

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2018-038

药品名称	药品通用名称： 苯磺酸左氨氯地平 汉语拼音名： Benhuangsuan Zuo'anludiping 英文名： Levamlodipine Besylate
剂 型	原料药
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-019)-2002Z-2018
实施日期	2019年05月06日
附 件	苯磺酸左氨氯地平药品标准
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。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。



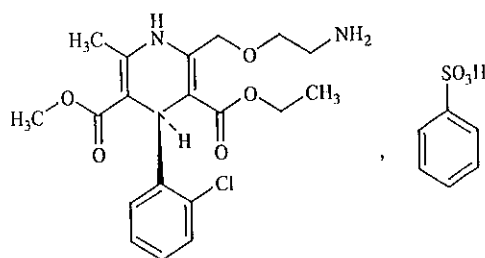
国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-(X-019)-2002Z-2018

苯磺酸左氨氯地平

Benhuangsuan Zuo'anlüdiping
Levamlodipine Besylate



$C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$ 567.05

本品为(4*s*)-2-[(2-氨基乙氧基) 甲基]-4- (2-氯苯基) -6-甲基-1,4-二氢-3,5-吡啶二羧酸-3-乙酯,5-甲酯苯磺酸盐。按无水与无溶剂物计算,含 $C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$ 应为 98.5%~102.0%。

【性状】本品为白色或类白色粉末;无臭,味微苦,有引湿性。

本品在甲醇、乙醇中易溶,在水中微溶。

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 50mg 的溶液,依法测定(中国药典 2015 年版四部通则 0621),比旋度为-24.2°至-28.3°。

【鉴别】(1) 照薄层色谱法(中国药典 2015 年版四部通则 0502) 试验。

供试品溶液 取本品约 20mg,加甲醇 4ml,超声使溶解。

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 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 10 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。

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) 在右氨氯地平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左氨氯地平峰的保留时间一致。

(3) 取本品适量,加盐酸溶液(0.9 \rightarrow 1000) 溶解并稀释制成每 1ml 中含 10 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(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。

(4) 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)。

【检查】有关物质 I 照薄层色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 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 70mg 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 0.21mg 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 0.07mg 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、对照溶液（1）与对照溶液（2）各 10 μ l，分别点于同一薄层板上，展开，80 $^{\circ}$ C 干燥 15 分钟，置紫外光灯（254nm 和 365nm）下检视。

限度 供试品溶液如显杂质斑点，与对照溶液（1）的主斑点比较，不得更深（0.3%），深于对照溶液（2）主斑点的杂质斑点不得多于 2 个（0.1%）。

有关物质 II 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 取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 3 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取苯磺酸左氨氯地平 5mg，加浓过氧化氢溶液 5ml，置 70 $^{\circ}$ C 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 0.5 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（Phenomenex Luna C18，4.6mm \times 250mm，5 μ m 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 \pm 0.1）（35:15:50）为流动相；检测波长为 237nm；进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，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 峰的峰面积乘以 2 不得大于对照溶液的主峰面积（0.3%），其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积（0.3%），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 取本品适量，精密称定，加 50%乙腈溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液。

对照溶液 精密量取适量，用 50%乙腈溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取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 \times 150mm，5 μ m，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 10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，出峰顺序为右氨氯地平峰、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%）。

残留溶剂 乙醇与二氯甲烷 照残留溶剂测定法（中国药典 2015 年版四部通则 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，精密加入二甲基亚砷 5ml 使溶解，密封。

对照品溶液 取乙醇与二氯甲烷各适量，精密称定，用二甲基亚砷定量稀释制成每 1ml 中约含乙醇 200 μ g 和二氯甲烷 24 μ g 的溶液，精密量取 5ml，置顶空瓶中，密封。

色谱条件 以（6%）氰丙基苯基-（94%）二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液；初始温度为 45 $^{\circ}$ C，维持 8 分钟，以每分钟 20 $^{\circ}$ C 升至 180 $^{\circ}$ C，维持 6 分钟；进样口温度为 250 $^{\circ}$ C；检测器温度为 280 $^{\circ}$ 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，各组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，乙醇与二氯甲烷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（中国药典 2015 年版四部通则 0861 第三法）测定。

内标溶液 取甲苯适量，用甲醇稀释制成每 1ml 中约含甲苯 100 μ g 的溶液。

供试品溶液 取本品约 0.2g，精密称定，置 10ml 量瓶中，加内标溶液 1ml，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 精密称取 *N,N*-二甲基甲酰胺 1.76mg，置 10ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，加内标溶液 1ml，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 以（6%）氰丙基苯基-（94%）二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液；初始温度为 90 $^{\circ}$ C，维持 7 分钟，以每分钟 70 $^{\circ}$ C 升至 220 $^{\circ}$ C，维持 2 分钟；进样口温度为 180 $^{\circ}$ C；检测器温度为 300 $^{\circ}$ C；

测定法 精密量取供试品溶液和对照品溶液各 1 μ l，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，*N,N*-二甲基甲酰胺的残留量应符合规定。

水分 取本品 0.2g，照水分测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0832 第一法₁）测定，含水分不得过 5.5%。

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二十。

【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。避光操作。

供试品溶液 精密称取本品适量，加流动相溶解并定量稀释成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

对照品溶液 取苯磺酸左氨氯地平对照品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 25 μ g 的溶液。

系统适用性溶液与色谱条件 见有关物质 II 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。

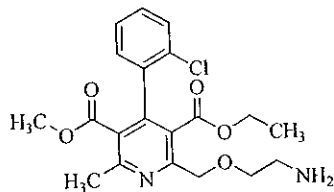
【类别】钙通道阻滞药。

【贮藏】遮光，密封，在凉暗处保存。

【制剂】苯磺酸左氨氯地平片

曾用名：苯磺酸左旋氨氯地平

附：氨氯地平杂质 I



$C_{20}H_{23}ClN_2O_5$, 406.9

2-[(2-氨基乙氧基)甲基]-4-(2-氯苯基)-6-甲基-3,5-吡啶二羧酸-5-甲酯,3-乙酯
3-ethyl 5-methyl 2-[(2-aminoethoxy)methyl]-4-(2-chlorophenyl)-6-methylpyridine-3,5-dicarboxylate

国家药品监督管理局 国家药品标准修订件

批件号：XGN2018-041

药品名称	药品通用名称： 盐酸奥布卡因滴眼液 汉语拼音名： Yansuan Aobukayin Diyanye 英文名： Oxybuprocaine Hydrochloride Eye Drops
剂 型	滴眼剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订盐酸奥布卡因滴眼液国家药品标准。 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-10001-(HD-0756)-2002-2018
实施日期	2019年05月06日
附 件	盐酸奥布卡因滴眼液药品标准
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

WS-10001-(11D-0756)-2002-2018

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($C_{17}H_{28}N_2O_3 \cdot HCl$)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(中国药典2015年版四部通则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 μ g的溶液,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230nm与308nm的波长处有最大吸收。

【检查】pH值 应为3.5~5.0(中国药典2015年版四部通则0631)。

有关物质 精密量取本品5ml,置100ml量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密量取适量,用水定量稀释制成每1ml中各约含1 μ g和0.1 μ g的溶液,分别作为对照溶液和灵敏度溶液;精密称取杂质I适量,加流动相溶解并稀释成每1ml中约含2 μ g的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定,取灵敏度溶液20 μ l注入液相色谱仪,主成分峰高的信噪比应大于10。再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各20 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的4倍。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%)。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%)。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(中国药典2015年版四部通则0632),渗透压摩尔浓度比应为0.9~1.1。

无菌 取规定量供试品,转移至500ml的0.9%无菌氯化钠溶液中,经薄膜过滤法处理,用pH7.0无菌氯化钠蛋白胨缓冲液分次冲洗,每膜冲洗量为500ml,以金黄色葡萄球菌(CMCC(B)26003)为阳性对照菌,依法检查(中国药典2015年版四部通则1101),应符合规定。

其他 应符合滴眼剂项下有关的各项规定(中国药典2015年版四部通则0105)。

【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-pH2.5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)

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

为流动相，检测波长为 309nm。理论板数按盐酸奥布卡因峰计算不低于 3000。取有关物质项下的对照溶液 10ml 与对照品溶液 5ml，混匀，作为系统适用性溶液，取 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，盐酸奥布卡因峰与杂质 I 峰的分离度应大于 12。

测定法 精密量取本品 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；精密量取 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸奥布卡因对照品适量，加流动相溶解并稀释成每 1ml 中约含 40 μ g 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

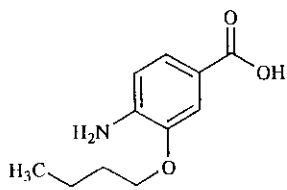
【类别】 同盐酸奥布卡因

【规格】 (1) 0.5ml:2.0mg (2) 1ml:4mg (3) 5ml:20mg

【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

国家药品监督管理局 国家药品标准修订件

批件号：XGB2018-043

药品名称	药品通用名称： 盐酸奥布卡因 汉语拼音名： Yansuan Aobukayin 英文名： Oxybuprocaine Hydrochloride
剂 型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订盐酸奥布卡因国家药品标准。 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-10001-(HD-0466)-2002-2018
实施日期	2019年05月06日
附 件	盐酸奥布卡因药品标准
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

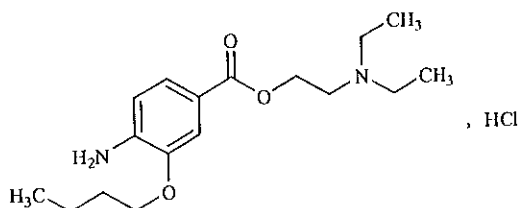
国家药品标准

WS-10001-(HD-0466)-2002-2018

盐酸奥布卡因

Yansuan Aobukayin

Oxybuprocaine Hydrochloride



$C_{17}H_{28}N_2O_3 \cdot HCl$ 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(中国药典 2015 年版四部通则 0612)为 158~162℃。

【鉴别】(1) 本品的水溶液显芳香第一胺的鉴别反应(中国药典 2015 年版四部通则 0301)。

(2) 取本品, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸奥布卡因 15 μ g 的溶液, 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 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) 本品显氯化物的鉴别反应(中国药典 2015 年版四部通则 0301)。

【检查】酸度 取本品 1.0g, 加水 10ml 溶解后, 依法测定(中国药典 2015 年版四部通则 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 精密称取本品适量, 加流动相溶解并稀释成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液, 作为供试品溶液; 精密量取适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.2 μ g 和 0.1 μ g 的溶液, 分别作为对照溶液和灵敏度溶液; 精密称取杂质 I 适量, 加流动相溶解并稀释成每 1ml 中约含 0.2 μ g 的溶液, 作为对照品溶液。取对照溶液与对照品溶液各 2ml, 混匀, 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, 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-pH2.5 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。取系统适用性溶液 20 μ l

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

注入液相色谱仪，记录色谱图，盐酸奥布卡因峰与杂质 I 峰的分离度应大于 12。取灵敏度溶液 20 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、对照溶液与对照品溶液各 20 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。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%)。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

残留溶剂 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，作为供试品溶液；另取甲苯约 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，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）测定，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 250 $^{\circ}$ C。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 2 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，甲苯的残留量应符合规定（0.089%）。

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%（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 取本品 1.0g，加水 20ml 使溶解，加醋酸缓冲液（pH3.5）2ml 与水适量至 25ml，依法检查（中国药典 2015 年版四部通则 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 与醋酸酐 20ml 溶解后，照电位滴定法（中国药典 2015 年版四部通则 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 C₁₇H₂₃N₂O₃·HCl。

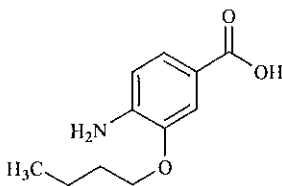
【类别】 局麻药。

【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



C₁₁H₁₅NO₃ 209.24

4-氨基-3-丁氧基苯甲酸

国家药品监督管理局

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2018-37

药品名称	中文名称： 人参固本口服液 汉语拼音： Renshen Guben Koufuye 英文名： -----		
剂 型	口服液	标准依据	局颁标准
原标准号	WS ₃ -260(Z-050)-2004(Z)	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，对原标准【鉴别】、【含量测定】项进行修订。请进一步考察人参含量测定的重现性及稳定性，必要时可由TLCS法修改为HPLC法。		
实施规定	本标准自实施之日起执行，原标准同时废止。实施日期之前生产的药品仍按照原标准检验。 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	WS ₃ -260(Z-050)-2004(Z)-2018	实施日期	2019年05月06日
附 件	人参固本口服液药品标准		
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管司，鲁南厚普制药有限公司。		
备 注			



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₃-260(Z-050)-2004(Z)-2018

人参固本口服液

Renshen Guben Koufuye

【处方】	人参	23g	地黄	46g	熟地黄	46g
	山茱萸	46g	山药	92g	牡丹皮	46g
	泽泻	46g	茯苓	46g	天冬	46g
	麦冬	46g				

【制法】以上十味，牡丹皮蒸馏提取挥发性成分至尽，药渣及药液备用。人参、山茱萸用60%乙醇回流提取二次，第一次1.5小时，第二次1小时，合并乙醇液，滤过，滤液与药渣备用。取上述两项药渣及药液，与其余七味加水煎煮二次，第一次1.5小时，第二次1小时，滤过，合并煎液，减压浓缩至适量，冷藏48小时，滤过，滤液减压浓缩成膏状，加乙醇使含醇量达60%，与人参、山茱萸的乙醇提取液合并，混匀，冷藏24小时，滤过，滤液减压浓缩至无醇味，加水至800ml，煮沸1小时，冷藏48小时，滤过，滤液加入牡丹皮的挥发性成分及单糖浆100g，调节pH值至7.0，加水至1000ml，搅匀灌封，灭菌，即得。

【性状】本品为棕红色液体；味甜，微苦。

【鉴别】（1）取本品20ml，加正丁醇30ml振摇提取，分取正丁醇液，加无水硫酸钠适量，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加硫酸与45%乙醇的混合液（7→100）10ml，加热回流1小时，放冷，加水20ml，蒸去乙醇，加三氯甲烷10ml振摇提取，分取三氯甲烷层，加无水硫酸钠1.5g，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加无水乙醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参二醇对照品、人参三醇对照品，加无水乙醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，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，吸取上述两种溶液各10 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-丙酮（2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，热风吹至斑点显色清晰。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。

（2）取本品20ml，加乙醚20ml振摇提取，分取乙醚层，挥干，残渣加丙酮0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取丹皮酚对照品，加丙酮制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典2015年版通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（3:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以盐酸酸性5%三氯化铁乙醇溶液。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50ml，浓缩至约25ml，用乙酸乙酯振摇提取二次（30ml，20ml），合并乙酸乙酯层（水层备用），用5%氢氧化钠溶液洗涤二次（20ml，15ml）（分层后立即分离），弃去碱液，乙酸乙酯液用水洗涤二次，每次20ml，乙酸乙酯液回收溶剂至干，残渣加乙酸乙酯0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取泽泻对照药材1g，加水50ml煎煮20分钟，用脱脂棉滤过，用乙酸乙酯振摇提取二次，每次50ml，合并乙酸乙酯液，浓缩至50ml，自“用5%氢氧化钠溶液洗涤二次（20ml，15ml）”起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，吸取供试品溶液20 μ l、对照药材溶液10~15 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲

酸(6:3.5:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,80℃加热约1~2分钟,至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取(鉴别)(3)项下乙酸乙酯提取后的水液,用正丁醇-乙酸乙酯(1:1)混合溶液振摇提取二次,每次25ml,合并提取液,用氨溶液(1→10)洗涤二次,每次20ml,弃去氨液,正丁醇-乙酸乙酯混合溶液回收溶剂至干,残渣加甲醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取马钱苷对照品,加甲醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典2015年版通则0502)试验,吸取上述两种溶液各5 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰。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。

【检查】 相对密度 应不低于1.05(中国药典2015年版通则0601)。

pH值 应为5.0~7.0(中国药典2015年版通则0631)。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(中国药典2015年版通则0181)。

【含量测定】 牡丹皮 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;以甲醇-水(60:40)为流动相;柱温为40℃;检测波长为274nm。理论板数按丹皮酚峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取丹皮酚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含0.03mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量项下的本品,混匀,精密量取3ml,置25ml量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,离心,滤过,取续滤液,即得。

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

本品每支含牡丹皮以丹皮酚($C_9H_{10}O_3$)计,不得少于2.0mg。

人参 精密量取本品50ml,浓缩至25ml,放冷至室温,置分液漏斗中,加乙酸乙酯振摇提取二次,每次20ml,弃去乙酸乙酯层,水层以水饱和的正丁醇振摇提取五次,每次20ml,合并正丁醇提取液,用1%氢氧化钠溶液洗涤三次,每次20ml,弃去碱液,再用正丁醇饱和的水洗涤二次,每次40ml(洗至中性),取正丁醇液,回收溶剂至干,残渣加水10ml使溶解,通过D₁₀₁大孔吸附树脂柱(内径1.5cm,长15cm),用水80ml洗脱,弃去水液,再用20%乙醇溶液50ml洗脱,弃去20%乙醇液,继用70%乙醇溶液100ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇使溶解并转移至2ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。另取人参皂苷Rg₁对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典2015年版通则0502)试验,精密吸取供试品溶液5 μ l、对照品溶液2 μ l与4 μ l,分别交叉点于同一含0.1%羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶G薄层板上,以[正丁醇-乙酸乙酯-水(4:1:5)上层]-甲醇(10:1)为展开剂,另槽加入浓氨试液,预饱和1小时,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在100℃加热至斑点显色清晰,取出,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定,照薄层色谱法(中国药典2015年版通则0502)进行扫描,波长: $\lambda_S=530nm$, $\lambda_R=700nm$,测量供试品吸光度积分值与对照品吸光度积分值,计算,即得。

本品每支含人参以人参皂苷Rg₁($C_{42}H_{72}O_{14}$)计,不得少于0.18mg。

【功能与主治】 滋阴益气,固本培元。用于阴虚气弱,虚劳咳嗽,心悸气短,骨蒸潮热,腰酸耳鸣,遗精盗汗,大便干燥。

【用法与用量】 口服。一次10ml,一日2次。

【规格】 每支装10ml

【贮藏】 密封,置阴凉处。

国家药品监督管理局

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2018-38

药品名称	中文名称：羊藿巴戟口服液 汉语拼音：Yanghuo Baji Koufuye 英文名：-----		
剂型	合剂	标准依据	转正标准
原标准号	WS-5738(B-0738)-2014Z	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，同意对原标准进行修订。		
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	WS-5738(B-0738)-2014Z -2018	实施日期	2019年05月09日
附件	羊藿巴戟口服液药品标准		
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管司。广州万正药业有限公司。		
备注			



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS-5738(B-0738)-2014Z-2018

羊藿巴戟口服液 Yanghuo Baji Koufuye

【处方】	淫羊藿	100g	熟地黄	60g	巴戟天	60g
	山茱萸	60g	石燕(煅)	50g	海马	20g
	狗鞭	80g	蛤蚧	60g	蛇床子	30g
	大海米	20g	砂仁	14g	锁阳	10g
	九香虫	14g	雄蚕蛾	20g		

【制法】以上十四味，蛇床子、砂仁加水煎煮4小时，分取芳香水溶液另器保存。山茱萸、蛤蚧、雄蚕蛾三味加65%乙醇分别提取2次，第一次加醇8倍量，提取2小时，第二次加6倍量，提取1.5小时，滤过，合并两次提取液，回收乙醇，备用。药渣与淫羊藿等九味及提取芳香水溶液所剩下的药渣，分别加8、6、6倍量水煎煮三次，煎煮时间分别为2小时、1.5小时、1.5小时，合并水煎液及蛇床子、砂仁的水煎液，浓缩至相对密度1.15~1.20(50℃)，加入乙醇，使醇浓度达到65%，静置，滤过，回收乙醇后溶液与山茱萸、蛤蚧、雄蚕蛾三味乙醇提取液合并，加入水350ml、以白酒50ml溶解的芳香水溶液、蜂蜜300g、苯甲酸钠3g，静置，滤过，加水至1000ml，搅匀，滤过，灌装，灭菌，即得。

【性状】本品为棕色的液体；气微腥，味苦涩、甜。

【鉴别】(1)取本品1支，用乙醚振摇提取2次，每次60ml，分取乙醚层备用，水层用水饱和的正丁醇提取2次，每次30ml，合并正丁醇提取液，置水浴上蒸干，残渣加水5ml使溶解，分2次加在C₁₈预处理柱上，分别用水、30%甲醇和甲醇各10ml洗脱，30%甲醇洗脱液备用；收集甲醇洗脱液，置水浴上蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取淫羊藿苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典2015年版通则0502)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一以含3% 0.1mol/L磷酸氢二钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶G薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水(13:10:10)10℃以下放置的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铝乙醇溶液，用热风吹至斑点显色清晰，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取【鉴别】(1)项下的30%甲醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取山茱萸对照药材0.6g，加甲醇30ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水5ml使溶解，加在C₁₈预处理柱上，分别用水和30%甲醇各10ml洗脱，收集30%甲醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。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4μl，分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上，以三氯甲烷-甲醇(4:1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(254nm)下检视。

国家药品监督管理局 发布

国家药典委员会

审定

供试品色谱中，在与对照品药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光淬灭斑点。

(3) 取【鉴别】(1)项下的乙醚提取液，挥去乙醚，残渣加乙酸乙酯 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取蛇床子对照药材 0.3g，加入乙醚 30ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液挥去乙醚，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取蛇床子素对照品，加乙酸乙酯制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年版通则 0502) 试验，吸取供试品溶液 10 μ l、对照药材溶液 1 μ l 和对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯(20:1) 为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm) 下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4) 取本品 10ml，缓慢加无水乙醇 40ml，摇匀，放置 4 $^{\circ}$ C 冰箱中，24 小时后取出，弃去上清液，残渣加水 10ml 使溶解，作为供试品溶液。另取巴戟天对照药材 0.5g，加 50% 乙醇 60ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液于 80 $^{\circ}$ C 水浴蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取耐斯糖对照品适量，加水制成每 1ml 含 1.5mg 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，吸取上述供试品溶液 2 μ l、对照品溶液和对照药材溶液各 1 μ l，以条带状点于同一硅胶 G 高效预制薄层板上，放置于五氧化二磷的干燥器中减压干燥 2 小时，第一次以乙酸乙酯-甲醇-水-冰乙酸(8:3:2:3) 为展开剂，第二次以乙酸乙酯-甲醇-水-冰乙酸(12:3:2:3) 为展开剂，二次展开，取出，晾干，喷以 α -萘酚试液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，置日光下立即检视。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】 相对密度 应为 1.05~1.15(中国药典 2015 年版通则 0601)。

pH 值 应为 3.5~4.7(中国药典 2015 年版通则 0631)。

其它 应符合合剂项下有关的各项规定(中国药典 2015 年版通则 0181)。

【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；以甲醇-0.4%磷酸(60:40) 为流动相；检测波长为 270nm。理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 1500。

对照品溶液的制备 取淫羊藿苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 5ml，加在预先经甲醇、水各 35ml 洗脱过的聚酰胺小柱(100~200 目；内径 2.5cm，高 2cm)，先用水 35ml 洗脱，再用甲醇 35ml 洗至 50ml 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取滤液，即得。

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

本品每支含淫羊藿苷($C_{33}H_{40}O_{15}$) 不得少于 2.0mg。

【功能与主治】温阳，益肾。用于肾阳不足所致的精神不振，失眠健忘，腰膝酸痛，畏寒肢冷，夜尿频多。

【用法与用量】口服。一次 10ml，一日 3 次。

【注意】儿童、孕妇禁用；阴虚火旺者禁服。

【规格】每支 10ml

【贮藏】密封，置阴凉干燥处。