** 抗病毒药。

**【贮藏】** 密封，干燥处保存。

**【制剂】** 恩曲他滨胶囊

附：

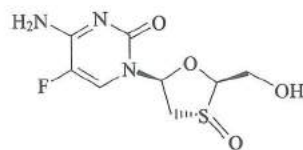
杂质 I



$C_4H_4FN_3O$  129.09

5-氟胞嘧啶

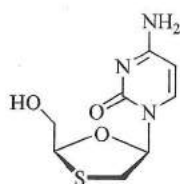
杂质 II (恩曲他滨氧化杂质)



$C_8H_{10}FN_3O_4S$  263.25

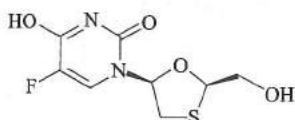
(2R,3R,5S)-5-氟-1-[2-羟甲基-3-氧代-1,3-氧硫杂环戊烷-5-基]胞嘧啶

## 杂质Ⅲ(拉米夫定)


 $C_8H_{11}N_3O_3S$  229.26

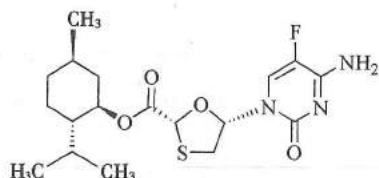
(-)-1-[(2R,5S)-2-(羟甲基)-1,3-氧硫杂环戊烷-5-基]胞嘧啶

## 杂质Ⅳ


 $C_8H_9FN_2O_4S$  248.23

(2R,5S)-5-氟-1-[2-羟甲基-1,3-氧硫杂环戊烷-5-基]尿嘧啶

## 杂质Ⅴ


 $C_{18}H_{26}FN_3O_4S$  399.48

5-(2R,5S)-5-[5-氟-4-氨基-2-氧代嘧啶-1(2H)-基]-1,3-氧硫杂环戊烷-2-羧酸薄荷醇酯

## 恩曲他滨胶囊

Enqutabin Jiaonang

Emtricitabine Capsules

本品含恩曲他滨( $C_8H_{10}FN_3O_3S$ )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)取本品内容物适量,加水溶解并稀释制成每1ml中含恩曲他滨15 $\mu$ 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235nm与280nm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)取本品内容物适量(约相当于恩曲他滨0.2g),加无水乙醇10ml,振摇使恩曲他滨溶解,滤过,滤液于80℃水浴蒸干,残渣于105℃干燥1小时,依法测定(通则0402)。本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致。

【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,研细,精密称取适量(约相当于恩曲他滨150mg),置200ml量瓶中,加流动相A适量,

振摇使恩曲他滨溶解,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中含0.75 $\mu$ g的溶液。

对照品溶液 精密量取供试品溶液与对照品贮备液各适量,用流动相A定量稀释制成每1ml中含恩曲他滨与各杂质对照品各为0.75 $\mu$ g的混合溶液。

对照品贮备液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见恩曲他滨有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,杂质I、杂质II、杂质III、杂质IV与杂质V按外标法以峰面积计算,分别不得过0.1%、0.5%、0.2%、0.2%与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%),所有杂质的总和不得过1.0%。小于对照溶液主峰面积0.5倍(0.05%)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中约含恩曲他滨20 $\mu$ g的溶液。

对照品溶液 取恩曲他滨对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含20 $\mu$ 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(约相当于恩曲他滨10mg),置100ml量瓶中,加水适量,超声使溶解,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 见恩曲他滨含量测定项下。

【类别】 同恩曲他滨。

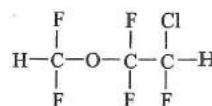
【规格】 0.2g

【贮藏】 密封,干燥处保存。

## 恩氟烷

Enfuwan

Enflurane


 $C_3H_2ClF_5O$  184.49



本品为 2-氯-1-(二氟甲氧基)-1,1,2-三氟乙烷。

【性状】 本品为无色易流动的液体;具有特殊的臭气。

相对密度 本品的相对密度(通则 0601 韦氏比重秤法)应为 1.523~1.530。

馏程 本品的馏程(通则 0611)应为 55.5~57.5℃。

折光率 本品的折光率(通则 0622)应为 1.302~1.304。

【鉴别】 (1)本品显有机氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 807 图)一致。

【检查】 酸碱度 取本品 20ml,加水 20ml,振摇 3 分钟,静置使分层,分取水层,加溴甲酚紫指示液 2 滴,如显黄色,加氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)0.10ml,应变为紫色;如显紫色,加盐酸滴定液(0.01mol/L)0.60ml,应变为黄色。

氯化物 取本品 5ml,加新沸放冷的水 25ml,振摇 3 分钟,静置使分层,分取水层,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(0.000 65%)。

氟化物 操作时使用塑料用具。

标准溶液 精密称取经 105℃干燥 4 小时的氟化钠 221mg,置 100ml 量瓶中,加水 20ml 使溶解,再加入氢氧化钠溶液(0.04%)1.0ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为标准贮备液(每 1ml 相当于 1mg 的氟)。精密量取标准贮备液适量,用缓冲溶液(pH 5.25)(取氯化钠 110g 与枸橼酸钠 1g,置 2000ml 量瓶中,加水 700ml,振摇使溶解,小心加氢氧化钠 150g,振摇使溶解,放冷,在振摇下加冰醋酸 450ml 和异丙醇 600ml,用水稀释至刻度,混匀,溶液的 pH 值应在 5.0~5.5 之间)分别稀释制成每 1ml 中含氟 1、3、5、10μg 的溶液,即得。

供试品溶液 精密量取本品 25ml,精密加水 25ml,振摇 5 分钟,静置使分层,精密量取水层 10ml,再精密加缓冲溶液(pH 5.25)10ml,摇匀,即得。

测定法 取上述标准溶液与供试品溶液,以甘汞电极为参比电极,氟电极为选择电极,分别测量标准溶液和供试品溶液的电位值。以氟离子浓度(μg/ml)的对数值为横坐标,以电位值(mV)为纵坐标,作图,绘制标准曲线,根据测得的供试品溶液的电位值,从标准曲线上确定供试品溶液中的氟离子浓度,不得大于 5μg/ml[0.001%(W/V)]。

有关物质 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品溶液 取本品 1.0ml,置 100ml 量瓶中,加正己烷稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 以 2-硝基对苯二酸改性的聚乙二醇 20M (FFAP 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 150℃;采用电子捕获检测器,检测器温度为 220℃;进样体积 1μl。

系统适用性要求 理论板数按恩氟烷峰计算不低于 15 000,恩氟烷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注入气相色谱仪,记录色谱图。

限度 按面积归一化法计算,各杂质峰面积的和不得大

于主峰面积的 8.0%。

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,精密称定,加环己烷溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液。

对照品溶液 取三氯甲烷,精密称定,用环己烷定量稀释制成每 1ml 中约含 6μg 的溶液。

色谱条件 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,分别注入气相色谱仪,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。

不挥发物 取本品 10ml,置经 50℃恒重的蒸发皿中,室温下挥发至干,在 50℃干燥 2 小时,遗留残渣不得过 2.0mg。

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 0.14%。

装量 取本品,依法检查(通则 0942),应符合规定。

【类别】 吸入全麻药。

【规格】 (1)100ml (2)150ml (3)250ml

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 氧

Yang

Oxygen

O<sub>2</sub> 32.00

本品含 O<sub>2</sub> 不得少于 99.5%(ml/ml)。

【性状】 本品为无色气体;无臭,无味;有强助燃力。

本品 1 容在常压 20℃时,能在乙醇 7 容或水 32 容中溶解。

【鉴别】 本品能使炽红的木条突然发火燃烧。

【检查】 酸碱度 取甲基红指示液与溴麝香草酚蓝指示液各 0.3ml,加水 400ml,煮沸 5 分钟,放冷,分取各 100ml,置甲、乙、丙 3 支比色管中,乙管中加盐酸滴定液(0.01mol/L)0.20ml,丙管中加盐酸滴定液(0.01mol/L)0.40ml;再在乙管中通本品 2000ml(速度为每小时 4000ml),乙管显出的颜色不得较丙管的红色或甲管的绿色更深。

一氧化碳 取甲、乙 2 支比色管,分别加微温的氢制硝酸银试液 25ml,甲管中通本品 1000ml(速度为每小时 4000ml)后,与乙管比较,应同样澄清无色。

二氧化碳 取甲、乙 2 支比色管,分别加 5%氢氧化钡溶液 100ml,乙管中加 0.04%碳酸氢钠溶液 1.0ml,甲管中通本品 1000ml(速度为每小时 4000ml)后,所显浑浊与乙管比较,不得更浓(0.01%)。

其他气态氧化物 取新制的碘化钾淀粉溶液(取碘化钾 0.5g,加淀粉指示液 100ml 溶解,即得)100ml,置比色管中,加醋酸 1 滴,通本品 2000ml(速度为每小时 4000ml)后,溶







粉指示液 15ml 后,加冰醋酸 1 滴使成酸性,甲管中通入本品 2000ml;甲管的颜色应与乙管相同。

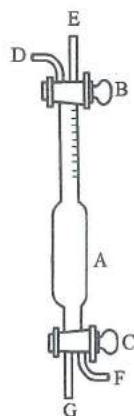
**易氧化物** 取甲、乙 2 支比色管,分别加水 50ml 与高锰酸钾滴定液(0.02mol/L)0.20ml,甲管中通入本品 2000ml;甲管的颜色应与乙管相同。

**砷化氢与磷化氢** 取砷盐检查法项下的装置(通则 0822 第一法),除去锥形瓶 A,并于旋塞 D 的顶端平面上改放一片二氯化汞试纸,缓缓通入本品 2000ml;二氯化汞试纸上不得生成斑点。

**水分** 取贮有五氧化二磷的吸收管,通入本品,使空气驱尽,称定重量;再通过一定量的本品,称定重量;本品每 1000ml 中含水分不得过 2mg。

**【含量测定】 仪器装置** 如图:A 为容积约 15ml 的圆形玻璃管,下部粗大,上部细长,有刻度线 10 条,每 1 小格容积为全管的 1%,玻璃管连接上端双孔活塞 B 处为 100%,第一条刻度线为 99%,以下为 98%至 90%,B、C 为双孔活塞,D、F 为弯形导管,E、G 为直形导管。

**测定法** 取干燥的仪器,倒置,开放活塞 C,关闭活塞 B,另取细橡胶管,自蓄水瓶虹吸出水,橡胶管与导管 E 连接,仪器上提,使活塞 B 在蓄水瓶的液面以上,开启活塞 B,仪器缓缓下降,使水充满活塞 B 孔道,立即关闭活塞 B,放正仪器,使活塞 B 在上,旋转活塞 B,使导管 D 与玻璃管 A 连通。自导管 F 或 G 通入本品,经数分钟后,迅速关闭活塞 C,再关闭活塞 B,保持仪器位置在蓄水瓶的液面以下,微开启活塞 B,放入水数滴,关闭活塞 B,振摇,再开启活塞 B,放入水少许,关闭活塞 B,振摇。开启活塞 C,将玻璃管 A 内的水放出大部分,关闭活塞 C,切勿将水放完,以免空气进入,再开启活塞 B,放入水少许,振摇,放出水,反复操作多次,至本品全部溶尽,玻璃管 A 内气体体积不再减少。此时活塞 B 与 C 均密闭,将蓄水瓶的橡胶管与导管 F 或 G 连接,用水排除活塞 C 孔道中的空气,仪器上提,开启活塞 C,待玻璃管内的液面与蓄水瓶的液面相平,使管内压力与大气压相等,关闭活塞 C,读出刻度数字,根据未被吸收的气体体积,算出氧化亚氮的体积,即得。



检查或测定时,应先将蓄气筒在 23~27℃ 放置 6 小时以上。

**【类别】** 吸入全麻药。

**【贮藏】** 置耐压钢瓶内,在凉暗处保存。

## 氧化淀粉

Yanghuadianfen

Oxystarch

本品为玉米淀粉经高碘酸钠氧化后在每个单体上生成两个醛基的产物。按干燥品计算,含氧化淀粉不得低于 96.0%。

**【性状】** 本品为白色至淡黄色粉末;无臭;有较强的引湿性。

本品在水或乙醇中不溶。

**【鉴别】** (1)取本品约 0.1g,加水 5ml,加热至沸,用力振摇,滤过,滤液加 2,4-二硝基苯肼试液 0.5ml,加热,溶液发生浑浊,冷却后析出黄色结晶,溶于乙醇中。

(2)取本品约 10mg,加碱性酒石酸铜试液 1ml,加热即发生氧化亚铜沉淀。

**【检查】 游离淀粉** 取本品 0.1g,加水 5ml 煮沸,放冷后应沉于管底,不得糊化,加碘试液 1 滴,不得显蓝色。

**碘化物** 取本品 1g,置烧杯中,加少量水。充分搅拌,滤过,并以少量水洗涤,合并滤液,用水稀释至 10ml,加过氧化氢试液 0.5ml,摇匀,加硫酸 2 滴并加热至沸,放冷后加淀粉指示液 0.5ml,不得显蓝色。

**酸度** 取本品 1g,加水 10ml,搅拌,滤过,滤液依法测定(通则 0631),pH 值不得低于 2.5。

**干燥失重** 取本品 0.5g,在 100℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 15.5%(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 0.5%。

**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。

**铁盐** 取本品 0.5g,加稀盐酸 20ml,振摇 5 分钟,滤过,沉淀用少量水洗涤,合并滤液与洗液,依法检查(通则 0807),如显色,与标准铁溶液 1.5ml 制成的对照液比较,不得更深(0.003%)。

**其他** 应符合散剂项下有关的各项规定(通则 0115)。

**【含量测定】** 取本品约 0.1g,精密称定,精密加盐酸羟胺溶液(取盐酸羟胺 7.5g,加水 15ml 溶解后,加乙醇 200ml 与 4%氢氧化钠乙醇溶液 50ml,混匀,加溴酚蓝指示液 2.5ml,摇匀,放置过夜,备用,必要时滤过)15ml 与乙醇溶液(1→2)10ml,缓缓加热回流 10 分钟,放冷,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定至黄绿色,并将滴定的结果用空白试验校正,即得。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 8.0mg 的氧化淀粉。

**【类别】** 尿素氮吸附剂。

**【规格】** 10g

【贮藏】 遮光,在干燥处保存。

## 氧化 锌

Yanghuaxin

Zinc Oxide

ZnO 81.38

本品按炽灼至恒重后计算,含 ZnO 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色至极微黄白色的无砂性细微粉末;无臭;在空气中能缓缓吸收二氧化碳。

本品在水或乙醇中不溶;在稀酸中溶解。

【鉴别】 (1)取本品,加强热,即变成黄色;放冷,黄色即消失。

(2)本品的稀盐酸溶液显锌盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 碱度 取本品 1.0g,加新沸的热水 10ml,振摇 5 分钟,放冷,滤过,滤液加酚酞指示液 2 滴,如显粉红色,加盐酸滴定液(0.1mol/L)0.10ml,粉红色应消失。

硫酸盐 取本品 1.0g,加稀盐酸适量使溶解,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 0.5ml 制成的对照液比较,不得更深(0.005%)。

碳酸盐与酸中不溶物 取本品 2.0g,加水 10ml 混合后,加稀硫酸 30ml,置水浴上加热,不得发生气泡;搅拌后,溶液应澄清。

炽灼失重 取本品约 1.0g,精密称定,在 800℃ 炽灼至恒重,减失重量不得过 1.0%。

铁盐 取本品 0.40g,加稀盐酸 8ml、水 15ml 与硝酸 2 滴,煮沸 5 分钟使溶解,放冷,加水适量使成 50ml,混匀后,取出 25ml,加水 10ml,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(0.005%)。

铅盐 取本品 2.0g,加水 20ml 搅匀后,加冰醋酸 5ml,置水浴上加热溶解后,放冷,滤过,滤液加铬酸钾指示液 5 滴,不得发生浑浊。

砷盐 取本品 1.0g,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%)。

【含量测定】 取本品约 0.1g,精密称定,加稀盐酸 2ml 使溶解,加水 25ml,加 0.025% 甲基红的乙醇溶液 1 滴,滴加氨试液至溶液显微黄色,加水 25ml、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)滴定至溶液由紫色转变为纯蓝色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 4.069mg 的 ZnO。

【类别】 收敛药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 氧化锌软膏

## 氧化 锌 软 膏

Yanghuaxin Ruangao

Zinc Oxide Ointment

本品含氧化锌(ZnO)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为类白色至淡黄色软膏。

【鉴别】 取本品约 1g,加稀盐酸 10ml,加热并搅拌使氧化锌溶解,放冷,滤过,滤液显锌盐的鉴别反应(通则 0301)。

【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,加三氯甲烷 10ml,微温,使凡士林融化,加 0.5mol/L 硫酸溶液 10ml,搅拌使氧化锌溶解,照氧化锌项下的方法,自“加 0.025% 甲基红的乙醇溶液 1 滴”起,依法测定。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 4.069mg 的 ZnO。

【类别】 同氧化锌。

【规格】 (1)20g : 3g (2)500g : 75g

【贮藏】 密封保存。

## 氧 化 镁

Yanghuamei

Magnesium Oxide

MgO 40.30

本品按炽灼至恒重后计算,含 MgO 不得少于 96.5%。

【性状】 本品为白色粉末;无臭,无味;在空气中能缓缓吸收二氧化碳。

本品在水中几乎不溶,在乙醇中不溶;在稀酸中溶解。

【鉴别】 本品的稀盐酸溶液显镁盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 碱度 取本品 1.0g,加水 50ml,煮沸 5 分钟,趁热滤过,滤渣用水适量洗涤,洗液并入滤液中,加甲基红指示液数滴,再加硫酸滴定液(0.05mol/L)2.0ml,溶液应由黄色变为红色。

酸性溶液的颜色 取本品 1.0g,加醋酸 15ml 与水 5ml,煮沸 2 分钟,放冷,加水使成 20ml,如浑浊可滤过,溶液应无色;如显色,与黄绿色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

氧化钙 取新炽灼放冷的本品 5.0g,加水 30ml 与醋酸 70ml 溶解,煮沸 2 分钟,放冷,滤过,滤渣用稀醋酸洗涤,合并滤液与洗液,置 100ml 量瓶中,用稀醋酸稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。精密量取 10ml,加水 300ml,再加三乙醇胺溶液(3→10)10ml 与 45% 氢氧化钾溶液 10ml,放置 5 分钟,加钙紫红素指示剂 0.1g,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.01mol/L)滴定至溶液自紫红色转变为蓝色,并将滴定的结果用空白试验



校正。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.01mol/L)相当于 0.5608mg 的 CaO,本品含氧化钙不得过 0.50%。

**氯化物** 精密量取氧化钙项下供试品溶液 1ml,用水稀释成 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(0.14%)。

**硫酸盐** 精密量取氧化钙项下供试品溶液 2ml,用水稀释至 20ml,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(0.3%)。

**碳酸盐** 取本品 0.10g,加水 5ml,煮沸,放冷,加醋酸 5ml,不得煮沸。

**酸中不溶物** 取本品 2.0g,加水 75ml,再分次加盐酸少量,随加随搅拌,至不再溶解,煮沸 5 分钟,滤过,滤渣用水洗涤,至洗液不再显氯化物的反应,炽灼至恒重,遗留残渣不得过 2.0mg(0.10%)。

**可溶性物质** 取本品 1.0g,加水 100ml,煮沸 5 分钟,趁热滤过,滤液置水浴上蒸干,并在 105℃干燥 1 小时,遗留残渣不得过 2.0%。

**炽灼失重** 取本品 0.50g,炽灼至恒重,减失重量不得过 5.0%。

**铁盐** 取本品 50mg,加稀盐酸 2ml 与水 23ml 溶解后,依法检查(通则 0807),与标准铁溶液 2.5ml 制成的对照液比较,不得更深(0.05%)。

**锰盐** 取本品 1.0g,加水 20ml、硝酸 5ml、硫酸 5ml 与磷酸 1ml,加热煮沸 2 分钟,放冷,加高碘酸钾 2.0g,再煮沸 5 分钟,放冷,移入 50ml 比色管中,用无还原性的水(每 1000ml 水中加硝酸 3ml 与高碘酸钾 5g,煮沸 2 分钟,放冷)稀释至刻度,摇匀;与标准锰溶液(取在 400~500℃炽灼至恒重的无水硫酸锰 0.275g,置 1000ml 量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀。每 1ml 相当于 0.10mg 的 Mn)0.30ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.003%)。

**重金属** 取本品 0.50g,加稀盐酸 10ml 与水 5ml,加热溶解后,煮沸 1 分钟,放冷,滤过,滤液中加酚酞指示液 1 滴,滴加氨试液适量至溶液显淡红色,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml,加抗坏血酸 0.5g 溶解后,依法检查(通则 0821 第一法),5 分钟时比色,含重金属不得过百万分之四十。

**砷盐** 取本品 0.40g,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(0.0005%)。

**【含量测定】** 取本品 0.5g,精密称定,精密加硫酸滴定液(0.5mol/L)30ml 溶解后,加甲基橙指示液 1 滴,用氢氧化钠滴定液(1mol/L)滴定,根据消耗的硫酸量,减去混有的氧化钙(CaO)应消耗的硫酸量,即得供试量中 MgO 消耗的硫酸量。每 1ml 硫酸滴定液(0.5mol/L)相当于 20.15mg 的 MgO 或 28.04mg 的 CaO。

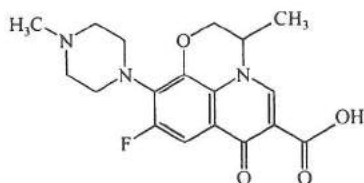
**【类别】** 抗酸药。

**【贮藏】** 密封保存。

## 氧 氟 沙 星

Yangfushaxing

Ofloxacin



$C_{18}H_{20}FN_3O_4$  361.37

本品为(±)-9-氟-2,3-二氢-3-甲基-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。按干燥品计算,含  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  不得少于 97.5%。

**【性状】** 本品为白色至微黄色结晶性粉末;无臭;遇光渐变色。

本品在水或甲醇中微溶或极微溶解;在冰醋酸或氢氧化钠试液中易溶,在 0.1mol/L 盐酸溶液中溶解。

**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  $-1^{\circ}$  至  $+1^{\circ}$ 。

**【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 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 氧氟沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取氧氟沙星对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 氧氟沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取氧氟沙星对照品与环丙沙星对照品各适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 氧氟沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 1mg 与环丙沙星 1mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(5:6:2)为展开剂。

**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,取出,晾干,置紫外光灯(254nm 或 365nm)下检视。

**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。

**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 1003 图)一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

**【检查】** **溶液的澄清度** 取本品 5 份,各 0.50g,分别用氢氧化钠试液 10ml 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,均不得更浓。

**吸光度** 取本品 0.10g,精密称定,精密加氢氧化钠试液 10ml 溶解后,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 0.25。

**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 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.2mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 2.4μg 的溶液。

**杂质 A 对照品溶液** 取杂质 A 对照品约 18mg,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** 取氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品与杂质 E 对照品各适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 1.2mg、环丙沙星与杂质 E 各 6μg 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 0.24μg 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 与高氯酸钠 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,以乙腈为流动相 B,按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;柱温为 40℃;检测波长为 294nm 与 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(294nm)中,氧氟沙星峰的保留时间约为 15 分钟;氧氟沙星峰与杂质 E 峰和氧氟沙星峰与环丙沙星峰间的分离度应分别大于 2.0 与 2.5。灵敏度溶液色谱图(294nm)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的主峰面积(0.2%),其他杂质峰面积的和(294nm)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。

**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 0.2%。

**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。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 氧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** 取本品约 60mg,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** 取氧氟沙星对照品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.12mg 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 与高氯酸钠 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。

**系统适用性溶液** 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。

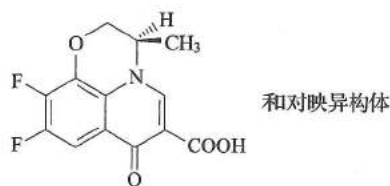
**【类别】** 喹诺酮类抗菌药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)氧氟沙星片 (2)氧氟沙星胶囊 (3)氧氟沙星眼膏 (4)氧氟沙星氯化钠注射液 (5)氧氟沙星滴耳液 (6)氧氟沙星滴眼液

附:

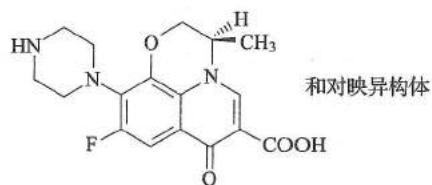
杂质 A



$C_{13}H_9F_2NO_4$  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



$C_{17}H_{18}FN_3O_4$  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



## 氧氟沙星片

Yangfushaxing Pian

Ofloxacin Tablets

本品含氧氟沙星( $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色至微黄色片或薄膜衣片,除去包衣后显类白色至微黄色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 氧氟沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使氧氟沙星溶解,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 1mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;照氧氟沙星项下的鉴别(1)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,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 6 $\mu$ g 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 294nm 的波长处有最大吸收。

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 中约含氧氟沙星 1.2mg 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 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 2.4 $\mu$ 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 中约含氧氟沙星 0.24 $\mu$ 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%),其他杂质峰面积的和(294nm)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 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 中约含氧氟沙星 4.5 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

对照品溶液 取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 4.5 $\mu$ 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 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(约相当于氧氟沙星 0.12g),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、色谱条件、系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法 见氧氟沙星含量测定项下。

【类别】 同氧氟沙星。

【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 氧氟沙星胶囊

Yangfushaxing Jiaonang

Ofloxacin Capsules

本品含氧氟沙星( $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ )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)称取本品内容物适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 5mg 氧氟沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使氧氟沙星溶解,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 1mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;照氧氟沙星项下的鉴别(1)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,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 6 $\mu$ 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 294nm 的波长处有最大吸收。

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 取本品内容物适量,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 1.2mg 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 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 2.4 $\mu$ 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 中约含氧氟沙星 0.24 $\mu$ 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%),其他杂质峰面积的和(294nm)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 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 2ml,置 50ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取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 4.5 $\mu$ 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 294nm 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(约相当于氧氟沙星 0.12g),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、色谱条件、系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法** 见氧氟沙星含量测定项下。

**【类别】** 同氧氟沙星。

**【规格】** 0.1g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 氧氟沙星眼膏

Yangfushaxing Yangao

Ofloxacin Eye Ointment

本品含氧氟沙星( $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色至黄色软膏或几乎无色至淡黄色凝胶型基质软膏。

**【鉴别】** (1)取本品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中约含氧氟沙星 1mg 的溶液,水浴加热 2 分钟后,充分振摇,滤过,取续滤液作为供试品溶液;照氧氟沙星项下的鉴别(1)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)取含量测定项下的供试品溶液适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 6 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 294nm 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** 取本品约 2g,精密称定,加石油醚(60~90℃)40ml,振摇,用 0.1mol/L 盐酸溶液振摇提取 3 次,每次 15ml,合并提取液,置 50ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀(适用于凡士林基质);或取本品约 2g,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 30ml,充分振摇使溶解,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀(适用于凝胶基质),滤过,取续滤液。

**对照品溶液、色谱条件、系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法** 见氧氟沙星含量测定项下。

**【类别】** 同氧氟沙星。

**【规格】** 0.3%

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 氧氟沙星氯化钠注射液

Yangfushaxing Lúhuana Zhushuye

Ofloxacin and Sodium Chloride Injection

本品为氧氟沙星与氯化钠的灭菌水溶液。含氧氟沙星( $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ )与氯化钠(NaCl)均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为淡黄绿色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品适量,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 1mg 的溶液,作为供试品溶液,照氧氟沙星项下的鉴别(1)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)本品显氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

(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】 pH 值** 应为 3.5~7.5(通则 0631)。

**吸光度** 取本品,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 0.03。

**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 中约含氧氟沙星 1.2mg 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 中含氧氟沙星 2.4μg 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 中含氧氟沙星 0.24μg 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,不得过氧氟沙星标示量的 0.3%;其他单个杂质(294nm)峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.2%),其他杂质峰面积的和(294nm)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。

**重金属** 取本品 20ml,置水浴上蒸干,残渣依法检查(通则 0821 第二法),含重金属不得过千万分之十。

**渗透压摩尔浓度** 渗透压摩尔浓度比应为 0.9~1.1(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% 无菌蛋白胨水溶液分次冲洗(每膜不少于 500ml),每管培养基中加入 0.1mol/L 硫酸锰溶液 1ml,以大肠埃希菌为阳性对照菌,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】 氧氟沙星** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 精密量取本品 15ml,置 25ml 量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,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、色谱条件、系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法** 见氧氟沙星含量测定项下。

**氯化钠** 精密量取本品 10ml,加水 30ml,加 2%糊精溶液 5ml 与荧光黄指示液 3~5 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。

**【类别】** 同氧氟沙星。

**【规格】** 100ml: 氧氟沙星 0.2g 与氯化钠 0.9g

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 氧氟沙星滴耳液

Yangfushaxing Di'erye

Ofloxacin Ear Drops

本品含氧氟沙星( $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为淡黄绿色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品适量,用乙醇稀释制成每 1ml 中含氧氟沙星 1mg 的溶液,作为供试品溶液;照氧氟沙星项下的

鉴别(1)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,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中含氧氟沙星 6μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 294nm 的波长处有最大吸收。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

**【检查】 pH 值** 应为 6.0~7.0(通则 0631)。

**吸光度** 取本品,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 0.04。

**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 中含氧氟沙星 1.2mg 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 中含氧氟沙星 2.4μg 的溶液。

**杂质 A 对照品溶液** 取杂质 A 对照品 18mg,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 50ml 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 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含氧氟沙星 0.24μg 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[除乙二胺四醋酸峰(相对保留时间约为 0.14)与羟苯甲酯峰(相对保留时间约为 1.7)外],杂质 A(238nm)按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.6%;其他单个杂质(294nm)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(0.4%),其他杂质峰面积的和(294nm)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。

**其他** 应符合耳用制剂项下有关的各项规定(通则 0126)。

**【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(约相当于氧氟沙星 6mg),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、色谱条件、系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法** 见氧氟沙星含量测定项下。

**【类别】** 同氧氟沙星。

**【规格】** (1)5ml: 15mg (2)8ml: 24mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 氧氟沙星滴眼液

Yangfushaxing Diyanye

Ofloxacin Eye Drops

本品含氧氟沙星( $C_{18}H_{20}FN_3O_4$ )应为标示量的 90.0%~



110.0%。

【性状】 本品为淡黄色或淡黄绿色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量,用乙醇稀释制成每 1ml 中含氧氟沙星 1mg 的溶液,作为供试品溶液,照氧氟沙星项下的鉴别(1)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,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中含氧氟沙星 6 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 294nm 的波长处有最大吸收。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 pH 值 应为 6.0~7.0(通则 0631)。

吸光度 取本品,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 0.04。

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 中含氧氟沙星 1.2mg 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 中含氧氟沙星 2.4 $\mu$ g 的溶液。

杂质 A 对照品溶液 取杂质 A 对照品约 12mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 6mol/L 氨溶液 0.6ml 与水适量使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 50ml 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 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含氧氟沙星 0.24 $\mu$ 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[除乙二胺四醋酸峰(相对保留时间约为 0.14)外],杂质 A(238nm)按外标法以峰面积计算,不得过标示量的 0.4%;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%),其他杂质峰面积的和(294nm)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 取本品,即得。

对照品溶液 取苯扎溴铵对照品适量,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 0.005mol/L 醋酸铵溶液(每 1000ml 中含三乙胺 10ml,用冰醋酸调节 pH 值至 5.0 $\pm$ 0.5)-乙腈(35:65)为流动相;检测波长为 214nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 苯扎溴铵峰的拖尾因子应小于 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 2ml(约相当于氧氟沙星 6mg),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、色谱条件、系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法 见氧氟沙星含量测定项下。

【类别】 同氧氟沙星。

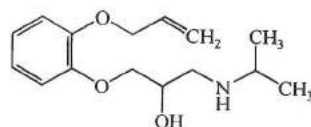
【规格】 (1)5ml:15mg (2)8ml:24mg (3)10ml:30mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 氧 烯 洛 尔

Yangxiluo'er

Oxprenolol



$C_{15}H_{23}NO_3$  265.21

本品为 1-邻烯丙氧基苯氧基-3-异丙氨基-2-丙醇。按干燥品计算,含  $C_{15}H_{23}NO_3$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末。

本品在乙醇或丙酮中易溶,在乙醚或三氯甲烷中略溶,在水中微溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 77~80℃。

【鉴别】 (1)取本品 0.1g,加乙醇 2ml 溶解后,滴加 0.1mol/L 高锰酸钾溶液 1ml,振摇数分钟,高锰酸钾颜色消褪,并产生棕色沉淀。

(2)取本品,加乙醇制成每 1ml 中含 40 $\mu$ g 的溶液,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】 干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器内减压干燥 24 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二十。

【含量测定】 取本品 0.15g,精密称定,加冰醋酸 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 26.52mg 的  $C_{15}H_{23}NO_3$ 。

【类别】 $\beta$  肾上腺素受体阻滞剂。

【贮藏】遮光,密封保存。

【制剂】氧烯洛尔片

## 氧烯洛尔片

Yangxiluo'er Pian

Oxprenolol Tablets

本品含氧烯洛尔( $C_{15}H_{23}NO_3$ )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 0.3g,加乙醇 5ml 振摇使氧烯洛尔溶解,滤过,取续滤液加高锰酸钾试液 1ml,振摇数分钟,高锰酸钾颜色消退,并产生棕色沉淀。

(2)取本品,加乙醇制成每 1ml 中含氧烯洛尔 40 $\mu$ 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 275nm 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】取本品 30 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于氧烯洛尔 0.2g),置碘瓶中,精密加三氯甲烷 50ml,振摇提取,滤过,精密量取续滤液 25ml,置锥形瓶中,加二甲基黄指示液 2 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显粉红色,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 26.52mg 的  $C_{15}H_{23}NO_3$ 。

【类别】同氧烯洛尔。

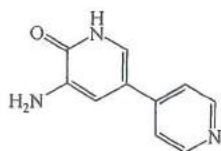
【规格】20mg

【贮藏】遮光,密封保存。

## 氨力农

Anlinong

Amrinone



$C_{10}H_9N_3O$  187.20

本品为 5-氨基-(3,4'-双吡啶)-6(1H)-酮。按干燥品计算,含  $C_{10}H_9N_3O$  不得少于 98.5%。

【性状】本品为淡黄色至淡黄棕色针状结晶或结晶性粉末;无臭;遇光色渐变深。

本品在甲醇中微溶,在乙醇中极微溶,在水中几乎不溶;在乳酸中溶解。

【鉴别】(1)取本品约 5mg,加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml 溶解后,加三硝基苯酚试液 1ml,即发生黄色沉淀。

(2)取本品,加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 317nm 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 809 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 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml,超声使溶解,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 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 1mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.2)-甲醇-乙腈(85:10:5)为流动相;检测波长为 274nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按氨力农峰计算不低于 2000,各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 5 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的主峰面积(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 0.2%。

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。

无菌 取本品,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 0.35g,精密称定,加盐酸溶液(20→70)70ml,照永停滴定法(通则 0701),用亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 18.72mg 的  $C_{10}H_9N_3O$ 。

【类别】强心药。

【贮藏】遮光,密封保存。

【制剂】注射用氨力农

## 注射用氨力农

Zhusheyong Anlinong

Amrinone for Injection

本品为氨力农的无菌粉末或结晶。含氨力农( $C_{10}H_9N_3O$ )应

为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色至淡黄棕色针状结晶或结晶性粉末。

【鉴别】 取本品,照氨力农项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的结果。

【检查】 酸度 取本品 1 瓶,加注射用氨力农专用溶剂 1 支使氨力农溶解,用水稀释制成每 1ml 中含氨力农 5mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.2~4.0。

溶液的澄清度 取本品 1 瓶,加注射用氨力农专用溶剂 1 支溶解,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 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于氨力农 25mg),置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml,超声使氨力农溶解,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 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 见氨力农有关物质项下。

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%)。

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)。

无菌 取本品,用注射用氨力农专用溶剂溶解后,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。

热原 取本品 2 支,分别加注射用氨力农专用溶剂 1 支溶解,再加氯化钠注射液制成每 1ml 中含氨力农 1.5mg 的溶液,依法检查(通则 1142),剂量按家兔体重每 1kg 缓慢注射 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(约相当于氨力农 25mg),置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量,振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取氨力农对照品适量,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 5μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液,在 317nm 波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同氨力农。

【规格】 50mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

附:

### 注射用氨力农专用溶剂

本品为乳酸的灭菌水溶液。含乳酸( $C_3H_6O_3$ )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,加高锰酸钾试液,加热,即发生乙醛的臭气。

【检查】 pH 值 应为 2.2~2.5(通则 0631)。

无菌 取本品,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】 精密量取本品 50ml,加水 10ml,摇匀。精密加氢氧化钠滴定液(1mol/L)25ml,煮沸 5 分钟,加酚酞指示液 2 滴,趁热用硫酸滴定液(0.5mol/L)滴定至溶液无色,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 90.08mg 的  $C_3H_6O_3$ 。

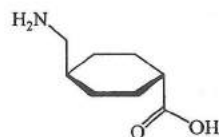
【规格】 5ml:80mg

【贮藏】 密闭保存。

## 氨 甲 环 酸

Anjiahuansuan

Tranexamic Acid



$C_8H_{15}NO_2$  157.21

本品为反-4-氨基环己烷甲酸。按干燥品计算,含  $C_8H_{15}NO_2$  不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇、丙酮、三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加水 5ml 溶解后,加茚三酮约 10mg,加热,渐显蓝紫色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 409 图)一致。

【检查】 碱度 取本品 0.50g,加水 10ml 溶解后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.0~8.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,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 7.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.014%)。

硫酸盐 取本品 0.50g,依法检查(通则 0802),与标准硫



酸钾溶液 3.5ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.07%)(供口服或注射用)或与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.04%)(供静脉输液用)。

**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,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取氨甲环酸与氨甲苯酸,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含氨甲环酸 0.2mg 与氨甲苯酸 2 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.23% 十二烷基硫酸钠溶液(取磷酸二氢钠 18.3g,加水 800ml 溶解,加三乙胺 8.3ml 混匀后,再加入十二烷基硫酸钠 2.3g,振摇使溶解,用磷酸调节 pH 值至 2.5,加水至 1000ml,摇匀)-甲醇(60:40)为流动相;检测波长为 220nm;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,调节流速,使氨甲环酸峰保留时间约为 13 分钟,氨甲环酸峰与氨甲苯酸峰的分度应大于 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,记录色谱图至主峰保留时间的 3 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,相对保留时间约 1.2 的环烯烃杂质峰面积乘以校正因子 0.005 后,不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%);氨甲苯酸峰面积乘以校正因子 0.006 后,不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%);相对保留时间约 1.5 的 Z-异构体峰面积乘以校正因子 1.2 后,不得大于对照溶液主峰面积 0.4 倍(0.2%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),环烯烃、氨甲苯酸、Z-异构体峰面积分别乘以校正因子后与其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

**易炭化物** 取本品 0.50g,依法检查(通则 0842),如显色,与黄绿色或橙黄色 0.5 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,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%。

**钡盐** 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后(溶液如不澄清,滤过),分为 2 等份:一份中加稀硫酸 1ml;另一份中加水 1ml,静置 15 分钟,两液应同样澄清。

**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 0.12g,精密称定,加冰醋酸 40ml 溶解后,加结晶紫指示液 1~2 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 15.72mg 的  $C_8H_{15}NO_2$ 。

**【类别】** 止血药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)氨甲环酸片 (2)氨甲环酸注射液 (3)氨甲环酸胶囊

## 氨甲环酸片

Anjiahuan Pian

Tranexamic Acid Tablets

本品含氨甲环酸( $C_8H_{15}NO_2$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【性状】** 本品为白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色。

**【鉴别】** (1)取本品细粉适量(约相当于氨甲环酸 0.5g),加水 5ml,振摇 15 分钟使氨甲环酸溶解,滤过,取滤液,加乙醚 2ml,搅匀,再加甲醇 10ml,搅匀,放置至析出结晶,滤过,结晶在 105℃ 干燥后,取约 0.1g,加水 5ml 溶解,加茚三酮约 10mg,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)取鉴别(1)项下剩余的结晶测定,其红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 409 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(约相当于氨甲环酸 0.25g),至 25ml 量瓶中,加水使氨甲环酸溶解并稀释至刻度,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氨甲环酸有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,相对保留时间约 1.2 的环烯烃峰面积乘以校正因子 0.005 后,不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%);氨甲苯酸峰面积乘以校正因子 0.006 后,不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%);相对保留时间约 1.5 的 Z-异构体杂质峰面积乘以校正因子 1.2 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的 0.4 倍(0.2%),环烯烃、氨甲苯酸、Z-异构体峰面积分别乘以校正因子后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(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** 取溶出液适量,滤过,取续滤液,必要时用

水定量稀释制成每 1ml 中约含氨甲环酸 0.14mg 的溶液。

**对照品溶液** 取氨甲环酸对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.14mg 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 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(约相当于氨甲环酸 0.1g),置 50ml 量瓶中,加水适量,振摇使氨甲环酸溶解,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 精密称取氨甲环酸对照品适量,加水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、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】** 同氨甲环酸。

**【规格】** (1)0.125g (2)0.25g (3)0.5g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 氨甲环酸注射液

Anjihuanuan Zhusheye

Tranexamic Acid Injection

本品为氨甲环酸的灭菌水溶液。含氨甲环酸( $C_8H_{15}NO_2$ )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 2ml,加水 3ml 稀释后,加茚三酮约 10mg,加热,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)取本品适量(约相当于氨甲环酸 0.5g),加乙醚 2ml,摇匀,再加甲醇 5ml,摇匀,放置至析出结晶,滤过,结晶置 105℃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 409 图)一致。

**【检查】 pH 值** 应为 6.5~8.0(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,加水稀释制成每 1ml 中约含氨甲环酸 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、色谱条件、系统适用性要求与测定法**

见氨甲环酸有关物质项下。

**限度** 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,相对保留时间约 1.2 的环烯烃峰面积乘以校正因子 0.005 后,不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),氨甲苯酸峰面积乘以校正因子 0.006 后,不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),相对保留时间约 1.5 的 Z-异构体杂质峰面积乘以校正因子 1.2 后,不得大于对照溶液主峰面积的 0.4 倍(0.2%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),环烯烃、氨甲苯酸、Z-异构体峰面积分别乘以校正因子后与其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 氨甲环酸中含内毒素的量应小于 0.15EU。

**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(约相当于氨甲环酸 0.1g),置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 精密称取氨甲环酸对照品适量,加水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、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】** 同氨甲环酸。

**【规格】** (1)2ml : 0.1g (2)2ml : 0.2g (3)5ml : 0.25g (4)5ml : 0.5g (5)10ml : 1.0g

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 氨甲环酸胶囊

Anjihuanuan Jiaonang

Tranexamic Acid Capsules

本品含氨甲环酸( $C_8H_{15}NO_2$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【鉴别】** (1)取本品细粉适量(约相当于氨甲环酸 0.1g),加水 5ml 溶解后,加茚三酮约 10mg,加热,溶液渐显蓝紫色。

(2)本品内容物的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 409 图)一致。

**【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(约相当于氨甲环酸 0.25g),加冰醋酸 40ml,振摇使氨甲环酸溶解,加结晶紫指示液 1~2 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 15.72mg 的  $C_8H_{15}NO_2$ 。



【类别】 同氨甲环酸。

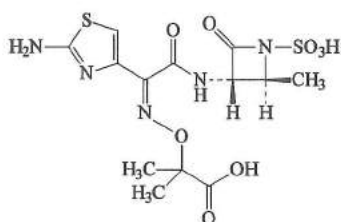
【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 氨 曲 南

Anqu'nan

Aztreonam



$C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$  435.43

本品为[2S-[2 $\alpha$ ,3 $\beta$ (Z)]]-2-[[[1-(2-氨基-4-噻唑基)-2-[(2-甲基-4-氧代-1-磺基-3-氮杂环丁基)氨基]-2-氧代亚乙基]氨基]氧]-2-甲基丙酸。按无水物计算,含  $C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$  应为 93.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在 *N,N*-二甲基甲酰胺或二甲基亚砷中溶解,在水或甲醇中微溶,在乙醇中极微溶解,在乙酸乙酯中几乎不溶。

【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 5mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-26^{\circ}$  至  $-32^{\circ}$ 。

【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 1176 图)一致。

【检查】 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 2.2~2.8。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 50mg,分别加水 10ml 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,与黄色或黄绿色 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 取本品约 0.1g,置 100ml 量瓶中,加流动相 A 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 A 稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取氨曲南对照品适量,用流动相 A 制成每 1ml 中含 1mg 的溶液,置紫外光灯(254nm)下照射 3 小时。

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(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈

(90:10)为流动相 A,以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)-乙腈(60:40)为流动相 B;先以流动相 A 等度洗脱,待氨曲南峰洗脱完毕后立即按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为 270nm;进样体积 20 $\mu$ 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
45	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,氨曲南峰与相邻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 1.5 倍(1.5%),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。

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 5ml 量瓶中,加 8%碳酸钠溶液溶解并稀释至刻度,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 8%碳酸钠溶液 1ml,混匀,密封。

对照品贮备液 精密称取甲醇约 60mg、乙醇约 100mg、二氯甲烷约 12mg,置同一 100ml 量瓶中,用 8%碳酸钠溶液稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 精密量取对照品贮备液 1ml,置顶空瓶中,再精密加入供试品贮备液 1ml,混匀,密封。

系统适用性溶液 取对照品贮备液 1ml,置顶空瓶中,加入 8%碳酸钠溶液 1ml,摇匀。

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  $40^{\circ}\text{C}$ ,维持 5 分钟,再以每分钟  $30^{\circ}\text{C}$  的速率升至  $200^{\circ}\text{C}$ ,维持 3 分钟;进样口温度为  $150^{\circ}\text{C}$ ;检测器温度为  $250^{\circ}\text{C}$ ;顶空瓶平衡温度为  $90^{\circ}\text{C}$ ,平衡时间为 15 分钟。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,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 按标准加入法以峰面积计算,乙醇的残留量不得超过 2.0%,甲醇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 2.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法测定(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,依法测定(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 2.34%精氨酸溶液(经 0.45 $\mu$ m 滤膜滤过)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 2.34%精氨酸溶液(经 0.45 $\mu$ 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 $\mu$ m 及 10 $\mu$ m 以上的微粒不得过 6000 个,含 25 $\mu$ m 及 25 $\mu$ 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 氨曲南中含内毒素的量应小于 0.17EU。(供注射用)

**无菌** 取本品 9g,加无菌 2.34%精氨酸溶液 100ml 使溶解,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** 取本品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取氨曲南对照品适量,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** 取经紫外光灯(254nm)下照射 24 小时后的本品适量,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;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用 1mol/L 磷酸溶液调节 pH 值至 3.0 $\pm$ 0.1)-甲醇(80:20)为流动相;检测波长为 270nm;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,氨曲南峰与氨曲南 E 异构体峰(相对保留时间约 1.6)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。

**【类别】** 单环  $\beta$ -内酰胺类抗生素。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

**【制剂】** 注射用氨曲南

## 注射用氨曲南

Zhusheyong Anqu'nan

Aztreonam for Injection

本品为氨曲南加适量助溶剂精氨酸制成的无菌粉末或无菌冻干品。按无水、无精氨酸物计算,含氨曲南( $C_{13}H_{17}N_5O_6S_2$ )应为 91.0%~103.0%;按平均装量计算,含氨曲南( $C_{13}H_{17}N_5O_6S_2$ )应为标示量的 90.0%~115.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色粉末或疏松块状物。

**【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】 酸碱度** 取本品,加水制成每 1ml 中含氨曲南 0.1g 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 4.5~7.5。

**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 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** 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中含氨曲南 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。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见氨曲南有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中,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%),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。

**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 $\mu$ m 及 10 $\mu$ m 以上的微粒不得过 6000 个,含 25 $\mu$ m 及 25 $\mu$ 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 $\mu$ m 及 10 $\mu$ m 以上的微粒不得过 6000 个,含 25 $\mu$ m 及 25 $\mu$ m 以上的微粒不得过 600 个。

**无菌** 取本品,加 0.9%无菌氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 90mg 的溶液,经薄膜过滤法处理,依法检查(通则 1101),应符合规定。

**水分与细菌内毒素** 照氨曲南项下的方法检查,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,混合均匀,精密称取适量(约相当于氨曲南 0.1g),置 500ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取氨曲南对照品约 20mg 与精氨酸对照品约 16mg,精密称定,置同一 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取经紫外光灯(254nm)下照射 24 小时后的本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含氨曲南 0.2mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以含 0.019mol/L 庚烷磺酸钠的 0.025mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.6)-甲醇(80:20)为流动相;流速为每分钟 1.5ml;检测波长为 206nm;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,氨曲南峰与氨曲南 E 异构体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供试品中  $C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$  和  $C_6H_{14}N_4O_2$  的含量。

【类别】 同氨曲南。

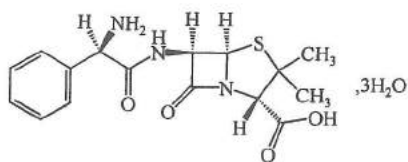
【规格】 (1)0.5g (2)1.0g (3)2.0g

【贮藏】 遮光,密闭,在凉暗处保存。

## 氨苄西林

Anbiamxilin

Ampicillin



$C_{16}H_{19}N_3O_4S \cdot 3H_2O$  403.45

本品为(2S,5R,6R)-3,3-二甲基-6-[(R)-2-氨基-2-苯乙酰氨基]-7-氧代-4-硫杂-1-杂双环[3.2.0]庚烷-2-甲酸三水合物。按无水物计算,含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)不得少于 96.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;味微苦。

本品在水中微溶,在乙醇、乙醚或不挥发油中不溶;在稀酸溶液或稀碱溶液中溶解。

**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 2.5mg 的溶液,在 60℃ 水浴上加热使溶解,冷却,依法测定(通则 0621),比旋度为 +280° 至 +305°。

【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(取无水磷酸氢二钠 0.50g 与磷酸二氢钾 0.301g,加水溶解使成 1000ml, pH 值为 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取氨苄西林对照品适量,加上述磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取供试品溶液与对照品溶液等量混合。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以丙酮-水-甲苯-冰醋酸(65:10:10:2.5)为展开剂。

**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,喷以 0.3% 茚三酮乙醇显色液,在 90℃ 加热至出现斑点。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液所显主斑点应为单一斑点。

**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 658 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 2.5mg 的溶液,在 60℃ 水浴上加热使溶解,放冷,依法测定(通则 0631),pH 值应为 3.5~5.5。

**溶液的澄清度** 取本品 5 份,各 0.60g,分别加 1mol/L 盐酸溶液 5ml 使溶解后,立即检查;另取本品 5 份,各 0.60g,分别加 2mol/L 氢氧化铵溶液 5ml 使溶解后,立即检查,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。

**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 3mg 的溶液。

**对照品溶液** 取氨苄西林对照品适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30μg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取氨苄西林系统适用性对照品适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;流动相 A 为 12% 醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-水(0.5:50:50:900);流动相 B 为 12% 醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-水(0.5:50:400:550);先以流动相 A-流动相 B(85:15)等度洗脱,待氨苄西林峰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 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	85	15
30	0	100
45	0	100
50	85	15
60	85	15

**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,按外标法以氨苄西林峰计算,单个杂质不得过 1.0%,各杂质的总量不得过 3.0%,小于对照品溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

**N,N-二甲基苯胺** 照气相色谱法(通则 0521)测定。

**内标溶液** 精密称取萘适量,加环己烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

**供试品溶液** 取本品约 1.0g,精密称定,置具塞试管中,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,精密加入内标溶液 1ml,强烈振荡,静置,取上层液。

**对照品溶液** 取 N,N-二甲基苯胺 50mg,精密称定,置



50ml 量瓶中,加盐酸 2ml 和水 20ml,振摇混匀后,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 250ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置具塞试管中,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,精密加入内标溶液 1ml,强烈振摇,静置,取上层液。

**色谱条件** 以硅酮(OV-17)为固定相,涂布浓度为 3%;柱温为 120℃;进样体积 2 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,N,N-二甲基苯胺峰与内标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,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。

**限度** 按内标法以峰面积比值计算,N,N-二甲基苯胺的量不得过百万分之二十。

**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 12.0%~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 0.5%。

**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** 取本品适量(约相当于氨苄西林,按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计 50mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,用有关物质项下的流动相 A 溶解并稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取氨苄西林对照品适量,精密称定,加有关物质项下的流动相 A 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)1mg 的溶液,摇匀。

**系统适用性溶液** 取氨苄西林和头孢拉定各适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林 0.3mg 和头孢拉定 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;以有关物质项下的流动相 A-流动相 B(85:15)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,氨苄西林峰与头孢拉定峰间的分离度应大于 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  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  的含量。

**【类别】**  $\beta$ -内酰胺类抗生素,青霉素类。

**【贮藏】** 遮光,严封,在干燥处保存。

**【制剂】** 氨苄西林丙磺舒颗粒。

## 氨苄西林丙磺舒颗粒

Anbianxilin Binghuangshu Keli

### Ampicillin and Probenecid Granules

本品为氨苄西林与丙磺舒的混合制剂[氨苄西林(按

$C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)与丙磺舒( $C_{13}H_{19}NO_4S$ )标示量之比为 7:2],含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)与丙磺舒( $C_{13}H_{19}NO_4S$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色颗粒。

**【鉴别】** (1) 取本品细粉适量(约相当于氨苄西林,按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计 20mg),加水 12ml 溶解后,滤过,取续滤液 6ml,加碱性酒石酸铜试液 0.5ml,即显紫色。

(2) 取本品细粉适量(约相当于丙磺舒 250mg),加丙酮 20ml 溶解,滤过,取续滤液滴加适量的水使析出沉淀,沉淀用水洗涤数次;取在 105℃ 干燥后的沉淀 5mg,加氢氧化钠试液 0.2ml,用水稀释至 2ml,加三氯化铁试液 1 滴,即生成黄色沉淀。

(3) 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品细粉适量,加丙酮溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)1mg 的溶液,静置,取上清液。

**对照品溶液** 取氨苄西林对照品及丙磺舒对照品各适量,加丙酮溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)1mg 及丙磺舒 0.28mg 的混合溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以丙酮-水-三乙胺(18:1.8:0.2)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,在氨蒸气饱和下展开,取出,晾干后置紫外光灯(254nm)下检视。

**结果判定** 供试品溶液所显两个主斑点的位置和颜色应与对照品溶液两个主斑点的位置和颜色相同。

(4) 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。

以上(3)、(4)两项可选做一项。

**【检查】 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 6.0%。

**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** 取装量差异项下的内容物适量(约相当于氨苄西林,按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计 75mg),置 25ml 量瓶中,加临用新制的 0.5%碳酸钠溶液 2.5ml 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。

**系统适用性溶液** 取氨苄西林系统适用性对照品适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相 A 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;流动相 A 为 12% 醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-水(0.5:50:50:900);流动相 B 为 12% 醋酸溶液-0.2mol/L



磷酸二氢钾溶液-乙腈-水(0.5 : 50 : 400 : 550);先以流动相 A-流动相 B(85 : 15)等度洗脱,待氨苄西林峰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 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	85	15
10	0	100
100	0	100
105	85	15
115	85	15

**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,氨苄西林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中两主峰面积之和的 2 倍(2.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中两主峰面积之和的 5 倍(5.0%),小于灵敏度溶液中氨苄西林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** 以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)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,取续滤液。

**对照品溶液** 取氨苄西林对照品与丙磺舒对照品各适量,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)0.2mg 与丙磺舒 0.06mg 的混合溶液。

**溶剂、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。分别计算每袋中氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)与丙磺舒的溶出量。

**限度** 均为标示量的 75%,均应符合规定。

**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。

**溶剂** 乙腈-pH 5.0 磷酸盐缓冲液(取 1mol/L 磷酸二氢钠溶液 10ml 与 1mol/L 醋酸溶液 1ml,加水至 1000ml)(45 : 55)。

**供试品溶液** 取装量差异项下的内容物,研细,精密称取适量(约相当于氨苄西林,按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计 0.1g),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)1mg 与丙磺舒 0.28mg 的溶液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取氨苄西林对照品与丙磺舒对照品各适量,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)1mg 与丙磺舒 0.28mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取氨苄西林对照品和丙磺舒对照品各适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)1mg 与丙磺舒 0.28mg 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-磷酸盐缓冲液(取无水磷酸二氢钠 6.00g、十二烷基硫酸钠 5.78g 与冰醋酸 10ml,加水至 1000ml,用磷酸调节 pH 值至 2.5)(45 : 55)为流动相,检测波长为 233nm;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,氨苄西林峰与丙磺舒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,供试品中氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)与丙磺舒( $C_{13}H_{19}NO_4S$ )的含量。

**【类别】** 抗生素类药。

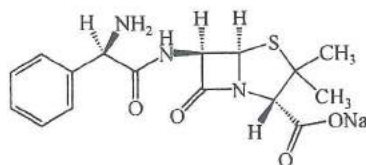
**【规格】** 0.25g[氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)0.1945g 与丙磺舒 0.0555g]

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 氨苄西林钠

Anbianxilina

Ampicillin Sodium



$C_{16}H_{18}N_3NaO_4S$  371.39

本品为(2S,5R,6R)-3,3-二甲基-6-[(R)-2-氨基-2-苯乙酰氨基]-7-氧代-4-硫杂-1-氮杂双环[3.2.0]庚烷-2-甲酸钠盐。按无水物计算,含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)不得少于 85.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色的粉末或结晶性粉末;无臭或微臭;有引湿性。

本品在水中易溶,在乙醇中略溶,在乙醚中不溶。

**比旋度** 取本品,精密称定,用 0.4% 邻苯二甲酸氢钾溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +258° 至 +287°。

**【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(取无水磷酸二氢钠 0.50g 与磷酸二氢钾 0.301g,加水溶解使成 1000ml, pH 值为 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取氨苄西林对照品适量,加上述磷酸盐缓



冲液(pH 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)1mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取供试品溶液与对照品溶液等量混合。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以丙酮-水-甲苯-冰醋酸(65:10:10:2.5)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,喷以 0.3%茚三酮乙醇显色液,在 90℃加热至出现斑点。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液所显主斑点应为单一斑点。

**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)取本品 0.25g,加水 5ml 溶解,加 2mol/L 醋酸溶液 0.5ml,摇匀后,于冰浴静置 10 分钟,用垂熔漏斗滤取析出物,用丙酮-水(9:1)混合溶液 2~3ml 洗涤,置 60℃干燥 30 分钟,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氨苄西林三水物的对照图谱(光谱集 1283 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】 碱度** 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,室温放置 10 分钟后,依法测定(通则 0631),pH 值应为 8.0~10.0。

**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,精密称定,加流动相 A 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)3mg 的溶液。

**对照品溶液** 取氨苄西林对照品适量,精密称定,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)30 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取氨苄西林系统适用性对照品适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 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 12% 醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-水(0.5:50:50:900);流动相 B 为 12% 醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-水(0.5:50:400:550);先以流动相 A-流动相 B(85:15)等度洗脱,待氨苄西林峰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 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	85	15
30	0	100
45	0	100
50	85	15
60	85	15

**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,按外标法以氨苄西林峰计算,氨苄西林二聚物的量不得过 4.5%,其他单个杂质的量不得过 2.0%,其他各杂质总量不得过 5.0%。

**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 0.3g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水 3ml 使溶解,密封。

**对照品溶液** 分别取丙酮、乙酸乙酯、异丙醇、二氯甲烷、甲基异丁基酮、甲苯和正丁醇各适量,精密称定,加水定量稀释制成每 1ml 中分别含丙酮 0.5mg、乙酸乙酯 0.5mg、异丙醇 0.5mg、二氯甲烷 0.2mg、甲基异丁基酮 0.5mg、甲苯 89 $\mu$ g 与正丁醇 0.5mg 的混合溶液,精密量取 3ml,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(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℃的速率升温至 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,按丙酮、乙酸乙酯、异丙醇、二氯甲烷、甲基异丁基酮、甲苯与正丁醇顺序出峰,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,二氯甲烷的残留量不得过 0.2%,丙酮、乙酸乙酯、异丙醇、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 0.8%。

**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%。

**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 2g,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 $\mu$ m 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。(供无菌分装用)

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)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,加有关物质项下的流动相 A 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)1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取氨苄西林对照品适量,精密称定,加有关物质项下的流动相 A 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)1mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取氨苄西林与头孢拉定各适量,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林 0.3mg 与头孢拉定 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;以有关物质项下的流动相 A-流动相 B(85:15)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,氨苄西林峰与头孢拉定峰间的分离度应大于 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  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  的含量。

**【类别】**  $\beta$ -内酰胺类抗生素,青霉素类。

**【贮藏】** 严封,在干燥处保存。

**【制剂】** 注射用氨苄西林钠

## 注射用氨苄西林钠

Zhusheyong Anbianxilinna

Ampicillin Sodium for Injection

本品为氨苄西林钠的无菌粉末。按无水物计算,含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)不得少于 85.0%;按平均装量计算,含氨苄西林(按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计)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。

**【鉴别】** 取本品,照氨苄西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,精密称定,加流动相 A 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)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、测定法与限度** 见氨苄西林钠有关物质项下。

**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 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 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 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 及 25 $\mu$ m 以上的微粒不得过 600 粒。

**碱度、细菌内毒素与无菌** 照氨苄西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,加有关物质项下的流动相 A 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)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** 见氨苄西林钠含量测定项下。

**【类别】** 同氨苄西林钠。

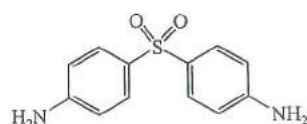
**【规格】** 按  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  计算 (1)0.5g (2)1.0g (3)2.0g

**【贮藏】** 密闭,在干燥处保存。

## 氨 苄 砒

Anbenfeng

Dapsone



$C_{12}H_{12}N_2O_2S$  248.31

本品为 4,4'-磺酰基双苯胺。按干燥品计算,含  $C_{12}H_{12}N_2O_2S$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色的结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在丙酮中易溶,在甲醇中溶解,在乙醇中略溶,在水中几乎不溶;在稀盐酸中溶解。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 176~181℃。

【鉴别】(1)取本品,加甲醇制成每 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 261nm 与 296nm 的波长处有最大吸收。其吸光度分别为 0.35~0.38 与 0.59~0.62。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 412 图)一致。

(3)本品显芳香第一胺类的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

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

对照溶液(1) 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 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 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以甲苯-丙酮(2:1)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以含 0.5%亚硝酸钠的 0.1mol/L 盐酸溶液,数分钟后,再喷以 0.1%二盐酸萘基乙二胺溶液。

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;如有 1~2 点超过时,应不得深于对照溶液(2)的主斑点。

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 0.25g,精密称定,加水 30ml 与盐酸溶液(1→2)20ml,照永停滴定法(通则 0701),用亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.42mg 的 C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S。

【类别】抗麻风病药。

【贮藏】密封保存。

【制剂】氨苯砒片

## 氨苯砒片

Anbenfeng Pian

Dapsone Tablets

本品含氨苯砒(C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S)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,加甲醇制成每 1ml 中约含氨苯砒 5 $\mu$ g 的溶液,滤过,取滤液照氨苯砒项下鉴别(1)项试验,显相

同的结果。

(2)取本品的细粉适量(约相当于氨苯砒 0.1g),加丙酮 20ml,搅拌,使氨苯砒溶解,滤过,滤液蒸干,残渣照氨苯砒项下的鉴别(3)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 第一法)测定。

溶出条件 以盐酸 20ml 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(50mg 规格)或精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含氨苯砒 50 $\mu$ g 的溶液(0.1g 规格)。

对照品溶液 取氨苯砒对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 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 25ml 量瓶中,各加氢氧化钠试液 5ml,摇匀,用水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 290nm 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】取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于氨苯砒 0.25g),照氨苯砒项下的方法测定。每 1ml 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于 12.42mg 的 C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S。

【类别】同氨苯砒。

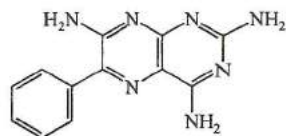
【规格】(1)50mg (2)100mg

【贮藏】密封保存。

## 氨苯蝶啶

Anbendieding

Triamterene



C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>N<sub>7</sub> 253.27

本品为 2,4,7-三氨基-6-苯基蝶啶。按干燥品计算,含 C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>N<sub>7</sub> 不得少于 98.5%。

【性状】本品为黄色结晶性粉末;无臭或几乎无臭。

本品在水、乙醇、三氯甲烷或乙醚中不溶;在冰醋酸中极微溶解,在稀盐酸或稀硫酸中几乎不溶。

【鉴别】(1)取本品约 10mg,加稀硫酸 5ml,振摇数分钟后,滤过,滤液显蓝绿色荧光;用水稀释后,荧光即加强。再将此溶液分成 2 份:一份加氨试液使成碱性,转变为蓝紫色荧光;另一份加 10%氢氧化钠溶液使成碱性,荧光即消失。

(2)取本品,加 10%醋酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中



约含 5 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 360nm 的波长处有最大吸收。

【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 20mg,加二甲基亚砜 4ml 使溶解,用甲醇稀释至 25ml。

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 取氨苯蝶啶 20mg 及茶碱 20mg,加二甲基亚砜 4ml 使溶解,用甲醇稀释至 25ml。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(9:1:1)为展开剂。

测定法 吸取上述三种溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干。

系统适用性要求 置紫外光灯(254nm)下检视,系统适用性溶液应显两个清晰分离的斑点。

限度 置紫外光灯(365nm)下检视,供试品溶液如显杂质斑点,其荧光强度与对照溶液的主斑点比较,不得更强。

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 0.1g,精密称定,加冰醋酸 20ml,加热使溶解,放冷,加醋酐 10ml 与喹哪啶红指示液 2 滴,用高氯酸滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液的红色消失,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 12.66mg 的 C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>N<sub>7</sub>。

【类别】 利尿药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 氨苯蝶啶片

## 氨苯蝶啶片

Anbendieding Pian

Triamterene Tablets

本品含氨苯蝶啶(C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>N<sub>7</sub>)应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为黄色片。

【鉴别】 取本品细粉适量(约相当于氨苯蝶啶 10mg),照氨苯蝶啶项下的鉴别(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 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。

对照品溶液 取氨苯蝶啶对照品 10mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加冰醋酸 1ml 与溶出介质适量,振摇使溶解,

用溶出介质稀释至刻度,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 357nm 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 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于氨苯蝶啶 50mg),置烧杯中,加冰醋酸与水各 25ml,小心加热,搅拌使氨苯蝶啶溶解,放冷,移至 500ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 100ml 量瓶中,用稀醋酸稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 360nm 的波长处测定吸光度,按 C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>N<sub>7</sub> 的吸收系数(E<sub>1cm</sub><sup>1%</sup>)为 843 计算。

【类别】 同氨苯蝶啶。

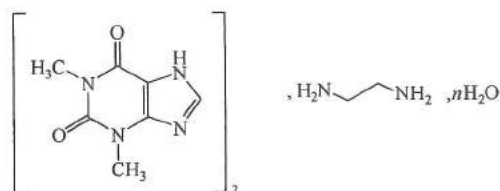
【规格】 50mg

【贮藏】 密封保存。

## 氨茶碱

Anchajian

Aminophylline



$n=0, C_7H_8N_4O_2 \cdot 2Cl^-$  420.43

$n=2, C_7H_8N_4O_2 \cdot 2H_2O \cdot 2Cl^-$  456.46

本品为 1,3-二甲基-3,7-二氢-1H-嘌呤-2,6-二酮-1,2-乙二胺盐二水合物或无水物。按无水物计算,含无水茶碱(C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)应为 84.0%~87.4%,含乙二胺(C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)应为 13.5%~15.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色的颗粒或粉末,易结块;微有氨臭;在空气中吸收二氧化碳,并分解成茶碱;水溶液显碱性反应。

本品在水中溶解,在乙醇中微溶,在乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 0.2g,加水 10ml 溶解后,不断搅拌,滴加稀盐酸 1ml 使茶碱析出,滤过;滤渣用少量水洗涤后,在 105℃ 干燥 1 小时,其红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 272 图)一致。

(2)取本品约 30mg,加水 1ml 溶解后,加 1% 硫酸铜溶液 2~3 滴,振摇,溶液初显紫色;继续滴加硫酸铜溶液,渐变蓝紫色,最后成深蓝色。

(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】溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50g,加新沸放冷的水 10ml,微热使溶解,溶液应澄清无色,如显色,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 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品 0.20g,加水 2ml,微热使溶解,放冷,用甲醇稀释至 10ml,摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,用甲醇稀释至 200ml,摇匀。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以正丁醇-丙酮-三氯甲烷-浓氨溶液(40:30:30:10)为展开剂。

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

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。

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%;如为无水氨茶碱[C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>(C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>],含水分不得过 1.5%。

炽灼残渣 不得过 0.1%(通则 0841)。

【含量测定】无水茶碱 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

溶剂 甲醇-水(1:4)。

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 中约含无水茶碱 0.08mg 的溶液。

对照品溶液 取茶碱对照品适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含无水茶碱 0.08mg 的溶液。

系统适用性溶液 取茶碱对照品与可可碱对照品各适量,加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中各含 0.064mg 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-0.12%戊烷磺酸钠溶液(20:80)(用冰醋酸调节 pH 值至 2.9 $\pm$ 0.1)为流动相;检测波长为 254nm;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,理论板数按茶碱峰计算不低于 2000,茶碱峰与可可碱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。

乙二胺 取本品约 0.25g,精密称定,加水 25ml 使溶解,加茜素磺酸钠指示液 8 滴,用硫酸滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显黄色。每 1ml 硫酸滴定液(0.05mol/L)相当于 3.005mg 的 C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>。

【类别】平滑肌松弛药、利尿药。

【贮藏】遮光,密封保存。

【制剂】(1)氨茶碱片 (2)氨茶碱注射液 (3)氨茶碱氯化钠注射液 (4)氨茶碱缓释片

## 氨茶碱片

Anchajian Pian

Aminophylline Tablets

本品含无水茶碱(C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)应为氨茶碱标示量的 74.0%~84.0%,含乙二胺(C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)不得少于氨茶碱标示量的 11.25%。

【性状】本品为白色至微黄色片。

【鉴别】取本品的细粉适量(约相当于氨茶碱 0.5g),加水 20ml,研磨浸渍后,滤过,滤液显碱性反应;取滤液照氨茶碱项下的鉴别(1)、(2)项试验,显相同的结果。

【检查】含量均匀度(20mg 规格) 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml 与水 15ml,振摇 10 分钟使氨茶碱溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中含氨茶碱 10 $\mu$ g 的溶液,作为供试品溶液。照含量测定无水茶碱项下的方法测定, $A=|79-\bar{X}|$ ,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 800ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 10 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 0.01mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含氨茶碱 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 275nm 的波长处测定吸光度,按 C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub> 的吸收系数(E<sub>1cm</sub><sup>1%</sup>)为 650 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】无水茶碱 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(约相当于氨茶碱 0.1g),置 200ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 20ml 与水 60ml,振摇 10 分钟使氨茶碱溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 250ml 量瓶中,用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 275nm 的波长处测定吸光度,按 C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub> 的吸收系数(E<sub>1cm</sub><sup>1%</sup>)为 650 计算。

乙二胺 精密称取上述研细的粉末适量(约相当于氨茶碱 0.5g),加水 50ml,微温使氨茶碱溶解,放冷,加茜素磺酸钠指示液 8 滴,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显黄色。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 3.005mg 的 C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>。

【类别】同氨茶碱。

【规格】按 C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>(C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 计 (1)20mg (2)30mg (3)100mg (4)200mg

【贮藏】遮光,密封保存。



## 氨茶碱注射液

Anchajian Zhushuye

## Aminophylline Injection

本品为氨茶碱的灭菌水溶液。含无水茶碱( $C_7H_8N_4O_2$ )应为氨茶碱标示量的 74.0%~84.0%，含乙二胺( $C_2H_8N_2$ )应为氨茶碱标示量的 13.0%~20.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄明液体。

【鉴别】 取本品适量，照氨茶碱项下的鉴别(1)、(2)项试验，显相同的结果。

【检查】 pH 值 不得过 9.6(通则 0631)。

颜色 取本品，应无色；如显色，取本品[规格(1)、(2)、(4)]，或取本品适量[规格(3)]，用水稀释制成每 1ml 中含氨茶碱 0.125g 的溶液，与黄色或黄绿色 3 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 中含氨茶碱 2.5mg 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 取茶碱对照品和可可碱对照品各适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各含 10 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 1.36g，加水 100ml 使溶解，加冰醋酸 5ml，再加水稀释至 1000ml，摇匀)-乙腈(93:7)为流动相；检测波长为 271nm；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，理论板数按茶碱峰计算不低于 5000，可可碱峰与茶碱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，记录色谱图至茶碱峰保留时间的 3 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰(除相对茶碱峰的保留时间约为 0.3 之前的辅料峰与苯甲醇峰外)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

细菌内毒素 取本品，依法检查(通则 1143)，每 1mg 氨茶碱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】 无水茶碱 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 0.01mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含氨茶碱 10 $\mu$ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液，在 275nm 的波长处测定吸光度，按  $C_7H_8N_4O_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 650 计算。

乙二胺 精密量取本品适量(约相当于氨茶碱 0.25g)，加水 50ml，摇匀，加茜素磺酸钠指示液 8 滴，用盐酸滴定液(0.1mol/L)

滴定至溶液显黄色。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 3.005mg 的  $C_2H_8N_2$ 。

【类别】 同氨茶碱。

【规格】 按  $C_7H_8N_4O_2 \cdot (C_7H_8N_4O_2)_2 \cdot 2H_2O$  计 (1)2ml: 0.125g (2)2ml: 0.25g (3)2ml: 0.5g (4)10ml: 0.25g

【贮藏】 遮光，密闭保存。

## 氨茶碱氯化钠注射液

Anchajian Lühuana Zhushuye

## Aminophylline and Sodium Chloride Injection

本品为氨茶碱与氯化钠的灭菌水溶液。含无水茶碱( $C_7H_8N_4O_2$ )应为氨茶碱标示量的 74.0%~84.0%，含乙二胺( $C_2H_8N_2$ )应为氨茶碱标示量的 13.0%~20.0%，含氯化钠(NaCl)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品约 5ml，加氨-氯化铵缓冲液(pH 8.0)3ml，再加铜吡啶试液 1ml，摇匀后，加三氯甲烷 5ml，振摇，三氯甲烷层显绿色。

(2)取本品约 5ml，加 1%硫酸铜溶液 2~3 滴，振摇，溶液显紫色；继续滴加硫酸铜溶液，渐变蓝紫色，最后成蓝色。

(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 8.0~9.5(通则 0631)。

颜色 取本品，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，即得。

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 取茶碱对照品与可可碱对照品各适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各含 10 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 1.36g，加水 100ml 使溶解，加冰醋酸 5ml，再用水稀释至 1000ml，摇匀)-乙腈(93:7)为流动相；检测波长为 271nm；进样量 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，理论板数按茶碱峰计算不低于 5000，可可碱峰与茶碱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，记录色谱图至茶碱峰保留时间的 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%)。

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 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三。



**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 270~330mOsmol/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 0.50 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】 无水茶碱** 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 0.01mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含氨茶碱 10 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 取供试品溶液,在 275nm 的波长处测定吸光度,按  $C_7H_8N_4O_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 650 计算。

**乙二胺** 精密量取本品 50ml,加茜素磺酸钠指示液 8 滴,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显黄色。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 3.005mg 的  $C_2H_8N_2$ 。

**氯化钠** 精密量取本品 10ml,加水 40ml,照电位滴定法(通则 0701),用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定,所消耗的硝酸银滴定液(0.1mol/L)的毫升数减去用上法测得的无水茶碱所消耗的硝酸银滴定液(0.1mol/L)的毫升数,计算。每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 18.02mg 的  $C_7H_8N_4O_2$ ;每 1ml 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 5.844mg 的 NaCl。

**【类别】** 同氨茶碱。

**【规格】** 100ml : 氨茶碱[按  $C_7H_8N_4O_2$  ( $C_7H_8N_4O_2$ )<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O 计]0.25g 与氯化钠 0.9g

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 氨茶碱缓释片

Anchajian Huanshipian

Aminophylline Sustained-release Tablets

本品含无水茶碱( $C_7H_8N_4O_2$ )应为氨茶碱标示量的 74.0%~84.0%,含乙二胺( $C_2H_8N_2$ )不得少于氨茶碱标示量的 11.25%。

**【性状】** 本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色至微黄色。

**【鉴别】** 取本品的细粉适量(约相当于氨茶碱 0.5g),加水 20ml,研磨浸渍后,滤过,滤液显碱性反应;取滤液照氨茶碱项下的鉴别(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 第一法)测定。

**溶出条件** 以稀盐酸溶液(24→1000)1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,在 2 小时、4 小时与 6 小时时分别取溶液 10ml,并即时向溶出杯中补充相同温度相同体积的溶出介质。

**测定法** 分别取 2 小时、4 小时与 6 小时时的溶出液,滤过,精密量取续滤液各 5ml,分别加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 4.5ml,用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中含氨茶碱 10 $\mu$ g 的溶液,摇匀,照紫外可见分光光度法(通则

0401),在 275nm 的波长处分别测定吸光度,按  $C_7H_8N_4O_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 650 分别计算每片在不同时间的溶出量。

**限度** 2 小时、4 小时与 6 小时时的溶出量应分别为标示量的 25%~45%、35%~55%和 50%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】 无水茶碱** 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(约相当于氨茶碱 0.1g),置 200ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 20ml 与水 60ml,振摇使氨茶碱溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 250ml 量瓶中,用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 取供试品溶液,在 275nm 的波长处测定吸光度,按  $C_7H_8N_4O_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 650 计算。

**乙二胺** 精密称取上述研细的粉末适量(约相当于氨茶碱 0.8g),置 100ml 量瓶中,加水适量,微温使氨茶碱溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 50ml,加茜素磺酸钠指示液 8 滴,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显黄色。每 1ml 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 3.005mg 的  $C_2H_8N_2$ 。

**【类别】** 同氨茶碱。

**【规格】** 按  $C_7H_8N_4O_2$  ( $C_7H_8N_4O_2$ )<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O 计 (1)0.1g (2)0.2g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 氨基己酸

Anjijisuan

Aminocaproic Acid



$C_6H_{13}NO_2$  131.17

本品为 6-氨基己酸。按干燥品计算,含  $C_6H_{13}NO_2$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

**【鉴别】** (1)取本品与氨基己酸对照品各适量,分别加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液,作为供试品溶液与对照品溶液。吸取上述两种溶液各 2 $\mu$ l,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 415



图)一致。

**【检查】 碱度** 取本品 5.0g,加新沸过的冷水 25ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.5~8.0。

**溶液的澄清度与颜色** 取碱度项下的溶液,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,且放置 24 小时后,澄清度仍不得浓于 1 号浊度标准液。

**硫酸盐** 取本品 1.0g,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%)。

**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 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** 取氨基己酸与亮氨酸各约 10mg,置同一 25ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以正丁醇-水-冰醋酸(60:20:20)为展开剂。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开 15cm 后,晾干,喷以 0.2% 茚三酮溶液[取茚三酮 0.2g,加正丁醇-2mol/L 醋酸溶液(95:5)100ml 使溶解,即得],在 100~105℃加热 15 分钟,检视。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液应显示两个完全分离的斑点。

**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(0.5%)。

**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。

**钙盐** 取本品 1.0g,加水 20ml 溶解后,加氨试液 2ml,摇匀,分为二份;一份中加草酸铵试液 1ml,另一份加水 1ml,摇匀,放置 5 分钟,两份溶液应同样澄清。

**砷盐** 取本品 1.0g,加水 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 0.2g,精密称定,加甲醛溶液 5ml 溶解后,加乙醇 20ml 与酚酞指示液 2 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显微红色;另取新沸过的冷水 15ml,加甲醛溶液 5ml 与乙醇 20ml 作空白试验校正,即得。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 13.12mg 的  $C_6H_{13}NO_2$ 。

**【类别】** 止血药。

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。

**【制剂】** 氨基己酸注射液

## 氨基己酸注射液

Anjijisuan Zhushuye

### Aminocaproic Acid Injection

本品为氨基己酸的灭菌水溶液。含氨基己酸( $C_6H_{13}NO_2$ )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 0.2ml,加水 5ml,加茚三酮约 5mg,加热,溶液应显蓝紫色。

(2)取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液,作为供试品溶液;另取氨基己酸对照品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 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 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适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 0.05mg 的溶液。

**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示两个明显的斑点。

**系统适用性溶液、色谱条件与测定法** 见氨基己酸有关物质项下。

**限度** 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液主斑点比较,不得更深(0.5%)。

**己内酰胺** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**溶剂** 取己烷磺酸钠 0.55g,加水溶解并稀释至 1000ml,即得。

**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 10mg 的溶液,摇匀。

**对照品溶液** 取己内酰胺对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

**系统适用性溶液** 取本品适量,置 105℃加热 24 小时,用水稀释制成每 1ml 中约含氨基己酸 10mg 的溶液,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;取磷酸二氢钾 10g,加溶剂 600ml 使溶解,加甲醇 250ml 混匀后,用磷酸调节 pH 值至 2.2,用溶剂稀释至 1000ml 作为流动相;检测波长为 210nm;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,己内酰胺峰与相邻色谱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己内酰胺峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过氨基己酸标示

量的 0.15%。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 氨基己酸中含内毒素的量应小于 0.016EU。

**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(约相当于氨基己酸 0.2g),加甲醛溶液 5ml,摇匀,加乙醇 20ml 与酚酞指示液 2 滴,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定;另取新沸过的冷水 15ml,加甲醛溶液 5ml 与乙醇 20ml 作空白试验校正,即得。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 13.12mg 的  $C_6H_{13}NO_2$ 。

**【类别】** 同氨基己酸。

**【规格】** (1)10ml:2g (2)20ml:4g

**【贮藏】** 密闭保存。

## 氨酚待因片(I)

Anfen Daiyin Pian(I)

### Paracetamol and Codeine Phosphate Tablets(I)

本品每片中含对乙酰氨基酚( $C_8H_9NO_2$ )应为 475~525mg;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 7.56~9.24mg。

**【处方】**

对乙酰氨基酚	500g
磷酸可待因	8.4g
辅料	适量
制成	1000 片

**【性状】** 本品为白色片。

**【鉴别】** (1)取本品细粉约 0.1g,加水 10ml,振摇使对乙酰氨基酚溶解,滤过,滤液加三氯化铁试液,即显蓝紫色。

(2)取本品细粉约 0.1g,加稀盐酸 5ml,置水浴上加热 30 分钟,放冷,取该溶液 0.5ml,滴加亚硝酸钠试液 5 滴,摇匀,加水 3ml 稀释后,加碱性  $\beta$ -萘酚试液 2ml,振摇即显红色。

(3)取本品细粉约 0.5g,加水 5ml,振摇使磷酸可待因溶解,滤过,滤液置分液漏斗中,滴加氨试液使成碱性,加三氯甲烷 10ml,振摇,分取三氯甲烷液,置水浴上蒸干,残渣中加含亚硒酸 2.5mg 的硫酸 0.5ml,立即显绿色,渐变为蓝色。

(4)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** 磷酸可待因 取本品 1 片,在乳钵中研细,加水分次转移至 250ml 量瓶中,照含量测定项下方法自“加水 200ml”起,依法测定磷酸可待因的含量,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,滤膜滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 精密量取含量测定项下的对照品溶液 5ml,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 20 $\mu$ 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(约相当于磷酸可待因 8.4mg、对乙酰氨基酚 0.5g),置 250ml 量瓶中,加水 200ml,超声使磷酸可待因与对乙酰氨基酚溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取磷酸可待因对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含磷酸可待因 30 $\mu$ g 与对乙酰氨基酚 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 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇-四氢呋喃(800:100:37.5)(用磷酸调节 pH 值至 4.0)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按磷酸可待因峰计不低于 2500,磷酸可待因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。按外标法以峰面积计算。在计算磷酸可待因含量时,将结果乘以 1.068。

**【类别】** 镇痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 氨酚待因片(II)

Anfen Daiyin Pian(II)

### Paracetamol and Codeine Phosphate Tablets(II)

本品每片中含对乙酰氨基酚( $C_8H_9NO_2$ )应为 270~330mg;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 13.5~16.5mg。

**【处方】**

对乙酰氨基酚	300g
磷酸可待因	15g
辅料	适量
制成	1000 片

**【性状】** 本品为白色片。



【鉴别】(1)取本品细粉约 0.1g,加水 10ml,振摇使对乙酰氨基酚溶解,滤过,滤液加三氯化铁试液,即显紫色。

(2)取本品细粉约 0.5g,加水 5ml,振摇使磷酸可待因溶解,滤过,滤液置分液漏斗中,滴加氨试液使成碱性,加三氯甲烷 10ml,振摇,分取三氯甲烷液,置水浴上蒸干,残渣中加含亚硒酸 2.5mg 的硫酸 0.5ml,立即显绿色,渐变为蓝色。

(3)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品细粉约 0.2g,置具塞锥形瓶中,加甲醇 25ml,振摇使对乙酰氨基酚与磷酸可待因溶解,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取对乙酰氨基酚对照品与磷酸可待因对照品各适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含对乙酰氨基酚 6mg 与磷酸可待因 0.3mg 的混合溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(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 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,先置紫外光灯(254nm)下检视,再喷以稀碘化铋钾试液显色。

结果判定 紫外光灯(254nm)下检视时,供试品溶液所显两种成分主斑点的位置应与对照品溶液的主斑点相同。显色后,供试品溶液应显一个与对照品溶液中磷酸可待因位置和颜色相同的斑点。

(4)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。

以上(3)、(4)两项可选做一项。

【检查】含量均匀度 磷酸可待因 取本品 1 片,置乳钵中,加水研磨溶解,用水分次洗入 50ml 量瓶中,超声 10 分钟,用水稀释至刻度,摇匀,经滤膜(孔径不得大于 0.45 $\mu$ m)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,作为供试品溶液;另取磷酸可待因对照品约 15mg,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 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,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,滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 精密量取含量测定项下对照品溶液 5ml,置 10ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 20 $\mu$ 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(约相当于磷酸可待因 15mg、对乙酰氨基酚 0.3g),置 250ml 量瓶中,加水 200ml,超声使磷酸可待因与对乙酰氨基酚溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,取续滤液。

对照品溶液 取磷酸可待因对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含磷酸可待因 60 $\mu$ g 与对乙酰氨基酚 1.2mg 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 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇-四氢呋喃(800:100:37.5)(用磷酸调节 pH 值至 4.0)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 10 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按磷酸可待因峰计算不低于 2500,对乙酰氨基酚峰与磷酸可待因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。在计算磷酸可待因含量时,将结果乘以 1.068。

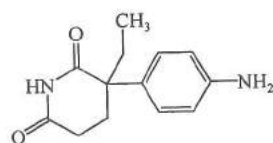
【类别】镇痛药。

【贮藏】遮光,密封保存。

## 氨 鲁 米 特

Anlumite

Aminogluthethimide



C<sub>13</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 232.28

本品为 3-乙基-3-(4-氨基苯基)-2,6-吡啶二酮。按干燥品计算,含 C<sub>13</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 不得少于 99.0%。

【性状】本品为白色结晶性粉末。

本品在丙酮中易溶,在甲醇或三氯甲烷中溶解,在乙醇中略溶,在水中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 150~153℃。

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 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 242nm 的波长处测定吸光度,吸收系数(E<sub>1%</sub><sup>1cm</sup>)为 489~519。

【鉴别】(1)取本品约 10mg,加糠醛溶液(取糠醛 10 滴,加冰醋酸 10ml,摇匀)3 滴,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 417 图)一致。

【检查】酸碱度 取本品 10mg,加甲醇 0.5ml,溶解后,加水 10ml,摇匀,依法测定(通则 0631),pH 值应为 6.2~7.3。

**硫酸盐** 取本品 0.25g,加稀盐酸 1ml,加水适量使溶解,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 0.5ml 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,加醋酸盐缓冲液(pH 5.0)(取 0.1mol/L 醋酸溶液 120ml 与 0.1mol/L 氢氧化钾溶液 100ml,用水稀释至 250ml,用稀醋酸或 0.1mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 5.0 后,用水稀释至 1000ml,摇匀)-甲醇(50:50)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,用上述溶剂稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-醋酸盐缓冲液(pH 5.0)(27:73)为流动相;检测波长为 240nm;进样体积 10 $\mu$ 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 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 0.2g,精密称定,加冰醋酸 30ml 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 23.23mg 的  $C_{13}H_{16}N_2O_2$ 。

**【类别】** 肾上腺皮质激素抑制药,抗肿瘤药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 氨鲁米特片

## 氨鲁米特片

Anlumite Pian

Aminoglutethimide Tablets

本品含氨鲁米特( $C_{13}H_{16}N_2O_2$ )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(约相当于氨鲁米特 10mg),照氨鲁米特项下的鉴别(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 242nm 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** 以盐酸溶液(7→1000)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。

**供试品溶液** 取溶出液约 10ml,滤过,精密量取续滤液适量,用磷酸盐缓冲液(pH 7.4)定量稀释制成每 1ml 中约含 12.5 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取氨鲁米特对照品约 12.5mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(7→1000)溶解并稀释至刻度,精密量取 5ml 置 50ml 量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 7.4)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 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 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于氨鲁米特 20mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,置温水浴中加热 10 分钟使氨鲁米特溶解,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置另一 100ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 取供试品溶液,在 242nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{13}H_{16}N_2O_2$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 504 计算。

**【类别】** 同氨鲁米特。

**【规格】** (1)0.125g (2)0.25g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 氨糖美辛肠溶片

Antangmeixin Changrong Pian

Glucosamine Indometacin

Enteric-coated Tablets

本品含吲哚美辛( $C_{15}H_{15}ClNO_4$ )应为标示量的 90.0%~110.0%;含盐酸氨基葡萄糖( $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

**【处方】**

吲哚美辛	25g
盐酸氨基葡萄糖	75g
辅料	适量
制成	1000 片

**【性状】** 本品为肠溶衣片,除去包衣后,显类白色至淡黄色。

**【鉴别】** (1)取本品 1 片,除去包衣后研细,加水 10ml 研匀,使盐酸氨基葡萄糖溶解,滤过,取滤液 4ml,加茚三酮约 2mg,加热,溶液显紫色。

(2)取含量测定项下的细粉适量(约相当于吲哚美辛



10mg),加水 10ml 与 20%氢氧化钠溶液 3 滴,振摇,使吡唑美辛溶解,滤过;取滤液 1ml,加 0.1%亚硝酸钠溶液 0.3ml,加热至沸,放冷,加盐酸 0.5ml,应显绿色,放置后,渐变黄色。

(3)在含量测定吡唑美辛项下记录的色谱图中,供试品溶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)在含量测定盐酸氨基葡萄糖项下记录的色谱图中,供试品溶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)鉴别(1)项下的滤液显氯化物的鉴别(1)反应(通则 0301)。

**【检查】 有关物质(吡唑美辛)** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品 5 片,除去包衣后,研细,称取细粉适量(约相当于吡唑美辛 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使吡唑美辛溶解,放冷,用 50%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用 50%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**灵敏度溶液** 取对照溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,用 50%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1mol/L 冰醋酸溶液(50:50)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 50 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按吡唑美辛峰计算不低于 2000,吡唑美辛峰与相邻杂质峰间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,吡唑美辛峰高的信噪比不得小于 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,记录供试品溶液的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%)。

**溶出度(吡唑美辛)** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法方法 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,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 取酸中溶出量检查项下 2 小时后的转篮,随即浸入预热至 37℃的磷酸盐缓冲液(pH 6.8)1000ml 中,转速不变,继续依法操作,经 45 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 320nm 的波长处测定吸光度,按

$C_{19}H_{16}ClNO_4$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 196 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。

**吡唑美辛** 供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于吡唑美辛 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使吡唑美辛溶解,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 50%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取吡唑美辛对照品适量,精密称定,加甲醇适量,超声使溶解,放冷,用 50%甲醇溶液定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质(吡唑美辛)项下。进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 见有关物质(吡唑美辛)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。

**盐酸氨基葡萄糖** 供试品溶液 精密称取吡唑美辛含量测定项下的细粉适量(约相当于盐酸氨基葡萄糖 150mg),置 50ml 量瓶中,加乙腈-水(1:1)混合溶液适量,振摇使盐酸氨基葡萄糖溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

**对照品溶液** 取盐酸氨基葡萄糖对照品适量,精密称定,用乙腈-水(1:1)混合溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 3mg 的溶液。

**色谱条件** 用氨基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm $\times$ 250mm,5 $\mu$ m),以磷酸盐缓冲溶液(取磷酸氢二钾 3.5g,加水适量使溶解,加氨水 0.25ml,用水稀释至 1000ml,摇匀,用磷酸调节 pH 值至 7.5)-乙腈(25:75)为流动相;流速为每分钟 1.5ml;柱温 35℃;检测波长为 195nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按氨基葡萄糖峰计算不低于 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】** 消炎镇痛药。

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉干燥处保存。

## 氨糖美辛肠溶胶囊

Antangmeixin Changrong Jiaonang

Glucosamine Indometacin Enteric Capsules

本品含吡唑美辛( $C_{19}H_{16}ClNO_4$ )应为标示量的 90.0%~110.0%,含盐酸氨基葡萄糖( $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。



## 【处方】

吡罗美辛	25g
盐酸氨基葡萄糖	75g
辅料	适量
制成	1000 粒

【性状】 本品内容物为类白色颗粒。

【鉴别】 (1) 取含量测定项下的细粉适量(约相当于盐酸氨基葡萄糖 75mg), 加水 10ml 研匀, 使盐酸氨基葡萄糖溶解, 滤过, 取滤液 4ml, 加茚三酮约 2mg, 加热, 溶液显紫色。

(2) 取含量测定项下的细粉适量(约相当于吡罗美辛 10mg), 加水 10ml 与 20% 氢氧化钠溶液 3 滴, 振摇, 使吡罗美辛溶解, 滤过; 取滤液 1ml, 加 0.1% 亚硝酸钠溶液 0.3ml, 加热至沸, 放冷, 加盐酸 0.5ml, 应显绿色, 放置后, 渐变黄色。

(3) 在含量测定吡罗美辛项下记录的色谱图中, 供试品溶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) 在含量测定盐酸氨基葡萄糖项下记录的色谱图中, 供试品溶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) 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(吡罗美辛) 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(约相当于吡罗美辛 50mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声使吡罗美辛溶解, 放冷, 用 50% 甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用 50% 甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀。

灵敏度溶液 取对照溶液 1ml, 置 10ml 量瓶中, 用 50% 甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-0.1mol/L 冰醋酸溶液(50 : 50)为流动相; 检测波长为 254nm; 进样体积 50 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按吡罗美辛峰计算不低于 2000, 吡罗美辛峰与相邻杂质峰间的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中, 吡罗美辛峰高的信噪比不得小于 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, 记录供试品溶液的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%)。

溶出度(吡罗美辛) 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法方法 2)测定。

酸中溶出量 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 小时时取样。

供试品溶液 取溶出液适量, 滤过, 取续滤液。

测定法 取供试品溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 320nm 的波长处测定吸光度, 按  $C_{19}H_{16}ClNO_4$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 196 计算每粒的溶出量。

限度 应不大于标示量的 10%。

缓冲液中溶出量 溶出条件 在酸中溶出量项下 2 小时取样后的溶出杯中, 随即加预热至 37℃ 的 0.235mol/L 磷酸氢二钠溶液 400ml, 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, 取续滤液。

测定法 见酸中溶出量项下。

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。

吡罗美辛 供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 混合均匀, 研细, 精密称取适量(约相当于吡罗美辛 50mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声使吡罗美辛溶解, 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 50% 甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取吡罗美辛对照品适量, 精密称定, 加甲醇适量, 超声使溶解, 放冷, 用 50% 甲醇溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 见有关物质(吡罗美辛)项下。进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 见有关物质(吡罗美辛)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。

盐酸氨基葡萄糖 供试品溶液 取装量差异项下的内容物, 混合均匀, 研细, 精密称取适量(约相当于盐酸氨基葡萄糖 150mg), 置 50ml 量瓶中, 加乙腈-水(1 : 1)混合溶液适量, 振摇使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

对照品溶液 取盐酸氨基葡萄糖对照品适量, 精密称定, 用乙腈-水(1 : 1)混合溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 3mg 的溶液。

色谱条件 用氨基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm  $\times$  250mm, 5 $\mu$ m), 以磷酸盐缓冲溶液(取磷酸氢二钾 3.5g, 加水适量使溶解, 加氨水 0.25ml, 用水稀释至 1000ml, 摇匀, 用磷酸调节 pH 值至 7.5)-乙腈(25 : 75)为流动相; 流速为每分钟 1.5ml; 柱温 35℃; 检测波长为 195nm; 进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按氨基葡萄糖峰计算不低于 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】 消炎镇痛药。

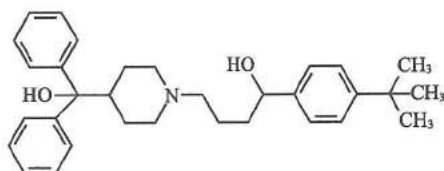
【贮藏】 遮光, 密封, 在阴凉干燥处保存。



## 特 非 那 定

Tefeinading

Terfenadine

 $C_{32}H_{41}NO_2$  471.68

本品为  $\alpha$ -(4-叔丁基苯基)-4-(羟基二苯甲基)-1-哌啶丁醇,按干燥品计算,含  $C_{32}H_{41}NO_2$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;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 147~151℃。

【鉴别】 (1)取本品约 60mg,加枸橼酸的饱和醋酐溶液(临用新制)2~3 滴,在水浴上加热 2~3 分钟,即显红色。

(2)取本品 30mg,加硫的二硫化碳溶液(2→100)2 滴,加热,即发生硫化氢臭,能使湿润的醋酸铅试纸显黑色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 244 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 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 含 50 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以甲醇-三氯甲烷(8:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,在碘蒸气中显色。

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。

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 0.2%。

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 0.3g,精密称定,加醋酐 20ml,微温使溶解,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 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 47.17mg 的  $C_{32}H_{41}NO_2$ 。

【类别】 抗组胺药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 特非那定片

## 特 非 那 定 片

Tefeinading Pian

Terfenadine Tablets

本品含特非那定( $C_{32}H_{41}NO_2$ )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(约相当于特非那定 60mg),照特非那定鉴别项下的(1)和(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】 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 取溶出液适量,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取特非那定对照品适量,精密称定,加冰醋酸适量(不多于 5ml),超声使特非那定溶解,用盐酸溶液(9→1000)定量稀释制成每 1ml 中约含 65 $\mu$ 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 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(约相当于特非那定 60mg),置 100ml 量瓶中,加流动相约 80ml,超声使特非那定溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取特非那定对照品适量,精密称定,加流动相适量,超声使溶解,并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.6mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸缓冲液(取磷酸 3.5ml,加水 450ml,混匀,加三乙胺 11ml,混匀,用三乙胺或磷酸调节 pH 值至 7.0,用水稀释至 500ml,混匀)-甲醇(20:80)为流动相;检测波长为 235nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按特非那定峰计算不低于 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】 同特非那定。

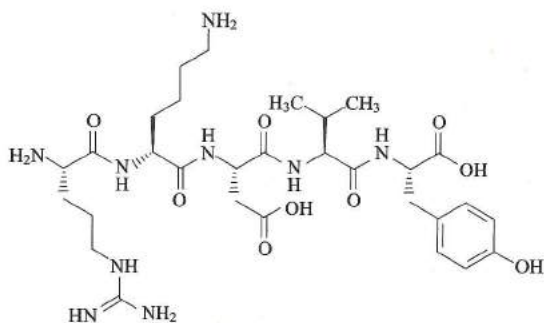
【规格】 60mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 胸腺五肽

Xiongxiawutai

Thymopentin

 $C_{30}H_{49}N_9O_9$  679.77

本品系由五个氨基酸组成的合成多肽,为  $N$ -[ $N$ -[ $N^2$ -L-精氨酸-L-赖氨酸]-L- $\alpha$ -天门冬氨酸]-L-缬氨酸]-L-酪氨酸。按无水、无溶剂与无醋酸物计算,含胸腺五肽( $C_{30}H_{49}N_9O_9$ )应为 97.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或疏松块状物。

本品在水中极易溶,在乙醇中微溶,在乙酸乙酯、乙醚或石油醚中不溶。

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 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),以无水、无溶剂与无醋酸物计算,比旋度为  $-14.0^\circ$  至  $-22.0^\circ$ 。

【鉴别】 (1)取本品 1mg,加水 1ml 溶解后,加双缩脲试液(取硫酸铜 0.15g,加酒石酸钾钠 0.6g,加水 50ml,搅拌下加入 10%氢氧化钠溶液 30ml,加水至 100ml,即得)1ml,即显蓝紫色或紫红色。

(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)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】 氨基酸比值 取本品适量,加盐酸溶液(1→2),于  $110^\circ\text{C}$  水解 24 小时后,照适宜的氨基酸分析方法测定。以精氨酸、门冬氨酸、赖氨酸、酪氨酸、缬氨酸的摩尔数总和除以 5 作为 1,计算各氨基酸的相对比值,精氨酸、门冬氨酸、赖氨酸、酪氨酸、缬氨酸均应为 0.8~1.2。

碱度 取本品适量,加水 5ml 使溶解并稀释制成每 1ml 中含 1mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.0~9.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5mg,加水 5ml 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。

醋酸 取本品适量,精密称定,加稀释液[流动相 A(通则 0872)-甲醇(95:5)]溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,作为供试品溶液。照合成多肽中的醋酸测定法(通则 0872)测定,含醋酸不得过 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。

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)-甲醇(90:10)为流动相;检测波长为 275nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按胸腺五肽峰计算不低于 1200。

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 2.5 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(1.0%),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%)。

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,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 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。

对照品贮备液 分别精密称取甲醇、乙醇、乙醚、乙腈、二氯甲烷、四氢呋喃、吡啶、 $N,N$ -二甲基甲酰胺适量,置 100ml 量瓶中,加 10ml 二甲亚砜使溶解,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 10ml 量瓶中,用内标溶液稀释至刻度,摇匀(每 1ml 分别含甲醇 300 $\mu$ g、乙醇 500 $\mu$ g、乙醚 500 $\mu$ g、乙腈 41 $\mu$ g、二氯甲烷 60 $\mu$ g、四氢呋喃 72 $\mu$ g、吡啶 20 $\mu$ g、 $N,N$ -二甲基甲酰胺 88 $\mu$ g),精密量取 1ml,置 20ml 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,0.32mm $\times$ 30m;起始温度为  $40^\circ\text{C}$ ,维持 4 分钟,以每分钟  $10^\circ\text{C}$  的速率升温至  $140^\circ\text{C}$ ,维持 1 分钟,再以每分钟  $20^\circ\text{C}$  的速率升温至  $220^\circ\text{C}$ ,维持 3 分钟;检测器温度为  $250^\circ\text{C}$ ;进样口温度为  $230^\circ\text{C}$ ;顶空瓶平衡温度为  $90^\circ\text{C}$ ,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、乙醇、乙醚、乙腈、二氯甲烷、四氢呋喃、吡啶、 $N,N$ -二甲基甲酰胺的顺序出峰,各峰间的分离度均应符合要求。

测定法 分别取供试品溶液和对照品溶液顶空进样,记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、乙醚、乙腈、二氯甲烷、四氢呋喃、吡啶、 $N,N$ -二甲基甲酰胺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,含水分不得过 5.0%。

【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 中含 0.5mg 的溶液。

对照品溶液 取胸腺五肽对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 见有关物质项下。







氨酰-L-α-天冬氨酸-L-苏氨酸-L-丝氨酸-L-丝氨酸-L-α-谷氨酰-L-异亮氨酸-L-苏氨酸-L-苏氨酸-L-赖氨酸-L-α-天冬氨酸-L-亮氨酸-L-赖氨酸-L-α-谷氨酰-L-赖氨酸-L-赖氨酸-L-α-谷氨酰-L-缬氨酸-L-缬氨酸-L-α-谷氨酰-L-α-谷氨酰-L-丙氨酸-L-α-谷氨酰-L-天冬酰胺。按无水、无醋酸盐计算,含胸腺法新( $C_{129}H_{215}N_{33}O_{55}$ )应为 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或疏松块状物。

本品在三氟醋酸中溶解,在水中微溶,在乙醇和乙醚中不溶。

【比旋度】 取本品,精密称定,加 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 7.0)(取磷酸二氢钾 2.72g,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 116.4ml 溶解,用水稀释至 1000ml)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),以无水、无醋酸盐计算,比旋度为-100.0°至-110.0°。

【鉴别】 (1)取本品约 2mg,加水 1ml 溶解后,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】 氨基酸比值 取本品适量,加盐酸溶液(1→2),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、谷氨酸、丙氨酸、亮氨酸、异亮氨酸、赖氨酸的摩尔数总和除以 19 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 3.4~4.6,谷氨酸 5.4~6.6,丝氨酸 2.4~3.6,苏氨酸 2.4~3.6,丙氨酸 2.7~3.3,缬氨酸 2.4~3.6,亮氨酸 0.8~1.2,异亮氨酸 0.8~1.2,赖氨酸 3.4~4.6。

溶液的澄清度与颜色 取本品适量,加 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 7.0)(取磷酸二氢钾 2.72g,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 116.4ml 溶解,用水稀释至 1000ml)溶解并稀释制成每 1ml 中含 1.6mg 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。如显浑浊,与 1 号浊度标准液比较,不得更浓。

醋酸 取本品适量,精密称定,加稀释液[0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(95:5)]溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 2.0mg 的溶液,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 取本品适量,加 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中含胸腺法新 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用上述缓冲液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取胸腺法新对照品与杂质 I 对照品各适量,加 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中含胸腺法新 0.5mg 与杂质 I 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;以硫酸铵缓冲液(取硫酸铵 26.4g,磷酸 25ml 加水溶解并稀释至 2000ml)-乙腈(90:10)为流动相 A,以硫酸铵缓冲液-乙腈(50:50)为流动相 B;按下表进行梯度洗脱;柱温为 50℃;检测波长为 210nm;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	88	12
45	82	18
50	50	50
51	88	12
60	88	12

系统适用性要求 调节洗脱梯度表 45 分钟处的流动相 B 的比例使胸腺法新的保留时间约为 30 分钟。系统适用性溶液色谱图中,理论板数按胸腺法新峰计算不低于 2000,杂质 I 峰与胸腺法新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。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除溶剂峰和醋酸峰外,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 2 倍(4.0%),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)测定,含水分不得过 5.0%。

【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 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并定量稀释制成每 1ml 中含胸腺法新 0.5mg 的溶液。

对照品溶液 取胸腺五肽对照品适量,精密称定,加 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 7.0)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、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】 免疫调节药。

【贮藏】 遮光,密封,2~8℃ 保存。

【制剂】 注射用胸腺法新

附:

杂质 I

N-Acetyl-D-Ser-Asp-Ala-Ala-Val-Asp-Thr-Ser-Ser-Glu-Ile-Thr-Thr-Lys-Asp-Leu-Lys-Glu-Lys-Lys-Glu-Val-Val-Glu-Glu-Ala-Glu-Asn-OH

$C_{129}H_{215}N_{33}O_{55}$  3108.28

[D-Ser<sup>1</sup>]-胸腺法新

## 注射用胸腺法新

Zhusheyong Xiongqianfaxin

Thymalfasin for Injection

本品为胸腺法新加适量赋形剂制成的无菌冻干品。含胸



腺法新( $C_{129}H_{215}N_{33}O_{55}$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物。

【鉴别】 取本品,每支加水 1ml 溶解后,照胸腺法新项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 酸碱度 取本品,每支加水 5ml 溶解,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,每支加水 1ml 溶解,依法检查(通则 0902 第一法和通则 0901 第一法),溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液比较,不得更浓。

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)。

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 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中含胸腺法新 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 2ml,置 100ml 量瓶中,用上述缓冲液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求、测定法与限度 见胸腺法新有关物质项下。

水分 取本品适量,照水分测定法(通则 0832 第一法)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 胸腺法新中含内毒素的量应小于 10EU。

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 取本品 10 瓶,每瓶精密加入 0.02mol/L 磷酸盐缓冲液(pH 7.0)3ml 使溶解。

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 见胸腺法新含量测定项下。

【类别】 同胸腺法新。

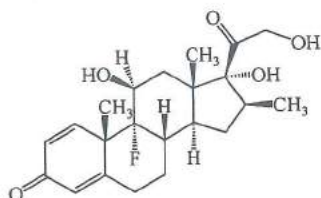
【规格】 1.6mg

【贮藏】 遮光,密闭,2~8℃ 保存。

## 倍他米松

Beitamison

Betamethasone



$C_{22}H_{29}FO_5$  392.47

本品为 16 $\beta$ -甲基-11 $\beta$ ,17 $\alpha$ ,21-三羟基-9 $\alpha$ -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%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇中略溶,在二氧六环中微溶,在水或三氯甲烷中几乎不溶。

比旋度 取本品适量,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 +115°至 +121°。

吸收系数 取本品适量,精密称定,加乙醇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 239nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ )为 382~406。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加甲醇 1ml,微温溶解后,加热的碱性酒石酸铜试液 1ml,生成砖红色沉淀。

(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。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 418 图)一致。

(4)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 取本品适量,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 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取地塞米松对照品适量,加供试品溶液适量并用流动相稀释制成每 1ml 中含倍他米松与地塞米松各 40 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(25:75)为流动相;检测波长为 240nm;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,倍他米松峰与地塞米松峰之间的分离度应大于 1.9。

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,峰面积在对照溶液主峰面积 0.5~1.0 倍(0.5%~1.0%)之间的杂质峰不得超过 1 个,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中主峰面积的 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 0.01 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 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,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取倍他米松对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40 $\mu$ 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)倍他米松片 (2)倍他米松乳膏



## 倍他米松片

Beitamisong Pian

### Betamethasone Tablets

本品含倍他米松( $C_{22}H_{29}FO_5$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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 取溶出液滤过,取续滤液。

对照品溶液 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 0.28mg 的溶液,精密量取 2ml,置 1000ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 100 $\mu$ 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 75%,应符合规定。

含量均匀度 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加流动相适量,超声使倍他米松溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心(转速为每分钟 4000 转)20 分钟,取上清液作为供试品溶液。另取倍他米松对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定,计算含量,应符合规定(通则 0941)。

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(约相当于倍他米松 2mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,超声使倍他米松溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,离心(转速为每分钟 4000 转)20 分钟,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 见倍他米松含量测定项下。

【类别】 同倍他米松。

【规格】 0.5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 倍他米松乳膏

Beitamisong Rugao

### Betamethasone Cream

本品含倍他米松( $C_{22}H_{29}FO_5$ )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(约相当于倍他米松 1mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,置 80℃ 水浴中加热 2 分钟,振摇使倍他米松溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,置冰浴中冷却 2 小时,迅速用有机相滤膜(0.45 $\mu$ m)滤过,弃去初滤液 10ml,取续滤液。

对照品溶液 取倍他米松对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ 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 见倍他米松含量测定项下。

【类别】 同倍他米松。

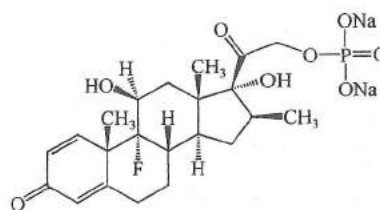
【规格】 (1)4g : 4mg (2)10g : 10mg (3)15g : 15mg

【贮藏】 密闭,在凉处保存。

## 倍他米松磷酸钠

Beitamisong Linsuanna

### Betamethasone Sodium Phosphate



$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$  516.41

本品为 16 $\beta$ -甲基-11 $\beta$ , 17 $\alpha$ , 21-三羟基-9 $\alpha$ -氟孕甾-1, 4-二烯-3, 20-二酮-21-磷酸二钠盐。按无水物计算,含  $C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$  应为 96.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末;无臭或几乎无臭;有引湿性。

本品在水中易溶,在丙酮或三氯甲烷中几乎不溶。

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),比旋度应为 +98°至 +104°。

【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 1mg 的溶液。

对照品溶液 取倍他米松磷酸钠对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以稀盐酸饱和的丁醇溶液为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以硫酸-甲醇-硝酸(10 : 10 : 1),在 105℃ 加热 10 分钟。

结果判定 供试品溶液主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。



(2)取本品,在 105℃干燥 3 小时,红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 659 图)一致。

(3)取本品约 40mg,置瓷坩埚中,加硫酸 2ml,低温加热至硫酸蒸气除尽后,放冷,滴加硝酸 0.5ml,继续加热至氧化氮蒸气除尽后,在 500℃灼灼使完全灰化,放冷,加水 5ml 使溶解(必要时用氨试液中和至遇石蕊试纸显中性反应),滤过,滤液显钠盐与磷酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 碱度 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5.0mg 的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 7.0~9.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 1.0g,加新沸过的冷水 20ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显色,与黄色或橙黄色 2 号标准比色液(通则 0901 第一法)比较,不得更深。

游离磷酸盐 精密称取本品 20mg,照地塞米松磷酸钠游离磷酸盐检查项下的方法测定吸光度,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,精密称定,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取倍他米松磷酸钠与地塞米松磷酸钠对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 40μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以磷酸二氢钾己胺溶液(取磷酸二氢钾 1.36g 与己胺 0.60g 混匀,放置 10 分钟后,加水 185ml 使溶解)-乙腈(74:26)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,倍他米松磷酸钠峰与地塞米松磷酸钠峰之间的分离度应大于 2.0,倍他米松磷酸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,峰面积在对照溶液主峰面积 0.5~1.0 倍(1.0%~2.0%)之间的杂质峰不得超过 1 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(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(3.0%)。

水分 取本品 0.2g,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水量不得过 8.0%。

【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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液。

对照品溶液 取倍他米松磷酸钠对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 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-甲醇(1:1)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按倍他米松磷酸钠峰计算不

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】 肾上腺皮质激素药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 倍他米松磷酸钠注射液

## 倍他米松磷酸钠注射液

Beitamisong Linsuanna Zhushaye

### Betamethasone Sodium Phosphate Injection

本品为倍他米松磷酸钠的灭菌水溶液。含倍他米松磷酸钠按倍他米松( $C_{22}H_{29}FO_5$ )计,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】 (1)取本品适量,置水浴上蒸干,取残渣 2mg,加硫酸 2ml,使溶解,溶液显黄色,放置片刻后变成棕褐色。

(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)上述残渣显有机氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 pH 值 应为 7.0~9.0(通则 0631)。

比旋度 取本品,依法测定(通则 0621),比旋度应为 +88°至 +108°。

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 中约含倍他米松磷酸钠 1.315mg 的溶液。

对照溶液 取倍他米松对照品约 13mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加流动相适量使溶解,并用流动相稀释至刻度,摇匀;精密量取该溶液与供试品溶液各 2ml,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 磷酸二氢钾溶液-甲醇(1:1)为流动相;检测波长为 241nm;进样体积 20μl。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中,倍他米松磷酸钠峰的保留时间约为 16 分钟,理论板数按倍他米松磷酸钠峰计算不低于 2000,倍他米松磷酸钠峰与倍他米松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扣除相对保留时间 0.2 之前的峰,如有与对照溶液中倍他米松峰保留时间一致的杂质峰,按外标法以峰面积计算,不得过倍他米松标示量的 2.6%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中倍他米松磷酸钠峰面积的 1.5 倍(3.0%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中倍他米松磷酸钠峰面积的 2.5 倍(5.0%)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 倍他米松中含内毒素的量应小于 22EU。

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(约相当于倍他米松 8mg),置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见倍他米松磷酸钠含量测定项下。

【类别】同倍他米松磷酸钠。

【规格】(1)1ml: 2.63mg(相当于倍他米松 2mg)

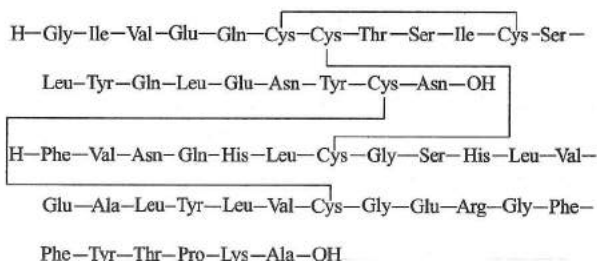
(2)1ml: 5.26mg(相当于倍他米松 4mg)

【贮藏】遮光,密闭保存。

## 胰岛素

Yidaosu

Insulin



$C_{256}H_{381}N_{65}O_{76}S_6$  5778

本品系自猪胰中提取制得的由 51 个氨基酸残基组成的蛋白质。按干燥品计算,含胰岛素(包括脱氢胰岛素)应为 95.5%~105.0%。

每 1 单位相当于胰岛素 0.0345mg。

【制法要求】本品应从检疫合格猪的冰冻胰脏中提取。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,工艺中应进行病毒的安全性控制。

【性状】本品为白色或类白色的结晶性粉末。

本品在水、乙醇中几乎不溶;在无机酸或氢氧化钠溶液中易溶。

【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)照高效液相色谱法(通则 0512)试验。

供试品溶液 取本品适量,加 0.1%三氟醋酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,取 20 $\mu$ l,加 0.2mol/L 三羟甲基氨基甲烷-盐酸缓冲液(pH 7.3)20 $\mu$ l、0.1% V8 酶溶液 20 $\mu$ l 与水 140 $\mu$ l,混匀,置 37℃水浴中 2 小时后,加磷酸 3 $\mu$ l。

对照品溶液 取胰岛素对照品适量,加 0.1%三氟醋酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,取 20 $\mu$ l,加 0.2mol/L 三羟甲基氨基甲烷-盐酸缓冲液(pH 7.3)20 $\mu$ l、0.1% V8 酶溶液 20 $\mu$ l 与水 140 $\mu$ l,混匀,置 37℃水浴中 2 小时后,加磷酸 3 $\mu$ l。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(5~10 $\mu$ m);以 0.2mol/L 硫酸盐缓冲液(取无水硫酸钠 28.4g,加水溶解后,加磷酸 2.7ml,乙醇胺调节 pH 值至 2.3,加水至 1000ml)-乙腈(90:10)为流动相 A,以乙腈-水(50:50)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;柱温为 40℃;检测波长为

214nm;进样体积 25 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	90	10
60	55	45
70	55	45

测定法 精密量取供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 供试品溶液的肽图谱应与对照品溶液的肽图谱一致。

【检查】相关蛋白质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制,置 10℃以下保存。

供试品溶液 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 3.5mg 的溶液。

系统适用性溶液 见含量测定项下。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(5~10 $\mu$ m);以 0.2mol/L 硫酸盐缓冲液(取无水硫酸钠 28.4g,加水溶解后,加磷酸 2.7ml,乙醇胺调节 pH 值至 2.3,加水至 1000ml)-乙腈(82:18)为流动相 A,以乙腈-水(50:50)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;柱温为 40℃;检测波长为 214nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	78	22
36	78	22
61	33	67
67	33	67

系统适用性要求 调节流动相比例使胰岛素峰的保留时间约为 25 分钟。其他要求见含量测定项下。

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 按峰面积归一化法计算, A<sub>21</sub>脱氢胰岛素不得大于 5.0%,其他相关蛋白质总和不得大于 5.0%。

高分子蛋白质 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液。

系统适用性溶液 取胰岛素单体-二聚体对照品(或取胰岛素适量,置 60℃放置过夜),加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液。

色谱条件 以亲水改性硅胶为填充剂(3~10 $\mu$ m);以冰醋酸-乙腈-0.1%精氨酸溶液(15:20:65)为流动相;流速为每分钟 0.5ml;检测波长为 276nm;进样体积 100 $\mu$ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,胰岛素单体峰与二聚体峰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 除去保留时间大于胰岛素峰的其他峰面积,按峰面积归一化法计算,保留时间小于胰岛素峰的所有峰面积之和不得大于 1.0%。

干燥失重 取本品约 0.20g,精密称定,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 10.0%(通则 0831)。

锌 照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法)测定。



**供试品溶液** 取本品适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含约 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 精密量取锌单元标准溶液(每 1ml 中含 1000 $\mu$ g)适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液分别定量稀释制成每 1ml 中含锌 0.20 $\mu$ g、0.40 $\mu$ g、0.60 $\mu$ g、0.80 $\mu$ g、1.0 $\mu$ g 与 1.2 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 精密量取对照品溶液和供试品溶液,在 213.9nm 的波长处测定吸光度,按标准曲线法计算。

**限度** 按干燥品计算,含锌量不得过 1.0%。

**细菌内毒素** 取本品,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并用检查用水稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液,依法检查(通则 1143),每 1mg 胰岛素中含内毒素的量应小于 10EU。

**微生物限度** 取本品 0.3g,照非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法(通则 1105)检查,1g 供试品中需氧菌总数不得过 300cfu。

**生物活性** 取本品适量,照胰岛素生物测定法(通则 1211)试验,实验时每组的实验动物数可减半,实验采用随机设计,照生物检定统计法(通则 1431)中量反应平行线测定随机设计法计算效价,每 1mg 的效价不得少于 15 单位。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制,或 2~4℃ 保存,48 小时内使用。

**供试品溶液** 取本品适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含约 40 单位的溶液。

**对照品溶液** 取胰岛素对照品适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含约 40 单位的溶液。

**系统适用性溶液** 取胰岛素对照品,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含约 40 单位的溶液,室温放置至少 24 小时。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(5~10 $\mu$ m);以 0.2mol/L 硫酸盐缓冲液(取无水硫酸钠 28.4g,加水溶解后,加磷酸 2.7ml,乙醇胺调节 pH 值至 2.3,加水至 1000ml)-乙腈(74:26)为流动相;柱温为 40℃;检测波长为 214nm;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,胰岛素峰与 A<sub>21</sub>脱氢胰岛素峰(与胰岛素峰的相对保留时间约为 1.2)之间的分离度应不小于 1.8,拖尾因子应不大于 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。按外标法以胰岛素峰面积与 A<sub>21</sub>脱氢胰岛素峰面积之和计算。

**【类别】** 降血糖药。

**【贮藏】** 遮光,密闭,在-15℃以下保存。

**【制剂】** (1)胰岛素注射液 (2)精蛋白锌胰岛素注射液 (3)精蛋白锌胰岛素注射液(30R)

## 胰岛素注射液

Yidaosu Zhusheye

Insulin Injection

本品为胰岛素的无菌水溶液。其效价应为标示量的 90.0%~110.0%。

本品每 100ml 中可加甘油 1.4~1.8g、苯酚 0.25g。

**【性状】** 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

**【鉴别】** 取本品,照胰岛素项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

**【检查】 pH 值** 应为 6.6~8.0 (通则 0631)。

**相关蛋白质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品,每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3 $\mu$ l 酸化,混匀。

**色谱条件** 见胰岛素相关蛋白质项下。进样体积适量(约相当于胰岛素 2 单位)。

**系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法** 见胰岛素相关蛋白质项下。

**限度** 扣除苯酚峰,按峰面积归一化法计算, A<sub>21</sub>脱氢胰岛素峰不得大于 5.0%;其他相关蛋白质峰的总和不得大于 6.0%。

**高分子蛋白质** 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

**供试品溶液** 取本品,每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3 $\mu$ l 酸化,混匀。

**系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见胰岛素高分子蛋白质项下。

**限度** 扣除保留时间大于胰岛素主峰的其他峰,按峰面积归一化法计算,保留时间小于胰岛素主峰的所有峰面积之和不得大于 2.0%。

**锌** 照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法)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 4 单位的溶液。

**对照品溶液与测定法** 见胰岛素锌项下。

**限度** 每 100 单位中的含锌量不得过 40 $\mu$ g。

**苯酚** 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 中含约苯酚 0.25mg 的溶液。

**对照品溶液** 取苯酚(纯度 $\geq$ 99.5%)适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含约苯酚 0.25mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取胰岛素对照品适量,加对照品溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含胰岛素 1mg 的溶液。

**色谱条件** 见含量测定项下。检测波长为 270nm。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,苯酚峰与胰岛素主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,每 1ml 中含苯酚的量应为 2.2~2.8mg。

**可见异物** 取本品,依法检查(通则 0904),均不得检出金属屑、玻璃屑、色块、长度或最大粒径超过 2mm 的纤维和块状物等明显可见异物。如检出微细可见异物或烟雾状微粒柱,应另取 20 支(瓶)同法复试,初、复试的供试品中,检出微细可见异物或烟雾状微粒柱的供试品不得超过 5 支(瓶)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1 单位胰岛素中含内毒素的量应小于 0.80EU。



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 2~4℃ 保存,48 小时内使用。

供试品溶液 精密量取本品适量,每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl 酸化,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含 40 单位的溶液。

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 见胰岛素含量测定项下。

【类别】 同胰岛素。

【规格】 (1)3ml:300 单位 (2)10ml:400 单位  
(3)10ml:800 单位

【贮藏】 密闭,在冷处保存,避免冰冻。

## 精蛋白锌胰岛素注射液

Jingdanbaixin Yidaosu Zhusheye

Protamine Zinc Insulin Injection

本品为含有鱼精蛋白与氯化锌的胰岛素的无菌混悬液,其效价应为标示量的 90.0%~110.0%。

本品每 100 单位中含有鱼精蛋白 1.0~1.5mg 与锌 0.2~0.25mg;每 100ml 中可加甘油 1.4~1.8g,苯酚 0.25g。

【性状】 本品为白色或类白色的混悬液;振摇后应能均匀分散。

【鉴别】 取本品,照胰岛素项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

【检查】 pH 值 应为 6.9~7.3 (通则 0631)。

相关蛋白质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品,每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl,混匀,待混悬液澄清。

色谱条件 见胰岛素相关蛋白质项下。进样体积适量(约相当于胰岛素 2 单位)。

系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法 见胰岛素相关蛋白质项下。

限度 扣除苯酚和鱼精蛋白峰,按峰面积归一化法计算, A<sub>21</sub>脱氢胰岛素峰不得大于 5.0%;其他相关蛋白质峰的总和不得大于 6.0%。

高分子蛋白质 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品适量,每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl,混匀,待混悬液澄清。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见胰岛素高分子蛋白质项下。

限度 扣除保留时间大于胰岛素主峰的其他峰,按峰面积归一化法计算,保留时间小于胰岛素峰的所有峰面积之和不得大于 3.0%。

锌 照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法)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 0.4 单位的溶液。

对照品溶液与测定法 见胰岛素锌项下。

限度 每 100 单位中的含锌量不得过 40μg。

上清液中的胰岛素 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品适量,1500g 离心 10 分钟,取上清液。

对照品溶液 取胰岛素对照品适量,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 1 单位的溶液。

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 精密量取供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 按外标法以胰岛素峰面积与 A<sub>21</sub>脱氢胰岛素峰面积之和计算,上清液中含胰岛素不得过 2.5%。

苯酚 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 中含苯酚 0.25mg 的溶液。

对照品溶液 取苯酚(纯度≥99.5%)适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含苯酚 0.25mg 的溶液。

系统适用性溶液 取胰岛素对照品适量,加对照品溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含胰岛素 1mg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。检测波长为 270nm。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,苯酚峰与胰岛素主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 按外标法以峰面积计算,每 1ml 中含苯酚的量应为 2.2~2.8mg。

无菌 取本品,加 1% 无菌抗坏血酸水溶液适量,振摇使溶液澄清后,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。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1 单位胰岛素中含内毒素的量应小于 0.80EU。

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 2~4℃ 保存,48 小时内使用。

供试品溶液 取本品,每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3~4μl 使溶液完全澄清,精密量取适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含胰岛素 40 单位的溶液。

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 见胰岛素含量测定项下。

【类别】 同胰岛素。

【规格】 (1)10ml:400 单位 (2)10ml:800 单位

【贮藏】 密闭,在冷处保存,避免冰冻。

## 精蛋白锌胰岛素注射液(30R)

Jingdanbaixin Yidaosu Zhusheye(30R)

Isophane Protamine Insulin Injection(30R)

本品系由胰岛素制成的溶液与鱼精蛋白和胰岛素制成的混悬液按一定比例混合而成的无菌混悬液。总胰岛素效价应



为标示量的 90.0%~110.0%，其中可溶性胰岛素的效价应为总胰岛素含量的 25.0%~35.0%。

本品可加入适量的苯酚作为抑菌剂。

【性状】 本品为白色或类白色的混悬液，振荡后应能均匀分散。在显微镜下观察，晶体呈棒状，且绝大多数晶体不得小于 1 $\mu$ m，不得大于 60 $\mu$ m，无聚合体存在。

【鉴别】 (1)取本品，每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3 $\mu$ l 使其完全澄清，照胰岛素项下的鉴别(1)项试验，显相同的结果。

(2)在苯酚检查项下记录的色谱图中，供试品溶液中苯酚峰的保留时间应与对照品溶液中苯酚峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 6.9~7.8(通则 0631)。

相关蛋白质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品，每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3 $\mu$ l，混匀。

色谱条件 见胰岛素相关蛋白质项下。进样体积适量(约相当于胰岛素 2 单位)。

系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法 见胰岛素相关蛋白质项下。

限度 除去苯酚峰及鱼精蛋白峰，按峰面积归一化法计算，A<sub>21</sub>脱氨胰岛素不得过 5.0%，其他杂质峰面积之和不得过 6.0%。

高分子蛋白质 照分子排阻色谱法(通则 0514)测定。

供试品溶液 取本品，每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3 $\mu$ l，混匀。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见胰岛素高分子蛋白质项下。

限度 除去保留时间大于胰岛素主峰的其他峰面积，按面积归一化法计算，保留时间小于胰岛素峰的所有峰面积之和不得过 3.0%。

锌 照原子吸收分光光度法(通则 0406 第一法)测定。

供试品溶液 取本品适量，每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3 $\mu$ l 使其完全澄清，精密量取适量，用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含锌 0.4~0.8 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液与测定法 见胰岛素锌项下。

限度 每 100 单位中的含锌量不得过 40 $\mu$ g。

苯酚 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品，按每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3 $\mu$ l 使其完全澄清，精密量取适量，用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成含苯酚适宜浓度的溶液。

对照品溶液 取苯酚适量，精密称定，加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成适宜浓度的溶液。

系统适用性溶液 取胰岛素对照品适量，加对照品溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含胰岛素 1mg 的溶液。

色谱条件 见含量测定项下。检测波长为 270nm。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，苯酚峰与胰岛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，含苯酚应为标示量的 80%~110%。

无菌 取本品，加 1% 无菌抗坏血酸溶液 100ml 振荡使溶液澄清后，经薄膜过滤法处理，依法检查(通则 1101)，应符合规定。

细菌内毒素 取本品，依法检查(通则 1143)，每 100 单位胰岛素中含内毒素的量应小于 80EU。

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 2~4℃ 保存，48 小时内使用。

可溶性胰岛素供试品溶液 精密量取本品与 0.1mol/L 三羟甲基氨基甲烷-盐酸缓冲液(pH 8.2, 25℃ $\pm$ 1℃)适量，等体积混合，振荡，25℃ $\pm$ 1℃ 放置 1 小时，用 0.2 $\mu$ m 滤膜滤过，取滤液，按每 1ml 加 9.6mol/L 盐酸溶液 3 $\mu$ l 使其酸化。

总胰岛素供试品溶液 精密量取本品适量，按每 1ml 加 9.6mol/L 盐酸溶液 3 $\mu$ l，使其完全澄清，精密量取适量，用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成与可溶性胰岛素供试品溶液中的胰岛素浓度相当的溶液。

对照品溶液 取胰岛素对照品适量，精密称定，加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成与可溶性胰岛素供试品溶液中的胰岛素浓度相当的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件与系统适用性要求 见胰岛素含量测定项下。

测定法 精密量取可溶性胰岛素供试品溶液、总胰岛素供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以胰岛素峰面积与 A<sub>21</sub>脱氨胰岛素峰面积之和计算可溶性胰岛素与总胰岛素的量。

【类别】 同胰岛素。

【规格】 (1)3ml: 300 单位 (2)10ml: 400 单位

【贮藏】 密闭，在冷处保存，避免冰冻。

## 胰 蛋 白 酶

Yidanbaimei

Trypsin

本品系自猪、羊或牛胰中提取的蛋白分解酶。按干燥品计算，每 1mg 中胰蛋白酶的活力不得少于 2500 单位。

【制法要求】 本品应从检疫合格的猪、羊或牛胰中提取，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，工艺中应进行病毒的安全性控制。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

【鉴别】 取本品约 2mg，置白色点滴板上，加对甲苯磺酰-L-精氨酸甲酯盐酸盐试液 0.2ml，搅匀，即显紫色。

【检查】 酸度 取本品，加水溶解并稀释制成每 1ml 中



含 2mg 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 0.9%氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10mg 的溶液,依法检查(通则 0902 第一法),溶液应澄清。

**糜蛋白酶** 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

**底物溶液** 取 N-乙酰-L-酪氨酸乙酯 23.7mg,置 100ml 量瓶中,加磷酸盐缓冲液(取 0.067mol/L 磷酸二氢钾溶液 38.9ml 与 0.067mol/L 磷酸氢二钠溶液 61.1ml,混合,pH 值为 7.0)50ml,温热使溶解,冷却后再稀释至刻度,摇匀。冰冻保存,但不得反复冻融。

**供试品溶液** 取本品适量,精密称定,加 0.001mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.25mg 的溶液。

**测定法** 取底物溶液 2.0ml、0.001mol/L 盐酸溶液 0.2ml 与上述磷酸盐缓冲液(pH 7.0)1ml,混匀,作为空白。精密量取供试品溶液 0.2ml,加底物溶液(预热至 25℃±0.5℃)3.0ml,立即计时并摇匀,使比色池内的温度保持在 25℃±0.5℃,在 237nm 的波长处,每隔 30 秒读取吸光度,共 5 分钟,每 30 秒钟吸光度的变化率应恒定,且恒定时间不得少于 3 分钟。以吸光度为纵坐标,时间为横坐标,作图,取在 3 分钟内成直线部分的吸光度,按下式计算。

$$P = \frac{A_2 - A_1}{0.0075T} \times \frac{2500}{W \times \text{供试品效价}(u/mg)}$$

式中 P 为每 2500 胰蛋白酶单位中含糜蛋白酶的量,单位;

A<sub>2</sub> 为直线上开始的吸光度;

A<sub>1</sub> 为直线上终止的吸光度;

T 为 A<sub>2</sub> 至 A<sub>1</sub> 读数的时间,分钟;

W 为测定液中含供试品的量,mg;

0.0075 为在上述条件下,吸光度每分钟改变 0.0075,即相当于 1 个糜蛋白酶单位。

**限度** 每 2500 单位胰蛋白酶中不得多于 50 单位的糜蛋白酶。

**干燥失重** 取本品适量,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 5.0%(通则 0831)。

**【效价测定】** 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

**底物溶液** 制成后应在 2 小时内使用。取 N-苯甲酰-L-精氨酸乙酯盐酸盐 85.7mg,加水溶解使成 100ml,作为底物原液;取 10ml,用磷酸盐缓冲液(取 0.067mol/L 磷酸二氢钾溶液 13ml 与 0.067mol/L 磷酸氢二钠溶液 87ml 混合,pH 值为 7.6)稀释成 100ml,恒温于 25.0℃±0.5℃,以水作空白,在 253nm 的波长处测定吸光度,必要时可用上述底物原液或磷酸盐缓冲液调节,使吸光度在 0.575~0.585 之间。

**供试品溶液** 取本品适量,精密称定,加 0.001mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50~60 胰蛋白酶单位的溶液。

**测定法** 取底物溶液 3.0ml,加 0.001mol/L 盐酸溶液 200μl,混匀,作为空白。另精密量取供试品溶液 200μl,加底物溶液(恒温于 25.0℃±0.5℃)3.0ml,立即计时,混匀,使比色池内的温度保持在 25.0℃±0.5℃,在 253nm 的波长处,每隔 30 秒读取吸光度,共 5 分钟。以吸光度为纵坐标,时间为

横坐标,作图;每 30 秒吸光度的改变应恒定在 0.015~0.018 之间,呈线性关系的时间不得少于 3 分钟。若不符合上述要求,应调整供试品溶液的浓度,再作测定。在上述吸光度对时间的关系图中,取成直线部分的吸光度,按下式计算。

$$P = \frac{A_1 - A_2}{0.003TW}$$

式中 P 为每 1mg 供试品中含胰蛋白酶的量,单位;

A<sub>1</sub> 为直线上终止的吸光度;

A<sub>2</sub> 为直线上开始的吸光度;

T 为 A<sub>1</sub> 至 A<sub>2</sub> 读数的时间,分钟;

W 为测定液中含供试品的量,mg;

0.003 为在上述条件下,吸光度每分钟改变 0.003,即相当于 1 个胰蛋白酶单位。

**【类别】** 蛋白分解酶。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

**【制剂】** 注射用胰蛋白酶

## 注射用胰蛋白酶

Zhusheyong Yidanbaimei

Trypsin for Injection

本品为胰蛋白酶的无菌冻干品。含胰蛋白酶的活力单位应为标示量的 90.0%~120.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色冻干块状物或粉末。

**【鉴别】** 取本品约 5000 单位,照胰蛋白酶项下的鉴别试验,显相同的反应。

**【检查】 酸度** 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 5000 单位的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~7.0。

**溶液的颜色** 取本品,加 0.9%氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 2.5 万单位的溶液,应无色;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。

**干燥失重** 取本品约 0.20g,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 8.0%(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 125 单位的溶液,依法检查(通则 1141),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 0.001mol/L 盐酸溶液溶解,并全量转移至同一 100ml 量瓶中,用上述盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用上述盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 50~60 单位的溶液。

**底物溶液与测定法** 见胰蛋白酶效价测定项下。

**【类别】** 同胰蛋白酶。

**【规格】** (1)1.25 万单位 (2)2.5 万单位 (3)5 万单位 (4)10 万单位

**【贮藏】** 密闭,在凉暗处保存。



## 胰 酶

Yimeī

## Pancreatin

本品系自猪、羊或牛胰中提取的多种酶的混合物,主要为胰蛋白酶、胰淀粉酶与胰脂肪酶。按干燥品计算,每 1g 中含胰蛋白酶活力不得少于 600 单位,胰淀粉酶活力不得少于 7000 单位,胰脂肪酶活力不得少于 4000 单位。

【制法要求】 本品应从检疫合格的猪、羊或牛胰中提取,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。

【性状】 本品为类白色至微黄色的粉末;微臭,但无霉败的臭气;有引湿性,水溶液煮沸或遇酸即失去酶活力。

【检查】 脂肪 取本品 1.0g,置具塞锥形瓶中,加乙醚 10ml,密塞,时时旋动,放置约 2 小时后,将乙醚液倾泻至用乙醚湿润的滤纸上,滤过,残渣用乙醚 10ml 照上法处理,再用乙醚 5ml 洗涤残渣,合并滤液及洗液至已恒重的蒸发皿中,使乙醚自然挥发后,在 105℃ 干燥 2 小时,精密称定,遗留脂肪不得过 20mg。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥 4 小时,减失重量不得过 5.0%(通则 0831)。

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  $10^2$  cfu,不得检出大肠埃希菌。10g 供试品中不得检出沙门菌。

【效价测定】 胰蛋白酶 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

氯化钙溶液 取氯化钙 1.47g,加水 500ml 使溶解,用 0.1mol/L 盐酸溶液或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.0~6.2。

硼酸盐缓冲液 取硼砂 2.85g、硼酸 10.5g 与氯化钠 2.50g,加水使溶解并制成 1000ml,调节 pH 值至  $7.5 \pm 0.1$ 。

供试品原液 取本品约 0.1g,精密称定,置乳钵中,加冷至 5℃ 以下的氯化钙溶液少量,研磨均匀,移至 100ml 量瓶中,用氯化钙溶液稀释至刻度,摇匀;精密量取适量,用冷至 5℃ 以下的硼酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含胰蛋白酶 0.12 单位的溶液。

对照品溶液 取酪氨酸对照品,精密称定,加 0.2mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

测定法 取试管 3 支,分别精密量取供试品原液 1ml 与硼酸盐缓冲液 2ml,在 40℃ 水浴中保温 10 分钟,分别精密加入在 40℃ 水浴中预热的酪蛋白溶液(取酪蛋白对照品 1.5g,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 13ml 与水 40ml,在 60℃ 水浴中加热使溶解,放冷,用水稀释至 100ml,调节 pH 值至 8.0)5ml,

摇匀,立即置 40℃  $\pm 0.5$ ℃ 水浴中准确反应 30 分钟,再各精密加入 5% 三氯醋酸溶液 5ml 终止反应,混匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另精密量取供试品原液 1ml,加硼酸盐缓冲液 2.0ml,在 40℃ 水浴中保温 10 分钟,精密加入 5% 三氯醋酸溶液 5ml,摇匀,置 40℃  $\pm 0.5$ ℃ 水浴中准确反应 30 分钟,立即精密加入酪蛋白溶液 5ml,摇匀,滤过,取续滤液作为空白;在 275nm 的波长处,测定并计算供试品溶液吸光度的平均值( $\bar{A}$ )。另以 0.2mol/L 盐酸溶液为空白,在 275nm 的波长处测定对照品溶液的吸光度( $A_s$ )。按下式计算。

$$\text{每 1g 含胰蛋白酶活力(单位)} = \frac{\bar{A}}{A_s} \times \frac{W_s}{181.19} \times \frac{13}{30} \times \frac{n}{W}$$

式中  $W_s$  为对照品溶液每 1ml 中含酪氨酸的量,μg;

$W$  为供试品取样量,g;

$n$  为供试品的稀释倍数(500)。

在上述条件下,每分钟水解酪蛋白生成三氯醋酸不沉淀物(肽及氨基酸等)在 275nm 波长处与 1μmol 酪氨酸相当的酶量,为 1 个胰蛋白酶活力的单位。

供试品溶液测得的  $\bar{A}$  值应在 0.15~0.6,否则应调整浓度,另行测定。

胰淀粉酶 供试品溶液的制备 取本品约 0.3g,精密称定,置研钵中,加冷至 5℃ 以下的磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 13.61g 与磷酸氢二钠 35.80g,加水使溶解成 1000ml,调节 pH 值至 6.8)少量,研磨均匀,用上述磷酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含胰淀粉酶 10~20 单位的溶液。

测定法 取 1% 可溶性淀粉溶液[取经 105℃ 干燥 2 小时的可溶性淀粉(供胰淀粉酶测定)1.0g,加水 10ml,搅匀后,边搅拌边缓缓倾入 100ml 沸水中,继续煮沸 20 分钟,放冷,用水稀释至 100ml]25ml、上述磷酸盐缓冲液 10ml、1.2% 氯化钠溶液 1ml 与水 20ml,置 250ml 碘瓶中,在 40℃ 水浴中保温 10 分钟,精密加入供试品溶液 1ml,摇匀,立即置 40℃  $\pm 0.5$ ℃ 水浴中准确反应 10 分钟,加 1mol/L 盐酸溶液 2ml 终止反应,摇匀,放至室温后,精密加碘滴定液(0.05mol/L)10ml,边振摇边滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 45ml,在暗处放置 20 分钟,加硫酸溶液(1→4)4ml,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定至无色。另取 1% 可溶性淀粉溶液 25ml、上述磷酸盐缓冲液 10ml、1.2% 氯化钠溶液 1ml 与水 20ml,置碘瓶中,在 40℃  $\pm 0.5$ ℃ 水浴中保温 10 分钟,放冷,加 1mol/L 盐酸溶液 2ml,摇匀,加入供试品溶液 1.0ml,摇匀,精密加入碘滴定液(0.05mol/L)10ml,边振摇边滴加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 45ml,在暗处放置 20 分钟,加硫酸溶液(1→4)4ml,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定至无色,作为空白对照,每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 9.008mg 无水葡萄糖。按下式计算。

每 1g 含胰淀粉酶活力(单位) =

$$\frac{(B-A)F}{10} \times \frac{9.008 \times 1000}{180.16} \times \frac{n}{W}$$

式中  $A$  为供试品消耗硫代硫酸钠滴定液的容积,ml;

$B$  为空白消耗硫代硫酸钠滴定液的容积,ml;



$F$  为硫代硫酸钠滴定液的浓度(mol/L)换算值;

$W$  为供试品取样量,g;

$n$  为供试品稀释倍数(200)。

在上述条件下,每分钟水解淀粉生成  $1\mu\text{mol}$  葡萄糖的酶量,为 1 个胰淀粉酶活力的单位。

( $B-A$ )的硫代硫酸钠滴定液应为  $2.0\sim 4.0\text{ml}$ ,否则应调整浓度,另行测定。

**胰脂肪酶 供试品溶液** 取本品约  $0.1\text{g}$ ,精密称定,置乳钵中,加冷至  $5^{\circ}\text{C}$  以下的三羟甲基氨基甲烷缓冲液(取三羟甲基氨基甲烷  $606\text{mg}$ ,加  $0.1\text{mol/L}$  盐酸溶液  $45.7\text{ml}$ ,加水至  $100\text{ml}$ ,摇匀,调节 pH 值至  $7.1$ )少量,研磨均匀,用上述缓冲液定量稀释制成每  $1\text{ml}$  中约含胰脂肪酶  $8\sim 16$  单位的溶液。

**测定法** 取橄榄油乳液(取橄榄油  $4\text{ml}$  与阿拉伯胶  $7.5\text{g}$ ,研磨均匀,缓缓加水研磨使成  $100\text{ml}$ ,用高速组织捣碎机以每分钟  $8000$  转搅拌两次,每次  $3$  分钟,取乳剂在显微镜下检查,90%乳粒的直径应在  $3\mu\text{m}$  以下,并不得有超过  $10\mu\text{m}$  的乳粒)  $25\text{ml}$ 、牛胆盐溶液[取牛胆盐参照试剂适量,用水制成 ( $2\rightarrow 25$ )的溶液]  $2\text{ml}$  与水  $10\text{ml}$ ,置  $100\text{ml}$  烧杯中,用氢氧化钠滴定液( $0.1\text{mol/L}$ )调节 pH 值至  $9.0$ ,在  $37^{\circ}\text{C}\pm 0.1^{\circ}\text{C}$  水浴中保温  $10$  分钟,再调节 pH 值至  $9.0$ ,精密量取供试品溶液  $1\text{ml}$ ,在  $37^{\circ}\text{C}\pm 0.1^{\circ}\text{C}$  水浴中准确反应  $10$  分钟,同时用氢氧化钠滴定液( $0.1\text{mol/L}$ )滴定使反应液的 pH 值恒定在  $9.0$ ,记录消耗氢氧化钠滴定液( $0.1\text{mol/L}$ )的量( $\text{ml}$ )。另取在水浴中煮沸  $15\sim 30$  分钟的上述供试品溶液  $1\text{ml}$ ,照上述方法测定作空白对照,按下式计算。

$$\text{每 } 1\text{g 含有胰脂肪酶活力(单位)} = \frac{(A-B)M \times 1000}{10} \times \frac{n}{W}$$

式中  $A$  为供试品消耗氢氧化钠滴定液的容积, $\text{ml}$ ;

$B$  为空白消耗氢氧化钠滴定液的容积, $\text{ml}$ ;

$M$  为氢氧化钠滴定液的浓度, $\text{mol/L}$ ;

$W$  为供试品取样量,g;

$n$  为供试品稀释倍数(50)。

在上述条件下,每分钟水解脂肪(橄榄油)生成  $1\mu\text{mol}$  脂肪酸的酶量,为 1 个胰脂肪酶活力的单位。

平均每分钟消耗的氢氧化钠滴定液( $0.1\text{mol/L}$ )的量应为  $0.08\sim 0.16\text{ml}$ ,否则应调整浓度,另行测定。

**【类别】** 助消化药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

**【制剂】** (1)胰酶肠溶片 (2)胰酶肠溶胶囊

## 胰酶肠溶片

Yimeī Changrongpian

Pancreatin Enteric-coated Tablets

本品按胰酶的标示量计算,每  $1\text{g}$  含胰蛋白酶活力不得少

于  $540$  单位,胰淀粉酶活力不得少于  $6300$  单位,胰脂肪酶活力不得少于  $3400$  单位。

**【性状】** 本品为肠溶片,除去肠溶衣后,显白色至淡黄色。

**【检查】 微生物限度** 取本品,照胰酶项下的方法检查,应符合规定。

**其他** 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

**【效价测定】 胰蛋白酶** 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

**供试品原液** 取本品  $5$  片( $0.3\text{g}$  规格)或  $3$  片( $0.5\text{g}$  规格),除去肠溶衣,研细,加冷至  $5^{\circ}\text{C}$  以下的氯化钙溶液适量,研磨均匀,移至  $200\text{ml}$  量瓶中,用氯化钙溶液稀释至刻度,摇匀;精密量取适量,用冷至  $5^{\circ}\text{C}$  以下的硼酸盐缓冲液定量稀释制成每  $1\text{ml}$  中约含胰蛋白酶  $0.12$  单位的溶液。

氯化钙溶液、硼酸盐缓冲液、对照品溶液与测定法 见胰酶效价测定胰蛋白酶项下。

**胰淀粉酶** 取本品  $5$  片( $0.3\text{g}$  规格)或  $3$  片( $0.5\text{g}$  规格),除去肠溶衣,研细,加冷至  $5^{\circ}\text{C}$  以下效价测定项下的磷酸盐缓冲液适量,研磨均匀,再加上上述磷酸盐缓冲液定量稀释制成每  $1\text{ml}$  中约含胰淀粉酶  $10\sim 12$  单位的溶液,照胰酶项下的方法测定。

**胰脂肪酶** 取本品  $5$  片( $0.3\text{g}$  规格)或  $3$  片( $0.5\text{g}$  规格),除去肠溶衣,研细,加冷至  $5^{\circ}\text{C}$  以下效价测定项下的三羟甲基氨基甲烷缓冲液,研磨均匀,再加上上述缓冲液溶解并定量稀释制成每  $1\text{ml}$  中约含胰脂肪酶  $8\sim 16$  单位的溶液,照胰酶项下的方法测定。

**【类别】** 同胰酶。

**【规格】** (1) $0.3\text{g}$  (2) $0.5\text{g}$

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 胰酶肠溶胶囊

Yimeī Changrongjiaonang

Pancreatin Enteric Capsules

本品按胰酶的标示量计算,以干燥品计,每  $1\text{g}$  中含胰蛋白酶活力不得少于  $540$  单位,胰淀粉酶活力不得少于  $6300$  单位,胰脂肪酶活力不得少于  $3400$  单位。

**【性状】** 本品内容物为类白色至微黄色粉末。

**【检查】 干燥失重** 取本品内容物,在  $105^{\circ}\text{C}$  干燥  $4$  小时,减失重量不得过  $7.0\%$ (通则 0831)。

**微生物限度** 取本品,照胰酶项下的方法检查,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)。

**【效价测定】 胰蛋白酶** 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。



**供试品原液** 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当胰酶 0.45g),置研钵中,加冷至 5℃ 以下的氯化钙溶液少量,研磨均匀,移至 100ml 量瓶中,用氯化钙溶液稀释至刻度,摇匀;精密量取适量,用冷至 5℃ 以下的硼酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含胰蛋白酶 0.12 单位的溶液。

**氯化钙溶液、硼酸盐缓冲液、对照品溶液与测定法** 见胰酶效价测定胰蛋白酶项下。

**胰淀粉酶** 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量(约相当胰酶 0.45g),置乳钵中,加冷至 5℃ 以下效价测定项下的磷酸盐缓冲液适量,研磨均匀,再加上上述磷酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中约含胰淀粉酶 10~20 单位的溶液,照胰酶项下的方法测定。

**胰脂肪酶** 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取适量,置研钵中,加冷至 5℃ 以下效价测定项下的三羟甲基氨基甲烷缓冲液适量,研磨均匀,再加上上述缓冲液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含胰脂肪酶 8~16 单位的溶液,照胰酶项下的方法测定。

【类别】 同胰酶。

【规格】 0.15g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 胰激肽原酶

Yijitaiyuanmei

Pancreatic Kininogenase

本品系自猪胰中提取的蛋白酶。每 1mg 蛋白含胰激肽原酶的活力不得少于 300 单位(供口服用)或 600 单位(供注射用)。

【制法要求】 本品应从检疫合格的猪胰中提取,生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》的要求。本品来源于动物,在生产过程中应采用适宜的病毒灭活工艺等方法进行病毒安全性控制。

【性状】 本品为白色或类白色粉末;无臭。

本品在水中易溶,在乙醇或乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

**供试品溶液** 取已测得效价的本品适量,精密称定,加纯度项下的磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 单位的溶液。精密量取 4ml,置 10ml 量瓶中,用上述磷酸盐缓冲液(pH 7.0)稀释至刻度。

**测定法** 取效价测定酶活力项下的底物溶液 2.9ml,在 30℃ ± 0.5℃ 预热 5 分钟,置 1cm 比色池中,精密加入供试品溶液 0.1ml,混匀,立即计时,使比色池内的温度保持在 30℃ ± 0.5℃,在 253nm 的波长处测定,以上述磷酸盐缓冲液(pH 7.0)0.1ml 代替供试品溶液,同法操作,作为空白对照。

准确读取 4 分钟时的吸光度( $A_4$ )和 6 分钟时的吸光度( $A_6$ )。求得  $A$  值 $[(A_6 - A_4)/2]$ ,按下式计算。

$$R = \frac{A}{0.0383} \times \frac{1}{a \times b}$$

式中  $a$  为供试品溶液每 1ml 中的毫克数;

$b$  为供试品每 1mg 的效价单位数。

结果判定  $R$  值(水解速率)应为 0.12~0.17。

(2)在纯度项下记录的色谱图中,供试品溶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** 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 300 单位的溶液,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~7.5。

**溶液的澄清度** 取本品适量,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 2mg 的溶液,依法检查(通则 0902 第一法),溶液应澄清。(供注射用)

**脂肪** 取本品 1.0g,置具塞锥形瓶中,加乙醚 20ml,密塞,时时旋动,放置约 30 分钟后,将乙醚液倾至用乙醚润湿的滤纸上,滤过,再用乙醚 10ml 洗涤残渣,合并滤液及洗液至已恒重的蒸发皿中,除去乙醚,在 105℃ 干燥 2 小时,精密称定,遗留脂肪不得过 5mg。

**相关蛋白酶** 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,加纯度项下的磷酸盐缓冲液(pH 7.0)溶解并稀释制成每 1ml 中含 1 单位的溶液。

**测定法** 精密量取供试品溶液 1ml 置试管中,在 35℃ ± 0.5℃ 水浴中保温 5 分钟,精密加入已预热至 35℃ ± 0.5℃ 的酪蛋白溶液(取酪蛋白 0.6g,加 0.05mol/L 磷酸氢二钠溶液 80ml,65℃ 加热溶解,放冷,调节 pH 值至 8.0,用水稀释至 100ml,临用前配制)5ml,混匀,于 35℃ ± 0.5℃ 水浴中准确反应 20 分钟,再精密加入 5% 三氯醋酸溶液 5ml,混匀,滤过,取续滤液作为测定溶液;另精密量取供试品溶液 1ml,置试管中,精密加入 5% 三氯醋酸溶液 5ml,混匀,于 35℃ ± 0.5℃ 水浴中准确反应 20 分钟,再精密加入上述酪蛋白溶液 5ml,混匀,滤过,取续滤液作为空白,在 2 小时内,在 280nm 的波长处分别测定吸光度。

限度 吸光度不得过 0.2。

纯度 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**磷酸盐缓冲液(pH 7.0)** 取磷酸氢二钠 10.9g,磷酸二氢钠 2.3g,加水溶解并稀释至 1000ml,用 50% 磷酸溶液调节 pH 值至 7.0。

**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 200 单位的溶液。

**对照品溶液** 取胰激肽原酶对照品(纯度应大于 95%)适量,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 200 单位的溶液。

**色谱条件** 用疏水性凝胶为填充剂(TSKgel Phenyl-5PW, 7.5mm × 75mm, 10μm 或其他适宜的色谱柱);以含



1.7mol/L 硫酸铵的磷酸盐缓冲液(pH 7.0)为流动相 A,以磷酸盐缓冲液(pH 7.0)为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;柱温为 25℃;流速为每分钟 0.5ml;检测波长为 280nm;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	100	0
20	0	100
35	0	100
36	100	0
56	100	0

系统适用性要求 理论板数按胰激肽原酶峰计算不低于 1500,胰激肽原酶主峰与相邻杂质峰之间的分离度不得低于 0.8。

测定法 精密量取流动相 A、供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。将供试品溶液与对照品溶液的色谱图扣除流动相 A 色谱图(作为空白基线),进行基线校正。

限度 供试品溶液色谱图中,量取空白基线拐点(约 16 分钟)后所有色谱峰面积,按面积归一化法计算,与对照品溶液主峰保留时间一致的主峰面积不得低于 75%(供口服用)或 90%(供注射用)。

干燥失重 取本品 0.50g,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 5.0%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 0.50g,依法检查(通则 0841),遗留残渣不得过 3.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1 单位胰激肽原酶中含内毒素的量应小于 2.5EU。(供注射用)

【效价测定】 酶活力 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,加纯度项下的磷酸盐缓冲液(pH 7.0)适量使溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 单位的溶液。

标准品溶液 取胰激肽原酶标准品,按标示单位,加上述磷酸盐缓冲液(pH 7.0)适量使溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10 单位的溶液。

底物溶液 取 N-苯甲酰-L-精氨酸乙酯盐酸盐 17.7mg,加三羟甲基氨基甲烷缓冲液(称取三羟甲基氨基甲烷 12.14g,加水 800ml 溶解,用 6mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 8.0,用水稀释至 1000ml)适量使溶解并稀释至 100ml,4℃保存。

测定法 取 25℃±0.5℃ 水浴中预热的底物溶液 2.5ml,置 1cm 比色池中,分别精密加入供试品溶液或标准品溶液 0.1ml,混匀,立即计时,使比色池内的温度保持在 25℃±0.5℃,在 253nm 波长处,以底物溶液为空白,准确读取 1 分钟时的吸光度  $A_0$  和 3 分钟时的吸光度  $A$ ,标准品溶液和供试品溶液需平行测定 3 次,分别求得标准品溶液

和供试品溶液的  $\Delta A$  值( $\Delta A = A - A_0$ )的平均值,代入下式计算。

$$P = \frac{\overline{\Delta A}_1 \times P_s \times n}{\overline{\Delta A}_s \times W}$$

式中  $P$  为每 1mg 供试品中含胰激肽原酶的量,单位;

$\overline{\Delta A}_1$  为供试品溶液的  $\Delta A$  值的平均值;

$\overline{\Delta A}_s$  为标准品溶液的  $\Delta A$  值的平均值;

$P_s$  为标准品溶液的单位数;

$n$  为稀释倍数;

$W$  为供试品量,mg。

蛋白含量 取本品约 10mg,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 由测得的酶活力和蛋白含量计算每 1mg 蛋白中含胰激肽原酶的单位数,即得。

【类别】 血管舒张药。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

【制剂】 胰激肽原酶肠溶片

## 胰激肽原酶肠溶片

Yijitaiyuanmei Changrongpian

### Pancreatic Kininogenase Enteric-coated Tablets

本品含胰激肽原酶的效价应不小于标示量的 85.0%。

【性状】 本品为肠溶衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 在纯度项下记录的色谱图中,供试品溶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】 纯度 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

磷酸盐缓冲液(pH 7.0) 见胰激肽原酶纯度项下。

辅料溶液 取淀粉 1.3g、糊精 0.36g 与微晶纤维素 0.52g,置离心管中,加流动相 A 3ml,在漩涡振荡器上混匀 2 分钟,离心(每分钟 3000 转)15 分钟,取上清液滤过,取续滤液,即得。

供试品溶液 取本品,除去包衣,研细,称取细粉适量,置离心管中,加流动相 A 适量使胰激肽原酶溶解并稀释制成每 1ml 中约含胰激肽原酶 200 单位的溶液,在漩涡振荡器上混匀 2 分钟,离心(每分钟 3000 转)15 分钟,取上清液滤过,取续滤液,即得。

对照品溶液 取胰激肽原酶对照品(纯度应大于 95%)适量,加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 400 单位的溶液。

系统适用性溶液 取等体积的辅料溶液与对照品溶液,混匀。

色谱条件 见胰激肽原酶纯度项下。按下表进行线性梯度洗脱。



时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
10	100	0
40	0	100
55	0	100
56	100	0
76	100	0

**系统适用性要求** 将系统适用性溶液的色谱图扣除流动相 A 的色谱图(作为空白基线),进行基线校正,基线校正后的色谱图中,辅料杂质峰的保留时间约为 36 分钟,胰激肽原酶峰的保留时间约为 46 分钟。理论板数按胰激肽原酶峰计算不低于 1500,胰激肽原酶峰与辅料杂质峰的分离度应大于 3.0。

**测定法** 精密量取流动相 A、供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,并按系统适用性要求项下的方法进行基线校正。

**限度** 在供试品溶液色谱图中,量取辅料杂质峰后各色谱峰的面积,按峰面积归一化法计算,与对照品溶液主峰保留时间一致的主峰面积不得低于 70%。

**含量均匀度** 取本品 10 片,除去包衣,研细,分别加纯度项下的磷酸盐缓冲液(pH 7.0)适量,研磨使胰激肽原酶溶解,并定量稀释成每 1ml 中含胰激肽原酶 10 单位的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照胰激肽原酶的效价测定项下的方法测定,每片效价与 10 片的平均效价比较,大于平均效价 $\pm 10\%$ 的不得多于 1 片,且不得超过 $\pm 15\%$ ;10 片效价的相对标准偏差应不得大于 6.0%。

**溶出度** 照溶出度与释放度测定法(通则 0931,采用第一法和第二法中肠溶制剂方法 2,仪器装置采用第三法)测定。

**酸中溶出量** **溶出条件** 以 0.1mol/L 盐酸溶液 100ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 2 小时,立即将转篮提出液面。

**限度** 片剂应不得有裂缝、崩解现象。

**缓冲液中溶出量** **溶出条件** 弃去酸中溶出量项下 2 小时后各溶出杯中酸液,快速用水冲洗数次,立即加入与酸液相同温度的磷酸盐缓冲液(pH 6.8)100ml,继续依法操作,经 45 分钟时取样。

**供试品溶液** 取溶出液约 10ml,滤过,取续滤液,即得。

**标准品溶液** 取胰激肽原酶标准品适量,按标示单位加磷酸盐缓冲液(pH 6.8)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5 单位(60 单位规格)或 1 单位(120 单位规格)或 2 单位(240 单位规格)的溶液。

**测定法** 取小试管 2 支,各加三羟甲基氨基甲烷缓冲液(称取三羟甲基氨基甲烷 12.14g,加水 800ml 溶解,用 6mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 8.0,加水稀释至 1000ml)2.0ml,底物溶液(取 N-苯甲酰-L-精氨酸乙酯盐酸盐 14.14mg,加三羟甲基氨基甲烷缓冲液 12.5ml 溶解,4℃ 保存)0.5ml,混匀,置 25℃ $\pm 0.5$ ℃ 水浴中保温数分钟后,一支试管中精密加入供试

品溶液 0.2ml,混匀,立即计时,使比色池内的温度保持在 25℃ $\pm 0.5$ ℃,另一支试管中精密加入磷酸盐缓冲液(pH 6.8)0.2ml 代替供试品溶液,作为空白,计时至 1 分钟时,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 253nm 的波长处测定吸光度( $A_1$ ),再将上述两种溶液倒回对应的试管中,继续置 25℃ $\pm 0.5$ ℃ 水浴中保温,至 16 分钟时同法测定吸光度( $A_2$ )。另取标准品溶液同法操作。分别求得标准品溶液与供试品溶液的  $\Delta A$  值( $\Delta A = A_2 - A_1$ ),按下式计算。

每片缓冲液中溶出量% =

$$\frac{\text{供试品溶液 } \Delta A \times \text{标准品溶液的单位} \times \text{稀释倍数}}{\text{标准品溶液 } \Delta A \times \text{标示效价}}$$

**限度** 标示量的 70% 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)。

**【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 20 片,除去包衣,精密称定,研细。精密称取细粉适量(约相当于胰激肽原酶 250 单位),置研钵中,加少量纯度项下的磷酸盐缓冲液(pH 7.0),研磨使胰激肽原酶溶解,定量转移至 25ml 量瓶中,用上述磷酸盐缓冲液(pH 7.0)稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

**标准品溶液、底物溶液与测定法** 见胰激肽原酶效价测定酶活力项下。

**【类别】** 同胰激肽原酶。

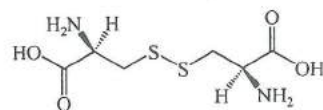
**【规格】** (1)60 单位 (2)120 单位 (3)240 单位

**【贮藏】** 密封,在阴凉干燥处保存。

## 胱氨酸

Guang'ansuan

Cystine



$C_6H_{12}N_2O_4S_2$  240.30

本品为 L-3,3'-二硫双(2-氨基丙酸)。按干燥品计算,含  $C_6H_{12}N_2O_4S_2$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末。

本品在水或乙醇中几乎不溶;在稀盐酸或氢氧化钠试液中溶解。

**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 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 $-215^{\circ}$ 至 $-230^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品与胱氨酸对照品各适量,分别加 2% 氨溶液溶解并稀释制成每 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 1036 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 100ml,充分振摇,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.0~6.5。

溶液的透光率 取本品 1.0g,加 1mol/L 盐酸溶液 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 0.50g,加稀硝酸 10ml 溶解后,加水使成 50ml,分取 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,不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品 0.70g,加稀盐酸 5ml 振摇使溶解,加水使成 40ml,依法检查(通则 0802),与标准硫酸钾溶液 1.4ml 加稀盐酸 5ml 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 取本品适量,加 2%氨溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含约 10mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml,置 200ml 量瓶中,用 2%氨溶液稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取胱氨酸对照品与盐酸精氨酸对照品各适量,置同一量瓶中,加 2%氨溶液溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含胱氨酸 10mg 和盐酸精氨酸 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以异丙醇-浓氨溶液(7:3)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,喷以 0.2%茚三酮的正丁醇-冰醋酸溶液(95:5),在 80℃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%),且不得超过 1 个。

干燥失重 取本品,在 105℃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 取炽灼残渣项下遗留的残渣,加硝酸 1ml,置水浴上蒸干,加稀盐酸 4ml,微温溶解后,移至 50ml 的纳氏比色管中,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,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,再加盐酸 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 80mg,精密称定,置碘瓶中,加氢氧化钠试液 2ml 与水 10ml 振摇溶解后,加溴化钾溶液(20→100)10ml,精密加入溴酸钾滴定液(0.016 67mol/L)50ml 和稀盐酸 15ml,密塞,置冰浴中暗处放置 10 分钟,加碘化钾

1.5g,摇匀,1 分钟后,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示剂 2ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 的溴酸钾滴定液(0.016 67mol/L)相当于 2.403mg 的  $C_6H_{12}N_2O_4S_2$ 。

【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 胱氨酸片

## 胱氨酸片

Guang'ansuan Pian

Cystine Tablets

本品含胱氨酸( $C_6H_{12}N_2O_4S_2$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品 2 片,研细,取细粉适量(约相当于胱氨酸 2mg),加 2%醋酸钠溶液 3ml 与茚三酮约 1mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)取本品的细粉适量(约相当于胱氨酸 100mg),置 10ml 量瓶中,加 2%氨溶液适量使胱氨酸溶解并稀释至刻度,滤过,取续滤液照胱氨酸项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

【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(约相当于胱氨酸 80mg),照胱氨酸含量测定项下的方法测定,即得。

【类别】 同胱氨酸。

【规格】 (1)25mg (2)50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 脂肪乳注射液( $C_{14\sim 24}$ )

Zhifangru Zhushuye( $C_{14\sim 24}$ )

Fat Emulsion Injection( $C_{14\sim 24}$ )

本品系由大豆油(供注射用)经乳化、均质制成的灭菌乳状液体。含大豆油应为标示量的 95.0%~105.0%。

【处方】

	1	2	3	4	5
大豆油(供注射用)	100g	100g	200g	200g	300g
蛋黄卵磷脂(供注射用)	6g	12g	12g	12g	12g
甘油(供注射用)	25g	22g	22g	25g	16.7g
注射用水	适量	适量	适量	适量	适量
制成	1000ml	1000ml	1000ml	1000ml	1000ml



【性状】 本品为白色乳状液体。

【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 6.0~8.5(处方 1~4)或 6.5~9.0(处方 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布仪,如 Mastersizer 2000;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%;或其他适宜的仪器),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不得过 0.5 $\mu$ m;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 5 $\mu$ m 的乳粒加权总体积不得过油相体积的 0.05%。

游离脂肪酸 用内容量移液管精密量取本品 15ml,加乙醇 60ml、水 30ml 与 0.05mol/L 盐酸溶液 1ml,摇匀,作为供试品溶液;另精密称取硬脂酸 28.5mg,置 100ml 量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 15ml,加乙醇 45ml、水 30ml 与 0.05mol/L 盐酸溶液 1ml,摇匀,作为空白溶液。照电位滴定法(通则 0701),用氢氧化钠滴定液(0.05mol/L)滴定。按下式计算,每 1g 大豆油中含游离脂肪酸不得过 0.07mmol。

$$\text{游离脂肪酸} = [C \times (V - V_0) + 0.015] / (15 \times L)$$

式中 C 为氢氧化钠滴定液(0.05mol/L)的浓度, mol/L;

V 为供试品溶液在第二等当点与第一等当点时消耗氢氧化钠滴定液(0.05mol/L)体积的差值, ml;

V<sub>0</sub> 为空白溶液在第二等当点与第一等当点时消耗氢氧化钠滴定液(0.05mol/L)体积的差值, ml;

L 为大豆油的标示量, g/ml。

过氧化值 用内容量移液管精密量取本品适量(约相当于大豆油 1g),冻干或 60℃ 水浴减压蒸馏至除尽水分,加冰醋酸-三氯甲烷(3:2)30ml(两种试剂临用前通入氮气或二氧化碳除去溶解氧)使残渣溶解。精密加饱和碘化钾溶液 0.5ml,立即密塞,准确计时,振摇 1 分钟,加新沸过的冷水 30ml 与淀粉指示液 5ml,立即用硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)滴定至上层水相紫蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。按下式计算,本品的过氧化值不得过 6.0。

$$\text{过氧化值} = (V_1 - V_0) \times C \times 1000 / (V \times L)$$

式中 V<sub>1</sub> 为供试品消耗硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)的体积, ml;

V<sub>0</sub> 为空白试验消耗硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)的体积, ml;

C 为硫代硫酸钠滴定液(0.01mol/L)的浓度, mol/L;

V 为供试品的取样量, ml;

L 为大豆油的标示量, g/ml。

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 用内容量移液管精密量取本品 10ml,置

250ml 圆底烧瓶中,冻干除去水分(或加无水乙醇 20ml,于 60℃ 水浴减压蒸馏除去水分。自“加无水乙醇 20ml”起,依法重复操作三次除尽水分)。取残渣,加异丙醇-异辛烷(2:8)适量使溶解并定量转移至 25ml 量瓶中,用上述溶剂稀释至刻度,摇匀,取 12ml 置离心管,加无水硫酸钠 2.0g,振摇 1 分钟,离心(每分钟 4000 转)10 分钟,取上清液。

测定法 精密量取供试品溶液 5ml,置具塞试管中,精密加冰醋酸 1ml,密塞,摇匀,以异丙醇-异辛烷(2:8)为空白,在 350nm 的波长处测定吸光度(A<sub>0</sub>);精密量取供试品溶液与异丙醇-异辛烷(2:8)各 5ml,分别置甲、乙两支具塞试管中,各精密加 0.25% 4-甲氧基苯胺的冰醋酸溶液(临用新制)1ml,密塞,摇匀,立即准确计时,于 23℃±3℃ 避光放置约 8 分钟,在 350nm 的波长处分别读取 10 分钟时的吸光度 A<sub>1</sub>、A<sub>2</sub>。按下式计算。

$$\text{甲氧基苯胺值} = 25 \times 1.2 \times (A_1 - A_2 - A_0) / (V \times L)$$

式中 A<sub>1</sub> 为供试品溶液反应后的吸光度;

A<sub>2</sub> 为空白溶液反应后的吸光度;

A<sub>0</sub> 为供试品溶液未反应的吸光度;

V 为供试品的取样量, ml;

L 为大豆油的标示量, g/ml;

1.2 为加入 4-甲氧基苯胺的冰醋酸溶液后的溶液稀释因子。

限度 不得过 5.0。

脂肪酸组成 照气相色谱法(通则 0521)测定。

供试品溶液 取本品适量(约相当于大豆油 0.2g),置具塞试管中,加乙醚 10ml,摇匀,加无水硫酸钠 5g,摇匀,静置分层,取乙醚层溶液 5ml,加至硅胶柱内(硅胶孔径 6nm,110℃ 活化 1 小时,装填高度为 1.5cm,直径为 1.5cm,使用前用少量乙醚润湿),以每分钟 5~10 滴的流速通过柱,收集流出液,挥干,加正庚烷 5ml 使残留物溶解,取 1ml,加二甲基碳酸酯与 0.5mol/L 甲醇钠溶液各 1ml,充分混合 1 分钟,加水 7ml,摇匀,取上清液。

对照品溶液 取己酸甲酯、辛酸甲酯、癸酸甲酯、月桂酸甲酯、十四酸甲酯、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各适量,精密称定,加正庚烷溶解并稀释制成每 1ml 中含上述对照品各 0.1mg 的混合溶液。

色谱条件 用键合聚乙二醇为固定液的毛细管柱(0.25mm×30m,0.25 $\mu$ m)为色谱柱;起始温度为 180℃,维持 8 分钟,以每分钟 10℃ 的速率升温至 225℃,维持 15 分钟;检测器温度为 280℃;进样口温度为 250℃;载气流速为每分钟 1ml;进样体积 1 $\mu$ l。

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,按面积归一化法以峰面积计算。

限度 碳链长度小于 14 的饱和脂肪酸不大于 0.1%,十

四酸不大于 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 2.5%~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%。

**溶血磷脂酰胆碱与溶血磷脂酰乙醇胺** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 用内容量移液管精密量取本品 1ml，置 10ml 量瓶中，用正己烷-异丙醇(1:2)稀释至刻度，摇匀。

**对照品溶液(1)~(5)** 取溶血磷脂酰胆碱与溶血磷脂酰乙醇胺对照品各适量，精密称定，加正己烷-异丙醇(1:2)溶解并分别定量稀释制成每 1ml 中含溶血磷脂酰胆碱 40μg、80μg、120μg、200μg、400μg 和溶血磷脂酰乙醇胺 12.5μg、25μg、37.5μg、62.5μg、125μg 的溶液。

**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)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液，取 0.2ml 与供试品溶液 1ml，混匀。

**色谱条件** 用硅胶为填充剂(Alltima Silica 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，正己烷-异丙醇-流动相 A(20:48:32)为流动相 B；流速为每分钟 1.0ml；按下表进行梯度洗脱；检测器为蒸发光散射检测器(参考条件：雾化气为氮气或压缩空气，雾化气流速为每分钟 1.5L，漂移管温度为 75℃)；柱温为 40℃；进样体积 20μl。必要时适当调整浓度及进样体积，使检测灵敏度满足定量测定的要求。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	3.5	96.5
10	22	78
22	90	10
27	90	10
28	3.5	96.5
34	3.5	96.5

**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间的分离度应符合要求。

**测定法** 精密量取对照品溶液(1)~(5)，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。以对照品溶液浓度的对数值与对应峰面积的对数值计算线性回归方程，相关系数应不小于 0.99。另精密量取供试品溶液，注入液相色谱仪，记录色谱图，由回归方程计算供试品中溶血磷脂酰胆碱与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 0.5mg。

**磷** 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，置坩埚中，加氧化锌 2g，缓缓灼灼至烟雾消失，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

沸，煮沸 5 分钟使内容物溶解，用水定量转移至 100ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

**空白溶液** 取所用试剂，制备方法同供试品溶液。

**对照品溶液** 取磷酸二氢钾对照品约 0.135g，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 置 100ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

**测定法** 精密量取对照品溶液 0ml、1ml、2ml、3ml 与 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 0.025mol/L 硫酸溶液 100ml 使溶解，临用新制)1ml 与 50%醋酸铅溶液 3ml，用水稀释至刻度，摇匀，放置 5 分钟，以第一瓶为空白，在 720nm 的波长处分别测定吸光度，以测得的吸光度与其对应的浓度计算线性回归方程。精密量取供试品溶液与空白溶液各 10ml，分别置 25ml 量瓶中，同法操作，在 720nm 的波长处分别测定吸光度，将两者吸光度的差值代入回归方程计算，并将结果乘以 0.2276。

**限度** 每 1ml 中含磷(P)应为 0.20~0.26mg(处方 1)或 0.40~0.52mg(处方 2~5)。

**甘油** 用内容量移液管精密量取本品 2ml，加 1.3%高碘酸钠溶液 50ml，搅拌 1 分钟，加 1,2-丙二醇 3ml，搅拌 30 秒，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 9.21mg 的 C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>。本品每 1ml 中含甘油应为 15.0~18.4mg(处方 5)或 19.8~24.2mg(处方 2、3)或 22.5~27.5mg(处方 1、4)。

**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 280~370mOsmol/kg。

**细菌内毒素** 取本品，用 0.1mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 6.5~7.5，依法检查(通则 1143)，每 1ml 中含内毒素的量应小于 0.5EU。

**其他** 除不溶性微粒外，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。

**溶剂** 正己烷-异丙醇(1:1)。

**供试品溶液** 用内容量移液管精密量取本品适量(约相当于大豆油 0.5~0.6g)，置 50ml 量瓶中，用溶剂稀释至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 50ml 量瓶中，加溶剂 5ml，用流动相稀释至刻度，摇匀。

**对照品贮备液** 取大豆油对照品约 0.19g，精密称定，置 100ml 量瓶中，用溶剂溶解并稀释至刻度，摇匀(此液在 -20℃下保存，可使用 2 个月)。

**系列对照品溶液** 精密量取对照品贮备液 2.0ml、2.5ml、3.0ml、3.5ml 与 4.0ml，分别置 25ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

**系统适用性溶液** 取大豆油和油酸各 10mg，置 50ml 量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。



**色谱条件** 用硅胶为填充剂;以正己烷-异丙醇-冰醋酸(98.9:1:0.1)为流动相;检测器为蒸发光散射检测器(参考条件:雾化气为氮气或压缩空气,雾化气流速为每分钟 2.5L 或压力为 240kPa,漂移管温度为 60~70℃);进样体积 10μl。必要时适当调整浓度及进样体积,使检测灵敏度满足定量测定的要求。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,大豆油峰与油酸峰的分离度应大于 2.0。

**测定法** 精密量取系列对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。以系列对照品溶液浓度的对数值与对应峰面积的对数值计算线性回归方程,相关系数应不小于 0.99。精密量取供试品溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图,由回归方程计算大豆油含量。

**【类别】** 肠外营养药。

**【规格】** (1)100ml:10g(大豆油):1.2g(卵磷脂)  
(2)250ml:25g(大豆油):3g(卵磷脂)  
(3)500ml:50g(大豆油):6g(卵磷脂)  
(4)100ml:20g(大豆油):1.2g(卵磷脂)  
(5)250ml:50g(大豆油):3g(卵磷脂)  
(6)500ml:100g(大豆油):6g(卵磷脂)  
(7)100ml:30g(大豆油):1.2g(卵磷脂)  
(8)250ml:75g(大豆油):3g(卵磷脂)  
(9)250ml:25g(大豆油):1.5g(卵磷脂)  
(10)500ml:50g(大豆油):3g(卵磷脂)

**【贮藏】** 25℃以下保存,不得冷冻。

**【标注】** 产品标签或使用说明书中应写处方。

## 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( $\chi^2$ )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 5μm 以上大乳粒的比例,可采用基于光阻(光消减)原理的单粒子光学传感技术进行测定。单个粒子通过狭窄的光感区时阻挡了一部分入射光,引起到达检测器的人射光强度瞬间降低,强度信号的衰减幅度理论上与粒子横截面(假设横截面积小于光感区的宽度),即粒子直径的平方成正比。用系列标准粒子建立粒径与强度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,根据校正曲线计算出乳粒的粒径及加权体积。使用单粒子光学传感技术传感器时,需知道重合限与最佳流速。

#### 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 的乳粒加权总体积占油相体积的百分比。

$$\text{大乳粒}\% = \frac{\text{测得的大于 } 5\mu\text{m 的乳粒加权总体积}(\text{ml}) \times \text{稀释倍数} \times \text{油相密度}(\text{g/ml})}{\text{取样量}(\text{ml}) \times \text{油相标示浓度}(\text{g/100ml})} \times 100\%$$

## 胶体果胶铋

Jiaoti Guojiaobi

### Colloidal Bismuth Pectin

本品为一种果胶与铋生成的组成不定的复合物。含果胶铋以铋(Bi)计算,应为 14.0%~16.0%。

【性状】 本品为黄色粉末;无臭。

本品在乙醇等有机溶剂中不溶,在水中结块,振摇后能均匀分散在水中。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加水 10ml,搅拌,用稀硫酸 3~5 滴酸化,生成絮状沉淀,加 10%硫脲溶液数滴,即生成深黄色。

(2)取本品 10mg,加水 25ml,搅拌,用稀硫酸 3~5 滴酸化后,生成絮状沉淀,加碘化钾试液,即生成黄色至棕黄色溶液和沉淀。

(3)取本品 0.1g,加热水 10ml,搅拌均匀,放冷,加乙醇 10ml,即发生胶凝。

【检查】 碱度 取本品 50mg,加水 50ml,振摇,依法测定(通则 0631),pH 值应为 8.5~10.5。

胶态稳定性 取本品 0.25g,置 100ml 具塞量筒中,加水至 100ml,强力振摇 1 分钟,使成胶态溶液,静置 1 小时,胶态物的顶面不得下降至 97ml 的刻度以下。

硫酸盐 取本品 2.0g,加盐酸 6ml,搅拌至完全湿润后,加水至 100ml,摇匀,滤过,取滤液 50ml,分为两份,一份中加 25%氯化钡溶液 5ml,放置 10 分钟,反复过滤至滤液澄清,加标准硫酸钾溶液 4.0ml,摇匀,放置 10 分钟作为对照液;另一份中加 25%氯化钡溶液 5ml,加水适量至与对照液同体积,摇匀,放置 10 分钟,如发生浑浊,与对照液比较,不得更浓(0.08%)。

硝酸盐 取本品 50mg,加水 100ml 搅拌后,滤过,取滤液 20ml,加对氨基苯磺酸- $\alpha$ -萘胺试液 2ml 及锌粉 10mg,放置 15 分钟,如显色,与标准硝酸钾溶液(精密称取在 105℃干燥至恒重的硝酸钾 81.5mg,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。每 1ml 相当于 0.05mg 的  $\text{NO}_3^-$ )0.6ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.3%)。

铅盐 取本品 1.0g,置坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷,加硫酸 0.5~1ml,小火加热至硫酸蒸气除尽后,在 600℃炽灼使完全灰化,放冷,滴加硝酸 0.5ml 使溶解,在水浴上蒸干,加氢氧化钾溶液(1→6)5ml,搅匀,煮沸 2 分钟,放冷,补加水至原量,滤过,用水洗涤残渣,洗液与滤液合并,用醋酸调节 pH 值至 7,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,用水稀释成 25ml,加硫代乙酰胺试液 2ml,摇匀,放置 2 分钟。如显色,与标准铅溶液 2.0ml 用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.002%)。

砷盐 取本品 1.0g,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 0.5g,精密称定,加硝酸溶液(1→2)5ml,加热使溶解,再加水 150ml 与二甲酚橙指示液 2 滴,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显黄色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 10.45mg 的铋(Bi)。

【类别】 胃黏膜保护药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 胶体果胶铋胶囊

## 胶体果胶铋胶囊

Jiaoti Guojiaobi Jiaonang

### Colloidal Bismuth Pectin Capsules

本品含果胶铋以铋(Bi)计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为黄色颗粒或粉末。

【鉴别】 取本品的内容物,照胶体果胶铋项下的鉴别试验,显相同的结果。

【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(约相当于铋 75mg),照胶体果胶铋项下的方法测定,即得。

【类别】 同胶体果胶铋。

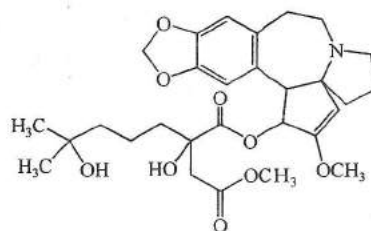
【规格】 按 Bi 计 (1)40mg (2)50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 高三尖杉酯碱

Gaosanjiانشanzhijian

### Homoharringtonine



$\text{C}_{29}\text{H}_{39}\text{NO}_3$  545.63

本品为从粗榧科植物三尖杉 *Cephalotaxus fortunei* Hook. f. 或其同属植物提取得到的一种生物碱。按干燥品计算,含  $\text{C}_{29}\text{H}_{39}\text{NO}_3$  应为 95.0%~103.0%。

【性状】 本品为类白色或微黄色结晶性粉末或无定形疏



松固体;有引湿性;遇光色变深。

本品在甲醇、乙醇或三氯甲烷中易溶,在水或乙醚中微溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 143~147℃。

**【鉴别】** (1)取本品约 0.5mg,加水 1ml 溶解后,加碘化铋钾试液 1 滴,即生成橘红色沉淀。

(2)取本品约 1mg,加变色酸约 1mg,加硫酸 5~10 滴,在 50~60℃的水浴中加热数分钟,即显紫红色。

(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 288nm 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 420 图)一致。

**【检查】 溶液的澄清度** 取本品 10mg,加 0.1%酒石酸溶液 10ml 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。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(40:60),并用磷酸调节 pH 值至 2.5 为流动相;检测波长为 288nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按高三尖杉酯碱峰计算不低于 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,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,以五氧化二磷为干燥剂,减压干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%(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,加甲醇 5ml,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 20ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取高三尖杉酯碱对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 5ml,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 20ml 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】** 高三尖杉酯碱注射液

## 高三尖杉酯碱注射液

Gaosanjiانشanzhijian Zhushuye

Homoharringtonine Injection

本品为高三尖杉酯碱的灭菌水溶液,含高三尖杉酯碱( $C_{29}H_{39}NO_9$ )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 1 滴,即生成橘红色沉淀。

(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 288nm 的波长处有最大吸收。

**【检查】 pH 值** 应为 3.5~4.5(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,即得。

**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 含高三尖杉酯碱 30μg 的溶液。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见高三尖杉酯碱有关物质项下。

**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(3.0%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 高三尖杉酯碱中含内毒素的量应小于 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 2ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见高三尖杉酯碱含量测定项下。

**【类别】** 同高三尖杉酯碱。

**【规格】** (1)1ml:1mg (2)2ml:2mg

**【贮藏】** 遮光,密闭,在阴凉处保存。

## 高 锰 酸 钾

Gaomengsuanjia

Potassium Permanganate

$KMnO_4$  158.03

本品含  $KMnO_4$  应为 99.0%~100.5%。

**【性状】** 本品为黑紫色、细长的棱形结晶或颗粒,带蓝色的金属光泽;无臭;与某些有机物或易氧化物接触,易发生爆炸。

本品在沸水中易溶,在水中溶解。

**【鉴别】** (1)取 0.1%本品的水溶液 5ml,加稀硫酸酸化,

滴加过氧化氢溶液,紫红色即消褪。

(2)上述褪色后的溶液显钾盐的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 氯化物** 取本品 2.0g,加热水 60ml 溶解后,置水浴上加热,在不断搅拌下滴加乙醇适量(约 8ml),使溶液完全褪色后,移入 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,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%)。

**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(0.040%)。

**水中不溶物** 取本品 1.0g,加水 100ml 溶解后,加热至沸,放冷,用经 105℃ 干燥至恒重的垂熔玻璃坩埚滤过,滤渣用水洗涤至无色,在 105℃ 干燥至恒重,遗留残渣不得过 5mg (0.5%)。

**【含量测定】** 取本品约 0.8g,精密称定,置 250ml 量瓶中,加新蒸馏的水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。取供试品溶液置 50ml 滴定管中,调节液面至刻度起点,另精密量取草酸滴定液(0.05mol/L)25ml,加硫酸溶液(1→2)5ml 与水 50ml 置锥形瓶中。由滴定管中迅速加入供试品溶液约 23ml,加热至 65℃,继续滴定至溶液显粉红色,并保持 30 秒钟不褪色。每 1ml 草酸滴定液(0.05mol/L)相当于 3.161mg 的  $\text{KMnO}_4$ 。

**【类别】** 消毒防腐药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 高锰酸钾外用片

## 高锰酸钾外用片

Gaomengsuanjia Waiyongpian

Potassium Permanganate Tablets  
for External Use

本品含高锰酸钾( $\text{KMnO}_4$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【制法】** 取干燥高锰酸钾粉,加入硼酸细粉适量,充分混匀后,压片,即得。

**【性状】** 本品为黑紫色片。

**【鉴别】** 取本品,照高锰酸钾项下的鉴别试验,显相同的结果。

**【检查】** 除崩解时限外,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(约相当于高锰酸钾 0.8g),照高锰酸钾含量测定项下的方法测定。每 1ml 草酸滴定液(0.05mol/L)相当于 3.161mg 的  $\text{KMnO}_4$ 。

**【类别】** 同高锰酸钾。

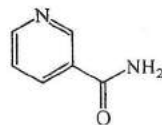
**【规格】** (1)0.1g (2)0.3g

**【贮藏】** 密封保存。

## 烟酰胺

Yanxian'an

Nicotinamide



$\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}$  122.13

本品为 3-吡啶甲酰胺。按干燥品计算,含  $\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色的结晶性粉末;无臭或几乎无臭;略有引湿性。

本品在水或乙醇中易溶,在甘油中溶解。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 128~131℃。

**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 15μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 261nm 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ )为 417~443。

**【鉴别】** (1)取本品约 0.1g,加水 5ml 溶解后,加氢氧化钠试液 5ml,缓缓加热,产生的氨气使湿润的红色石蕊试纸变蓝(与烟酸的区别)。继续加热至氨臭完全除去,放冷,加酚酞指示液 1~2 滴,用稀硫酸中和,加硫酸铜试液 2ml,即缓缓析出淡蓝色的沉淀。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 261nm 的波长处有最大吸收,在 245nm 的波长处有最小吸收,245nm 波长处的吸光度与 261nm 波长处的吸光度的比值应为 0.63~0.67。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 421 图)一致。

**【检查】 酸碱度** 取本品 1.0g,加水 10ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值为 5.5~7.5。

**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。

**易炭化物** 取本品 0.20g,依法检查(通则 0842),与对照溶液(取比色用氯化钴液 1.0ml,比色用重铬酸钾液 2.5ml、比色用硫酸铜液 1.0ml,用水稀释至 50ml)5.0ml 比较,不得更深。

**有关物质** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40mg 的溶液。

**对照溶液(1)** 精密量取供试品溶液适量,用乙醇定量稀释制成每 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,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。



**对照品溶液** 取烟酸对照品适量,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取烟酸对照品与烟酰胺适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含烟酸 0.2mg 与烟酰胺 1mg 的混合溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-无水乙醇-水(48:45:4)为展开剂。

**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;对照溶液(2)应显示一个清晰可见的斑点。

**测定法** 吸取上述 5 种溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

**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%);如显其他杂质斑点,与对照溶液(1)的主斑点比较,不得更深。

**干燥失重** 取本品,置五氧化二磷干燥器中,减压干燥 18 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,加水 10ml 溶解后,加 1mol/L 盐酸溶液 6ml 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 0.1g,精密称定,加冰醋酸 20ml 溶解后,加醋酐 5ml 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 12.21mg 的 C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O。

**【类别】** 维生素类药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)烟酰胺片 (2)烟酰胺注射液

## 烟 酰 胺 片

Yanxian'an Pian

Nicotinamide Tablets

本品含烟酰胺(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)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(约相当于烟酰胺 0.2g),加水 10ml,搅拌使烟酰胺溶解,滤过,取滤液 5ml,照烟酰胺项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品细粉适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含烟酰胺 5mg 的溶液,滤过,取滤液作为供试品溶液;另取烟酰胺对照品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 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)取本品细粉适量(约相当于烟酰胺 0.1g),加无水乙醇 10ml,研磨使烟酰胺溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,取残渣研细,在 80℃ 干燥 2 小时,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 421 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** 取本品细粉适量(约相当于烟酰胺 0.1g),精密称定,加乙醇 15ml,振摇 15 分钟,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣加乙醇 2.5ml 使溶解,摇匀。

**对照溶液(1)** 精密量取供试品溶液适量,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含烟酰胺 0.2mg 的溶液。

**对照溶液(2)** 精密量取供试品溶液适量,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含烟酰胺 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** 见烟酰胺有关物质项下。

**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(0.5%);如显其他杂质斑点,与对照溶液(1)的主斑点比较,不得更深。

**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,精密称取细粉适量(约相当于烟酰胺 60mg),置 100ml 量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)75ml,置水浴上加热 15 分钟并时时振摇,使烟酰胺溶解,放冷,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 200ml 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 261nm 的波长处测定吸光度,按 C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O 的吸收系数(E<sub>1cm</sub><sup>1%</sup>)为 430 计算。

**【类别】** 同烟酰胺。

**【规格】** (1)50mg (2)100mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 烟酰胺注射液

Yanxian'an Zhushuye

Nicotinamide Injection

本品为烟酰胺的灭菌水溶液。含烟酰胺(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)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(约相当于烟酰胺 0.2g),照烟酰胺项下的鉴别(1)项试验,显相同的反应。

(2)取本品适量,用乙醇稀释制成每 1ml 中含烟酰胺 5mg 的溶液,作为供试品溶液;另取烟酰胺对照品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 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 5.5~7.5(通则 0631)。

有关物质 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中含烟酰胺 40mg 的溶液。

对照溶液(1) 精密量取供试品溶液适量,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含烟酰胺 0.2mg 的溶液。

对照溶液(2) 精密量取供试品溶液适量,用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含烟酰胺 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 见烟酰胺有关物质项下。

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(0.5%);如显其他杂质斑点,与对照溶液(1)的主斑点比较,不得更深。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 烟酰胺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)定量稀释制成每 1ml 中约含 15μg 的溶液。

测定法 取供试品溶液,在 261nm 的波长处测定吸光度,按  $C_6H_5N_2O$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 430 计算。

【类别】 同烟酰胺。

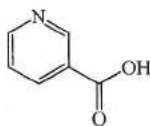
【规格】 (1)1ml:50mg (2)1ml:100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 烟 酸

Yansuan

Nicotinic Acid



$C_6H_5NO_2$  123.11

本品为吡啶-3-羧酸。按干燥品计算,含  $C_6H_5NO_2$  应不少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末,无臭或有微臭。

本品在沸水或沸乙醇中溶解,在水中略溶,在乙醇中微溶,在乙醚中几乎不溶;在碳酸钠试液或氢氧化钠试液中易溶。

吸收系数 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 中约含 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 263nm 的波长处测定吸光

度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 248~264。

【鉴别】 (1)取本品约 4mg,加 2,4-二硝基氯苯 8mg,研匀,置试管中,缓缓加热熔化后,再加热数秒钟,放冷,加乙醇制氢氧化钾试液 3ml,即显紫红色。

(2)取本品约 50mg,加水 20ml 溶解后,滴加 0.4% 氢氧化钠溶液至遇石蕊试纸显中性反应,加硫酸铜试液 3ml,即缓缓析出淡蓝色沉淀。

(3)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 262nm 的波长处有最大吸收,在 237nm 的波长处有最小吸收;237nm 波长处的吸光度与 262nm 波长处的吸光度的比值应为 0.35~0.39。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 422 图)一致。

【检查】 溶液的颜色 取本品 1.0g,加氢氧化钠试液 10ml 溶解后,如显色,与同体积的对照液(取比色用氯化钴液 1.5ml、比色用重铬酸钾液 17ml 与比色用硫酸铜液 1.5ml,用水稀释至 1000ml)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(0.02%)。

硫酸盐 取本品 0.50g,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%)。

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,加稀盐酸 1.5ml 与水使成 25ml,缓缓加温使完全溶解,放冷,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 0.3g,精密称定,加新沸过的冷水 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 12.31mg 的  $C_6H_5NO_2$ 。

【类别】 维生素类药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)烟酸片 (2)烟酸注射液

## 烟 酸 片

Yansuan Pian

Nicotinic Acid Tablets

本品含烟酸( $C_6H_5NO_2$ )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(约相当于烟酸 0.25g),加水 100ml 使烟酸溶解后,滤过;取滤液 20ml,照烟酸项下的鉴别(2)项试验,显相同的反应。



(2)取上述滤液适量,用水稀释制成每 1ml 中约含烟酸 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 262nm 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 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液 5ml (100mg 规格)或 10ml(50mg 规格),置 25ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取烟酸对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ 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 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】 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于烟酸 0.2g),加新沸过的冷水 50ml,置水浴上加热,并时时振摇使烟酸溶解后,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 12.31mg 的  $C_6H_5NO_2$ 。

【类别】 同烟酸。

【规格】 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 密封保存。

## 烟酸注射液

Yansuan Zhushuye

Nicotinic Acid Injection

本品含烟酸( $C_6H_5NO_2$ )应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为无色澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于烟酸 4mg),加 2,4-二硝基氯苯 8mg,缓缓加热数分钟,放冷,加乙醇制氢氧化钾试液即显紫红色。

(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 263nm 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 取本品适量,用乙醇稀释制成每 1ml 中约含烟酸 1mg 的溶液。

对照品溶液 取烟酸对照品适量,加 0.03%氢氧化钠乙醇溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以三氯甲烷-乙醇-水(48:45:8)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 $\mu$ l,分别点于

同一薄层板上,展开,取出,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 4.0~6.0(通则 0631)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 烟酸中含内毒素的量应小于 0.60EU。

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(相当于烟酸 50mg),用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中含烟酸 25 $\mu$ g 的溶液,摇匀。

测定法 取供试品溶液,在 263nm 的波长处测定吸光度,按  $C_6H_5NO_2$  的吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为 256 计算。

【类别】 同烟酸。

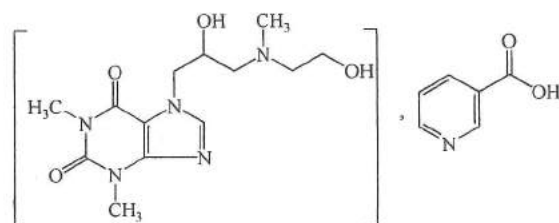
【规格】 (1)2ml:20mg (2)2ml:100mg (3)5ml:50mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 烟酸占替诺

Yansuan Zhantinuao

Xanthinol Nicotinate



$C_{13}H_{21}N_5O_4 \cdot C_6H_5NO_2$  434.45

本品为 7-[2-羟基-3-[(2-羟乙基)甲基]丙基]茶碱的烟酸盐。按干燥品计算,含  $C_{13}H_{21}N_5O_4 \cdot C_6H_5NO_2$  不得少于 98.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中或冰醋酸中易溶,在无水乙醇或三氯甲烷中极微溶解。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 180~184℃。

【鉴别】 (1)取本品约 0.1g,加水 2ml 溶解后,滴加鞣酸试液,即发生白色沉淀。

(2)取本品约 0.1g,加水 5ml 溶解后,加硫酸铜试液 1ml,即缓缓析出淡蓝色沉淀。

(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)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 660 图)一致。

【检查】 酸度 取本品 1.0g,加水 20ml 使溶解,依法测定(通则 0631),pH 值应为 5.5~6.5。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 3.0g,加水 10ml 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。

**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 0.3mg 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 1.5 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取茶碱对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.9 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液** 取烟酸占替诺适量,加流动相溶解并稀释制成每 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 0.1%三乙胺(用醋酸调节 pH 值至 3.3)-甲醇(93:7)为流动相;检测波长为 267nm;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,理论板数按占替诺峰计算不低于 1500。

**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,记录色谱图至占替诺主峰保留时间的 4.5 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与茶碱峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含茶碱不得过 0.3%;除茶碱峰及烟酸峰外,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中占替诺峰面积的 0.6 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 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** 分别取甲醇、乙醇与甲苯适量,精密称定,用水定量稀释制成每 1ml 中含甲醇、乙醇和甲苯为 0.6mg、1mg 和 0.178mg 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

**色谱条件** 以 5%苯基-95%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 8℃的速率升温至 120℃,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 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** 不得过 0.1%(通则 0841)。

**重金属** 取本品 1.0g,加稀醋酸 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。

**【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 0.15g,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** 取烟酸占替诺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 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。按外标法以占替诺峰面积计算。

**【类别】** 血管扩张药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** (1)烟酸占替诺注射液 (2)烟酸占替诺氯化钠注射液

## 烟酸占替诺注射液

Yansuan Zhantinuozhu Zhusheye

### Xanthinol Nicotinate Injection

本品为烟酸占替诺的灭菌水溶液,含烟酸占替诺( $C_{13}H_{21}N_5O_4 \cdot C_6H_5NO_2$ )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(约相当于烟酸占替诺 0.1g),滴加鞣酸试液,即发生白色沉淀。

(2)取本品适量(约相当于烟酸占替诺 0.1g),加硫酸铜试液 1ml,即缓缓析出淡蓝色沉淀。

(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 5.5~6.5(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** 精密量取本品,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含烟酸占替诺 0.3mg 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 中含烟酸占替诺 1.5 $\mu$ 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** 见烟酸占替诺有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有与茶碱峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过烟酸占替诺标示量的 0.3%;除茶碱峰及烟酸峰外,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中占替诺峰面积的 0.6 倍(0.3%)。

**热原** 取本品,加灭菌注射用水稀释制成每 1ml 中含烟酸占替诺 37.5mg 的溶液,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 中约含烟酸占替诺 0.15mg 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 见烟酸占替诺含量测定项下。

【类别】 同烟酸占替诺。

【规格】 2ml: 0.3g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 烟酸占替诺氯化钠注射液

Yansuan Zhantinuo Lühuana Zhushuye

### Xanthinol Nicotinate and Sodium Chloride Injection

本品为烟酸占替诺与氯化钠的灭菌水溶液,含烟酸占替诺( $C_{13}H_{21}N_5O_4 \cdot C_6H_5NO_2$ )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】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 2ml,加鞣酸试液 2 滴,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。

(3)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 5.5~7.0(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 精密量取本品,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含烟酸占替诺 0.3mg 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 中含烟酸占替诺 1.5 $\mu$ 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 见烟酸占替诺有关物质项下。

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,含茶碱不得过烟酸占替诺标示量的 0.3%;除茶碱峰及烟酸峰外,其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中占替诺峰面积的 0.6 倍(0.3%)。

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,照渗透压摩尔浓度测定法(通则 0632),渗透压摩尔浓度应为 280~310mOsmol/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】 烟酸占替诺 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 中约含烟酸占替诺 0.15mg 的溶液,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 见烟酸占替诺含量测定项下。

氯化钠 精密量取本品 15ml,加水 30ml、2%糊精溶液 5ml、2.5%硼砂溶液 2ml 与荧光黄指示剂 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】 同烟酸占替诺。

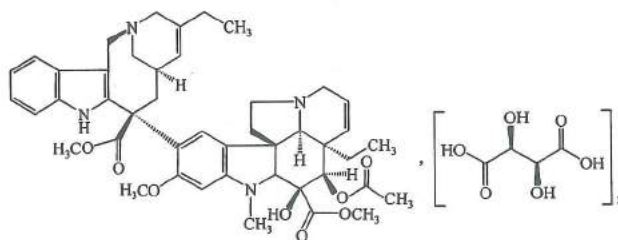
【规格】 (1)100ml: 烟酸占替诺 0.3g 与氯化钠 0.9g (2)200ml: 烟酸占替诺 0.3g 与氯化钠 1.8g (3)200ml: 烟酸占替诺 0.6g 与氯化钠 1.8g (4)250ml: 烟酸占替诺 0.3g 与氯化钠 2.25g (5)300ml: 烟酸占替诺 0.9g 与氯化钠 2.7g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 酒石酸长春瑞滨

Jiushisuan Changchunruibin

### Vinorelbine Tartrate



$C_{45}H_{54}N_4O_8 \cdot 2C_4H_6O_6$  1079.12

本品为 3',4'-二去氢-4'-去氧-8'-去甲基长春碱二酒石酸盐。按无水物计算,含  $C_{45}H_{54}N_4O_8 \cdot 2C_4H_6O_6$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末或结晶性粉末;无臭。

本品在水或乙醇中易溶,在丙酮或三氯甲烷中溶解,在乙醚中几乎不溶。

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 4mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +15.0°至 +21.0°。

【鉴别】 (1)取本品约 15mg,置洁净的试管中,加水 5ml 溶解,加氢制硝酸银试液数滴,置水浴中加热,银即游离并附在管的内壁成银镜。

(2)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 214nm 与 268nm 的波长处有最大吸收,在 242nm 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 1315 图)一致。

**【检查】 酸度** 取本品 0.14g,加水 10ml 溶解后,依法检查(通则 0631),pH 值应为 3.0~3.8。

**溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.14g,加水 10ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显色,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 0.03。

**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 1.4mg 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 14μg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取 4-氧-去乙酰基长春瑞滨二酒石酸盐(杂质 I)与在日光下或照度为 4500lx 的条件下照射 3~5 小时的酒石酸长春瑞滨,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10μg 与 1.4mg 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(用磷酸调节 pH 值至 4.2)-0.2% 癸烷磺酸钠的甲醇溶液(33:67)为流动相;检测波长为 267nm;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,主要色谱峰的出峰顺序依次为光降解产物(相对保留时间约为 0.8)、长春瑞滨与杂质 I(相对保留时间约为 1.2)。理论板数按长春瑞滨峰计算不低于 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 3 倍。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,光降解产物的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(1.0%)。

**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,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40mg 的溶液。

**对照品溶液** 取三氯甲烷与二氯甲烷,精密称定,加水定量制成每 1ml 中约含 2.4μg 与 24μg 的溶液。

**色谱条件** 色谱柱为 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷毛细管柱;柱温为 50℃;进样体积 1~3μl。

**系统适用性要求** 三氯甲烷峰与二氯甲烷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。

**限度** 按外标法以峰面积计算,三氯甲烷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 4.0%。

**【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,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.14mg 的溶液。

**对照品溶液** 取酒石酸长春瑞滨对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.14mg 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】** 抗肿瘤药。

**【贮藏】** 遮光,密封,冷冻保存。

**【制剂】** 酒石酸长春瑞滨注射液

## 酒石酸长春瑞滨注射液

Jiushisuan Changchunruibin Zhushuye

### Vinorelbine Tartrate Injection

本品为酒石酸长春瑞滨的灭菌水溶液,含酒石酸长春瑞滨按长春瑞滨( $C_{25}H_{51}N_4O_8$ )计算,应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为无色至微黄色的澄明液体。

**【鉴别】** (1)取本品 1ml,置洁净的试管中,加水 4ml,加氨制硝酸银试液数滴,置水浴中加热,银即游离并附在管的内壁成银镜。

(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,用水稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 214nm 与 268nm 的波长处有最大吸收,在 242nm 的波长处有最小吸收。

**【检查】 pH 值** 应为 3.0~3.8(通则 0631)。

**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 0.04。

**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,用流动相稀释制成每 1ml 中约含长春瑞滨 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 中含 10μg 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** 见酒石酸长春瑞滨有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,光降解产物的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.8 倍(0.8%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.3 倍(0.3%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(1.5%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 长



春瑞滨中含内毒素的量应小于 6.0EU。

**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,用水定量稀释制成每 1ml 中含长春瑞滨 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** 见酒石酸长春瑞滨含量测定项下。

**测定法** 见酒石酸长春瑞滨含量测定项下。将结果乘以 0.7218。

**【类别】** 同酒石酸长春瑞滨。

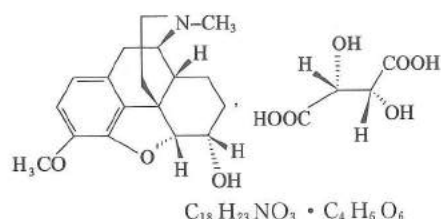
**【规格】** 1ml : 10mg(按  $C_{45}H_{54}N_4O_8$  计)

**【贮藏】** 遮光,密闭,在 2~8℃ 保存。

## 酒石酸双氢可待因

Jiushisuan Shuangqingkedaiyin

Dihydrocodeine Bitartrate



本品为 4,5 $\alpha$ -环氧-3-甲氧基-17-甲基吗啡喃-6 $\alpha$ -醇酒石酸盐。按干燥品计算,含  $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot C_4H_6O_6$  不得少于 98.0%。

**【性状】** 本品为无色结晶或白色结晶性粉末;无臭或几乎无臭。

本品在水中易溶,在乙醇中略溶,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 50mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 -71.5°至 -73.5°。

**【鉴别】** (1)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 200 $\mu$ 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,其吸光度约为 0.72。

(2)取本品 10mg,加甲醛硫酸试液 1ml,即显紫色(与福可定区别)。

(3)取本品 10mg,加硝酸 0.05ml,显黄色(与吗啡区别)。

(4)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,滴加 5mol/L 氨溶液使成碱性,不得生成沉淀。

(5)取本品 0.1g,加硫酸 1ml 溶解后,加三氯化铁试液 0.05ml,缓慢温热,显棕黄色;继续加入 2mol/L 硝酸溶液 0.05ml 后不显红色(与可待因和吗啡区别)。

(6)取本品 5% 的溶液 0.1ml,依次加入 10% 溴化钾溶液 0.1ml、2% 间苯二酚溶液 0.1ml 与硫酸 3ml,水浴加热 5~10 分钟,显黑蓝色,冷却后倾入水中显红色。

**【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 3.2~4.2。

**溶液的颜色** 取本品 1.0g,加水 10ml 溶解后,立即与橙黄色 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** 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**对照品溶液** 取磷酸可待因对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 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 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0 $\pm$ 0.1)-乙腈(85 : 15)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 双氢可待因峰与可待因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与可待因峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.5%,除酒石酸峰外,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中双氢可待因峰面积的 0.3 倍(0.3%),杂质总量不得过 1.0%。

**干燥失重** 取本品,在 105℃ 干燥至恒重,减失重量不得过 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 0.5g,精密称定,加冰醋酸 30ml 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 45.15mg 的  $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot C_4H_6O_6$ 。

**【类别】** 镇痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 酒石酸双氢可待因片

## 酒石酸双氢可待因片

Jiushisuan Shuangqingkedaiyin Pian

Dihydrocodeine Bitartrate Tablets

本品含酒石酸双氢可待因( $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot C_4H_6O_6$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为白色片。

**【鉴别】** 取本品细粉适量(相当于酒石酸双氢可待因 0.15g),加水 50ml,振摇使酒石酸双氢可待因溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣按下述方法进行试验。

(1)取残渣 10mg,加甲醛硫酸试液 1ml,即显紫色(与福可定区别)。

(2)取残渣 10mg,加硝酸 0.05ml,显黄色(与吗啡区别)。

(3)取残渣 0.1g,加硫酸 1ml 溶解后,加三氯化铁试液 0.05ml,缓慢温热,显黄褐色;继续加入 2mol/L 硝酸 0.05ml 后不显红色(与可待因和吗啡区别)。

【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,加水使酒石酸双氢可待因溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含酒石酸双氢可待因 2mg 的溶液,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,置同一 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见酒石酸双氢可待因有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有与可待因峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过酒石酸双氢可待因标示量的 0.5%,除酒石酸峰外,其他单个杂质的峰面积不得大于对照溶液中双氢可待因峰面积的 0.5 倍(0.5%),杂质总量不得过 1.0%。

含量均匀度 取本品 1 片,研细,用水分次定量转移至 250ml 量瓶中,振摇使酒石酸双氢可待因溶解并稀释至刻度,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 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 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 见含量测定项下。

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)测定,在 284nm 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(约相当于酒石酸双氢可待因 15mg),置 100ml 量瓶中,加水 30ml,超声(约 10 分钟)使酒石酸双氢可待因溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取酒石酸双氢可待因对照品约 15mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

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】 同酒石酸双氢可待因。

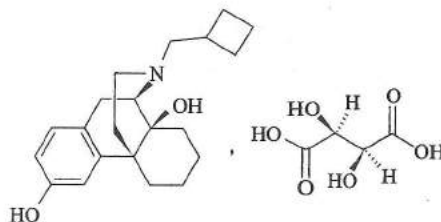
【规格】 30mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 酒石酸布托啡诺

Jiushisuan Butuofeinuo

Butorphanol Tartrate



$C_{21}H_{29}NO_2 \cdot C_4H_6O_6$  477.55

本品为(-)-17-环丁基甲基-3,14-二羟基吗啡喃D-(-)-酒石酸盐。按无水、无溶剂物计算,含  $C_{21}H_{29}NO_2 \cdot C_4H_6O_6$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇中略溶,在水或乙醚中微溶,在三氯甲烷中不溶;在 0.1mol/L 盐酸溶液中溶解。

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 4mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-60^{\circ}$  至  $-66^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加甲醇 2ml 溶解后,加氨制硝酸银试液数滴,置水浴中加热,试管内壁形成银镜。

(2)取本品约 5mg,加入吡啶 15ml 及醋酐 5ml,溶液显翠绿色,最后变成棕黑色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与酒石酸布托啡诺对照品的图谱一致(通则 0402)。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 40mg,加水 20ml 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 取本品约 25mg,置 25ml 量瓶中,加 0.5mol/L 硫酸溶液 1ml,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,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用苯基键合硅胶为填充剂,以 0.05mol/L 乙酸铵溶液(用冰醋酸调节 pH 值至 4.1)-乙腈(70:30)为流动相;检测波长为 280nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中,理论板数按布托啡诺峰计算不低于 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 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%)。

右旋异构体 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。



供试品溶液与对照溶液 见有关物质项下。

系统适用性溶液 取酒石酸布托啡诺与右旋异构体的混合对照品约 25mg, 置 25ml 量瓶中, 加 0.5mol/L 硫酸溶液 1ml, 振摇使溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用环糊精为填充剂 (Astec Cyclobond II, 4.6mm×250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱); 以 0.05mol/L 乙酸铵溶液 (用冰醋酸调节 pH 值至 4.1)-乙腈 (85:15) 为流动相; 检测波长为 280nm; 进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 布托啡诺峰与右旋异构体峰之间的分离度应符合要求, 理论板数按布托啡诺峰计算不低于 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。

限度 供试品溶液色谱图中如有右旋异构体峰, 其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, 加入二甲基亚砜 2ml, 再加 0.2mol/L 硫酸溶液使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 2ml, 置顶空瓶中, 密封。

对照品溶液 取苯、甲苯、二甲苯、三氯甲烷、二氯甲烷与甲醇各适量, 精密称定, 用二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中分别约含苯 0.2μg、甲苯 89μg、二甲苯 0.217mg、三氯甲烷 6μg、二氯甲烷 60μg 与甲醇 0.3mg 的混合溶液, 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 5 分钟, 以每分钟 8℃ 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℃; 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, 苯、甲苯、二甲苯、三氯甲烷、二氯甲烷与甲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 1) 测定, 含水分不得过 2.0%。

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十。

【含量测定】 取本品约 0.3g, 精密称定, 加冰醋酸 40ml 使溶解, 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, 即得。每 1ml 高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 相当于 47.76mg 的  $C_{21}H_{29}NO_2 \cdot C_4H_6O_6$ 。

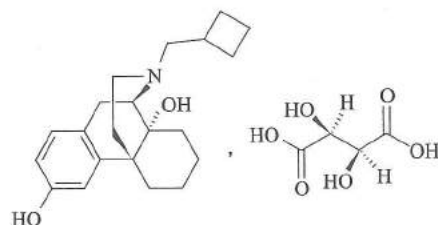
【类别】 镇痛药。

【贮藏】 遮光, 密封保存。

【制剂】 酒石酸布托啡诺注射液

附:

右旋异构体



$C_{21}H_{29}NO_2 \cdot C_4H_6O_6$  477.55

(+)-17-环丁基甲基-3,14-二羟基吗啡喃 D-(-)-酒石酸盐

## 酒石酸布托啡诺注射液

Jiushisuan Butuofoinu Zhushuye

Butorphanol Tartrate Injection

本品为酒石酸布托啡诺的灭菌水溶液。含酒石酸布托啡诺 ( $C_{21}H_{29}NO_2 \cdot C_4H_6O_6$ ) 应为标示量的 90.0%~110.0%。本品不得添加抑菌剂。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 在右旋异构体项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与酒石酸布托啡诺和右旋异构体的混合对照品溶液中酒石酸布托啡诺峰 (前) 的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 3.0~5.5 (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 取本品适量, 用水稀释制成每 1ml 中约含酒石酸布托啡诺 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。

色谱条件、系统适用性要求与测定法 见酒石酸布托啡诺有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 除枸橼酸峰外, 单个杂质的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 (1.0%)。

右旋异构体 照高效液相色谱法 (通则 0512) 测定。

供试品溶液与对照溶液 见有关物质项下。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见酒石酸布托啡诺右旋异构体项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有右旋异构体峰, 其峰面积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 酒



石酸布托啡诺中含内毒素的量应小于 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】** 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(约相当于酒石酸布托啡诺 10mg),置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取酒石酸布托啡诺对照品约 50mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,加 0.5mol/L 硫酸溶液 1ml,振摇使溶解,用水稀释至刻度,精密量取 5ml,置 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】** 同酒石酸布托啡诺。

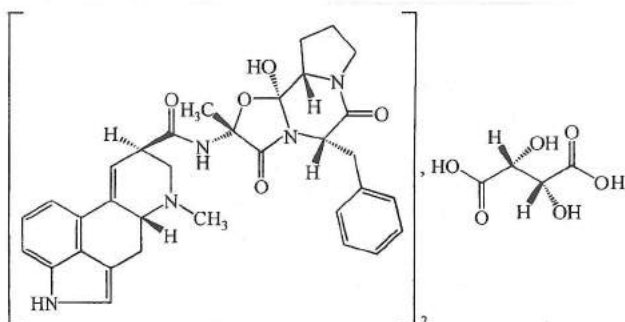
**【规格】** (1)1ml:1mg (2)2ml:4mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 酒石酸麦角胺

Jiushisuan Maijiao'an

Ergotamine Tartrate



$(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$  1313.43

本品为 2'-甲基-5'- $\alpha$ -(苯甲基)-12'-羟基麦角烷-3',6',18-三酮酒石酸盐,或以含二分子甲醇的结晶形式存在。按干燥品计算,含  $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$  应为 97.0%~103.0%。

**【性状】** 本品为无色结晶,或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在乙醇中微溶;在酒石酸溶液中易溶。

**比旋度** 避光操作,测定在 1 小时内完成。取本品 0.30g,加碳酸氢钠 0.5g 与水 25ml,用无乙醇的三氯甲烷(取三氯甲烷,经水充分洗涤后使用)振摇提取 7 次(第一次用 10ml,以后均用 6ml),合并三氯甲烷提取液,滤过,并稀释成 50.0ml,依法测定旋光度(通则 0621)。再精密量取上述三氯甲烷提取液 25ml,用氮气流除去三氯甲烷,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 29.08mg 的麦角胺。计算三氯甲烷提取液中麦角胺的含量;本品的比旋度,按麦角胺计算,为  $-154^\circ$  至  $-165^\circ$ 。

**【鉴别】** (1)取本品约 30mg,加酒石酸 15mg 与水 6ml,振摇使溶解,取此溶液 0.1ml,加冰醋酸 1ml、三氯化铁试液 1 滴与磷酸 1ml,置 80℃ 水浴中加热,数分钟后显蓝紫色。

(2)取本品少量,置载玻片上,加浓过氧化氢溶液 1 滴,稀醋酸 0.1ml 与醋酸钾试液 0.2ml,置显微镜下观察,可见无色结晶性沉淀。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 424 图)一致。

**【检查】 酸度** 取本品 20mg,加水 8ml,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 30mg,加酒石酸 15mg 与水 6ml 振摇溶解后,溶液应澄清无色;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。

**氯化物** 取本品 25mg,加酒石酸 15mg 与水 25ml,振摇使溶解,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 0.50ml 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。临用新制。

**溶剂** 甲醇-二氯甲烷(1:9)。

**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 中约含 0.025mg 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 0.05mg 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 0.1mg 的溶液。

**对照溶液(4)** 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 0.2mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以无水乙醇-二氯甲烷-二甲基苯酰胺-乙醚(5:10:15:70)为展开剂。

**测定法** 吸取上述五种溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上(点样后立即取薄层板置含浓氨溶液 20ml 的烧杯上方,使点样处在氨蒸气中熏 20 秒钟,再置冷空气流下干燥 20 秒钟),展开约 17cm,取出,在冷空气流下干燥约 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,加盐酸-乙醇(1:1)100ml 使溶解],置 60℃ 放置约 5 分钟。

**限度** 供试品溶液如显杂质斑点,与对照溶液(1)~(4)的主斑点比较,杂质总量不得大于 2.0%,且大于 1.0%的杂质斑点不得多于 1 个。

**干燥失重** 取本品约 0.2g,在 95℃ 减压干燥至恒重,减失重量不得过 6.0%(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** 取本品约 10mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加 1% 酒石酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置具塞试管中,精密加对二甲氨基苯甲醛试液 10ml,暗处放置 30 分钟。

**对照品溶液** 取马来酸麦角新碱对照品约 10mg,精密称



定,置 200ml 量瓶中,加 1% 酒石酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置具塞试管中,精密加对二甲氨基苯甲醛试液 10ml,暗处放置 30 分钟。

**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。每 1mg 马来酸麦角新碱相当于 1.488mg 的  $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ 。

**【类别】** 抗偏头痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在冷处保存。

**【制剂】** 麦角胺咖啡因片

## 麦角胺咖啡因片

Maijiao'an Kafeiyin Pian

Ergotamine and Caffeine Tablets

本品每片中含酒石酸麦角胺  $[(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6]$  应为 0.85~1.15mg,含无水咖啡因  $(C_8H_{10}N_4O_2)$  应为 90.0~110.0mg。

**【处方】**

酒石酸麦角胺	1g
无水咖啡因	100g

制成	1000 片
----	--------

**【性状】** 本品为糖衣片或双层片,内层含酒石酸麦角胺,可用少量色素着色;外层含咖啡因,呈白色。

**【鉴别】** (1)取本品 1 片(糖衣片除去包衣),研细,加冰醋酸 5ml 与乙酸乙酯 5ml,振摇提取后,滤过,取滤液 1ml,缓缓加硫酸 1ml,生成紫色环,振摇后紫色环消失,溶液呈紫蓝色。

(2)取本品 1 片(糖衣片除去包衣),研细,取 1/10 量置瓷皿中,加盐酸 1ml 与氯酸钾 0.1g,在水浴上蒸干,将瓷皿覆在盛有氨试液数滴的另一瓷皿上,残渣即显紫色,再加氢氧化钠试液数滴,紫色又消失。

**【检查】** 含量均匀度 酒石酸麦角胺 取本品 1 片(糖衣片除去包衣),置研钵中,加稀乙醇 2ml,研磨 5 分钟,然后用 1% 酒石酸溶液 15ml 分次洗入 20ml 量瓶中,振摇约 30 分钟,用 1% 酒石酸溶液稀释至刻度,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酒石酸麦角胺含量,限度为 ±20%,应符合规定(通则 0941)。

**其他** 除双层片崩解时限应在 30 分钟内崩解外,应符合片剂项下有关的规定(通则 0101)。

**【含量测定】** 酒石酸麦角胺 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(糖衣片除去包衣),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于酒石酸麦角胺 5mg),置研钵中,加稀乙醇 2ml,研磨 5 分钟,然后用 1% 酒石酸溶液 50ml 分次洗入 100ml 量瓶中,振摇约 30 分钟,加 1% 酒石酸溶液至刻度,摇匀,滤过。精密量取续滤液 5ml,置具塞试管

中,精密加对二甲氨基苯甲醛试液 10ml,暗处放置 30 分钟。

**对照品溶液** 取马来酸麦角新碱对照品约 10mg,精密称定,置 200ml 量瓶中,加 1% 酒石酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置具塞试管中,精密加对二甲氨基苯甲醛试液 10ml,暗处放置 30 分钟。

**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。每 1mg 马来酸麦角新碱相当于 1.488mg 的  $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ 。

**咖啡因** 精密量取上述供试品溶液 20ml,置 100ml 量瓶中,加水 20ml 与稀硫酸 10ml,再精密加碘滴定液(0.1mol/L) 50ml,用水稀释至刻度,摇匀,在暗处静置 15 分钟,用干燥滤纸滤过,精密量取续滤液 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,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 碘滴定液(0.1mol/L)相当于 4.855mg 的  $C_8H_{10}N_4O_2$ 。

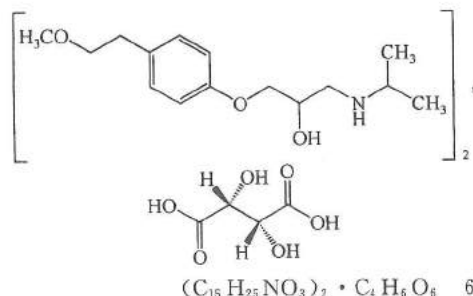
**【类别】** 同酒石酸麦角胺。

**【贮藏】** 遮光,密封,在凉处保存。

## 酒石酸美托洛尔

Jiushisuan Meituoluo'er

Metoprolol Tartrate



$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$  684.82

本品为(±)-1-异丙氨基-3-[4-(2-甲氧乙基)苯氧基]-2-丙醇 L-酒石酸盐。按干燥品计算,含  $(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在乙醇或三氯甲烷中易溶,在无水乙醇中略溶,在丙酮中极微溶解,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 120~124℃。

**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 +6.5°至 +10.5°。

**【鉴别】** (1)取本品约 0.3g,置洁净的试管中,加水 10ml 溶解,加硝酸银试液过量,即生成白色沉淀,滴加氨试液恰使沉淀溶解后,将试管置水浴中加热,银即游离并附在管的内壁成银镜。

(2)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 224nm

的波长处有最大吸收。

(3)取本品适量,加水溶解后,再加氨试液碱化,用二氯甲烷提取,静置,取适量二氯甲烷液,置水浴上蒸干,置五氧化二磷干燥器中放置过夜,依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 685 图)一致。

【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 6.0~7.0。

有关物质 I 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 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 中含 0.1mg 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 中含 0.25mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以甲醇-乙酸乙酯(10:90)为展开剂(层析缸底部放置 2 个盛有展开剂体积 30% 的浓氨溶液小烧杯,并预先平衡 1 小时以上)。

测定法 量取上述三种溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,在空气中晾干 3 小时,再置碘蒸气缸中放置 15 小时,取出,立即检视。

限度 除主斑点与原点外,供试品溶液如显杂质斑点,其颜色与对照溶液(2)的主斑点比较,不得更深,且深于对照溶液(1)主斑点的杂质斑点不得多于 1 个。

有关物质 II 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 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 10 $\mu$ g 的溶液。

系统适用性溶液 取酒石酸美托洛尔对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 2mg 的溶液,置石英杯中,在距离紫外光灯(254nm)下 5cm 处,放置 3 小时。

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(取醋酸铵 3.9g,加水 810ml 溶解后,加三乙胺 2.0ml,冰醋酸 10.0ml,磷酸 3.0ml,摇匀)-乙腈(824:146)为流动相;流速为每分钟 2ml;柱温 30 $^{\circ}$ C;检测波长为 280nm;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,美托洛尔峰的保留时间约为 7 分钟,相对保留时间约 0.3 处为杂质 I 峰,美托洛尔峰与杂质 I 峰的分度应大于 10.0。对照溶液色谱图中,理论板数按美托洛尔峰计算不低于 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 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,其峰面积乘以校正因子 0.1 后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 0.6 倍(0.3%);各杂质峰面积的和(杂质 I 峰面积乘以校正因子 0.1 后计入)不得大于对照溶液的

主峰面积(0.5%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计。

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 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,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 20ml,微温溶解后,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 34.24mg 的(C<sub>15</sub>H<sub>25</sub>NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>。

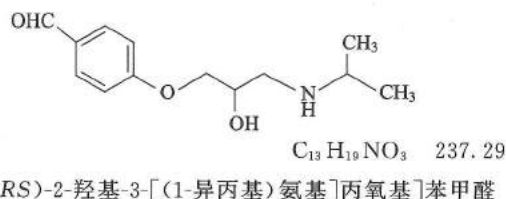
【类别】  $\beta$  肾上腺素受体阻滞剂。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)酒石酸美托洛尔片 (2)酒石酸美托洛尔注射液 (3)酒石酸美托洛尔胶囊 (4)酒石酸美托洛尔缓释片

附:

杂质 I



## 酒石酸美托洛尔片

Jiushisuan Meituoluo'er Pian

Metoprolol Tartrate Tablets

本品含酒石酸美托洛尔[(C<sub>15</sub>H<sub>25</sub>NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>]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(约相当于酒石酸美托洛尔 0.3g),加水 10ml 振摇使酒石酸美托洛尔溶解,滤过,滤液照酒石酸美托洛尔项下的鉴别(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)取本品细粉,用乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含酒石酸美托洛尔 20 $\mu$ g 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 224nm 的波长处有最大吸收。

【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(约相当于酒石酸美托洛尔 50mg),精密称定,置 25ml 量瓶中,加流动相适量,超声



约 30 分钟使酒石酸美托洛尔溶解,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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含酒石酸美托洛尔 10 $\mu$ 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酒石酸美托洛尔有关物质Ⅱ项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中,除相对保留时间 0.2 前的色谱峰,如有与杂质Ⅰ峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 0.1 后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 0.6 倍(0.3%);各杂质峰面积的和(杂质Ⅰ峰面积乘以校正因子 0.1 后计入)不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计。

**含量均匀度** 取本品(25mg 规格)1 片,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 30 分钟,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 第一法)测定。

**溶出条件** 以氯化钠的盐酸溶液(取氯化钠 2g,加盐酸 7ml,加水至 1000ml)900ml(100mg 规格)或 500ml(25mg、50mg 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** 取溶出液滤过。

**对照品溶液** 取酒石酸美托洛尔对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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 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(约相当于酒石酸美托洛尔 60mg),置 200ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 30 分钟使酒石酸美托洛尔溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取酒石酸美托洛尔对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。检测波长为 275nm。

**系统适用性要求** 理论板数按美托洛尔峰计算不低于 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】** 同酒石酸美托洛尔。

**【规格】** (1)25mg (2)50mg (3)100mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 酒石酸美托洛尔注射液

Jiushisuan Meituoluo'er Zhushuye

### Metoprolol Tartrate Injection

本品为酒石酸美托洛尔加氯化钠使成等渗的灭菌水溶液。含酒石酸美托洛尔 $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 应为标示量的 90.0%~110.0%,含氯化钠(NaCl)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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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,加乙醇制成每 1ml 中约含酒石酸美托洛尔 20 $\mu$ 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)本品显钠盐与氯化物鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 pH 值** 应为 5.0~8.0(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** 精密量取本品 5ml,置 50ml 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** 见酒石酸美托洛尔有关物质Ⅱ项下。进样体积 50 $\mu$ l。

系统适用性溶液、系统适用性要求与测定法 见酒石酸美托洛尔有关物质Ⅱ项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中,除相对保留时间 0.2 前的色谱峰,如有与杂质Ⅰ峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 0.1 后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 0.6 倍(0.3%),各杂质峰面积的和(杂质Ⅰ峰面积乘以校正因子 0.1 后计入)不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),小于对照溶液主峰面积 0.1 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 酒石酸美托洛尔中含内毒素的量应小于 15EU。

**其他** 应符合注射剂项下有关的各项规定(通则 0102)。

**【含量测定】** 酒石酸美托洛尔 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 中约含酒石酸美托洛尔 0.3mg 的溶液。

**对照品溶液** 取酒石酸美托洛尔对照品 30mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.9%氯化钠溶液 30ml,振摇使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 见有关物质项下。检测波长为 275nm。

系统适用性要求 理论板数按美托洛尔峰计算不低于

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。

**氯化钠** 精密量取本品 5ml,加水 40ml,加 2%糊精溶液 5ml 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】** 同酒石酸美托洛尔。

**【规格】** (1)2ml: 酒石酸美托洛尔 2mg 与氯化钠 18mg  
(2)5ml: 酒石酸美托洛尔 5mg 与氯化钠 45mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 酒石酸美托洛尔胶囊

Jiushisuan Meituoluo'er Jiaonang

### Metoprolol Tartrate Capsules

本品含酒石酸美托洛尔 $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【鉴别】** (1)取本品的内容物适量(约相当于酒石酸美托洛尔 0.3g),加水 10ml,振摇使酒石酸美托洛尔溶解,滤过,滤液照酒石酸美托洛尔项下的鉴别(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)取本品的内容物,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含酒石酸美托洛尔 20 $\mu$ g 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 224nm 的波长处有最大吸收。

**【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(约相当于酒石酸美托洛尔 50mg),精密称定,置 25ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 30 分钟使酒石酸美托洛尔溶解,放冷,用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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含酒石酸美托洛尔 10 $\mu$ 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酒石酸美托洛尔有关物质 II 项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中,除相对保留时间 0.2 前的色谱峰,如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 0.1 后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 0.6 倍(0.3%);各杂质峰面积的和(杂质 I 峰面积乘以校正因子 0.1 后计入)不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%);小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计。

**含量均匀度** 取本品(25mg 规格)1 粒内容物,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 30 分钟,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(25mg 规格),精密称定,计算平均装量,取内容物混合均匀或取装量差异项下的内容物(50mg 规格),研细,精密称取适量(约相当于酒石酸美托洛尔 60mg),置 200ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 30 分钟使酒石酸美托洛尔溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取酒石酸美托洛尔对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。检测波长为 275nm。

**系统适用性要求** 理论板数按美托洛尔峰计算不低于 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】** 同酒石酸美托洛尔。

**【规格】** (1)25mg (2)50mg

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

## 酒石酸美托洛尔缓释片

Jiushisuan Meituoluo'er Huanshipian

### Metoprolol Tartrate Sustained-release Tablets

本品含酒石酸美托洛尔 $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色片或薄膜衣片,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(约相当于酒石酸美托洛尔 0.3g),加水 10ml,振摇使酒石酸美托洛尔溶解,滤过,滤液照酒石酸美托洛尔项下的鉴别(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)取本品细粉,用乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含酒石酸美托洛尔 20 $\mu$ 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。

**【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(约相当于酒石酸美托洛尔 50mg),精密称定,置 25ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 30 分钟使酒石酸美托洛尔溶解,放冷,用流动相溶解并稀释



至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含酒石酸美托洛尔 10 $\mu$ 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酒石酸美托洛尔有关物质 II 项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中,除相对保留时间 0.2 前的色谱峰;如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰,其峰面积乘以校正因子 0.1 后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 0.6 倍(0.3%),各杂质峰面积的和(杂质 I 峰面积乘以校正因子 0.1 后计入)不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%);小于对照溶液主峰面积 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,在 1 小时、4 小时、8 小时时分别取溶液 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、4 小时、8 小时时的溶出液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取酒石酸美托洛尔对照品,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。

**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 处分别测定吸光度,计算每片在不同时间的溶出量。

**限度** 每片在 1 小时、4 小时与 8 小时时的溶出量应分别相应为标示量的 25%~45%、40%~75% 和 75% 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 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于酒石酸美托洛尔 60mg),置 200ml 量瓶中,加流动相适量,超声约 30 分钟使酒石酸美托洛尔溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续溶液。

**对照品溶液** 取酒石酸美托洛尔对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。检测波长为 275nm。

**系统适用性要求** 理论板数按美托洛尔峰计算不低于 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】** 同酒石酸美托洛尔。

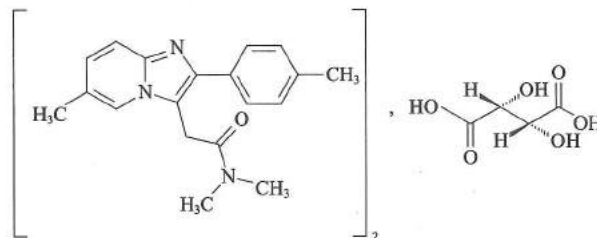
**【规格】** (1)100mg (2)150mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 酒石酸唑吡坦

Jiushisuan Zuobitan

Zolpidem Tartrate



$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$  764.88

本品为 *N,N*,6-三甲基-2-(4-甲基苯基)咪唑并[1,2-*a*]吡啶-3-乙酰胺-*L*-(+)-酒石酸盐。按干燥品计算,含  $(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭;略有引湿性。

本品在甲醇中略溶,在水或乙醇中微溶,在三氯甲烷或二氯甲烷中几乎不溶;在 0.1mol/L 盐酸溶液中溶解。

**【鉴别】** (1)取本品约 10mg,置干燥试管中,加丙二酸约 10mg 与醋酐 10 滴,水浴加热 1~3 分钟,溶液显红棕色。

(2)取本品约 20mg,加 10% 溴化钾溶液 0.1ml、2% 间苯二酚溶液 0.1ml 与硫酸 3ml,水浴加热 10 分钟,显深蓝色;冷却后倾入水中,即变为红色。

(3)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 10 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 237nm 与 294nm 的波长处有最大吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致。如不一致,取本品与对照品各约 50mg,分别加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml 溶解后,加水 5ml,边搅拌边滴加 2mol/L 氨溶液 0.5ml,析出沉淀后,滤过,沉淀用水洗涤,在 105℃ 干燥 2 小时,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。

(5)本品的水溶液显酒石酸盐鉴别(1)的反应(通则 0301)。

**【检查】 酸度** 取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2.0mg 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 0.25g 与酒石酸 0.125g,加水 10ml 使溶解并稀释至 25ml,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。

**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 2ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀; 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; 以乙腈-甲醇-0.05mol/L 磷酸溶液(用三乙胺调节 pH 值至 5.5)(18:23:59)为流动相; 检测波长为 254nm; 进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按唑吡坦峰计算不低于 2000, 唑吡坦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 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(0.2%); 酒石酸峰与小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计(0.02%)。

**残留溶剂** 照残留溶剂测定法(通则 0861 第二法)测定。

**内标溶液** 取正丙醇约 45mg, 用含 10% N,N-二甲基甲酰胺的 0.2mol/L 硫酸溶液稀释至 5000ml。

**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 0.1g 的溶液, 精密量取 2ml, 置顶空瓶中, 密封。

**对照品溶液** 取甲醇、乙醇、乙腈、二氯甲烷、正己烷、四氢呋喃、二氯乙烷、丙酮与异丙醇各适量, 精密称定, 用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中分别含上述成分 0.3mg、0.5mg、0.04mg、0.06mg、0.03mg、0.07mg、0.0005mg、0.5mg 与 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% 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 15 分钟, 以每分钟 30℃ 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 20 分钟。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中, 各成分峰及内标物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, 甲醇、乙醇、乙腈、二氯甲烷、正己烷、四氢呋喃、二氯乙烷、丙酮与异丙醇的残留量均应符合规定。

**含氮化合物** 取本品约 75mg, 精密称定, 照氧瓶燃烧法(通则 0703)进行有机破坏, 以 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 10ml 为吸收液, 待生成的烟雾完全吸入吸收液后, 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 5.0ml)比较, 不得更浓(0.07%)。

**氰化物** 取本品约 1.0g, 依法检查(通则 0806 第一法), 应符合规定(生产工艺中使用了氰化物的产品需检查此项)。

**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)。

**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 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 38.24mg 的  $(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$ 。

**【类别】** 催眠药。

**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

**【制剂】** 酒石酸唑吡坦片

## 酒石酸唑吡坦片

Jiushisuan Zuobitan Pian

Zolpidem Tartrate Tablets

本品含酒石酸唑吡坦  $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$  应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为薄膜衣片, 除去包衣后显白色或类白色。

**【鉴别】** (1) 取本品的细粉适量(约相当于酒石酸唑吡坦 10mg), 置干燥试管中, 加丙二酸约 10mg 与醋酐 10 滴, 水浴加热 1~3 分钟, 溶液显红棕色。

(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。

(3) 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 237nm 与 294nm 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, 加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含酒石酸唑吡坦 0.5mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 5ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀; 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、系统适用性要求与测定法** 见酒石酸唑吡坦有关物质项下。

**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%); 酒石酸峰与小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计(0.05%)。

**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, 振摇使酒石酸唑吡坦溶解, 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 中约含酒石酸唑吡坦 10 $\mu$ 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 294nm 的波长处测定吸光度; 另取酒石酸唑吡坦对照品适量, 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 10 $\mu$ g 的溶液,同法测定,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 0.1mol/L 盐酸溶液 1000ml(10mg 规格)或 500ml(5mg 规格)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** 取酒石酸唑吡坦对照品适量,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 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 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 20 片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于酒石酸唑吡坦 25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使酒石酸唑吡坦溶解,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 中约含酒石酸唑吡坦 10 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取酒石酸唑吡坦对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10 $\mu$ 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】** 同酒石酸唑吡坦。

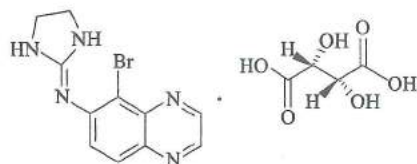
**【规格】** (1)5mg (2)10mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 酒石酸溴莫尼定

Jiushisuan Xiumoniding

Brimonidine Tartrate



$C_{11}H_{10}BrN_5 \cdot C_4H_6O_6$  442.22

本品为 5-溴-6-(2-咪唑双烯氨)喹啉 L-酒石酸盐。按干燥品计算,含  $C_{11}H_{10}BrN_5 \cdot C_4H_6O_6$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为类白色至淡黄色结晶性粉末,无臭。

本品在水中溶解,在冰醋酸中略溶,在甲醇或丙酮中几乎不溶。

**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 20mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +9.2°至 +10.2°。

**【鉴别】** (1)取本品约 50mg,置试管中,加水 2ml 使溶解,加氢制硝酸银试液数滴,水浴加热,即产生银镜。

(2)取本品与酒石酸溴莫尼定对照品适量,分别加流动相制成每 1ml 中约含 50 $\mu$ g 的溶液,照有关物质检查项下的方法试验,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。

(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 0.20g,加水 10ml 使溶解,依法检查(通则 0631),pH 值应为 2.8~3.8。

**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;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 3 号或黄绿色 3 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,精密称定,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** 取酒石酸溴莫尼定适量,加磷酸盐缓冲液(pH 3.0)(取磷酸二氢钾 2.7g,加水适量使溶解并稀释至 1000ml,摇匀,用磷酸调节 pH 值至 3.0)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,取 2ml,置 25ml 量瓶中,加 30% 过氧化氢溶液 0.5ml,置 80℃ 水浴中加热 5 小时,放冷,用上述磷酸盐缓冲液(pH 3.0)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(Xbridge C18, 4.6mm×250mm, 5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠 7.8g,十二烷基磺酸钠 0.41g 与三乙胺 1.0ml,加水 1000ml 溶解)-乙腈(3:1)为流动相;检测波长为 246nm;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,溴莫尼定峰的保留时间约为 10 分钟;理论板数按溴莫尼定峰计算不低于 2000,溴莫尼定峰与氧化产物峰(相对保留时间约为 0.75)间的分离度应大于 6.0。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 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 0.6 倍(0.3%),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 第三法)测定。

**供试品溶液** 取本品适量,精密称定,加二甲基亚砜溶解

并定量稀释制成每 1ml 中含 40mg 的溶液。

**对照品溶液** 取甲苯、甲醇与 *N,N*-二甲基甲酰胺各适量,精密称定,用二甲亚砜定量稀释制成每 1ml 中含甲苯 35.6 $\mu$ g、甲醇 120 $\mu$ g、*N,N*-二甲基甲酰胺 35.2 $\mu$ g 的混合溶液。

**色谱条件** 用 5%二苯基-95%二甲基硅氧烷共聚物为固定相的毛细管柱;初始柱温 35℃,保持 5 分钟,再以每分钟 3℃升至 75℃,然后以每分钟 35℃升至 260℃,保持 20 分钟;进样口温度为 100℃,检测器温度为 260℃;进样体积 1 $\mu$ 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、甲醇与 *N,N*-二甲基甲酰胺的残留量均应符合规定。

**氯化物** 取本品 1.0g,加水 50ml 使溶解,加稀硝酸 10ml,混匀,溶液分成两等份,分置 50ml 纳氏比色管中,一份中加硝酸银试液 1.0ml,摇匀,放置 10 分钟,如显浑浊,反复滤过,至滤液澄清,加标准氯化钠溶液 5.0ml 与水适量使成 50ml,摇匀,暗处放置 5 分钟,作为对照溶液;另一份中加硝酸银试液 1.0ml 与水适量使成 50ml,摇匀,暗处放置 5 分钟,与上述对照液比较(通则 0801),不得更浓(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 0.35g,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 44.22mg 的  $C_{11}H_{10}BrN_5 \cdot C_4H_6O_6$ 。

**【类别】**  $\alpha_2$  肾上腺素受体激动剂。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 酒石酸溴莫尼定滴眼液

## 酒石酸溴莫尼定滴眼液

Jiushisuan Xiumoniding Diyanye

Brimonidine Tartrate Eye Drops

本品含酒石酸溴莫尼定( $C_{11}H_{10}BrN_5 \cdot C_4H_6O_6$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为淡黄绿色的澄明液体。

**【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 5.6~6.6(通则 0631)。

**颜色** 取本品,与黄绿色 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。

**供试品溶液** 精密量取本品适量,用流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含酒石酸溴莫尼定 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。

**灵敏度溶液** 精密量取对照溶液 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酒石酸溴莫尼定有关物质项下。

**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%)。

**渗透压** 取本品,照渗透压摩尔浓度测定法(通则 0632)测定,应为 280~330mOsmol/kg。

**无菌** 取本品,经薄膜过滤法处理后,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** 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含酒石酸溴莫尼定 0.1mg 的溶液,摇匀。

**对照品溶液** 取酒石酸溴莫尼定对照品适量,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】** 同酒石酸溴莫尼定。

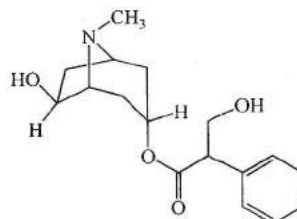
**【规格】** 5ml : 10mg

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

## 消旋山莨菪碱

Xiaoxuan Shanlangdangjian

Raceanisodamine



$C_{17}H_{23}NO_4$  305.38

本品为(±)-6 $\beta$ -羟基-1 $\alpha$ H,5 $\alpha$ H-托烷-3 $\alpha$ -醇托品酸酯。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{23}NO_4$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色结晶或结晶性粉末,无臭。



本品在乙醇中易溶,在水中溶解;在 0.01mol/L 盐酸溶液中溶解。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 103~113℃,熔距应在 6℃ 以内。

**【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 中含 3mg 的溶液。

**对照品溶液** 取消旋山莨菪碱对照品,加甲醇制成每 1ml 中含 3mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨溶液(4:5:0.6:0.4)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,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与颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 811 图)一致。

(3)本品显托烷生物碱类的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.50g,加水 15ml 溶解后,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,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液。

**对照品溶液** 取杂质 I 对照品适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,置 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(含 0.15% 三乙胺,用磷酸调节 pH 值至 6.5)-甲醇(70:30)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按消旋山莨菪碱峰计算不低于 2000。出峰顺序依次为消旋山莨菪碱顺、反式异构体与杂质 I,消旋山莨菪碱顺、反式异构体两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,各杂质峰面积的和(杂质 I 峰面积乘以校正因子 0.44 计)不得大于对照溶液中的消旋山莨菪碱顺、反式异构体两峰面积之和的 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)。

**【含量测定】** 取本品 0.25g,精密称定,加乙醇(对甲基红指示液呈中性)5ml 使溶解,精密加盐酸滴定液(0.1mol/L)20ml,加甲基红指示液 1 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 盐酸滴定液(0.1mol/L)相当于 30.54mg 的 C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>4</sub>。

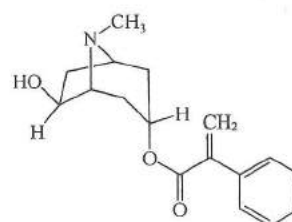
**【类别】** 抗胆碱药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** (1)消旋山莨菪碱片 (2)盐酸消旋山莨菪碱注射液

附:

杂质 I



C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub> 287.35

阿托酸 6β-羟基-3α-托品酯

## 消旋山莨菪碱片

Xiaoxuan Shanlangdangjian Pian

Raceanisodamine Tablets

本品含消旋山莨菪碱(C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>4</sub>)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(约相当于消旋山莨菪碱 10mg),加乙醇 5ml,搅拌,滤过,取滤液置水浴上蒸干,残渣加发烟硝酸 5 滴,置水浴上蒸干,加乙醇制氢氧化钾试液 3 滴,即显紫堇色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液顺、反异构体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(5mg 规格)或 50ml(10mg 规格)量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液适量,充分振摇,使消旋山莨菪碱溶解,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 0.01mol/L 盐酸溶液 100ml(5mg 规格)或 200ml(10mg 规格)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** 取消旋山莨菪碱对照品,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 50 $\mu$ 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 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(约相当于消旋山莨菪碱 10mg),置 50ml 量瓶中,加 0.01mol/L 盐酸溶液适量,振摇使消旋山莨菪碱溶解,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** 取消旋山莨菪碱对照品,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 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 0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(含 0.15% 三乙胺溶液,用磷酸调节 pH 值 6.5)-甲醇(70:30)为流动相;检测波长为 220nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按山莨菪碱峰计算不低于 2000,消旋山莨菪碱顺、反式异构体两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。按外标法以消旋山莨菪碱顺、反式异构体峰面积之和计算。

**【类别】** 同消旋山莨菪碱。

**【规格】** (1)5mg (2)10mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 盐酸消旋山莨菪碱注射液

Yansuan Xiaoxuan Shanlangdangjian Zhushuye

Raceanisodamine Hydrochloride Injection

本品为消旋山莨菪碱加盐酸适量,并加氯化钠适量使成等渗的灭菌水溶液。含盐酸消旋山莨菪碱( $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为无色的澄明液体。

**【鉴别】** 取本品适量(约相当于消旋山莨菪碱 10mg),置水浴上蒸干后,残渣照消旋山莨菪碱片项下的鉴别试验,应显相同的反应。

**【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** 取本品适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含盐酸消旋山莨菪碱 1.5mg 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 100ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见消旋山莨菪碱有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积(杂质 I 峰乘以校正因子 0.44 计)不得大于对照溶液中消旋山莨菪碱顺、反式异构体两峰面积之和的 1.5 倍(1.5%),各杂质峰面积的和(杂质 I 峰应乘以校正因子 0.44 计)不得大于对照溶液中消旋山莨菪碱顺、反式异构体两峰面积之和的 2.5 倍(2.5%)。

**细菌内毒素** 取本品,依法检查(通则 1143),每 1mg 盐酸消旋山莨菪碱中含内毒素的量应小于 0.40EU。

**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(约相当于盐酸消旋山莨菪碱 10mg),置 50ml 量瓶中,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取消旋山莨菪碱对照品适量,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液。

**色谱条件** 见有关物质项下。

**系统适用性要求** 理论板数按山莨菪碱峰计算不低于 2000。消旋山莨菪碱顺、反式异构体两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。按外标法以顺、反式异构体峰面积之和计算,并将结果乘以 1.1195。

**【类别】** 同消旋山莨菪碱。

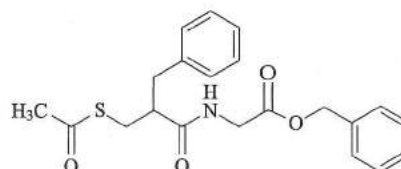
**【规格】** (1)1ml:2mg (2)1ml:5mg (3)1ml:10mg (4)1ml:20mg (5)2ml:10mg

**【贮藏】** 密闭保存。

## 消旋卡多曲

Xiaoxuan Kaduoqu

Racecadotril



$C_{21}H_{23}NO_4S$  385.48

本品为(±)-N-[ $\alpha$ -(巯基甲基)苯丙酰基]甘氨酸苄酯乙酸酯。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{23}NO_4S$  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、乙腈、丙酮、N,N-二甲基甲酰胺、二甲亚砜中易溶,在无水乙醇中溶解,在水中几乎不溶。



**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 77~81℃。

**【鉴别】** (1)取本品约 20mg,加甲醇 1ml 使溶解,加盐酸羟胺试液 6 滴,加氢氧化钠试液使成碱性,加热煮沸,放冷,加稀盐酸使呈酸性,加三氯化铁试液 1 滴,即显紫红色。

(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,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 50 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 231nm 波长处有最大吸收。

(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】 丙酮溶液的澄清度与颜色** 取本品 1.0g,加丙酮 2ml 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。

**氯化物** 取本品 2.0g,加水 60ml,加热煮沸,放冷,置冰水浴放置 1 小时,滤过,残渣用水洗涤,合并滤液并用水定容至 100ml,精密量取 25ml,依法检查(通则 0801),与标准氯化钠溶液 10ml 制成的对照液比较,不得更浓(0.02%)。

**硫酸盐** 取氯化物检查项下的溶液 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。

**供试品溶液** 取本品,加混合溶剂[流动相 A-流动相 B (1:1)]溶解并稀释制成每 1ml 中含约 2mg 的溶液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液 1ml,置 100ml 量瓶中,用上述混合溶剂稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm $\times$ 250mm,5 $\mu$ m 或效能相当的色谱柱);以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 1.0g,加水 800ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 2.5,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;柱温为 30℃;检测波长为 210nm;进样体积 10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	60	40
5	60	40
25	20	80
35	20	80
40	60	40
50	60	40

**系统适用性要求** 消旋卡多曲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 0.2 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%)。

**残留溶剂** 乙醇、乙醚、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、四氢呋喃、环己烷、甲苯与异丙醚 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 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。

**对照品溶液** 分别取乙醇、乙醚、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、四氢呋喃、环己烷、甲苯与异丙醚各适量,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中分别含乙醇 0.5mg、乙醚 0.5mg、丙酮 0.5mg、异丙醇 0.5mg、二氯甲烷 0.06mg、正己烷 0.029mg、乙酸乙酯 0.50mg、四氢呋喃 0.072mg、环己烷 0.388mg、甲苯 0.089mg 与异丙醚 0.02mg 的溶液。

**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 40℃,维持 15 分钟,以每分钟 10℃的速率升温至 180℃,维持 5 分钟,然后以每分钟 30℃的速率升温至 240℃,维持 5 分钟;检测器温度为 260℃;进样口温度为 200℃;进样体积 1 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,乙醇峰与乙醚峰间的分离度应大于 1.3,其他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,异丙醚的残留量不得过 0.02%,其他各溶剂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 0.1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加 *N,N*-二甲基甲酰胺溶液 1ml 使溶解,密封。

**对照品溶液** 取三氯甲烷适量,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺溶液定量稀释制成每 1ml 中含三氯甲烷 6 $\mu$ g 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(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 2 分钟,以每分钟 10℃的速率升温至 180℃,再以每分钟 30℃的速率升温至 220℃,维持 2 分钟;检测器为电子捕获检测器(ECD),检测器温度为 250℃;进样口温度为 200℃;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,残留量应符合规定。

***N,N*-二甲基甲酰胺** 照残留溶剂测定法(通则 0861 第三法)测定。

**供试品溶液** 取本品约 1.0g,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*-二甲基甲酰胺适量,精密称定,用



甲醇定量稀释制成每 1ml 中含 *N,N*-二甲基甲酰胺 0.088mg 的溶液。

**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 1 分钟,以每分钟 10℃的速率升温至 180℃,然后以每分钟 30℃的速率升温至 240℃,维持 5 分钟;检测器温度为 260℃;进样口温度为 200℃;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** 按外标法以峰面积计算,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】** 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,加混合溶剂[流动相 A-流动相 B(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** 取消旋卡多曲对照品适量,精密称定,加上述混合溶剂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】** 止泻药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 消旋卡多曲颗粒

## 消旋卡多曲颗粒

Xiaoxuan Kaduoqu Keli

Racecadotril Granules

本品含消旋卡多曲( $C_{21}H_{23}NO_4S$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为白色或淡黄色混悬颗粒。

**【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** 取含量测定项下的细粉适量(约相当于消旋卡多曲 50mg),置 50ml 量瓶中,加乙腈超声使消旋卡多曲溶解并稀释至刻度,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。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见消旋卡多曲有关物质项下。

**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 0.2 倍(0.2%),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 袋,置 100ml(10mg 规格)或 250ml(30mg 规格)量瓶中,加混合溶剂[流动相 A-流动相 B(1:1)]超声使消旋卡多曲溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法,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 第二法)测定。

**溶出条件** 以 0.5%十二烷基硫酸钠溶液 500ml(10mg、30mg 规格)或 1000ml(100mg 规格)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,取续滤液。

**对照品溶液** 取消旋卡多曲对照品适量,精密称定,加乙醇 5ml 使溶解,用 0.5%十二烷基硫酸钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 20μg(10mg 规格)、60μg(30mg 规格)或 100μg(100mg 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-0.02mol/L 醋酸铵溶液(用醋酸调节 pH 值至 5.0)(65:35)为流动相;检测波长为 210nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按消旋卡多曲峰计算不低于 2000。

**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液,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溶出量。

**限度** 标示量的 70%,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 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** 取本品 10 袋,精密称定,计算平均装量,取内容物研细,精密称取适量(约相当于消旋卡多曲 10mg),加混合溶剂[流动相 A-流动相 B(1:1)]超声使消旋卡多曲溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,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** 见消旋卡多曲含量测定项下。

**【类别】** 同消旋卡多曲。

**【规格】** (1)10mg (2)30mg (3)100mg

**【贮藏】** 密封,在干燥处保存。



## 诺 氟 沙 星

Nuofushaxing

Norfloxacin



本品为 1-乙基-6-氟-1,4-二氢-4-氧代-7-(1-哌嗪基)-3-喹啉羧酸。按干燥品计算,含  $C_{16}H_{18}FN_3O_3$  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;有引湿性。

本品在 *N,N*-二甲基甲酰胺中略溶,在水或乙醇中极微溶解;在醋酸、盐酸或氢氧化钠溶液中易溶。

熔点 本品的熔点为 218~224℃(通则 0612)。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

供试品溶液 取本品适量,加三氯甲烷-甲醇(1:1)制成每 1ml 中含 2.5mg 的溶液。

对照品溶液 取诺氟沙星对照品适量,加三氯甲烷-甲醇(1:1)制成每 1ml 中含 2.5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(15:10:3)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,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与荧光应与对照品溶液主斑点的位置与荧光相同。

(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】 溶液的澄清度 取本品 5 份,各 0.50g,分别加氢氧化钠试液 10ml 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,均不得更浓。

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,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 12.5mg 诺氟沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 0.15mg 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 中含 0.75μg 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 200ml 量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3μg 的溶液。

系统适用性溶液 称取诺氟沙星对照品、环丙沙星对照品和依诺沙星对照品各适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量使溶解,用流动相 A 稀释制成每 1ml 中含诺氟沙星 0.15mg、环丙沙星和依诺沙星各 3μg 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 0.025mol/L 磷酸溶液(用三乙胺调节 pH 值至 3.0±0.1)-乙腈(87:13)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 278nm 和 262nm;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	100	0
10	100	0
20	50	50
30	50	50
32	100	0
42	100	0

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图(278nm)中,诺氟沙星峰的保留时间约为 9 分钟。诺氟沙星峰与环丙沙星峰和诺氟沙星峰与依诺沙星峰间的分离度均应大于 2.0。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液与杂质 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(262nm)按外标法以峰面积计算,不得过 0.2%。其他单个杂质(278nm)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(278nm)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。

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 0.1%。

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】 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 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml 使溶解后,用水稀释至刻度,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 取诺氟沙星对照品约 25mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 2ml 使溶解后,用水稀释至刻度,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 称取诺氟沙星对照品、环丙沙星对照品和依诺沙星对照品各适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量使溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中含诺氟沙星 25μg、环丙沙星和依诺沙星各 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 0.025mol/L 磷酸溶液(用三乙胺调节 pH 值至  $3.0 \pm 0.1$ )-乙腈(87:13)为流动相；检测波长为 278nm；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，诺氟沙星峰的保留时间约为 9 分钟。诺氟沙星峰与环丙沙星峰和诺氟沙星峰与依诺沙星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。按外标法以峰面积计算。

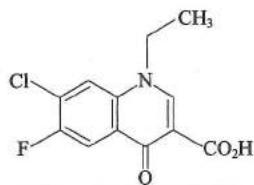
**【类别】** 喹诺酮类抗菌药。

**【贮藏】** 遮光，密封，在干燥处保存。

**【制剂】** (1)诺氟沙星片 (2)诺氟沙星软膏 (3)诺氟沙星乳膏 (4)诺氟沙星胶囊 (5)诺氟沙星滴眼液

附：

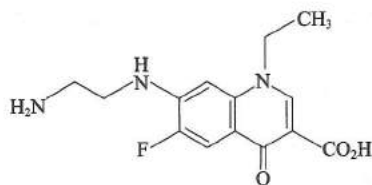
杂质 A



$C_{12}H_9ClFNO_3$  269.66

1-乙基-6-氟-7-氯-4-氧代-1,4-二氢喹啉-3-羧酸

杂质 B



$C_{14}H_{16}FN_3O_3$  293.30

1-乙基-6-氟-7-[(2-氨基乙基)氨基]-4-氧代-1,4-二氢喹啉-3-羧酸

## 诺氟沙星片

Nuofushaxing Pian

Norfloxacin Tablets

本品含诺氟沙星( $C_{16}H_{18}FN_3O_3$ )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)取本品的细粉适量，加三氯甲烷-甲醇(1:1)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含诺氟沙星 2.5mg

的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液。照诺氟沙星项下的鉴别(1)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。

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，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 12.5mg 诺氟沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解，用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含诺氟沙星 0.15mg 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 中约含诺氟沙星 0.75 $\mu$ 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 见诺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 (262nm)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(278nm)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(278nm)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。

**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** 以醋酸盐缓冲液(取冰醋酸 2.86ml 与 50%氢氧化钠溶液 1ml，加水 900ml，振摇，用冰醋酸或 50%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 4.0，加水至 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 中约含诺氟沙星 5 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取诺氟沙星对照品适量，精密称定，加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ 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 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 80%，应符合规定。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 取本品的细粉适量(约相当于诺氟沙星 125mg)，精密称定，置 500ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml 使溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，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** 见诺氟沙星含量测定项下。

**【类别】** 同诺氟沙星。

**【规格】** 0.1g

**【贮藏】** 遮光，密封保存。



## 诺氟沙星软膏

Nuofushaxing Ruangao

Norfloxacin Ointment

本品含诺氟沙星( $C_{16}H_{18}FN_3O_3$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为黄色软膏。

【鉴别】 (1) 取含量测定项下的供试品溶液 5ml, 置水浴上蒸干, 残渣中加丙二酸约 50mg, 与醋酐 1ml, 在水浴中加热 10 分钟, 溶液显红棕色。

(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】 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 精密称取本品适量(约相当于诺氟沙星 5mg), 置分液漏斗中, 加三氯甲烷 15ml, 振摇后, 用 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml、20ml、20ml、20ml 分次提取, 合并提取液, 置 200ml 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 见诺氟沙星含量测定项下。

【类别】 同诺氟沙星。

【规格】 (1)10g : 0.1g (2)250g : 2.5g

【贮藏】 遮光, 密封, 在阴凉处保存。

## 诺氟沙星乳膏

Nuofushaxing Rugao

Norfloxacin Cream

本品含诺氟沙星( $C_{16}H_{18}FN_3O_3$ )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) 取含量测定项下的供试品溶液 5ml, 置水浴上蒸干, 残渣中加丙二酸约 50mg, 与醋酐 1ml, 在水浴中加热 10 分钟, 溶液显红棕色。

(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 273nm 的波长处有最大吸收。

【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(约相当于诺氟沙星 5mg), 精密称定, 置分液漏斗中, 加三氯甲烷 15ml, 振摇后, 用氯化钠饱和的 0.1% 氢氧化钠溶液 25ml、20ml、20ml 和 10ml 分次提取, 合并提取液, 置 100ml 量瓶中, 加 0.1% 氢氧化钠溶液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 10ml, 用 0.4% 氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中约含诺氟沙星 5 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取诺氟沙星对照品适量, 精密称定, 加 0.4% 氢氧化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液, 在 273nm 的波长处分别测定吸光度, 计算。

【类别】 同诺氟沙星。

【规格】 (1)10g : 0.1g (2)250g : 2.5g

【贮藏】 遮光, 密封, 在阴凉处保存。

## 诺氟沙星胶囊

Nuofushaxing Jiaonang

Norfloxacin Capsules

本品含诺氟沙星( $C_{16}H_{18}FN_3O_3$ )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】 (1) 取本品内容物, 加三氯甲烷-甲醇(1:1)制成每 1ml 中约含诺氟沙星 2.5mg 的溶液, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 照诺氟沙星项下的鉴别(1)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。

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, 精密称定, 加 0.1mol/L 盐酸溶液适量(每 12.5mg 诺氟沙星加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml)使溶解, 用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含诺氟沙星 0.15mg 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 中约含诺氟沙星 0.75 $\mu$ 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 见诺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 (262nm)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(278nm)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(278nm)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。

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 以醋酸盐缓冲液(取冰醋酸 2.86ml 与 50% 氢氧化钠溶液 1ml, 加水 900ml, 振摇, 用冰醋酸或 50% 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 4.0, 加水至 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 中含诺氟沙星 5 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取诺氟沙星对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 5 $\mu$ 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 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 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** 取本品的细粉适量(约相当于诺氟沙星 125mg),精密称定,置 500ml 量瓶中,加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml 使溶解后,用水稀释至刻度,摇匀,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** 见诺氟沙星含量测定项下。

**【类别】** 同诺氟沙星。

**【规格】** 0.1g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 诺氟沙星滴眼液

Nuofushaxing Diyanye

### Norfloxacin Eye Drops

本品含诺氟沙星( $C_{16}H_{18}FN_3O_3$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为无色至淡黄色澄明液体。

**【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)取本品适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.4),稀释制成每 1ml 中含诺氟沙星 5 $\mu$ g 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 5.0~5.6(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,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中含诺氟沙星 0.15mg 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 中含诺氟沙星 0.75 $\mu$ g 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 200ml 量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中含 0.3 $\mu$ g 的溶液。

**系统适用性溶液(1)** 称取诺氟沙星对照品、环丙沙星对照品和依诺沙星对照品各适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液适量使

溶解,用流动相 A 稀释制成每 1ml 中含诺氟沙星 0.15mg、环丙沙星和依诺沙星各 3 $\mu$ g 的混合溶液。

**系统适用性溶液(2)** 取羟苯丙酯对照品 45mg 与杂质 A 对照品 15mg,置 200ml 量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,量取适量,用流动相 A 稀释制成每 1ml 中含羟苯丙酯 0.9 $\mu$ g 与杂质 A 0.3 $\mu$ 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 0.025mol/L 磷酸溶液(用三乙胺调节 pH 值至 3.0 $\pm$ 0.1)-乙腈(87:13)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 278nm 和 262nm;进样体积 20 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	100	0
10	100	0
20	76	24
45	76	24
47	100	0
57	100	0

**系统适用性要求** 系统适用性溶液(1)色谱图(278nm)中,诺氟沙星峰的保留时间约为 9 分钟。诺氟沙星峰与环丙沙星峰和诺氟沙星峰与依诺沙星峰间的分离度均应大于 2.0。系统适用性溶液(2)色谱图(262nm)中,羟苯丙酯峰与杂质 A 峰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 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(除乙二胺四醋酸二钠、羟苯甲酯、羟苯丙酯外),杂质 A(262nm)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(278nm)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(278nm)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。

**羟苯甲酯或羟苯丙酯** 如用羟苯甲酯或羟苯丙酯作为防腐剂,照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 精密量取本品 3ml,置 25ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取羟苯甲酯或羟苯丙酯对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 1mg 的混合溶液,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中各约含 30 $\mu$ 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 1% 的冰醋酸-甲醇(40:60)为流动相;检测波长为 255nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 羟苯甲酯峰或羟苯丙酯峰与其他色谱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** 按外标法以峰面积计算,供试品中羧苯甲酯或羧苯丙酯的量应为标示量的 80%~120%。

**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,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含诺氟沙星 25μg 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** 见诺氟沙星含量测定项下。

**【类别】** 同诺氟沙星。

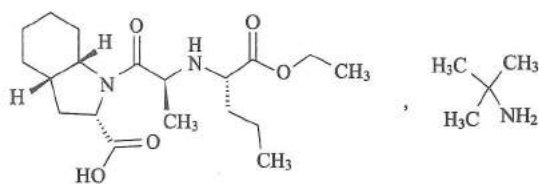
**【规格】** 8ml : 24mg

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

## 培哚普利叔丁胺

Peiduopuli Shuding'an

Perindopril *tert*-Butylamine



$C_{19}H_{32}N_2O_5 \cdot C_4H_{11}N$  441.61

本品为(2*S*,3*aS*,7*aS*)-1-[(*S*)-*N*-[(*S*)-1-乙氧羰基丁基]丙氨酰]八氢-2-吡啶甲酸叔丁铵盐。按无水物和无溶剂物计算,含  $C_{19}H_{32}N_2O_5 \cdot C_4H_{11}N$  不得少于 99.0%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在水或乙醇中易溶。

**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),比旋度应为  $-66^{\circ}$  至  $-69^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

**对照品溶液** 取培哚普利叔丁胺对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以甲醇-甲苯-冰醋酸(60 : 40 : 1)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,晾干,置饱和碘蒸气中显色 20 小时以上。

**结果判定** 供试品溶液所显两个主斑点的位置和颜色应与对照品溶液相同。

(2)取本品和培哚普利叔丁胺对照品各适量,分别加流动

相 A 使溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液,作为供试品溶液和对照品溶液。照有关物质项下的方法,取供试品溶液和对照品溶液各 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。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1204 图)一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

**【检查】** (2*S*,3*aS*,7*aS*)八氢-1*H*-吡啶-2-羧酸(杂质 I)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**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 20mg 的溶液。

**对照品贮备液** 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 中约含 0.2mg 的溶液。

**对照品溶液** 精密量取对照品贮备液适量,用甲醇定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取对照品贮备液适量,与 2% 叔丁胺的甲醇溶液等体积混合。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以甲醇-甲苯-冰醋酸(60 : 40 : 1)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液、对照品溶液与系统适用性溶液各 10μl,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,以饱和碘蒸气显色 20 小时以上。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液应显两个完全分离的清晰斑点。

**限度** 供试品溶液如显与杂质 I 相同的斑点,与对照品溶液的主斑点比较,不得更深(0.25%)。

**立体异构体** 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,加乙醇溶解并稀释制成每 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,用乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取含有培哚普利叔丁胺和杂质 II 的混合对照品(杂质 II 含量不低于 0.1%)适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Intersil ODS-3 C18 柱,4.6mm × 250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以 0.15% 庚烷磺酸钠溶液(用 35% 高氯酸溶液调节 pH 值至 2.0)-乙腈-正戊醇(780 : 217 : 3)为流动相;检测波长为 215nm,柱温为 50℃;进样体积 10μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,培哚普利峰的保留时间约为 100 分钟,杂质 II 峰的峰高与杂质 II 峰和主成分峰之间的峰谷比应大于 3。

**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** 供试品溶液色谱中,杂质 II 峰和相对保留时间在

0.6~1.4 之间的各单个杂质峰面积均不得大于对照溶液的主峰面积(0.1%)。

**有关物质** 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。溶液均应置于 4℃ 以下保存。

**供试品溶液** 取本品,加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中含 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。

**系统适用性溶液** 取培哚普利叔丁胺与杂质Ⅲ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。

**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** 用十八烷基硅键合硅胶为填充剂(Zorbax SB-C18 柱,4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以甲醇-磷酸盐缓冲溶液(取磷酸二氢钾 2g,加水使溶解,再加磷酸 3ml 和三乙胺 3ml,用水稀释至 1000ml)(48:52)为流动相 A,以甲醇-水(75:25)为流动相 B。按下表进行梯度洗脱,检测波长为 215nm;柱温为 50℃;进样体积 20μl。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
40	100	0
41	0	100
75	0	100
76	100	0
90	100	0

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,培哚普利峰保留时间约为 12 分钟,培哚普利峰与杂质Ⅲ峰之间的分离度应大于 6.0。灵敏度溶液色谱图中,主成分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除叔丁胺峰外,如有与杂质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 0.3 倍(0.3%);如有相对保留时间为 1.77~1.90 的杂质Ⅳ峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.4 倍(0.4%);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的主峰面积(1.0%),小于灵敏度溶液主峰面积 2.5 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 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** 分别取丙酮 500mg、二氯甲烷 60mg、乙酸乙酯 500mg 和四氢呋喃 72mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用水

稀释至刻度,摇匀,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(0.32mm×30m,1.8μm);程序升温:初始温度为 40℃,维持 18 分钟,以每分钟 20℃ 的速率升温至 120℃,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,丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯和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,含水量不得过 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十。

**【含量测定】** 取本品约 0.16g,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 22.08mg 的  $C_{19}H_{32}N_2O_5 \cdot C_4H_{11}N$ 。

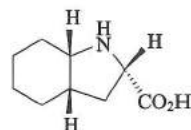
**【类别】** 抗高血压药。

**【贮藏】** 30℃ 以下密封保存。

**【制剂】** 培哚普利叔丁胺片

附:

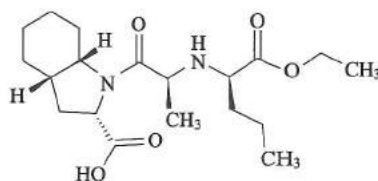
杂质 I



$C_9H_{15}NO_2$  169.22

(2S,3aS,7aS)-八氢-1H-吲哚-2-羧酸

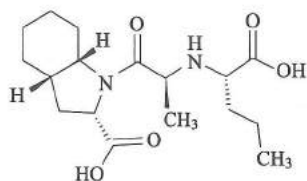
杂质 II [(±)-1"-差向-培哚普利]



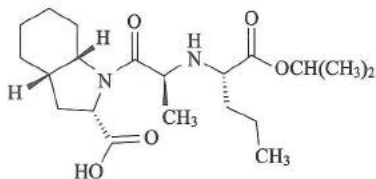
$C_{19}H_{32}N_2O_5$  368.47



## 杂质Ⅲ(培哚普利拉)


 $C_{17}H_{28}N_2O_5$  340.41

## 杂质Ⅳ


 $C_{20}H_{34}N_2O_5$  382.50

(2S,3aS,7aS)-1-[(S)-N-[(S)-1-甲基乙氧羰酰基丁基]丙氨酸]八氢-2-吡啶羧酸

## 培哚普利叔丁胺片

Peiduopuli Shuding'an Pian

Perindopril *tert*-Butylamine Tablets

本品含培哚普利叔丁胺( $C_{19}H_{32}N_2O_5 \cdot C_4H_{11}N$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片或类白色片或绿色片。

【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(约相当于培哚普利叔丁胺 20mg),加甲醇 4ml,超声使培哚普利叔丁胺溶解,滤过,取滤液。

对照品溶液 取培哚普利叔丁胺对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 5mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板,以甲醇-甲苯-冰醋酸(70:30:1)为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,先喷以稀碘化铋钾试液,再喷以 5%亚硝酸钠的稀乙醇溶液。

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】 有关物质 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。溶液均应置于 4℃ 以下保存。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于培哚普利叔丁胺 30mg),置 10ml 量瓶中,加流动相适量,超声使培哚普利叔丁胺溶解,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。

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。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求与测定法见培哚普利叔丁胺有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中,除叔丁胺峰外,如有相对保留时间为 1.77~1.90 的杂质峰(杂质Ⅳ),其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.8 倍(0.8%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积 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的 1.5 倍(1.5%),小于灵敏度溶液主峰面积 2.5 倍的色谱峰忽略不计。

含量均匀度 取本品 1 片,置 10ml 量瓶中,加流动相适量,超声使培哚普利叔丁胺溶解,并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 中含培哚普利叔丁胺 0.2mg 的溶液,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 8mg 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 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 15 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液滤过,弃去初滤液 10ml,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含培哚普利叔丁胺 10 $\mu$ g 的溶液。

对照品溶液 取培哚普利叔丁胺对照品适量,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。

色谱条件 见含量测定项下。进样体积 50 $\mu$ 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 80%,应符合规定。

2mg 或 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 0.01mol/L 盐酸溶液 200ml 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,弃去初滤液 10ml,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含培哚普利叔丁胺 10 $\mu$ 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 见溶出度 8mg 规格项下。

限度 标示量的 75%,应符合规定。

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%。

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(约相当于培哚普利叔丁胺 20mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使培哚普利叔丁胺溶解,放冷,用流动相稀释

至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取培哚普利叔丁胺对照品适量,加流动相适量,超声使溶解,放冷,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取培哚普利叔丁胺与杂质Ⅲ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(Zorbax SB-C18 柱,4.6mm×250mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以甲醇-磷酸盐缓冲溶液(取磷酸二氢钾 2g,加水使溶解,再加磷酸 3ml、三乙胺 3ml,用水稀释至 1000ml)(48:52)为流动相;检测波长为 215nm,柱温为 50℃;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液色谱图中,培哚普利峰的保留时间约为 12 分钟,培哚普利峰与杂质Ⅲ峰的分度应大于 6.0。理论板数按培哚普利峰计算不低于 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】 同培哚普利叔丁胺。

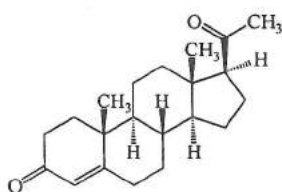
【规格】 (1)2mg (2)4mg (3)8mg

【贮藏】 30℃以下密封保存。

## 黄体酮

Huangtitong

Progesterone



$C_{21}H_{30}O_2$  314.47

本品为孕甾-4-烯-3,20-二酮。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{30}O_2$  应为 98.0%~103.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中极易溶解,在乙醇、乙醚或植物油中溶解,在水中不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 128~131℃。

**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,在 25℃ 时,依法测定(通则 0621),比旋度为 +186° 至 +198°。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加甲醇 0.2ml 溶解后,加亚硝基铁氰化钠细粉约 3mg、碳酸钠与醋酸铵各约 50mg,摇匀,放置 10~30 分钟,应显蓝紫色。

(2)取本品约 0.5mg,加异烟肼约 1mg 与甲醇 1ml 溶解后,加稀盐酸 1 滴,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。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 434 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 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 取黄体酮 25mg,置 25ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠甲醇溶液 10ml 使溶解,置 60℃ 水浴中保温 4 小时,放冷,用 1mol/L 盐酸溶液调节至中性,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;以甲醇-乙腈-水(25:35:40)为流动相;检测波长为 241nm;进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,黄体酮峰的保留时间约为 12 分钟,黄体酮峰与相对保留时间约为 1.1 的降解产物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 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%);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,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 取黄体酮对照品,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。

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】 黄体酮注射液

## 黄体酮注射液

Huangtitong Zhushuye

Progesterone Injection

本品为黄体酮的灭菌油溶液。含黄体酮( $C_{21}H_{30}O_2$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品为无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 用内容量移液管精密量取本品适量(约相当于黄体酮 50mg),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 25ml,置具塞离心管中,在温水浴中使乙醚挥散,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,并将甲醇液移至 25ml 量瓶中,合并提取液,用甲醇稀释至刻度,摇匀,经 0.45 $\mu$ m 滤膜滤过,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黄体酮有关物质项下。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰,扣除相对保留时间 0.1 之前的峰(如处方中含有苯甲醇,应扣除苯甲醇的色谱峰),单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),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 倍的色谱峰忽略不计。

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(约相当于黄体酮 50mg),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,置具塞离心管中,在温水浴中使乙醚挥散,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,并将甲醇液移置 25ml 量瓶中,合并提取液,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

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 见黄体酮含量测定项下。

【类别】 同黄体酮。

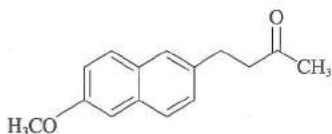
【规格】 (1)1ml:5mg (2)1ml:10mg (3)1ml:20mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 萘丁美酮

Naidingmeitong

Nabumetone



$C_{15}H_{16}O_2$  228.29

本品为 4-(6-甲氧基-2-萘基)-丁-2-酮。按无水、无溶剂物计算,含  $C_{15}H_{16}O_2$  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;无臭,无味。

本品在丙酮、乙酸乙酯或热乙醇中易溶,在乙醇中略溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 80~83℃。

【鉴别】 (1)取本品 25mg,加乙醇 2ml 溶解后,加二硝基苯胍试液 1ml,摇匀,加热至沸,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 661 图)一致。

【检查】 丙酮溶液的澄清度与颜色 取本品 0.50g,加丙酮 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 2.0g,加水 100ml,充分振摇约 10 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,不得更深(0.01%)。

硫酸盐 取氯化物检查项下的滤液 50ml,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,不得更深(0.01%)。

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 0.4mg 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;以乙腈-四氢呋喃-0.1%冰醋酸(37:8:55)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按萘丁美酮峰计算不低于 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 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%)。

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 中约含 0.1g 的溶液,精密量取 5ml,置顶空瓶中,密封。

对照品溶液 取无水乙醇与乙酸乙酯各适量,精密称定,用 *N,N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中分别约含 0.1mg 与 0.02mg 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%二甲基聚硅氧烷为固



定液的毛细管柱为色谱柱(如 DB-624, 0.32mm×30m, 1.8μm 或极性相近的色谱柱);起始温度为 80℃, 维持 6 分钟, 以每分钟 40℃ 的速率升温至 200℃, 维持 8 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 200℃;顶空瓶平衡温度为 85℃, 平衡时间为 45 分钟;进样体积为 1.0ml。

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中, 出峰顺序依次为乙醇与乙酸乙酯, 各成分峰之间的分离度应大于 2.0, 各成分峰的理论板数均不低于 3000。

**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, 乙醇残留量不得过 0.1%, 乙酸乙酯残留量不得过 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%。

**铁盐** 取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查(通则 0807), 与标准铁溶液 3.0ml 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二十。

**砷盐** 取本品 1.0g, 加氢氧化钙 1g 混合, 加水少量, 搅拌均匀, 干燥后先用小火炽灼使炭化, 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(0.0002%)。

**【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 40μg 的溶液。

**对照品溶液** 取萘丁美酮对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 40μg 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】** 解热镇痛、非甾体抗炎药。

**【贮藏】** 遮光, 密封, 在阴凉干燥处保存。

**【制剂】** (1)萘丁美酮片 (2)萘丁美酮胶囊

## 萘丁美酮片

Naidingmeitong Pian

Nabumetone Tablets

本品含萘丁美酮(C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>)应为标示量的 95.0%~105.0%。

**【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)取本品的细粉适量(约相当于萘丁美酮 0.1g), 加乙醇 10ml, 振摇(必要时加热)使萘丁美酮溶解后, 滤过, 取滤液, 加二硝基苯肼试液 1ml, 摇匀, 加热至沸, 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)取本品的细粉适量(约相当于萘丁美酮 30mg), 加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含萘丁美酮 30μg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 261nm、271nm、318nm 与 333nm 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, 加流动相使萘丁美酮溶解, 用流动相稀释制成每 1ml 中含萘丁美酮 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** 见萘丁美酮有关物质项下。

**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%)。

**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 2% 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** 取溶出液适量, 滤过, 精密量取续滤液 1ml, 置 25ml 量瓶中, 用溶出介质稀释至刻度, 摇匀。

**对照品溶液** 取萘丁美酮对照品适量, 精密称定, 加溶出介质适量, 超声使溶解, 用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含 22μg 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 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(约相当于萘丁美酮 40mg), 置 100ml 量瓶中, 加流动相适量, 振摇使萘丁美酮溶解, 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、色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见萘丁美酮含量测定项下。

**【类别】** 同萘丁美酮。

**【规格】** 0.5g

**【贮藏】** 遮光, 密封, 在阴凉干燥处保存。



## 萘丁美酮胶囊

Naidingmeitong Jiaonang

Nabumetone Capsules

本品含萘丁美酮( $C_{15}H_{16}O_2$ )应为标示量的95.0%~105.0%。

【性状】 本品内容物为白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于萘丁美酮0.1g),加乙醇10ml,振摇(必要时加热)使萘丁美酮溶解后,滤过,取滤液,加二硝基苯肼试液1ml,摇匀,加热至沸,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)取本品的内容物适量(约相当于萘丁美酮30mg),加乙醇溶解并稀释制成每1ml中约含萘丁美酮30 $\mu$ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在261nm、271nm、318nm与333nm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,加流动相适量使萘丁美酮溶解,用流动相稀释制成每1ml中约含萘丁美酮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 见萘丁美酮有关物质项下。

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%)。

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2%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 取溶出液适量,滤过,精密量取续滤液1ml(0.5g规格)或2ml(0.25g规格),置25ml量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取萘丁美酮对照品适量,精密称定,加溶出介质适量,超声使溶解,用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含22 $\mu$ 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,精密称取适量(约相当于萘丁美酮40mg),置100ml量瓶中,加流动相适量,振摇使萘丁美酮溶解,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、色谱条件、系统适用性要求与测定法 见萘丁美酮含量测定项下。

【类别】 同萘丁美酮。

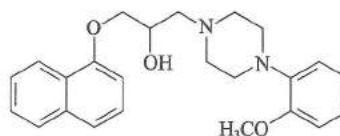
【规格】 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

## 萘哌地尔

Naipaidi'er

Naftopidil



$C_{24}H_{28}N_2O_3$  392.49

本品为(±)-1-[4-(2-甲氧基苯基)-1-哌嗪基]-3-(1-萘氧基)-2-丙醇。按干燥品计算,含 $C_{24}H_{28}N_2O_3$ 不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭或有轻微特殊香气。

本品在醋酐中极易溶解,在冰醋酸或三氯甲烷中易溶,在甲醇、乙醇或乙醚中微溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(通则0612)为125~129℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含24 $\mu$ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401),在283nm的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1\%}^{1cm}$ )为220~234。

【鉴别】 (1)取本品约10mg,加稀盐酸10ml,置水浴中加热使溶解,放冷,取溶液2ml,加重铬酸钾试液2滴,即显污绿色沉淀,渐变为蓝紫色。

(2)取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含10 $\mu$ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定,在230nm与283nm的波长处有最大吸收。在283nm与230nm波长处的吸光度比值应为0.24~0.27。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1042图)一致。

【检查】 旋光度 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50mg的溶液,依法测定(通则0621),旋光度应为-0.1°至+0.1°。

乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品0.10g,加乙醇10ml,水浴加热使溶解,溶液应澄清无色;如显色,依法检查,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 0.50g,加水 25ml,振摇 2 分钟,滤过,取续滤液 10ml,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%)。

**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,加流动相超声使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适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1 $\mu$ g 的溶液。

**对照品溶液** 取  $\alpha$ -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 0.15 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.02mol/L 磷酸氢二铵缓冲液(用冰醋酸调节 pH 值至 6.0)-甲醇-乙腈(35:40:25)为流动相;检测波长为 283nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按萘哌地尔峰计算不低于 3000,萘哌地尔峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

**测定法** 精密量取上述三种溶液,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与  $\alpha$ -萘酚峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.03%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(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%),小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰忽略不计。

**残留溶剂** 乙醇、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、正丁醇与甲苯 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 *N,N*-二甲基甲酰胺 5ml 使溶解,密封。

**对照品溶液** 分别取乙醇、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、正丁醇和甲苯各适量,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 500 $\mu$ g、丙酮 500 $\mu$ g、二氯甲烷 60 $\mu$ g、乙酸乙酯 500 $\mu$ g、正丁醇 500 $\mu$ g 和甲苯 89 $\mu$ 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,起始温度为 40℃,维持 10 分钟,以每分钟 20℃的速率升温至 230℃,维持 5 分钟;进样口温度为 220℃,检测器温度为 260℃;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,出峰顺序为:乙醇、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、正丁醇、甲苯。各相邻色谱峰之间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、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、正丁醇与甲苯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 第一法)测定。

**供试品溶液** 取本品,精密称定,加甲苯适量,微温使溶

解,用甲苯定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液,精密量取 1ml,置 10ml 顶空瓶中,密封。

**对照品溶液** 取三氯甲烷适量,精密称定,用甲苯溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 6 $\mu$ g 的溶液,精密量取 1ml,置 10ml 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;柱温为 80℃;进样口温度为 250℃;采用电子捕获检测器(ECD),检测器温度为 300℃;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,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 0.15g,精密称定,加冰醋酸 30ml 与醋酐 1ml 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 19.62mg 的  $C_{24}H_{28}N_2O_3$ 。

**【类别】**  $\alpha_1$  肾上腺素受体阻滞药。

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

**【制剂】** 萘哌地尔片

## 萘哌地尔片

Naipaidi'er Pian

Naftopidil Tablets

本品含萘哌地尔( $C_{24}H_{28}N_2O_3$ )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(约相当于萘哌地尔 20mg),加稀盐酸 20ml,置水浴中加热使溶解,放冷,滤过,取滤液 2ml,加重铬酸钾试液 2 滴,即显污绿色沉淀,渐变为蓝紫色。

(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** 取含量测定项下细粉适量(约相当于萘哌地尔 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相 40ml,超声 20 分钟使萘哌地尔溶解,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 1 $\mu$ g 的溶液。



**对照品溶液** 取 $\alpha$ -萘酚对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.3 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件、系统适用性要求与测定法** 见萘哌地尔有关物质项下。

**限度** 供试品溶液色谱图中,扣除相对保留时间 0.2 之前的辅料峰,如有与 $\alpha$ -萘酚峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过萘哌地尔标示量的 0.06%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(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 5 倍(1.0%),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 50ml 量瓶中,加流动相 40ml,超声 30 分钟使萘哌地尔溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml(12.5mg 规格)或 5ml(25mg 规格),置 25ml 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。

**溶出条件** 以盐酸溶液(9 $\rightarrow$ 1000ml)500ml(12.5mg 规格)或 1000ml(25mg 规格)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** 取萘哌地尔对照品适量,精密称定,加乙醇 5ml 使溶解,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 25 $\mu$ 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 279nm 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,精密称取细粉适量(约相当于萘哌地尔 25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相 40ml,超声约 20 分钟使萘哌地尔溶解,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** 取萘哌地尔对照品适量,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】** 同萘哌地尔。

**【规格】** (1)12.5mg (2)25mg

**【贮藏】** 密封保存。

## 萘敏维滴眼液

Naiminwei Diyanye

### Naphazoline Hydrochloride, Chlorphenamine Maleate and Vitamin B<sub>12</sub> Eye Drops

本品含盐酸萘甲唑啉( $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$ )、马来酸氯苯那敏( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )与维生素 B<sub>12</sub>( $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

#### 【处方】

盐酸萘甲唑啉	0.02g
马来酸氯苯那敏	0.2g
维生素 B <sub>12</sub>	0.1g
辅料	适量
注射用水	适量
制成	1000ml

**【性状】** 本品为粉红色的澄明液体,具有特殊的气味。

**【鉴别】** (1)照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品 5ml,加氢氧化钠试液 3ml 与乙醚 3ml,振摇,静置,分取乙醚层,挥发除去乙醚,残渣加三氯甲烷 0.5ml 溶解。

**对照品溶液(1)** 取盐酸萘甲唑啉对照品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,量取 5ml,加氢氧化钠试液 3ml 与乙醚 3ml,振摇,静置,分取乙醚层,挥发除去乙醚,残渣加三氯甲烷 0.5ml 溶解。

**对照品溶液(2)** 取马来酸氯苯那敏对照品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,量取 5ml,加氢氧化钠试液 3ml 与乙醚 3ml,振摇,静置,分取乙醚层,挥发除去乙醚,残渣加三氯甲烷 0.5ml 溶解。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-甲醇-丙酮-浓氨溶液(73:15:10:2)为展开剂。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ 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。

**结果判定** 供试品溶液所显两种成分主斑点的位置和颜色应分别与对照品溶液(1)与对照品溶液(2)的主斑点相同。

(2)在盐酸萘甲唑啉与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分别与对照品溶液中相应两个主峰的保留时间一致。

(3)取维生素 B<sub>12</sub> 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 550nm 与 361nm 的波长处有最大吸收,550nm 波长处的吸光度与 361nm 波长处的吸光度的比值应为 0.29~0.32。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

**【检查】 pH 值** 应为 4.5~6.0(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】** 盐酸萘甲唑啉与马来酸氯苯那敏 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

**供试品溶液** 精密量取本品 5ml, 置 10ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

**对照品溶液(1)** 取盐酸萘甲唑啉对照品, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液, 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(2)** 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 0.2mg 的溶液, 精密量取 5ml, 置 10ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

**色谱条件** 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂; 以辛烷磺酸钠溶液(取辛烷磺酸钠 2.16g 与无水枸橼酸 3.8g, 加水 900ml 使溶解, 用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 3.0, 用水稀释至 1000ml, 摇匀)-乙腈(130 : 70)为流动相; 检测波长为 280nm; 进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按萘甲唑啉峰计算不低于 2500。萘甲唑啉峰与氯苯那敏峰之间的分离度应符合要求。

**测定法** 精密量取上述三种溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

**维生素 B<sub>12</sub>** 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 2ml, 置 10ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**对照品溶液** 取维生素 B<sub>12</sub> 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 $\mu$ g 的溶液。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液, 在 361nm 的波长处分别测定吸光度, 计算。

**【类别】** 眼科用药。

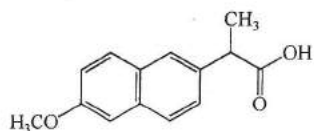
**【规格】** 10ml

**【贮藏】** 密封保存。

## 萘普生

Naipusheng

Naproxen



C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub> 230.26

本品为(+)-(S)- $\alpha$ -甲基-6-甲氧基-2-萘乙酸。按干燥品计算, 含 C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub> 不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色或类白色结晶性粉末, 无臭或几乎无臭。

本品在甲醇、乙醇或三氯甲烷中溶解, 在乙醚中略溶, 在

水中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 153~158℃。

**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 +63.0°至 +68.5°。

**【鉴别】** (1) 取本品, 加甲醇制成每 1ml 中含 30 $\mu$ g 的溶液, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定, 在 262nm、271nm、317nm 与 331nm 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 432 图)一致。

**【检查】** **氯化物** 取本品 0.50g, 加水 50ml, 振摇 10 分钟, 滤过(滤纸先用稀硝酸湿润), 取续滤液 25ml, 依法检查(通则 0801), 与标准氯化钠溶液 7.5ml 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。避光操作。

**供试品溶液** 取本品适量, 精密称定, 加流动相适量, 充分振摇使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 $\mu$ g 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 2ml, 置同一 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-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(75 : 25, 用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相; 检测波长为 240nm; 进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 理论板数按萘普生峰计算不低于 5000, 萘普生峰与各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 2.5 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萘普生峰面积的 0.4 倍(0.2%), 杂质总量不得过 0.5%。

**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** 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 0.5g, 精密称定, 加甲醇 45ml 溶解后, 再加水 15ml 与酚酞指示液 3 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 23.03mg 的 C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>。

**【类别】** 解热镇痛、非甾体抗炎药。

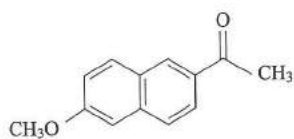
**【贮藏】** 遮光, 密封保存。

**【制剂】** (1) 萘普生片 (2) 萘普生栓 (3) 萘普生胶囊 (4) 萘普生颗粒



附:

## 杂质 I

 $C_{13}H_{12}O_2$  200.23

6-甲氧基-2-萘乙酮

## 萘普生片

Naipusheng Pian

Naproxen Tablets

本品含萘普生( $C_{14}H_{14}O_3$ )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)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶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,加甲醇制成每 1ml 中含萘普生 30 $\mu$ g 的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 262nm、271nm、317nm 与 331nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品(约相当于萘普生 0.2g),研细,加甲醇 10ml,使充分溶解后,滤过,滤液水浴蒸干,105℃干燥 1 小时,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 432 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 取本品细粉适量(约相当于萘普生 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使萘普生溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 分别精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,置同一 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 见萘普生有关物质项下。

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,不得过萘普生标示量的 0.1%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中萘普生峰面积的 0.2 倍(0.2%),杂质总量不得过 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 以磷酸盐缓冲液(pH 7.4)(取磷酸二氢钠 2.28g、磷酸氢二钠 11.50g,加水至 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 10ml,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取萘普生对照品,精密称定,用溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg(0.1g 规格)或 0.125mg(0.125g 规格)或 0.25mg(0.25g 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 331nm 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(约相当于萘普生 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使萘普生溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 250ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取萘普生对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(75:25),用磷酸调节 pH 值至 3.0 为流动相;检测波长为 272nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按萘普生峰计算不低于 2000,萘普生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】 同萘普生。

【规格】 (1)0.1g (2)0.125g (3)0.25g

【贮藏】 遮光,密封保存。

## 萘普生栓

Naipusheng Shuan

Naproxen Suppositories

本品含萘普生( $C_{14}H_{14}O_3$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为乳白色或微黄色栓。

【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 262nm、271nm、317nm 与 331nm 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 取含量测定项下融化并放冷的样品适量(约相当于萘普生 50mg),置 50ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻



度,置 50~60℃水浴振摇使萘普生溶解,保持 10 分钟后取出,放冷,再放入冰箱冷冻(-18℃)1 小时后立即过滤,精密量取放至室温的续滤液 25ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,经 0.45μm 微孔滤膜滤过,取续滤液。

**对照溶液** 分别精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,置同一 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** 见萘普生有关物质项下。

**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,不得过萘普生标示量的 0.1%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中萘普生峰面积的 0.2 倍(0.2%),杂质总量不得过 1.0%。

**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** 取供试品 10 粒,精密称定,在水浴上融化,在不断搅拌下放冷,精密称取适量(约相当于萘普生 0.2g),置 100ml 量瓶中,加甲醇 70ml,置 50~60℃水浴上振摇使萘普生溶解,保持 10 分钟后取出,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀;再放入冰箱中冷冻 1 小时(-18℃)后立即过滤,精密量取放至室温的续滤液 2ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取萘普生对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释成每 1ml 中含 20μg 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-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(75:25),用磷酸调节 pH 值至 3.0 为流动相;检测波长为 272nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按萘普生峰计算不低于 2000,萘普生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】** 同萘普生。

**【规格】** (1)0.25g (2)0.3g (3)0.4g

**【贮藏】** 遮光,密闭,在 30℃以下保存。

## 萘普生胶囊

Naipusheng Jiaonang

Naproxen Capsules

本品含萘普生( $C_{14}H_{14}O_3$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【鉴别】** 取本品的内容物适量,照萘普生片项下的鉴别试验,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** 取装量差异项下的内容物,混匀,精密称取

适量(约相当于萘普生 25mg),置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使萘普生溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 分别精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,置同一 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** 见萘普生有关物质项下。

**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,不得过萘普生标示量的 0.1%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中萘普生峰面积的 0.2 倍(0.2%),杂质总量不得过 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** 以磷酸盐缓冲液(pH 7.4)(取磷酸二氢钠 2.28g、磷酸氢二钠 11.50g,加水至 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 10ml,滤过,取续滤液。

**对照品溶液** 取萘普生对照品,精密称定,用溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg(0.1g 规格)或 0.125mg(0.125g 规格)或 0.2mg(0.2g 规格)或 0.25mg(0.25g 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 331nm 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(约相当于萘普生 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使萘普生溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 250ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取萘普生对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 20μg 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-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(75:25),用磷酸调节 pH 值至 3.0 为流动相;检测波长为 272nm;进样体积 20μl。

**系统适用性要求** 理论板数按萘普生峰计算不低于 2000,萘普生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】** 同萘普生。

**【规格】** (1)0.1g (2)0.125g (3)0.2g (4)0.25g

**【贮藏】** 遮光,密封保存。



## 萘普生颗粒

Naipusheng Keli

### Naproxen Granules

本品含萘普生( $C_{14}H_{13}O_3$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为着色颗粒。

【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)取本品适量(约相当于萘普生 8mg),置 100ml 量瓶中,加无水乙醇适量振摇使溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 262nm、271nm、317nm 与 331nm 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 取本品细粉适量(约相当于萘普生 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使萘普生溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 分别精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml,置同一 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 见萘普生有关物质项下。

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,不得过萘普生标示量的 0.1%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中萘普生峰面积的 0.2 倍(0.2%),杂质总量不得过 1.0%。

其他 除溶化性外,其他应符合颗粒剂项下有关的规定(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(约相当于萘普生 0.1g),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声使萘普生溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 250ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

对照品溶液 取萘普生对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液(75:25),用磷酸调节 pH 值至 3.0 为流动相;检测波长为 272nm;进样体积 20 $\mu$ l。

系统适用性要求 理论板数按萘普生峰计算不低于 2000,萘普生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】 同萘普生。

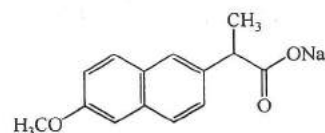
【规格】 10g:0.25g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 萘普生钠

Naipushengna

### Naproxen Sodium



$C_{14}H_{13}NaO_3$  252.25

本品为(S)- $\alpha$ -甲基-6-甲氧基-2-萘乙酸钠。按干燥品计算,含  $C_{14}H_{13}NaO_3$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭;微有引湿性。

本品在水中易溶,在甲醇中溶解,在乙醇中略溶,在丙酮中极微溶解,在三氯甲烷或甲苯中几乎不溶。

比旋度 取本品 0.5g,加水 6ml,滴加 1mol/L 盐酸溶液 2.4ml,边滴加边振摇,析出沉淀后,沉淀用水洗涤至中性,105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重,精密称定,加三氯甲烷制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +63 $^{\circ}$ 至 +69 $^{\circ}$ 。

【鉴别】 (1)取本品约 0.25g,加水 10ml 溶解后,加稀盐酸数滴,即发生白色沉淀,滤过,滤液显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

(2)取鉴别(1)项下的沉淀物,用水洗涤至中性,在 105 $^{\circ}$ C 干燥 1 小时,取细粉约 30mg,加甲醇制成每 1ml 中含 30 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 262nm、271nm、317nm 与 331nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品,经 105 $^{\circ}$ C 干燥 3 小时后,其红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 433 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,加甲醇制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液。

色谱条件 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以甲苯-四氢呋喃-冰醋酸(30:3:1)为展开剂。

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

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。

游离萘普生 取本品 5.0g,精密称定,置分液漏斗中,加水 25ml 使溶解,用三氯甲烷振摇提取 3 次,每次 15ml,合并三氯甲烷液,置水浴上蒸干,残渣用 75% 中性甲醇(对酚酞指示液显中性)50ml 溶解,加酚酞指示液 3 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 2.2ml(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%(通则 0831)。

**重金属** 取本品 1.0g,置分液漏斗中,加水 20ml 使溶解,加 1mol/L 盐酸溶液 5ml,用二氯甲烷提取 3 次(20ml、20ml 与 10ml),弃去二氯甲烷层,水层依法检查(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,加冰醋酸 30ml 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 25.22mg 的  $C_{14}H_{13}NaO_3$ 。

**【类别】** 解热镇痛、非甾体抗炎药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

**【制剂】** 萘普生钠片

## 萘普生钠片

Naipushengna Pian

### Naproxen Sodium Tablets

本品含萘普生钠( $C_{14}H_{13}NaO_3$ )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(约相当于萘普生钠 0.25g),加水 12ml,振摇,加盐酸 1ml,即产生白色沉淀,滤过,滤液显钠盐的鉴别反应(通则 0301)。

(2)取鉴别(1)项下的沉淀物,用水洗涤至中性,在 105℃干燥 1 小时,取细粉约 30mg,加甲醇制成每 1ml 中含 30μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 262nm、271nm、317nm 与 331nm 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** 以磷酸盐缓冲液(pH 7.4)(取磷酸二氢钠 2.28g、磷酸氢二钠 11.50g,加水至 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 10ml,滤过,取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含萘普生钠 0.1mg 的溶液。

**对照品溶液** 取萘普生钠对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 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 332nm 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,取适量(约

相当于萘普生钠 275mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇约 70ml,充分振摇 30 分钟使萘普生钠溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 100ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取萘普生钠对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 55μg 的溶液。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 332nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 同萘普生钠。

**【规格】** (1)0.1g(相当于萘普生 91mg) (2)0.275g(相当于萘普生 250mg)

**【贮藏】** 遮光,密封,在干燥处保存。

## 萘普待因片

Naipu Daiyin Pian

### Naproxen and Codeine Phosphate Tablets

本品每片含萘普生( $C_{14}H_{13}O_3$ )应为标示量的 93.0%~107.0%,含磷酸可待因( $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot 1 \frac{1}{2} H_2O$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【处方】**

萘普生	150g
磷酸可待因	15g
辅料	适量
制成	1000 片

**【性状】** 本品为白色或类白色片。

**【鉴别】** 取本品细粉适量(约相当于磷酸可待因 0.1g、萘普生 1g),加水 15ml 与稀硫酸 5ml,超声 10 分钟,滤过,取续滤液作为鉴别用供试品溶液(1);滤渣用无水乙醇 25ml 全部转移至 50ml 锥形瓶中,超声 10 分钟,滤过,取续滤液作为鉴别用供试品溶液(2)。

(1)取供试品溶液(1)适量,置分液漏斗中加氨试液使呈碱性(pH 值约为 10),用三氯甲烷 15ml 振摇提取 1 次,三氯甲烷用少量水洗涤 1 次,分取三氯甲烷层,减压蒸干,取残渣约 1mg,置白瓷板上,加含亚硒酸 2.5mg 的硫酸 0.5ml,立即显绿色,渐变蓝色。

(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)取供试品溶液(2)适量,加无水乙醇制成每 1ml 中约含萘普生 30μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 262nm、271nm、317nm 与 331nm 的波长处有最大吸收。

(4)取供试品溶液(1)少量,用氢氧化钠试液调节 pH 值至中性,溶液应显磷酸盐的鉴别反应(通则 0301)。

**【检查】 有关物质** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。



**供试品溶液** 取本品细粉适量(约相当于萘普生 1.0g),精密称定,加水 15ml 与稀硫酸 5ml,超声 10 分钟,滤过,滤渣用适量无水乙醇全部转移至 25ml 量瓶中,超声 10 分钟后,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量,用无水乙醇定量稀释制成每 1ml 中含 0.20mg 的溶液。

**对照品溶液** 取杂质 I 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 40 $\mu$ g 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板,以甲苯-四氢呋喃-冰醋酸(90:9:3)为展开剂。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。

**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;供试品溶液如显荧光斑点,其荧光强度与对照品溶液的主斑点比较,不得更强。

**含量均匀度** 磷酸可待因 取本品 1 片,置 50ml 量瓶中,加 75%甲醇溶液适量,照含量测定项下的方法自“超声 10 分钟”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,取续滤液。

**对照品溶液** 取含量测定项下的对照品溶液 5ml,置 25ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 见含量测定项下。进样体积 10 $\mu$ 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** 磷酸可待因限度为标示量的 70%,萘普生限度为标示量的 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(约相当于萘普生 150mg、磷酸可待因 15mg),置 50ml 量瓶中,加 75%甲醇溶液适量,超声 10 分钟,用 75%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 3ml,置 10ml 量瓶中,用 75%甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取萘普生、磷酸可待因对照品各适量,精密称定,加 75%甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含萘普生 0.9mg 与磷酸可待因 0.09mg 的混合溶液。

**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-甲醇-四氢呋喃(4:6:0.04)为流动相;检测波长为 254nm;进样体积 20 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 磷酸可待因峰与萘普生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。按外标法以各自的峰面积计算。

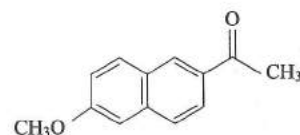
在计算磷酸可待因含量时,应将结果乘以 1.068。

**【类别】** 镇痛药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

附:

杂质 I



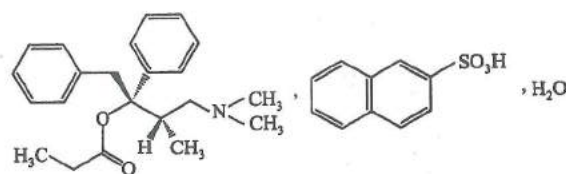
$C_{13}H_{12}O_2$  200.23

6-甲氧基-2-萘乙酮

## 萘磺酸右丙氧芬

Naihuangsuan Youbingyangfen

Dextropropoxyphene Napsylate



$C_{22}H_{29}NO_2 \cdot C_{10}H_8O_3S \cdot H_2O$  565.73

本品为(1S,2R)-1-苄基-3-二甲氨基-2-甲基-1-苯丙基丙酸酯萘-2-磺酸盐一水合物。按无水物计算,含  $C_{22}H_{29}NO_2 \cdot C_{10}H_8O_3S$  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;无臭。

本品在甲醇或三氯甲烷中易溶,在乙醇或丙酮中溶解,在水中极微溶解。

**熔点** 本品经 105℃干燥 3 小时后,熔点(通则 0612)为 158~165℃,熔距不得过 4℃。

**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 50mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为 +26°至 +31°。

**【鉴别】** (1)取本品,加乙醇制成每 1ml 中含 50 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 265nm 与 275nm 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 1043 图)一致。

**【检查】** 氯化物 取本品 0.50g,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(0.028%)。

**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 20mg 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 0.1mg 的溶液。

**系统适用性溶液** 取萘磺酸右丙氧芬、杂质 I 与杂质 II 各适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含萘磺酸右丙氧芬 20mg、杂质 I 0.1mg 与杂质 II 0.1mg 的溶液。

**色谱条件** 采用 0.5mm 厚的硅胶 G 薄层板,以三氯甲烷-乙酸丁酯-甲酸(3:2:1)为展开剂(1),以三氯甲烷-乙酸丁酯-浓氨溶液(3:2:0.5)的下清液为展开剂(2)(展开剂必须澄清)。

**测定法** 吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,以展开剂(1)展开,晾干,再以展开剂(2)同方向第二次展开,晾干,喷以稀碘化铋钾试液显色。

**系统适用性要求** 系统适用性溶液应显三个清晰的斑点。

**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,杂质斑点不得多于 2 个。

**水分** 取本品,照水分测定法(通则 0832 第一法 1)测定,含水分为 2.5%~5.0%。

**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。

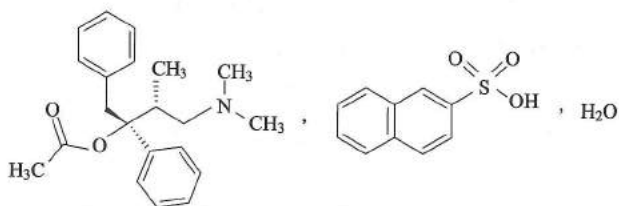
**【含量测定】** 取本品约 0.4g,精密称定,置分液漏斗中,加三氯甲烷 40ml 使溶解,加水 and 氢氧化钠试液各 10ml,振摇 2 分钟,静置分层,分取三氯甲烷液,水层用三氯甲烷提取 3 次,每次 25ml,各次三氯甲烷液均用同一加有无水硫酸钠 3g 的滤器滤过,合并三氯甲烷液,置水浴上蒸干,加冰醋酸 40ml,使残渣溶解,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正,每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 54.77mg 的  $C_{22}H_{29}NO_2 \cdot C_{10}H_8O_3S$ 。

**【类别】** 镇痛药

**【贮藏】** 遮光,密封保存。

附:

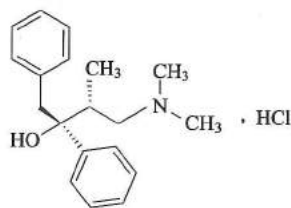
杂质 I (萘磺酸右丙氧芬乙酰物)



$C_{21}H_{27}NO_2 \cdot C_{10}H_8O_3S \cdot H_2O$  551.70

(1S,2R)-1-苄基-3-二甲氨基-2-甲基-1-苯丙基乙酸酯萘-2-磺酸盐-水合物

杂质 II (氨基醇盐酸盐)



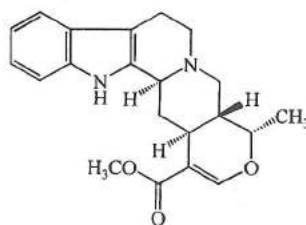
$C_{19}H_{26}ClNO$  319.87

(1S,2R)-1-苄基-3-二甲氨基-2-甲基-1-苯丙醇盐酸盐

## 萝巴新

Luobaxin

Raubasine



$C_{21}H_{24}N_2O_3$  352.43

本品为(19 $\alpha$ )-16,17-双脱氢-19-甲基噁育亨烷-16-羧酸甲酯。按干燥品计算,含  $C_{21}H_{24}N_2O_3$  不得少于 98.5%。

**【性状】** 本品为白色至微黄色粉末,无臭。

本品在三氯甲烷中溶解,在甲醇、乙醇或丙酮中微溶,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 2.5mg 的溶液,依法测定(通则 0621),比旋度为  $-57^{\circ}$  至  $-67^{\circ}$ 。

**【鉴别】** (1)取本品约 5mg,加稀硫酸 2ml 使溶解,加碘化铋钾试液 1 滴,即生成橙红色沉淀。

(2)取本品,加乙醇制成每 1ml 中约含 4 $\mu$ g 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)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1044 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 0.1mg 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 1 $\mu$ g 的溶液。

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

**系统适用性要求** 理论板数按萝巴新峰计算不低于 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(1.0%)。

**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 $N,N$ -二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每1ml中含20mg的溶液。

**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)滴定至溶液显纯蓝色,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35.24mg的 $C_{14}H_{15}N_7O_2S_2$ 。

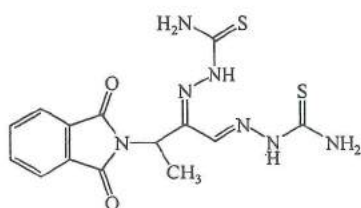
**【类别】** 脑代谢改善药。

**【贮藏】** 遮光,密封,在阴凉处保存。

## 酞丁安

Taiding'an

Ftibamzone



$C_{14}H_{15}N_7O_2S_2$  377.45

本品为3-邻苯二甲酰氨基-2-氧代丁醛-1,2-双缩氨基硫脲与二氧六环的包合物。按无二氧六环的干燥品计算,含 $C_{14}H_{15}N_7O_2S_2$ 应为97.0%~103.0%。

**【性状】** 本品为黄色结晶性粉末;无臭;遇光色渐变深。

本品在 $N,N$ -二甲基甲酰胺中易溶,在二氧六环中微溶,在水、乙醇或乙醚中几乎不溶;在氢氧化钠试液中易溶。

**【鉴别】** (1)取本品约10mg,加0.4%氢氧化钠溶液2ml溶解后,加稀盐酸成微酸性,再加硫酸铜试液,即生成棕色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集427图)一致。

**【检查】** 碱性溶液的澄清度 取本品0.10g,加氢氧化钠试液5ml溶解后,再加水15ml,溶液应澄清。

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25mg,置50ml量瓶中,加 $N,N$ -二甲基甲酰胺5ml,振摇使溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

**对照溶液** 精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

**系统适用性溶液** 取酞丁安25mg,置150℃加热4小时,置50ml量瓶中,加 $N,N$ -二甲基甲酰胺5ml,振摇使溶解,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

**色谱条件** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.75%无水甲酸溶液-乙腈(70:30)为流动相;检测波长为274nm;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,酞丁安色谱峰与热降产物峰(相对保留时间约为0.9)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,记录色谱图至酞丁安峰保留时间的2.5倍。

**限度** 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,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%)。

**二氧六环** 照气相色谱法(通则0521)测定。

**内标溶液** 取异丁醇适量,加 $N,N$ -二甲基甲酰胺溶解并稀释制成每1ml中含3.3mg的溶液。

**供试品溶液** 取本品约0.15g,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1ml,置10ml顶空瓶中,密封。

**对照品溶液** 取二氧六环对照品约0.15g,精密称定,置50ml量瓶中,加内标溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取1ml,置10ml顶空瓶中,密封。

**色谱条件** 以5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液;起始温度为50℃,维持5分钟,以每分钟8℃的速率升温至110℃;进样口温度为150℃;检测器温度为250℃;顶空瓶平衡温度为85℃;平衡时间为15分钟。

**系统适用性要求** 理论板数按二氧六环峰计算不低于5000,二氧六环峰与内标峰之间的分离度应大于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** 按内标法以峰面积计算,含二氧六环应为14.0%~20.0%。

**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二十。

**【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** 取本品约25mg,精密称定,置50ml量瓶

中,加  $N,N$ -二甲基甲酰胺 5ml 溶解后,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀,再精密量取适量,用稀乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含  $10\mu\text{g}$  的溶液。

**对照品溶液** 取酞丁安对照品约 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加  $N,N$ -二甲基甲酰胺 5ml 溶解后,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀,再精密量取适量,用稀乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含  $10\mu\text{g}$  的溶液。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 349nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 抗病毒药。

**【贮藏】** 遮光,密闭保存。

**【制剂】** (1)酞丁安乳膏 (2)酞丁安搽剂 (3)酞丁安滴眼液

## 酞丁安乳膏

Taiding'an Rugao

Ftibamzone Cream

本品含酞丁安( $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{N}_7\text{O}_2\text{S}_2$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为黄色乳膏。

**【鉴别】** (1)取本品 0.3g,加 0.4%氢氧化钠溶液 5ml,混匀后,置分液漏斗中,加三氯甲烷 10ml,振摇提取,静置分层,取水层加稀盐酸使呈微酸性,再加硫酸铜试液,即生成棕色沉淀。

(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 349nm 的波长处有最大吸收。

**【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** 取本品适量(约相当于酞丁安 25mg),精密称定,置 50ml 量瓶中,加  $N,N$ -二甲基甲酰胺约 30ml,微温约 5 分钟,使酞丁安溶解,放冷,用  $N,N$ -二甲基甲酰胺稀释至刻度,摇匀,置冰浴中冷却 15 分钟,滤过,滤液放至室温。精密量取滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀。再精密量取 5ml,置 25ml 量瓶中,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取酞丁安对照品约 25mg(按无二氧六环的干燥品计),精密称定,置 50ml 量瓶中,加  $N,N$ -二甲基甲酰胺 5ml 溶解后,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用稀乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含  $10\mu\text{g}$  的溶液。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 349nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 同酞丁安。

**【规格】** (1)10g : 0.1g (2)10g : 0.3g

**【贮藏】** 密闭保存。

## 酞丁安搽剂

Taiding'an Chaji

Ftibamzone Liniment

本品含酞丁安( $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{N}_7\text{O}_2\text{S}_2$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为淡黄色的澄清液体。

**【鉴别】** (1)取本品约 2ml,加水 2ml,振摇,加稀盐酸使呈微酸性,再加硫酸铜试液,振摇,下层溶液应显红棕色。

(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 345nm 的波长处有最大吸收。

**【检查】** 应符合搽剂项下有关的各项规定(通则 0117)。

**【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(约相当于酞丁安 5mg),置 50ml 量瓶中,用冰醋酸溶液(1→2)稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用冰醋酸溶液(1→2)稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取酞丁安对照品约 25mg(按无二氧六环的干燥品计算),精密称定,置 250ml 量瓶中,加冰醋酸 125ml 使溶解,然后加水摇匀并稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用冰醋酸溶液(1→2)稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 取供试品溶液与对照品溶液,在 345nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

**【类别】** 同酞丁安。

**【规格】** (1)5ml : 25mg (2)10ml : 50mg

**【贮藏】** 遮光,密闭,在凉处保存。

## 酞丁安滴眼液

Taiding'an Diyanye

Ftibamzone Eye Drops

本品含酞丁安( $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{N}_7\text{O}_2\text{S}_2$ )应为标示量的 90.0%~110.0%。

**【性状】** 本品为淡黄色混悬液。

**【鉴别】** (1)取本品 1 瓶,离心,弃去大部分上清液,照酞丁安项下的鉴别(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 349nm 的波长处有最大吸收。

**【检查】 pH 值** 应为 4.0~7.0(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,摇匀,用内容量移液管精密量取适量(约相当于酞丁安 5mg),置 50ml 量瓶中,用 *N,N*-二甲基甲酰胺 5ml 分次洗涤移液管内壁,洗液并入量瓶中,振摇使酞丁安溶解,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 50ml 量瓶中,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取酞丁安对照品约 25mg(按无二氧六环的干燥品计算),精密称定,置 50ml 量瓶中,加 *N,N*-二甲基甲酰胺 5ml 溶解后,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀,再精密量取适量,用稀乙醇定量稀释制成每 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,在 349nm 的波长处分别测定吸光度,计算。

【类别】 同酞丁安。

【规格】 (1)1ml : 1mg (2)8ml : 8mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

## 酚 咖 片

Fenka Pian

### Paracetamol and Caffeine Tablets

本品含对乙酰氨基酚( $C_8H_9NO_2$ )与咖啡因( $C_8H_{10}N_4O_2$ )均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色或黄色片或薄膜衣片。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中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】 对氨基酚 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。临用新制。

溶剂 流动相 A-流动相 B(85 : 15)的混合液。

**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 中约含对氨基酚 10 $\mu$ g 与对乙酰氨基酚 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 0.05mol/L 醋酸铵溶液为流动相 A,甲醇为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;检测波长为 257nm;进样体积 10 $\mu$ l。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	85	15
6.5	85	15
7	20	80
10	20	80
11	85	15
20	85	15

**系统适用性要求** 对照品溶液色谱图中,对乙酰氨基酚峰的保留时间约为 7 分钟;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** 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 20ml,滤过,精密量取续滤液,用甲醇-冰醋酸(95 : 5)定量稀释制成每 1ml 中含对乙酰氨基酚 0.1mg 的溶液。

**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。计算出每片中对乙酰氨基酚与咖啡因的溶出量。

**限度** 均为标示量的 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 甲醇-冰醋酸(95 : 5)的混合液。

**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 0.25g),置 100ml 量瓶中,加溶剂约 75ml,振摇 30 分钟使溶解,用溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 50ml 量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀。

**对照品溶液** 取对乙酰氨基酚对照品与咖啡因对照品各适量,精密称定,加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含对乙酰氨基酚 0.1mg 与咖啡因 13 $\mu$ 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(280 : 690 : 30)为流动相;检测波长为 275nm;进样体积 10 $\mu$ l。

**系统适用性要求** 对乙酰氨基酚峰和咖啡因峰之间的分离度应符合要求。

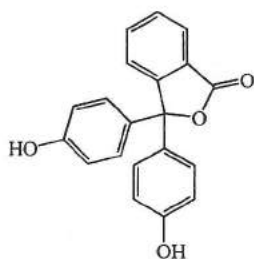
**测定法** 精密量取供试品溶液与对照品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 解热镇痛、非甾体抗炎药。

【规格】 (1)对乙酰氨基酚 250mg,咖啡因 32.5mg  
(2)对乙酰氨基酚 500mg,咖啡因 65mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

**酚 酞**  
Fentai  
Phenolphthalein



$C_{20}H_{14}O_4$  318.33

本品为 3,3-双(4-羟基苯基)-1(3H)-异苯并呋喃酮。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{14}O_4$  应为 98.0%~102.0%。

**【性状】** 本品为白色至微带黄色的结晶或粉末;无臭。

本品在乙醇中溶解,在乙醚中略溶,在水中几乎不溶。

**熔点** 本品的熔点(通则 0612)为 260~263℃。

**【鉴别】** (1)取本品数毫克,加氢氧化钠试液或热的碳酸钠试液 2ml,即溶解成红色的溶液;再加过量的酸,红色即消失。

(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 275nm 的波长处有最大吸收,在 259nm 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 429 图)一致。

**【检查】 乙醇溶液的颜色** 取本品 0.50g,加乙醇 30ml 溶解后,溶液应无色或几乎无色。

**氯化物** 取本品 2.0g,加水 40ml,加热至沸,放冷,滤过,取续滤液 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%)。

**硫酸盐** 取氯化物项下滤液 20ml,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%)。

**荧光母素** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液。

**对照品溶液** 取荧光母素对照品,加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.10mg 的溶液。

**色谱条件** 采用硅胶 G 薄层板,以无水乙醇-环己烷-二甲苯(1:1:4)为展开剂。

**测定法** 吸取供试品溶液 25 $\mu$ l 与对照品溶液 5 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以硫酸-无水乙醇(1:1),在 105℃ 加热 5~10 分钟,置紫外光灯(365nm)下检视。

**限度** 供试品溶液如显与对照品溶液对应的杂质斑

点,其荧光强度与对照品溶液的主斑点比较,不得更强(0.1%)。

**灵敏度** 取本品 0.10g,加乙醇 10ml 溶解后,取溶液 0.50ml,加新沸过的冷水 50ml 混匀,加氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.25ml,应显粉红色。

**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)。

**重金属** 取本品 1.0g,加稀盐酸 10ml,置水浴上加热 5 分钟,放冷,滤过;滤液置水浴上蒸干后,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】** 照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定。

**供试品溶液** 取本品约 38mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加乙醇约 60ml,振摇使溶解,加 0.01mol/L 盐酸溶液 10ml,混匀,用乙醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 10ml,置 100ml 量瓶中,加乙醇 10ml,混匀,用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

**测定法** 取供试品溶液,在 275nm 的波长处测定吸光度,按  $C_{20}H_{14}O_4$  的吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 134 计算。

**【类别】** 泻药。

**【贮藏】** 密封保存。

**【制剂】** 酚酞片

## 酚 酞 片

Fentai Pian  
Phenolphthalein Tablets

本品含酚酞( $C_{20}H_{14}O_4$ )应为标示量的 93.0%~107.0%。

**【性状】** 本品为白色至微黄色片。

**【鉴别】** (1)取本品的细粉适量,照酚酞项下的鉴别(1)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 275nm 的波长处有最大吸收,在 259nm 的波长处有最小吸收。

**【检查】 荧光母素** 照薄层色谱法(通则 0502)试验。

**供试品溶液** 取本品的细粉适量(约相当于酚酞 0.1g),加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液,滤过,取续滤液。

**对照品溶液与色谱条件** 见酚酞荧光母素项下。

**测定法** 见酚酞荧光母素项下。吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 $\mu$ l。

**限度** 供试品溶液如显与对照品溶液对应的杂质斑