

87

国家药品监督管理局

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2018-34

药品名称	中文名称：虎驹乙肝片 汉语拼音：Huju Yigan Pian 英文名：-----		
剂型	片剂(薄膜衣片)	标准依据	新药转正标准
原标准号	YBZ02092006-2009Z	审定单位	国家药典委员会
修订内容与结论	根据《药品管理法》及其有关规定，经审查，后附质量标准中增订了蚂蚁的显微特征鉴别，删去了蚂蚁的TLC鉴别；修订了板蓝根、茵陈的TLC鉴别，增订了三七、黄芪的HPLC鉴别，增订了虎杖、丹参、五味子、茵陈的HPLC鉴别；删除了枸杞子、大枣的TLC鉴别；删除了虎杖的含量测定，增订了虎杖和五味子的含量测定。同意对标准进行修订。		
实施规定	本标准自颁布之日起6个月内，生产企业按原标准生产的药品仍按原标准检验，按本标准生产的药品应按本标准检验。自本标准实施之日起，生产企业必须按照本标准生产该药品，并按照本标准检验，原标准同时停止使用。 请各省（自治区、直辖市）食品药品监督管理局及时通知辖区内有关药品生产企业，自实施之日起执行修订后的国家药品标准。		
标准号	YBZ02092006-2009Z-2018	实施日期	2019年03月18日
附件	虎驹乙肝片药品标准		
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局，总后卫生部药品监督管理局。		
抄送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验所(院)，总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理局药品审评中心，国家中药品种保护审评委员会，国家食品药品监督管理局药品评价中心，国家食品药品监督管理局信息中心，国家食品药品监督管理局药化监管司、国家食品药品监督管理局稽查局。江苏仁寿药业有限公司。		
备注			



国家药品监督管理局 国家药品标准

WS₃-454(Z-099)-2002(Z)-2018

虎驹乙肝胶囊

Huju Yigan Jiaonang

【处方】 虎 杖 266g 蚂 蚁 115g 柴 胡 53g 茵 陈 100g
板蓝根 133g 枸杞子 53g 黄 芪 67g 三 七 7g
丹 参 67g 五味子 53g 大 枣 20g

【制法】 以上十一味，三七粉碎成细粉，蚂蚁除去杂质，清洗，加水煎煮二次，每次 1 小时，滤过，合并滤液，浓缩至相对密度为 1.30（50℃）的稠膏。药渣烘干，粉碎，备用；黄芪、枸杞子、大枣加水煎煮二次，每次 1 小时，滤过，合并滤液，浓缩至相对密度为 1.30（50℃）的稠膏，药渣备用；其余虎杖等六味与上述黄芪等三味药渣，加 70%乙醇回流提取三次，第一次 1.5 小时，第二、三次各 1 小时，合并提取液，回收乙醇，浓缩至相对密度为 1.30（50℃）的稠膏，与上述稠膏合并，与蚂蚁药渣粉、三七粉混匀，100℃烘干，粉碎，过筛，加淀粉适量使成 200g，混匀，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为棕黄色至黑色粉末；味微苦，略腥。

【鉴别】（1）取本品内容物，置显微镜下观察：体壁碎片呈黄棕色或棕褐色，表面观有多角形网格样纹理；刚毛无色或淡黄色，多散在，直径 2~30μm，有粗细两种，细的多碎断，粗的髓腔明显（蚂蚁）。

（2）取本品内容物 5g，加三氯甲烷 50ml 与稀盐酸 2ml，加热回流 2 小时，滤过，滤液浓缩至 5ml，作为供试品溶液。另取靛玉红对照品，加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0502）试验，吸取供试品溶液 10μl、对照品溶液 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯（5:1）为展开剂，展开，取出，晾干，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品内容物 4g，加三氯甲烷 30ml，加热回流 2 次，每次 30 分钟，滤过，滤液合并，浓缩至 10ml，加水振摇提取 2 次，每次 10ml，合并水提液，蒸干，残渣用甲醇

2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取茵陈对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0502）试验，吸取供试品溶液 10 μ l、对照药材溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 H 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-冰醋酸（20:1:0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（4）取本品内容物 2g，加甲醇 40 ml，超声处理 40 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水 30 ml 使溶解，滤过，滤液用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，用浓氨溶液洗涤 2 次，每次 20ml，取正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。取三七皂苷 R₁ 对照品、黄芪甲苷对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 70 μ g 的混合溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以水为流动相 A，以乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速每分钟 1ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；蒸发光散射检测器检测。分别精密吸取上述两种溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定。供试品色谱中，应分别呈现与相应对照品保留时间相同的色谱峰。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~18	75	25
18~19	75 \rightarrow 62	25 \rightarrow 38
19~40	62	38

（5）取虎杖苷对照品、丹酚酸 B 对照品、五味子醇甲对照品、五味子甲素对照品和绿原酸对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 80 μ g 的混合溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.8 ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长 215nm。分别精密吸取（含量测定）项下的供试品溶液及上述对照品溶液各 15 μ l，注入液相色谱仪，测定。供试品色谱中，应分别呈现与相应对照品保留时间相同的色谱峰。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	10 \rightarrow 12	90 \rightarrow 88
6~14	12	88
14~15	12 \rightarrow 24	88 \rightarrow 76
15~28	24	76

28~29	24→26	76→74
29~46	26→60	74→40
46~47	60→75	40→25
47~57	75	25
57~58	75→80	25→20
58~68	80	20
68~69	80→10	20→90

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版四部通则 0103）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.8 ml；柱温为 30℃；检测波长为 215 nm。理论板数按虎杖苷峰计算应不得低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	23	77
8~9	23→30	77→70
9~19	30	70
19~20	30→73	70→27
20~30	73	27
30~31	73→23	27→77

对照品溶液的制备 取五味子醇甲对照品和虎杖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含五味子醇甲 15μg、虎杖苷 160μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 100ml，密塞，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含虎杖以虎杖苷（ $C_{20}H_{22}O_8$ ）计，不得少于 1.4mg；含五味子以五味子醇甲（ $C_{24}H_{32}O_7$ ）计，不得少于 0.13mg。

【功能主治】 疏肝健脾，清热利湿，活血化瘀。用于慢性乙型肝炎属肝郁脾虚兼湿热

瘀滞证，症见：肋肋胀满疼痛，脘痞腹胀，胃纳不佳，四肢倦怠，小便色黄等。

【用法与用量】 饭后温开水送服。一次五粒，一日三次，三个月为一疗程，或遵医嘱。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每粒装 0.2 g

【贮藏】 密封。

88

国家药品监督管理局 国家药品标准补充颁布件

批件号：2018B020

	通用名称： 苜达赖氨酸		
药品名称	汉语拼音： Bianda Lai' ansuan		
	英文/拉丁名： Bendazac Lysine		
剂 型	原料药	规 格	——
批件号	XGB2016-036		
生产企业	相关生产企业		
标准编号	《中国药典》2015年版（二部）		
更正内容	批件“XGB2016-036”中实施规定一项有误，“增订比活限度要求、干燥失重等检查项”应改为“修订性状、有关物质等项”。		
审批结论	经审查，同意以补充颁布件形式更正颁布件XGB2016-036中相关内容。		
主 送	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局，总后卫生部药品监督管理局。		
抄 送	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验所(院)，总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理总局药品审评中心，国家食品药品监督管理总局食品药品审核查验中心，国家食品药品监督管理总局药品评价中心，国家食品药品监督管理总局信息中心，国家食品药品监督管理总局药化监管司，国家食品药品监督管理总局稽查局。		
备 注	请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局及时通知辖区内有关药品生产企业。		



国家药品监督管理局
国家药品标准补充颁布件

批件号：2018B021

药品名称	通用名称： 苄达赖氨酸滴眼液		
	汉语拼音： Bianda Lai' ansuan Diyanye		
	英文/拉丁名： Bendazac Lysine Eye Drops		
剂 型	滴眼剂	规 格	(1) 5ml:25mg (2) 8ml:40mg
批件号	XGB2016-037		
生产企业	相关生产企业		
标准编号	《中国药典》2015年版（二部）		
更正内容	批件“XGB2016-037”有误，其中实施规定一项，“增订比活限度要求、干燥失重等检查项”应改为“修订鉴别、含量测定项，增订有关物质、抑菌剂等检查项”；附件项“苄达赖氨酸药品标准”应改为“苄达赖氨酸滴眼液药品标准”。		
审批结论	经审查，同意以补充颁布件形式更正颁布件XGB2016-037中相关内容。		
主 送	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局，总后卫生部药品监督管理局。		
抄 送	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验所(院)，总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理局药品审评中心，国家食品药品监督管理局食品药品审核查验中心，国家食品药品监督管理局药品评价中心，国家食品药品监督管理局信息中心，国家食品药品监督管理局药化监管司，国家食品药品监督管理局稽查局。		
备 注	请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局及时通知辖区内有关药品生产企业。		

2018年09月29日



90

国家药品监督管理局
国家药品标准补充颁布件

批件号：2018B022

药品名称	通用名称： 痹痛宁胶囊		
	汉语拼音： Bitongning Jiaonang		
	英文/拉丁名： -----		
剂 型	胶囊剂	规 格	每粒装0.2g
原批件号	(2014) 国药标字Z-2431号		
生产企业	贵州恒霸药业有限责任公司		
原标准编号	WS ₃ -228(Z-032)-2001Z-2		
更正内容	更正后的痹痛宁胶囊药品标准WS ₃ -228(Z-032)-2001Z-2见附件。		
审批结论	根据《药品管理法》及其有关规定，经审查，同意以补充颁布件形式更正国家药品标准颁布件[批件号：(2014) 国药标字Z-2431号]附件痹痛宁胶囊药品标准WS ₃ -228(Z-032)-2001Z-2相关内容。		
主 送	各省、自治区、直辖市（食品）药品监督管理局，总后卫生部药品监督管理局。		
抄 送	各省、自治区、直辖市（食品）药品检验所（院），总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理总局药品审评中心，国家中药品种保护审评委员会，国家食品药品监督管理总局药品评价中心，国家食品药品监督管理总局信息中心，国家药品监督管理局药品监督管理局。贵州恒霸药业有限责任公司。		
备 注			



国家药品监督管理局 国家药品标准

WS₃-228(Z-032)-2001Z-2

痹痛宁胶囊

Bitongning Jiaonang

【处方】	马钱子粉	100g	全蝎	12.5g	僵蚕（麸炒）	12.5g
	麻黄	12.5g	麸炒苍术	12.5g	乳香（制）	12.5g
	没药（制）	12.5g	川牛膝	12.5g	刺五加浸膏	5g
	甘草	12.5g				

【制法】 以上十味，除马钱子粉、刺五加浸膏外，其余八味粉碎成细粉，与上述马钱子粉、刺五加浸膏混匀，低温干燥、粉碎、装胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为胶囊剂，内容为棕黄色的粉末，气微香，味苦。

【鉴别】 （1）取本品内容物，置显微镜下观察：横纹肌纤维近无色或淡黄色，呈微波状纵条纹，体壁碎片淡黄色至黄色，有网状纹理及圆形或类圆形毛窝，有时可见棕褐色或黄棕色刚毛。菌丝体存在于淡棕色半透明结晶块中，菌丝近无色，相互盘缠交织。纤维细长，微弯曲，末端渐尖，直径 8~14 μ m，壁极厚，微木化，孔沟不明显，胞腔线形，纤维束周围的细胞中，含有草酸钙方晶，形成晶纤维。

（2）取本品内容物 1g，加三氯甲烷-乙醇（10:1）的混合溶液 10ml 与浓氨试液 1ml，密塞，摇匀，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取土的宁、马钱子碱对照品各适量，加三氯甲烷制成每 1ml 各含 0.4mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨液（4:5:0.6:1）10 $^{\circ}$ C 以下放置 30 分钟后的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品内容物 1g，置锥形瓶中，加乙醇 20ml，振摇 10 分钟，滤过，滤液水浴蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取刺五加对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 4 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以醋酸-水（9:16）

为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（4）取本品内容物 1g，加乙醚 40ml，加热回流 1 小时，滤过，药渣加甲醇 30ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 40ml 使溶解，用正丁醇提取 3 次，每次 20ml，合并正丁醇溶液，用水洗涤 3 次，蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 3~5 μ l，分别点于同一用 1%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-冰乙酸-水（15:1:1:2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版通则 0103）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.01mol/L 庚烷磺酸钠与 0.02mol/L 磷酸二氢钾等量混合溶液（用 10%磷酸调节 pH2.8）（21:79）为流动相；检测波长为 260nm；流速为 1.0ml/min；柱温为 25 $^{\circ}$ C。理论板数按士的宁峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取士的宁适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下本品内容物，研磨混匀，取 0.2g，精密称定，置具塞离心管中，精密加入甲醇-水-浓盐酸（50:50:1）溶液 10ml，密塞，超声处理（功率 800W，频率 40kHz）30 分钟，离心（转速 3000 转，时间 5 分钟），精密吸取上清液 1ml 置 10ml 容量瓶中，加甲醇-水-浓盐酸（50:50:1）溶液至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含马钱子以士的宁（ $C_{21}H_{22}N_2O_2$ ）计，应为 0.78mg~0.82mg。

【功能与主治】 祛风除湿，消肿定痛，适用于寒湿阻络所致的痹病，症见：筋骨关节疼痛，肿胀，麻木，重着，屈伸不利，遇寒加重者。

【用法与用量】 口服。一次 2 粒，一日 2 次。2 周为一个疗程或遵医嘱。

【注意】 孕妇禁用；小儿及体弱者，肝、肾功能障碍及单纯性高血压病人遵医嘱服用；本品不宜久服，不宜超量服用；服药后若出现头晕、恶心、肌肉痉挛，可减量或停药，并多饮凉开水或甘草、绿豆煎水服，并到医院就医；偶见过敏性荨麻疹，停药后消失。

【规格】 每粒装 0.2g

【贮藏】 密封，置阴凉处。

国家药品监督管理局 国家药品标准补充颁布件

批件号：2018B023

药品名称	通用名称： 追风除湿酒		
	汉语拼音： Zhuifeng Chushi jiu		
	英文/拉丁名： -----		
剂 型	酒剂	规 格	每瓶装125ml, 250ml, 500ml
原批件号	(2011)国药标字ZD-0188号		
生产企业	贵州宝芝林制药有限公司		
原标准编号	WS-10500(ZD-0500)-2002-2012Z		
更正内容	将颁布件中“主送”项由“贵州宝芝林制药有限责任公司”更正为“贵州宝芝林制药有限公司”；标准正文中提出单位由“贵州宝芝林制药有限责任公司”更正为“贵州宝芝林制药有限公司”。		
审批结论	根据《药品管理法》及其有关规定，同意以补充颁布件形式更正颁布件[批件号：(2011)国药标字ZD-0188号]中相关内容。		
主 送	各省、自治区、直辖市（食品）药品监督管理局，总后卫生部药品监督管理局。		
抄 送	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验所(院)，总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理总局药品审评中心，国家中药品种保护审评委员会，国家食品药品监督管理总局药品评价中心，国家食品药品监督管理总局信息中心，国家药品监督管理局药品监督管理局。贵州宝芝林制药有限公司。		
备 注			



92

国家药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号: XGB2018-033

药品名称	<p>药品通用名称: 注射用二氯醋酸二异丙胺葡萄糖酸钠</p> <p>汉语拼音名: Zhushheyong Erl ü cusuan Eryibing' an Putaotangsuanna</p> <p>英文名: Diisopropylamine Dichloroacetate and Sodium Gluconate for Injection</p>
剂型	注射剂
实施规定	<p>根据《药品管理法》及其有关规定, 制定注射用二氯醋酸二异丙胺葡萄糖酸钠国家药品标准。</p> <p>本标准自实施之日起执行, 同品种原标准同时停止使用, 实施日期前生产的药品可按原标准检验。其他有关事宜参照原国家食品药品监督管理局“关于实施《中华人民共和国药典》2015年版有关事宜的公告(2015年第105号)”执行。</p>
标准编号	WS ₁ -XG-014-2018
实施日期	2019年04月26日
附件	注射用二氯醋酸二异丙胺葡萄糖酸钠药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局(药品监督管理局), 总后卫生部药品监督管理局。
抄送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验所(院), 总后卫生部药品仪器检验所, 中国食品药品检定研究院, 国家药典委员会, 国家食品药品监督管理总局药品审评中心、食品药品审核查验中心、药品评价中心、信息中心, 国家食品药品监督管理总局药化监管司, 国家食品药品监督管理总局稽查局。
备注	请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局及时通知辖区内有关药品生产企业, 自实施之日起执行修订后的国家药品标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

注射用二氯醋酸二异丙胺葡萄糖酸钠

Zhusheyong Erlucusuan Eryibing'an Putaotangsuanna

Diisopropylamine Dichloroacetate and Sodium Gluconate for Injection

本品为二氯醋酸二异丙胺与葡萄糖酸钠制成的无菌冻干品。按平均装量计算，含二氯醋酸二异丙胺（ $C_8H_{17}O_2NCl_2$ ）和葡萄糖酸钠（ $C_6H_{11}NaO_7$ ）均应为标示量的90.0%~110.0%。

【处方】

	处方1	处方2
二氯醋酸二异丙胺	40g	80g
葡糖糖酸钠	38g	76g
辅料	适量	适量
制成	1000瓶	1000瓶

【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（约相当于二氯醋酸二异丙胺10mg），加水0.5ml使溶解，加碱性碘化汞钾试液3滴，即产生白色沉淀，微热，渐变黄色，煮沸数分钟，沉淀变为灰黑色。

（2）取本品适量（约相当于二氯醋酸二异丙胺10mg），加水0.5ml使溶解，加氢氧化钠试液4滴，煮沸1~2分钟，加水5ml、稀硝酸1ml与硝酸银试液数滴，即产生浑浊。

（3）取本品适量（约相当于葡萄糖酸钠20mg），加水1ml使溶解，加1.5%硫酸铜溶液2ml与10%氢氧化钠溶液2ml，即显深蓝色。

（4）在含量测定二氯醋酸二异丙胺项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（5）本品显钠盐的鉴别反应（中国药典2015年版四部通则0301）。

【检查】 酸度 取本品，加水制成每1ml中含二氯醋酸二异丙胺20mg的溶液，依法测定（中国药典2015年版四部通则0631），pH值应为5.0~7.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品5瓶，分别加水制成每1ml中含二氯醋酸二异丙胺20mg的溶液，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液（中国药典2015年版四部通则0902）比较，均不得更浓；如显色，与黄色1号标准比色液（中国药典2015年版四部通则0901）比较，均不得更深。

有关物质 照高效液相色谱法（中国药典2015年版四部通则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中约含二氯醋酸二异丙胺4mg的溶液。

对照溶液（1）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

国家药品监督管理局 发布

国家药典委员会 审定

匀。

对照溶液（2） 取葡萄糖酸钠适量，加流动相制成每 1ml 中含 3.8mg 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液（1） 5ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.5%磷酸溶液（用三乙胺调节 pH 值至 5.0）（10:90）为流动相，检测波长为 210nm；进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按二氯醋酸二异丙胺峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取供试品溶液、对照溶液（1）、对照溶液（2）与灵敏度溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至二氯醋酸二异丙胺峰保留时间的 5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰，除葡萄糖酸钠峰外，单个杂质峰面积不得大于对照溶液（1）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（1）主峰面积（1.0%）。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

干燥失重 取本品，以五氧化二磷为干燥剂，60 $^{\circ}$ C 减压干燥至恒重，减失重量不得超过 3.0%（中国药典 2015 年版四部通则 0831）。

细菌内毒素 取本品，依法检查（中国药典 2015 年版四部通则 1143），每 1mg 二氯醋酸二异丙胺中含内毒素的量应小于 0.5EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版四部通则 0102）。

【含量测定】 二氯醋酸二异丙胺 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含二氯醋酸二异丙胺 0.4mg 的溶液。

对照品溶液 取二氯醋酸二异丙胺对照品适量，精密称定，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

色谱条件与系统适用性要求 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。

葡萄糖酸钠 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于葡萄糖酸钠 0.19g），置 250ml 锥形瓶中，加冰醋酸 75ml，加热使溶解，放冷，加喹哪啶红指示液数滴，用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定至无色，根据消耗的高氯酸滴定液（0.1mol/L）毫升数，减去二氯醋酸二异丙胺消耗的高氯酸滴定液（0.1mol/L）毫升数[每 1ml 高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于 23.01mg 的 $C_8H_{17}O_2NCl_2$]，即得供试品中葡萄糖酸钠所消耗的高氯酸滴定液（0.1mol/L）的毫升数。每 1ml 高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于 21.81mg 的 $C_6H_{11}NaO_7$ 。

【类别】 同二氯醋酸二异丙胺。

【贮藏】 遮光，密闭保存。

曾用名 注射用复方二氯醋酸二异丙胺

国家药品监督管理局 国家药品标准制订件

批件号:XGB2018-034

药品名称	药品通用名称： 盐酸度洛西汀肠溶片 汉语拼音名： Yansuan Duluoxiting Changrong Pian 英文名： Duloxetine Hydrochloride Enteric-coated Tablets
剂 型	片剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，制定盐酸度洛西汀肠溶片国家药品标准。 本标准自实施之日起执行，实施日期前生产的药品可按原标准检验。其他有关事宜参照国家食品药品监督管理局“关于实施《中国药典》2015年版有关事宜的公告（2015年第105号）”执行。
标准编号	WS ₁ -XG-015-2018
实施日期	2019年04月26日
附 件	盐酸度洛西汀肠溶片药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局（药品监督管理局），总后卫生部药品监督管理局。
抄送单位	各省、自治区、直辖市（食品）药品检验所（院），总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理总局药品审评中心，国家食品药品监督管理总局食品药品审核查验中心，国家食品药品监督管理总局药品评价中心，国家食品药品监督管理总局信息中心，国家食品药品监督管理总局药化监管司、国家食品药品监督管理总局稽查局。
备 注	请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局（药品监督管理局）及时通知辖区内有关药品生产企业，自实施之日起执行修订后的国家药品标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-XG-015-2018

盐酸度洛西汀肠溶片

Yansuan Duluoxiting Changrong Pian

Duloxetine Hydrochloride Enteric-coated Tablets

本品含盐酸度洛西汀按度洛西汀(C₁₈H₁₉NOS)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(中国药典2015年版四部通则0301)。

【检查】 有关物质 临用新制 取本品细粉适量,(约相当于度洛西汀100mg),置100ml量瓶中,加含量测定项下的溶剂适量,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,用含量测定项下的溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用含量测定项下的溶剂稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用含量测定项下的溶剂稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置100ml量瓶中,用含量测定项下的溶剂稀释至刻度,摇匀,作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件,取灵敏度溶液10 μ l注入液相色谱仪,主成分峰高的信噪比应大于10。精密量取供试品溶液10 μ l注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的6倍。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(α -萘酚,校正因子1.7)、杂质VIII(N-琥珀酰度洛西汀)与其他单个杂质均不得过0.2%,杂质总量不得过0.4%。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每片含量计算,应符合规定(中国药典2015年版四部通则0941)。

溶出度 取本品,照溶出度与释放度测定法(中国药典2015年版四部通则0931 第一法 肠溶制剂 方法2),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,取溶液适量,滤过,取续滤液作为供试品溶液(1);立即将转篮浸入预热至37 $^{\circ}$ C的磷酸盐缓冲液(pH6.8)1000ml的溶出介质中,转速不变,继续依法操作,经1小时时,取溶液适量,滤过,取续滤液作为供试品溶液(2);另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(pH6.8)定量稀释制成每1ml中约含度洛西汀20 μ g的溶

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

液，作为对照品溶液(2)；精密量取对照品溶液(2)适量，用磷酸盐缓冲液(pH6.8)定量稀释制成每1ml中含度洛西汀2 μ g的溶液，作为对照品溶液(1)。照含量测定项下的方法测定，精密量取供试品溶液(1)、(2)与对照品溶液(1)、(2)各10 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液(1)按外标法以对照品溶液(1)中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，限度为标示量的10%；供试品溶液(2)按外标法以对照品溶液(2)中度洛西汀峰面积计算每片在缓冲液中的溶出量，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(中国药典2015年版四部通则0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典2015年版四部通则0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Zorbax SB-C8, 4.6mm \times 75mm, 3.5 μ 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 $^{\circ}$ C；检测波长为230nm。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[取流动相1000ml，加入60%氢氧化钾溶液10ml，摇匀，调节pH值至10.0]稀释至刻度，摇匀，作为系统适用性溶液，取10 μ l注入液相色谱仪，调节流动相比比例，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应不低于2500，相邻两峰的分离度均应符合要求。

测定法 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10ml量瓶中，用溶剂稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，精密量取10 μ l注入液相色谱仪，记录色谱图；另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中含度洛西汀0.1mg的溶液，同法测定。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，即得。

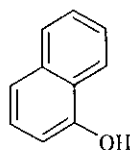
【类别】 抗抑郁药。

【规格】 20mg

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

附：

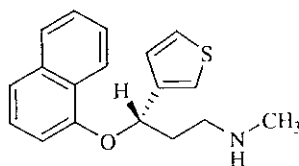
杂质III



C₁₀H₈O 144.17

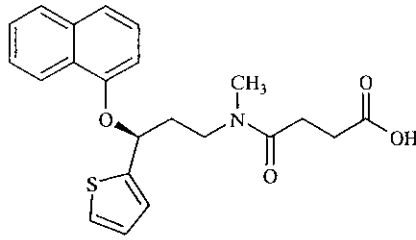
α -萘酚

杂质V (3-异构体)



C₁₈H₁₉NO₃ 297.41

(3*S*)-*N*-甲基-3-(1-萘氧基)-3-(3-噻吩基)丙胺
杂质 VIII (*N*-琥珀酰度洛西汀)



C₂₂H₂₃NO₄S 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

国家药品监督管理局 国家药品标准制订件

批件号:XGB2018-035

药品名称	药品通用名称: 盐酸度洛西汀肠溶胶囊 汉语拼音名: Yansuan Duluoxiting Changrong Jiaonang 英文名: Duloxetine Hydrochloride Enteric Capsules
剂型	胶囊剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定盐酸度洛西汀肠溶胶囊国家药品标准。 本标准自实施之日起执行, 实施日期前生产的药品可按原标准检验。其他有关事宜参照国家食品药品监督管理局“关于实施《中国药典》2015年版有关事宜的公告(2015年第105号)”执行。
标准编号	WS ₁ -XG-016-2018
实施日期	2019年04月26日
附件	盐酸度洛西汀肠溶胶囊药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局(药品监督管理局), 总后卫生部药品监督管理局。
抄送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验所(院), 总后卫生部药品仪器检验所, 中国食品药品检定研究院, 国家药典委员会, 国家食品药品监督管理总局药品审评中心, 国家食品药品监督管理总局食品药品审核查验中心, 国家食品药品监督管理总局药品评价中心, 国家食品药品监督管理总局信息中心, 国家食品药品监督管理总局药化监管司、国家食品药品监督管理总局稽查局。
备注	请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局(药品监督管理局)及时通知辖区内有关药品生产企业, 自实施之日起执行修订后的国家药品标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-XG-016-2018

盐酸度洛西汀肠溶胶囊

Yansuan Duluoxiting Changrong Jiaonang

Duloxetine Hydrochloride Enteric Capsules

本品含盐酸度洛西汀按度洛西汀(C₁₈H₁₉NOS)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(中国药典2015年版四部通则0301)。

【检查】 有关物质 临用新制 取本品内容物适量(约相当于度洛西汀100mg),置100ml量瓶中,加含量测定项下的溶剂适量,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,用含量测定项下的溶剂稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用含量测定项下的溶剂稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用含量测定项下的溶剂稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置100ml量瓶中,用含量测定项下的溶剂稀释至刻度,摇匀,作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件,取灵敏度溶液10 μ l注入液相色谱仪,主成分峰高的信噪比应大于10。精密量取供试品溶液10 μ l注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的6倍。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(α -萘酚,校正因子1.7)、杂质VIII(N-琥珀酰度洛西汀)与其他单个杂质均不得过0.2%,杂质总量不得过0.4%。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

含量均匀度 (20mg规格)以含量测定项下测得的每粒含量计算,应符合规定(中国药典2015年版四部通则0941)。

溶出度 取本品,照溶出度与释放度测定法(中国药典2015年版四部通则0931第一法 肠溶制剂 方法2),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,取溶液适量,滤过,取续滤液作为供试品溶液(1);立即将转篮浸入预热至37 $^{\circ}$ C的磷酸盐缓冲液(pH6.8)1000ml的溶出介质中,转速不变,继续依法操作,经1小时时,取溶液适量,滤过,取续滤液作为供试品溶液(2);另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(pH6.8)定量稀释制成每1ml中约含度洛西汀20 μ g(20mg规格)或30 μ g(30mg规格)或60 μ g(60mg规格)的溶液,作为对照品溶液(2);精密量取对

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

照品溶液(2)适量,用磷酸盐缓冲液(pH6.8)定量稀释制成每1ml中约含度洛西汀2 μ g(20mg规格)或3 μ g(30mg规格)或6 μ g(60mg规格)的溶液,作为对照品溶液(1)。照含量测定项下的方法测定,精密量取供试品溶液(1)、(2)与对照品溶液(1)、(2)各10 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液(1)按外标法以对照品溶液(1)中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,限度为标示量的10%;供试品溶液(2)按外标法以对照品溶液(2)中度洛西汀峰面积计算每粒在缓冲液中的溶出量,限度为标示量的75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(中国药典2015年版四部通则0103)。

【含量测定】照高效液相色谱法(中国药典2015年版四部通则0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Zorbax SB-C8, 4.6mm \times 75mm, 3.5 μ 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 $^{\circ}$ C;检测波长为230nm。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[取流动相1000ml,加入60%氢氧化钾溶液10ml,摇匀,调节pH值至10.0]稀释至刻度,摇匀,作为系统适用性溶液,取10 μ l注入液相色谱仪,调节流动相比例,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应不低于2500,相邻两峰的分离度均应符合要求。

测定法 (20mg规格)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,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10ml量瓶中,用溶剂稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液,精密量取10 μ l注入液相色谱仪,记录色谱图;另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,同法测定。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,即得。

(30mg规格或60mg规格)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,超声处理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,作为供试品溶液,精密量取10 μ l注入液相色谱仪,记录色谱图;另取盐酸度洛西汀对照品适量,精密称定,用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,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

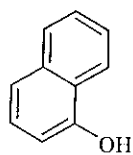
【类别】同盐酸度洛西汀。

【规格】(1)20mg (2)30mg (3)60mg

【贮藏】密封,在阴凉处保存。

附:

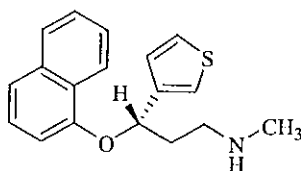
杂质III



α -萘酚

杂质 V (3-异构体)

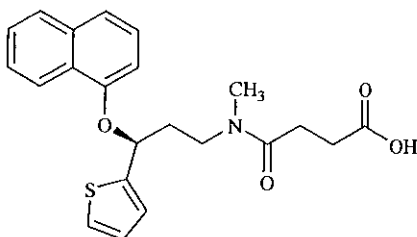
$C_{10}H_8O$ 144.17



(3*S*)-*N*-甲基-3-(1-萘氧基)-3-(3-噻吩基)丙胺

$C_{18}H_{19}NOS$ 297.41

杂质 VIII (*N*-琥珀酰度洛西汀)



(*S*)-4-[甲基[3-(1-萘氧基)-3-(2-噻吩基)丙基]氨基]-4-氧代丁酸

$C_{22}H_{23}NO_4S$ 397.49

国家药品监督管理局 国家药品标准修订件

批件号：XGB2018-036

药品名称	药品通用名称：愈酚维林片 汉语拼音名：Yufen Weilin Pian 英文名：Guaifenesin and Pentoxyverine Citrate Tablets
剂型	片剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，制定愈酚维林片国家药品标准。 本标准自实施之日起执行，同品种原标准同时停止使用，实施日期前生产的药品可按原标准检验。其他有关事宜参照原国家食品药品监督管理局“关于实施《中华人民共和国药典》2015年版有关事宜的公告（2015年第105号）”执行。
标准编号	WS-10001-(HD-1460)-2003-2018
实施日期	2019年04月26日
附件	愈酚维林片药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局（药品监督管理局），总后卫生部药品监督管理局。
抄送单位	各省、自治区、直辖市（食品）药品检验所（院），总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理总局药品审评中心，国家食品药品监督管理总局食品药品审核查验中心，国家食品药品监督管理总局药品评价中心，国家食品药品监督管理总局信息中心，国家食品药品监督管理总局药化监管司、国家食品药品监督管理总局稽查局。
备注	请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局及时通知辖区内有关药品生产企业，自实施之日起执行修订后的国家药品标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS-10001-(HD-1460)-2003-2018

愈酚维林片

Yufen Weilin Pian

Guaifenesin and Pentoxyverine Citrate Tablets

本品含愈创甘油醚($C_{10}H_{14}O_4$)和枸橼酸喷托维林($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$)均应为标示量的90.0~110.0%。

【处方】

愈创甘油醚	150g
枸橼酸喷托维林	25g
制成	1000片

【性状】 本品为糖衣片，除去包衣后显白色；味苦。

【鉴别】 (1) 取本品的细粉适量（约相当于枸橼酸喷托维林 25mg），加水 2ml 振摇使枸橼酸喷托维林溶解，滤过，滤液加稀盐酸 4 滴与亚铁氰化钾试液数滴，即生成淡黄色沉淀。

(2) 取本品的细粉适量（约相当于枸橼酸喷托维林 25mg），加水 10ml，振摇使枸橼酸喷托维林溶解，滤过，取滤液 2ml 加稀盐酸 5 滴与重铬酸钾试液数滴，即生成黄色沉淀。

(3) 取本品的细粉适量（约相当于愈创甘油醚 10mg），加甲醛 1 滴与硫酸 3 滴，混匀，显深樱红色至紫红色。

(4) 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分别与对照品溶液中相应主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 取本品的细粉适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含愈创甘油醚 1.5mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。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，作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件，检测波长为 215nm，精密量取灵敏度溶液 20 μ l，注入液相色谱仪，愈创甘油醚峰的信噪比应大于 10。再精密量取供试品溶液和对照溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪。记录色谱图至喷托维林峰保留时间的 3.5 倍。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中愈创甘油醚峰面积的 0.5 倍（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中愈创甘油醚的峰面积（1.0%）。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液中愈创甘油醚主峰面积的峰忽略不计。

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

含量均匀度 枸橼酸喷托维林 取本品 1 片，置 100ml 量瓶中，加流动相适量，超声使枸橼酸喷托维林溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液 5ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，照含量测定项下的方法测定含量，应符合规定（中国药典 2015 年版四部通则 0941）。

溶出度 取本品，照溶出度与释放度测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0931 第二法），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，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取枸橼酸喷托维林对照品与愈创甘油醚对照品适量，精密称定，用水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含枸橼酸喷托维林 25 μ g 与愈创甘油醚 150 μ g 的溶液，作为对照品溶液。取上述溶液，照含量测定项下的方法测定，按外标法以峰面积计算每片中的溶出量。枸橼酸喷托维林和愈创甘油醚限度均为标示量的 75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版四部通则 0101）。

【含量测定】照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-磷酸三乙胺缓冲溶液（取三乙胺 3.0ml，加水至 1000ml，用磷酸调节 pH 值至 2.6）（33:67）为流动相；流速为每分钟 1ml；检测波长为 215nm（枸橼酸喷托维林）和 275nm（愈创甘油醚）。理论板数按喷托维林峰计算不低于 2000。

测定法 取本品 10 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于愈创甘油醚 150mg），置 100ml 量瓶中，加流动相适量，超声使溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取枸橼酸喷托维林与愈创甘油醚对照品适量，精密称定，用流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含枸橼酸喷托维林 25 μ g 与愈创甘油醚 150 μ g 的溶液，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】止咳祛痰类。

【贮藏】密封，在干燥处保存。

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2018-037

药品名称	药品通用名称： 复方氨酚烷胺颗粒 汉语拼音名： Fufang Anfenwan' an Keli 英文名： Compound Paracetamol and Amantadine Hydrochloride Granules
剂 型	颗粒剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，制定复方氨酚烷胺颗粒国家药品标准。 本标准自实施之日起执行，同品种原标准同时停止使用，实施日期前生产的药品可按原标准检验。其他有关事宜参照原国家食品药品监督管理局“关于实施《中华人民共和国药典》2015年版有关事宜的公告（2015年第105号）”执行。
标准编号	WS-10001-(HD-0258)-2002-2018
实施日期	2019年04月26日
附 件	复方氨酚烷胺颗粒药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局（药品监督管理局），总后卫生部药品监督管理局。
抄送单位	各省、自治区、直辖市（食品）药品检验所（院），总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理总局药品审评中心，国家食品药品监督管理总局食品药品审核查验中心，国家食品药品监督管理总局药品评价中心，国家食品药品监督管理总局信息中心，国家食品药品监督管理总局药化监管司、国家食品药品监督管理总局稽查局。
备 注	请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局及时通知辖区内有关药品生产企业，自实施之日起执行修订后的国家药品标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS-10001-(HD-0258)-2002-2018

复方氨酚烷胺颗粒

Fufang Anfenwan' an Keli

Compound Paracetamol and Amantadine Hydrochloride Granules

本品含对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)、盐酸金刚烷胺($C_{10}H_{17}N \cdot HCl$)、咖啡因($C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$)与马来酸氯苯那敏($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)均应为标示量的90.0%~110.0%。

【处方】

对乙酰氨基酚	250g
盐酸金刚烷胺	100g
咖啡因	15g
马来酸氯苯那敏	2g
人工牛黄	10g
辅料	适量

制成 1000 袋

【性状】 本品为着色颗粒；味甜。

【鉴别】 (1) 取本品1袋内容物，研细，加三氯甲烷40ml使溶解，滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣加三氯甲烷3ml使溶解，滤过，用三氯甲烷洗涤残渣，至滤液达10ml，作为供试品溶液。另取盐酸金刚烷胺对照品50mg，加三氯甲烷5ml使溶解，作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典2015年版四部通则0502)试验，吸取对照品溶液与供试品溶液各2 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-丙酮-氨水(9:1.5:1:0.012)为展开剂，展开，取出，晾干，喷显色剂[次硝酸铋0.85g，加冰醋酸10ml使溶解，加水40ml为A液；取碘化钾8g，加水20ml为B液；取A、B液各4ml混合，加冰醋酸溶液(1→6)20ml，摇匀]，立即检视，供试品溶液中盐酸金刚烷胺所显斑点的颜色和位置应与对照品溶液所显斑点的颜色和位置相同。

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

(2) 取本品 1 袋内容物，研细，加三氯甲烷 25ml 超声提取，滤过，滤纸和滤渣用少量三氯甲烷洗涤，合并滤液和洗液，水浴蒸干，残渣用三氯甲烷 2ml 溶解，作为供试品溶液（临用新制）；另取人工牛黄对照药材约 10mg，同法操作，作为人工牛黄对照药材溶液（临用新制）；再取胆红素对照品适量，用三氯甲烷溶解制成每 1ml 中约含胆红素 0.1mg 的溶液，作为胆红素对照品溶液（临用新制）。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸（10：1：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干。日光下检视，供试品溶液在与对照品溶液及对照药材溶液相同的位置上，显相同的黄色斑点；加热后，日光下检视，斑点变为绿色。

(3) 在含量测定对乙酰氨基酚和咖啡因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) 在含量测定马来酸氯苯那敏项下记录的色谱图中，供试品溶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】对氨基酚 临用新制。取本品细粉适量（约相当于对乙酰氨基酚 0.2g），精密称定，置 10ml 量瓶中，加溶剂[甲醇-水(4：6)]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，取续滤液作为供试品溶液；另取对氨基酚和马来酸对照品适量，精密称定，加上上述溶剂制成每 1ml 中各约含 20 μ g 的混合溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）试验。用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲液（取磷酸氢二钠 8.95g，磷酸二氢钠 3.9g，加水溶解至 1000ml，加 10%四丁基氢氧化铵溶液 12ml）-甲醇（90:10）为流动相；检测波长为 245nm；柱温为 40 $^{\circ}$ C；取对照品溶液 20 μ l，注入液相色谱仪，对氨基酚峰与马来酸峰的分离度应符合要求。再精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主峰保留时间的 4 倍；供试品溶液的色谱图中如有与对氨基酚峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含对氨基酚不得过对乙酰氨基酚标示量的 0.1%。

含量均匀度 咖啡因和马来酸氯苯那敏 取本品 1 袋的内容物，置 100ml 量瓶中，加马来酸氯苯那敏含量测定项下的流动相适量，超声使溶解，必要时不断振摇，放冷，加流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为测定马来酸氯苯那敏的供试品溶液。精密量取续滤液 5ml，置 50ml 量瓶中，加对乙酰氨基酚和咖啡因含量测定项下的流动相稀释至刻度，摇匀，作为测定咖啡因的供试品溶液。分别照含量测定项下咖啡因和马来酸氯苯那敏的方法测定含量，应符合规定（中国药典 2015 年版四部通则 0941）。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版四部通则 0104）。

【含量测定】 对乙酰氨基酚和咖啡因 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；1%醋酸溶液（用二乙胺调 pH 值至 3.7）—甲醇（80：20）为流动相；检测波长为 275nm；对乙酰氨基酚峰与咖啡因峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取马来酸氯苯那敏含量测定项下的供试品续滤液 5ml，置 50ml 量瓶中，加流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取对乙酰氨基酚和咖啡因对照品适量，用流动相分别制成每 1ml 中约含对乙酰氨基酚 0.25mg、咖啡因 0.015mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，并将无水咖啡因的结果与 1.093 相乘，即得。

马来酸氯苯那敏 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；1%醋酸溶液（用二乙胺调 pH 值至 3.7）—甲醇（55：45）为流动相；检测波长为 262nm。理论板数按氯苯那敏峰计算应不低于 3000。

测定法 取本品 20 袋的内容物，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于马来酸氯苯那敏 2mg），置 100ml 量瓶中，加流动相适量，超声使马来酸氯苯那敏溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取马来酸氯苯那敏对照品适量，精密称定，用流动相制成每 1ml 中约含马来酸氯苯那敏 0.02mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

盐酸金刚烷胺 精密称取上述细粉适量（约相当于盐酸金刚烷胺 0.5g），置具塞三角瓶中，精密加入乙醇 200ml，振摇使盐酸金刚烷胺溶解，滤过，精密量取续滤液 100ml，置水浴上蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，加溴酚蓝指示液 2 滴，加 36%醋酸溶液调节溶液至黄绿色，再加溴酚蓝指示液 6 滴，用硝酸银滴定液（0.1mol/L）滴定，至沉淀呈灰紫色。每 1ml 硝酸银滴定液（0.1mol/L）相当于 18.77mg 的 $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ 。

【类别】 解热镇痛药。

【贮藏】 密闭，在阴凉干燥处保存。

97

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2018-039

药品名称	药品通用名称： 苯磺酸左氨氯地平片 汉语拼音名： Benhuangsuan Zuo'anlüdiping Pian 英文名： Levamlodipine Besylate Tablets
剂 型	片剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订苯磺酸左氨氯地平片国家药品标准。 本标准自实施之日起执行，同品种原标准同时停止使用，实施日期前生产的药品可按原标准检验。其他有关事宜参照国家食品药品监督管理总局“关于实施《中国药典》2015年版有关事宜的公告（2015年第105号）”执行。
标准编号	WS ₁ -(X-020)-2002Z-2018
实施日期	2019年04月26日
附 件	苯磺酸左氨氯地平片药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局（药品监督管理局），总后卫生部药品监督管理局。
抄送单位	各省、自治区、直辖市（食品）药品检验所（院），总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理总局药品审评中心，国家食品药品监督管理总局食品药品审核查验中心，国家食品药品监督管理总局药品评价中心，国家食品药品监督管理总局信息中心，国家食品药品监督管理总局药化监管司、国家食品药品监督管理总局稽查局。
备 注	1、曾用名：苯磺酸左旋氨氯地平片。2、请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局及时通知辖区内有关药品生产企业，自实施之日起执行修订后的国家药品标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-(X-020)-2002Z-2018

苯磺酸左氨氯地平片

Benhuangsuan Zuo'anlüdiping Pian

Levamlodipine Besylate Tablets

本品含苯磺酸左氨氯地平按左氨氯地平(C₂₀H₂₅ClN₂O₅)计应为标示量的93.0%~107.0%。

【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 取本品细粉适量(约相当于左氨氯地平20mg),加甲醇4ml,超声约20分钟使苯磺酸左氨氯地平溶解,滤过,取续滤液。

对照品溶液 取苯磺酸左氨氯地平对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含左氨氯地平5mg的溶液。

色谱条件 采用硅胶G薄层板,以甲基异丁基酮-冰醋酸-水(2:1:1)的上层液为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液与对照品溶液各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。

结果判定 供试品溶液所显主斑点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)在右氨氯地平项下记录的色谱图中,供试品溶液中主峰的保留时间应与系统适用性溶液中左氨氯地平峰的保留时间一致。

(4)取本品细粉适量,加盐酸溶液(0.9→1000)溶解并稀释制成每1ml中约含左氨氯地平10μg的溶液,摇匀,滤过,取续滤液照紫外-可见分光光度法(中国药典2015年版四部通则0401)测定,在239nm和365nm的波长处有最大吸收,在225nm的波长处有最小吸收。

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(中国药典2015年版四部通则0512)测定。避光操作。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于左氨氯地平50mg),精密称定,置50ml量瓶中,加流动相适量,超声约30分钟使苯磺酸左氨氯地平溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含5μg的溶液。

系统适用性溶液 取苯磺酸左氨氯地平约 5mg，加浓过氧化氢溶液 5ml，置 70℃水浴加热 10~30 分钟。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（Phenomenex Luna C18，4.6mm×250mm，5μm 或效能相当的色谱柱）；以甲醇-乙腈-0.7%三乙胺溶液（取三乙胺 7.0ml，加水稀释至 1000ml，用磷酸调节 pH 值至 3.0±0.1）（35:15:50）为流动相；检测波长为 237nm；进样体积 20μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，左氨氯地平峰保留时间约为 18 分钟，左氨氯地平峰与氨氯地平杂质 I 峰（相对保留时间约 0.5）的分离度应大于 4.5，理论板数按左氨氯地平峰计算不低于 3000。灵敏度溶液色谱图中，左氨氯地平峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液和对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，氨氯地平杂质 I 峰（相对保留时间约 0.5）的峰面积乘以 2 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的主峰面积（0.5%），氨氯地平杂质 I 峰的峰面积乘以 2 与其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍（1.5%），小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

右氨氯地平 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定。避光操作。

供试品溶液 取本品细粉适量（约相当于左氨氯地平 5mg），精密称定，置 25ml 量瓶中，加 50%乙腈溶液适量，超声约 30 分钟使苯磺酸左氨氯地平溶解，放冷，用 50%乙腈溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照溶液 精密量取适量，用 50%乙腈溶液定量稀释制成每 1ml 中约含左氨氯地平 2μg 的溶液。

系统适用性溶液 取苯磺酸氨氯地平适量，加 50%乙腈溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 的溶液。

色谱条件 用手性识别蛋白卵粘蛋白化学键和硅胶为填充剂（ULTRON ES-OVM 手性色谱柱，2.0mm×150mm，5μm，或效能相当的色谱柱）；以乙腈-0.02mol/L 磷酸氢二钾溶液（用磷酸调节 pH 值至 6.0）（20:80）为流动相；检测波长为 237nm；进样体积 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，出峰顺序为右氨氯地平峰、左氨氯地平峰，两峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液和对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

限度 供试品溶液的色谱图中如有与右氨氯地平峰保留时间一致的色谱峰，右氨氯地平峰的峰面积不得大于对照溶液的主峰面积（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（中国药典 2015 年版四部通则 0941）。

溶出度 照溶出度与释放度测定法（中国药典 2015 年版四部通则 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 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 取苯磺酸左氨氯地平对照品适量，精密称定，加甲醇适量使溶解，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含左氨氯地平 5 μ g（2.5mg 规格）或 10 μ g（5mg 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（中国药典 2015 年版四部通则 0101）。

【含量测定】照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品 10 片，分别置 100ml 量瓶中，加流动相约 70ml，超声约 30 分钟使苯磺酸左氨氯地平溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取苯磺酸左氨氯地平对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含左氨氯地平 25 μ g（2.5mg 规格）或 50 μ g（5mg 规格）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，左氨氯地平峰保留时间约为 18 分钟，左氨氯地平峰与氨氯地平杂质 I 峰（相对保留时间约 0.5）的分离度应大于 4.5，理论板数按左氨氯地平峰计算不低于 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，并求得 10 片的平均含量。（每 1mg $C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$ 相当于 0.7210mg 的 $C_{20}H_{25}ClN_2O_5$ ）

【类别】 钙通道阻滞药。

【规格】 按左氨氯地平计 （1）2.5mg （2）5mg

【贮藏】 遮光，密封，阴凉处保存。

曾用名：苯磺酸左旋氨氯地平片

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2018-040

药品名称	药品通用名称： 盐酸度洛西汀 汉语拼音名： Yansuan Duluoxiting 英文名： Duloxetine Hydrochloride
剂 型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订盐酸度洛西汀国家药品标准。 本标准自实施之日起执行，同品种原标准同时停止使用，实施日期前生产的药品可按原标准检验。其他有关事宜参照国家食品药品监督管理局“关于实施《中国药典》2015年版有关事宜的公告（2015年第105号）”执行。
标准编号	WS ₁ -(X-095)-2011Z-2018
实施日期	2019年04月26日
附 件	盐酸度洛西汀药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局（药品监督管理局），总后卫生部药品监督管理局。
抄送单位	各省、自治区、直辖市（食品）药品检验所（院），总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理总局药品审评中心，国家食品药品监督管理总局食品药品审核查验中心，国家食品药品监督管理总局药品评价中心，国家食品药品监督管理总局信息中心，国家食品药品监督管理总局药化监管司、国家食品药品监督管理总局稽查局。
备 注	请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局（药品监督管理局）及时通知辖区内有关药品生产企业，自实施之日起执行修订后的国家药品标准。

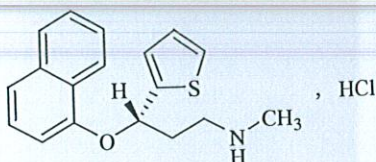


国家药品监督管理局 国家药品标准

WS₁-(X-095)-2011Z-2018

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（中国药典2015年版四部通则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（中国药典2015年版四部通则0402）。

（4）本品显氯化物的鉴别反应（中国药典2015年版四部通则0301）。

【检查】 有关物质 取本品适量，加乙腈-水（25：75）溶液溶解并稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用乙腈-水（25：75）溶液定量稀释制成每1ml中约含0.2μg的溶液，作为对照溶液；精密量取对照溶液5ml，置10ml量瓶中用乙腈-水（25：75）溶液稀释至刻度，摇匀，作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件，取灵敏度溶液10μl注入液相色谱仪，主成分峰高的信噪比应大于10。精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl，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。各杂质对主成分的相对保留时间见下表。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%）。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计（0.05%）。

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

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

光学异构体 取本品，精密称定，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 22 μ g 的溶液，作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 200ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；另取盐酸度洛西汀对照品和光学异构体（杂质 VII）对照品各适量，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别约含 22 μ g 和 0.22 μ g 的混合溶液，作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定，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，150 \times 4.6mm，5 μ 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。取系统适用性溶液 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，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。精密量取供试品溶液与对照溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质 VII 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 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，作为供试品溶液；精密称取无水乙醇、异丙醇、乙酸乙酯、环己烷与甲苯各适量，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 μ g、异丙醇 300 μ g、乙酸乙酯 300 μ g、环己烷 100 μ g 与甲苯 89 μ g 的混合溶液，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0861 第三法），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 μ 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。精密量取上述两种溶液各 1 μ l，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。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。

二甲基亚砷 精密称取本品适量，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 100mg 的溶液，作为供试品溶液；另精密称取二甲基亚砷适量，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 300 μ g 的溶液，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0861 第三法），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 μ m）；柱温为 110 $^{\circ}$ C。精密量取上述两种溶液各 1 μ l，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，二甲基亚砷的残留量不得过 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%（中国药典 2015 年版四部通则 0831）。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（中国药典 2015 年版四部通则 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（中国药典 2015 年版四部通则 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（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂（Zorbax SB C8，15×0.46cm，3.5μm 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。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，作为系统适用性溶液，此溶液中含有杂质 I、II、III、IV、V。取系统适用性溶液 10μl 注入液相色谱仪，调节流动相比比例，使主成分峰的保留时间约为 20 分钟，出峰顺序依次为杂质 I、杂质 II、杂质 III、杂质 IV、度洛西汀与杂质 V（相对保留时间分别约为 0.15、0.43、0.48、0.74、1.0 与 1.1），杂质 II 峰与杂质 III 峰、度洛西汀峰与杂质 V 峰的分离度均应符合要求，度洛西汀峰的拖尾因子不得大于 1.5。

测定法 取本品适量，精密称定，加乙腈-水（25：75）溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液，精密量取 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸度洛西汀对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

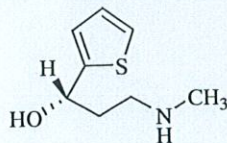
【类别】 抗抑郁药。

【贮藏】 遮光，密封，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：

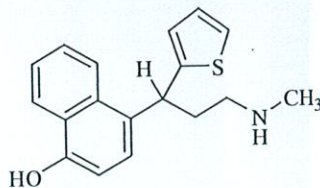
杂质 I



$C_8H_{13}NOS$ 171.26

(1S)-3-(甲基氨基)-1-(2-噻吩基)丙醇

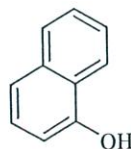
杂质 II



$C_{18}H_{19}NOS$ 297.41

4-[3-(甲基氨基)-1-(2-噻吩基)丙基]萘酚

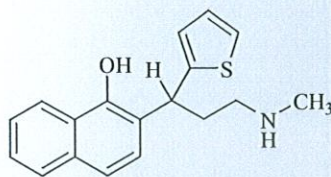
杂质 III



$C_{10}H_8O$ 144.17

α-萘酚

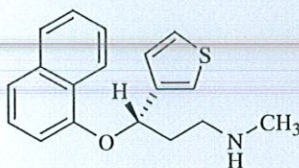
杂质IV



$C_{18}H_{19}NOS$ 297.41

2-[(1RS)-3-(甲基氨基)-1-(2-噻吩基)丙基]萘酚

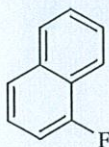
杂质V (3-异构体)



$C_{18}H_{19}NOS$ 297.41

(3S)-N-甲基-3-(1-萘氧基)-3-(3-噻吩基)丙胺

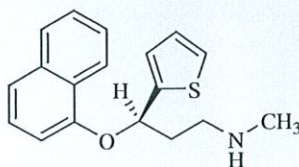
杂质VI



$C_{10}H_7F$ 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

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2018-042

药品名称	药品通用名称： 复方银翘氨敏胶囊 汉语拼音名： Fufang Yinqiao Anmin Jiaonang 英文名： Compound Yinqiao and Paracetamol and Chlorphenamine Maleate Capsules
剂 型	胶囊剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订复方银翘氨敏胶囊国家药品标准。 本标准自实施之日起执行，同品种原标准同时停止使用，实施日期前生产的药品可按原标准检验。其他有关事宜参照原国家食品药品监督管理局“关于实施《中华人民共和国药典》2015年版有关事宜的公告（2015年第105号）”执行。
标准编号	WS-10001-(HD-0363)-2002-2018
实施日期	2019年04月26日
附 件	复方银翘氨敏胶囊药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局（药品监督管理局），总后卫生部药品监督管理局。
抄送单位	各省、自治区、直辖市（食品）药品检验所（院），总后卫生部药品仪器检验所，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家食品药品监督管理局药品审评中心，国家食品药品监督管理局药品审核查验中心，国家食品药品监督管理局药品评价中心，国家食品药品监督管理局信息中心，国家食品药品监督管理局药化监管司、国家食品药品监督管理局稽查局。
备 注	请各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局（药品监督管理局）及时通知辖区内有关药品生产企业，自实施之日起执行修订后的国家药品标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS-10001-(HD-0363)-2002-2018

复方银翘氨敏胶囊

Fufang Yinqiao Anmin Jiaonang

Compound Yinqiao and Paracetamol and Chlorphenamine Maleate Capsules

本品含维生素 C($C_6H_8O_6$)与对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)均应为标示量的 90.0%~110.0%；含马来酸氯苯那敏($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 85.0%~115.0%；每粒含连翘苷($C_{27}H_{34}O_{11}$)不得少于 0.05mg。

【处方】

对乙酰氨基酚	113g
马来酸氯苯那敏	1.13g
连翘挥发油	0.32ml
薄荷素油	1.16ml
维生素 C	53.23g
银翘浸膏(按干膏计)	161.3g
荆芥挥发油	0.24ml
辅料	适量

制成 1000 粒

【制法】 以上七味，银翘浸膏加入适量淀粉，干燥，粉碎，过筛，加入对乙酰氨基酚、维生素 C 及马来酸氯苯那敏，混匀，过重筛，喷入连翘挥发油、荆芥挥发油及薄荷素油，混匀，分装，即得。

【性状】 本品内容物为浅棕色至棕色的粉末和颗粒。

【鉴别】 (1) 在含量测定维生素 C 与对乙酰氨基酚项下记录的色谱图中，供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

(2) 在含量测定马来酸氯苯那敏项下记录的色谱图中，供试品溶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) 在含量测定连翘苷项下记录的色谱图中，供试品溶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 10 粒，倾出内容物，研细，加石油醚(60~90℃) 20ml，密塞，超声处理约 20 分钟，滤过，滤液挥至约 1ml，作为供试品溶液；另取薄荷脑对照品，加乙醇制成每

1ml 中约含 2mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年版四部通则 0502) 试验,吸取供试品溶液 5~10 μ l,对照品溶液 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(17:3)为展开剂,展开,晾干,喷以 5%香草醛硫酸溶液,在 100 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品溶液应显与对照品溶液主斑点位置和颜色相同的斑点。

(5) 取本品 5 粒,倾出内容物,研细,加三氯甲烷 30ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取牛蒡子对照药材 0.5g,同法制成对照药材溶液。再取牛蒡苷对照品,加乙醇制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年版四部通则 0502) 试验,吸取上述三种溶液各 4 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(20:3)为展开剂,展开,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 110 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 干燥失重 取本品内容物,在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重,减失重量不得过 9%(中国药典 2015 年版四部通则 0831)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(中国药典 2015 年版四部通则 0931 第一法),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,取溶液适量,滤过,取续滤液作为供试品溶液。另取维生素 C 与对乙酰氨基酚对照品,精密称定,用溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含维生素 C 60 μ g 与对乙酰氨基酚 125 μ g 的溶液,作为对照品溶液。照维生素 C 与对乙酰氨基酚含量测定项下的方法测定,按外标法以峰面积计算每粒中维生素 C 和对乙酰氨基酚的溶出量。限度均为标示量的 75%,应符合规定。

含量均匀度 马来酸氯苯那敏 取本品 1 粒,将内容物倾入 25ml 量瓶中,囊壳用流动相分次洗净,洗液并入量瓶中,加流动相适量,超声处理约 20 分钟使马来酸氯苯那敏溶解,放冷,加流动相至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照马来酸氯苯那敏含量测定项下的方法测定含量,限度为 \pm 20.0%,应符合规定(中国药典 2015 年版四部通则 0941)。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(中国药典 2015 年版四部通则 0103)。

【含量测定】 维生素 C 与对乙酰氨基酚 照高效液相色谱法(中国药典 2015 年版四部通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.01mol/L 磷酸二氢钾(用磷酸调节 pH 值至 2.4)-乙腈(85:15)为流动相;检测波长为 245nm。理论板数按维生素 C 峰计算不低于 2000,维生素 C 峰与对乙酰氨基酚峰间的分离度应符合要求。

测定法 取装量差异项下的内容物,混匀,研细,精密称取适量(约相当于维生素 C 60mg),置 50ml 量瓶中,加流动相约 40ml,超声处理约 5 分钟使维生素 C 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 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取续滤液 10 μ l,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取维生素 C 对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含维生素 C 60 μ g 与对乙酰氨基酚 125 μ g 的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

马来酸氯苯那敏 照高效液相色谱法(中国药典 2015 年版四部通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.1%磷酸-甲醇（75:25）为流动相；检测波长为 262nm；理论板数按氯苯那敏峰计算不低于 2000，氯苯那敏峰与相邻峰间的分离度应符合要求。

测定法 取装量差异项下的内容物，混匀，研细，精密称取适量（约相当于马来酸氯苯那敏 2.3mg），置 50ml 量瓶中，加流动相 40ml，超声处理约 20 分钟使马来酸氯苯那敏溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取马来酸氯苯那敏对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 46 μ g 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

连翘苷 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.1%磷酸-乙腈（80:20）为流动相；检测波长为 227nm；理论板数按连翘苷峰计算不低于 2000，连翘苷峰与相邻峰间的分离度应符合要求。

测定法 取装量差异项下的内容物，混匀，研细，精密称取适量（约 3~4g），置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理约 30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25ml，蒸至近干，加中性氧化铝 1.5g 拌匀，加在中性氧化铝柱（100~200 目，1g，内径为 1~1.5cm）上，用 70%乙醇 80ml 洗脱，收集洗脱液，浓缩至干，残渣加 50%甲醇适量使溶解，定量转移至 10ml 量瓶中，用 50%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取连翘苷对照品，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算每粒中连翘苷（C₂₇H₃₄O₁₁）的含量，即得。

【类别】 解热镇痛药。

【贮藏】 密闭，在阴凉干燥处保存。

注：银翘浸膏

【处方】

金银花	200g	连翘	200g	芦根	120g
桔梗	120g	淡竹叶	80g	荆芥	80g
淡豆豉	100g	甘草	100g	牛蒡子	120g

【制法】 连翘、荆芥分别提取挥发油，油液另器收集备用。药渣与金银花、淡豆豉、淡竹叶、芦根、桔梗、甘草加水煎煮 2 次，加水量分别为 7 倍量与 5 倍量，每次 2 小时，合并煎液，滤过备用。牛蒡子破碎后，用 60%乙醇加热提取 2 次，加乙醇量分别为 6 倍量与 4 倍量，每次 2 小时，合并滤液，回收乙醇，浓缩液备用。将上述备用液合并，浓缩至相对密度 1.25~1.30（65~70℃）的浸膏 360g。浸膏测定水分（中国药典 2015 版四部通则 0832）后，折算成干浸膏投料。