

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号: XGB2019-011

药品名称	药品通用名称: 门冬氨酸 汉语拼音名: Mendong' ansuan 英文名: Aspartic Acid
剂型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 修订门冬氨酸药典标准, 【性状】项下“在热水中溶解”删去。 修订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总局“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	中国药典2015年版二部
实施日期	2019年09月05日
附件	----
主送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品监督管理局, 中央军委后勤保障部卫生局
抄送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验院(所), 中国人民解放军联勤保障部队药品仪器监督检验总站, 中国食品药品检定研究院, 国家药典委员会, 国家药品监督管理局药品审评中心, 国家药品监督管理局药品审核查验中心, 国家药品监督管理局药品评价中心, 国家药品监督管理局信息中心, 国家药品监督管理局药品注册管理司, 国家药品监督管理局药品监督管理局。
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, 自实施之日起执行本标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号: XGB2019-012

药品名称	药品通用名称: 那可丁糖浆 汉语拼音名: Nakeding Tangjiang 英文名称: Noscapine Syrup
剂 型	糖浆剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 修订那可丁糖浆国家药品标准。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总局“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-0149)-2002-2019
实施日期	2019年09月05日
附 件	那可丁糖浆药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品监督管理局, 中央军委后勤保障部卫生局
抄送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验院(所), 中国人民解放军联勤保障部队药品仪器监督检验总站, 中国食品药品检定研究院, 国家药典委员会, 国家药品监督管理局药品审评中心, 国家药品监督管理局药品审核查验中心, 国家药品监督管理局药品评价中心, 国家药品监督管理局信息中心, 国家药品监督管理局药品注册管理司, 国家药品监督管理局药品监督管理局。
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, 自实施之日起执行本标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS-10001-(HD-0149)-2002-2019

那可丁糖浆

Nakeding Tangjiang

Noscaphine Syrup

本品含那可丁($C_{22}H_{23}NO_7$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡棕褐色澄清的浓厚液体。

【鉴别】 (1) 取本品10ml,置分液漏斗中,加三氯甲烷10ml,振摇10分钟,分取三氯甲烷液,用铺有无水硫酸钠的滤纸过滤,滤液置水浴上蒸干,残渣照下述方法试验:

1) 于一蒸发皿的残渣上,加硫酸1滴,用玻璃棒搅匀,溶液呈黄绿色,温热呈红色,最后变为紫色。

2) 于另一蒸发皿的残渣上,加钼硫酸试液1滴,用玻璃棒搅匀,显深绿色,温热后渐变为紫红色。

(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。

【检查】 pH值 应为2.0~3.0(中国药典2015年版四部通则0631)。

相对密度 本品的相对密度(中国药典2015年版四部通则0601)应不低于1.200。

其他 应符合糖浆剂项下有关的各项规定(中国药典2015年版四部通则0116)。

【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 用氰基键合硅胶为填充剂;以甲醇-磷酸二氢钠溶液(取磷酸二氢钠6.8g,加水1000ml使溶解,用氢氧化钠试液调节pH值至6.0)(50:50)为流动相;检测波长为240nm;柱温为30℃。理论板数按那可丁峰计算不低于3000。

测定法 用内容量移液管精密量取本品2ml,置200ml量瓶中,用甲醇清洗移液管内壁,洗液并入量瓶中,用甲醇稀释至刻度,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;另取那可丁对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含30 μ g的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同那可丁。

【规格】 100ml: 0.3g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号: XGB2019-013

药品名称	药品通用名称: 克霉唑尿素乳膏 汉语拼音名: Kemeizuo Niaosu Rugao 英文名称: Clotrimazole and Urea Cream
剂型	乳膏剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 修订克霉唑尿素乳膏国家药品标准。 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总局“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-1203)-2002-2019
实施日期	2019年09月05日
附件	克霉唑尿素乳膏药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品监督管理局, 中央军委后勤保障部卫生局
抄送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验院(所), 中国人民解放军联勤保障部队药品仪器监督检验总站, 中国食品药品检定研究院, 国家药典委员会, 国家药品监督管理局药品审评中心, 国家药品监督管理局药品审核查验中心, 国家药品监督管理局药品评价中心, 国家药品监督管理局信息中心, 国家药品监督管理局药品注册管理司, 国家药品监督管理局药品监督管理司。
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, 自实施之日起执行本标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS-10001-(HD-1203)-2002-2019

克霉唑尿素乳膏

Kemeizuo Niaosu Rugao

Clotrimazole and Urea 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	14g
尿素	150g
基质	适量
制成	1000g

【性状】 本品为白色乳膏。

【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(中国药典 2015 年版四部通则 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 中约含 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 μ 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) 在含量测定克霉唑项下记录的色谱图中, 供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

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(中国药典 2015 年版四部通则 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℃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, 滤膜滤过, 取续滤液放至室温。

对照品溶液 取二苯基-(2-氯苯基)甲醇(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 中约含 2 μg 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 0.04mg 与 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 μl。

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 取供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 供试品溶液的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(中国药典 2015 年版四部通则 0109)。

【含量测定】 克霉唑 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 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, 滤膜滤过, 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 40 μg 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(中国药典 2015 年版四部通则 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, 滤膜滤过, 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。

40

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号: XGB2019-014

药品名称	药品通用名称: 脾多肽注射液 汉语拼音名: Pidutai Zhushaye 英文名: Lienal Polypeptide Injection
剂 型	注射剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 修订脾多肽注射液国家药品标准。 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-1531)-2004-2019
实施日期	2019年09月05日
附 件	脾多肽注射液药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品监督管理局, 中央军委后勤保障部卫生局
抄送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验院(所), 中国人民解放军联勤保障部队药品仪器监督检验总站, 中国食品药品检定研究院, 国家药典委员会, 国家药品监督管理局药品审评中心, 国家药品监督管理局药品审核查验中心, 国家药品监督管理局药品评价中心, 国家药品监督管理局信息中心, 国家药品监督管理局药品注册管理司, 国家药品监督管理局药品监督管理司。
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, 自实施之日起执行本标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS-10001- (HD-1531) -2004-2019

脾多肽注射液

PiduotaiZhusheye

Lienal Polypeptide Injection

本品系由健康小牛脾脏提取物（附件1）制成的含分子量小于6000道尔顿的多肽、氨基酸、核酸类和糖类物质的无菌水溶液。本品每1ml中含多肽以牛血清白蛋白计应为3.2~4.8mg，含游离氨基酸应为4.0~6.0mg，含核酸应为0.8~1.2mg，含总糖以葡萄糖计应不低于100μg。

【性状】 本品为淡黄色澄明液体。

【制法要求】 按脾多肽注射液生产工艺（附件2）的要求进行生产。

【鉴别】 （1）取本品2ml，加双缩脲溶液（取硫酸铜1.50g和酒石酸钾钠6.0g，加水500ml使溶解，边搅边加入10%氢氧化钠溶液300ml，用水稀释至1000ml，摇匀）4ml，摇匀，放置15分钟，溶液应显蓝紫色至紫红色。

（2）取本品1ml，加茚三酮试液数滴，加热，应显蓝紫色。

（3）照高效液相色谱法（中国药典2015年版四部通则 0512）试验。

供试品溶液 取本品，即得。

对照品溶液 取脾多肽对照提取物适量，即得。

系统适用性溶液 取色氨酸对照品适量，加水溶解并稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（如PhenomenexSynergi Hydro-RP柱，4.6mm×250mm，4μm或其他适宜的色谱柱）；以磷酸盐溶液（取磷酸1.0ml，三乙胺0.5ml，加水500ml）为流动相A，磷酸-乙腈（1:1000）为流动相B，按下表进行梯度洗脱；流速为每分钟1ml；检测波长280nm；柱温30℃；进样体积5μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液连续进样5次的色谱图中，主峰保留时间和峰面积的相对标准偏差分别不得过1.0%和2.0%。理论板数按色氨酸峰计算应不低于50000。

测定法 精密量取供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 按中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算，供试品溶液色谱图与对照品溶液色谱图的相似度不得低于0.90。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0	100	0
10	100	0
30	90	10
40	50	50
43	10	90
45	10	90

46	100	0
54	100	0

【检查】 pH值 应为5.5~7.5（中国药典2015年版四部通则 0631）。

蛋白质 取本品2ml，加30%磺基水杨酸溶液2ml，摇匀，不得发生混浊。

高分子量物质 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，用流动相稀释并制成每1ml中含多肽1mg的溶液。

对照溶液 取胰岛素（分子量5800）适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含1mg的溶液。

灵敏度溶液 取对照溶液适量，用流动相定量稀释制成每1ml中含1μg的溶液。

色谱条件 用亲水改性硅胶为填充剂（如TSK GEL 2000SW柱7.8mm×300mm，5μm或效能相当的色谱柱）；以三氟乙酸-乙腈-水（0.05:10:90）为流动相；检测波长为214nm；进样体积20μl。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中，理论板数按胰岛素峰计算不得低于3000；灵敏度溶液色谱图中，胰岛素峰高的信噪比应不小于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，按面积归一化法计算。

结果判定 供试品溶液色谱图中保留时间小于胰岛素峰的所有峰面积之和不得过3.0%。小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

氨基酸 精密量取本品适量，照异硫氰酸苯酯柱前衍生高效液相色谱法（附件3）或其它适宜的氨基酸分析方法，分别测定游离氨基酸和水解氨基酸含量，以16种氨基酸（门冬氨酸、谷氨酸、丝氨酸、甘氨酸、组氨酸、精氨酸、苏氨酸、丙氨酸、脯氨酸、酪氨酸、缬氨酸、蛋氨酸、异亮氨酸、亮氨酸、苯丙氨酸、盐酸赖氨酸）计，每1ml中含游离氨基酸应为4.0~6.0mg，每1ml中水解氨基酸与游离氨基酸之差不得少于3.2mg。

生物活性 取本品适量，照T细胞活性测定法-脱E受体法（附件4）测定，供试品测定管E玫瑰花结百分率与脱E受体胸腺T细胞对照管E玫瑰花结百分率之差不低于10.0%。

异常毒性 取本品，依法检查（中国药典 2015 年版四部通则 1141），按静脉注射法给药，应符合规定。

降压物质 取本品，用氯化钠注射液稀释制成每 1ml 中约含多肽 0.75mg 的溶液，依法检查（中国药典 2015 年版四部通则 1145），剂量按猫体重每 1kg 注射 0.2ml，应符合规定。

过敏试验 取本品，依法检查（中国药典2015年版四部通则 1147），应符合规定。

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1ml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（中国药典2015年版四部通则0102）。

【含量测定】 多肽 精密量取本品适量，用水定量稀释并制成每1ml中约含多肽0.1mg的溶液，作为供试品溶液，精密量取1ml，照蛋白含量测定法（中国药典2015年版四部通则0731第二法方法1）测定。

核酸 精密量取本品1ml，用水定量稀释至50ml，摇匀，照紫外-可见分光光度法（中国药典2015年版四部通则0401），在260nm的波长处测定吸光度，按吸收系数（ $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ ）为200计算。

总糖 照紫外-可见分光光度法（中国药典2015年版四部通则0401）测定。

供试品溶液 精密量取本品10ml，用水定量稀释至50ml，摇匀。

对照品溶液 精密称取葡萄糖对照品约50mg，置50ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇

小牛脾脏提取物

本品系由健康小牛脾脏经匀浆、冻融、加热、离心、超滤等步骤提取制成的水溶液。每1ml中含多肽以牛血清白蛋白计应不少于6.0mg，含游离氨基酸应不少于7.5mg，含核酸应不低于1.5mg，含总糖以葡萄糖计应不低于0.15mg。

【制法】 本品应从检疫合格的小牛脾脏（附件1-1）制得，生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》要求。小牛脾脏提取物系由健康小牛脾脏经匀浆、调节pH值、冻融，多次调pH、加热、离心、过滤、冷冻融化再过滤、超滤等工艺步骤提取制成。采集的脾脏应采用适宜的方法进行种的确认，生产工艺中应采用适宜的病毒灭活（去除）方法。

【性状】 本品为淡黄色至黄色溶液。

【鉴别】 （1）取本品适量，用水稀释制成每1ml中约含多肽4.0mg的溶液，取2ml，加双缩脲溶液（取硫酸铜1.50g和酒石酸钾钠6.0g，加水500ml使溶解，边搅边加入10%氢氧化钠溶液300ml，用水稀释至1000ml，摇匀）4ml，摇匀，放置15分钟，溶液应显蓝紫色至紫红色。

（2）取本品适量，用水稀释并制成每1ml中约含多肽4.0mg的溶液，取1ml，加茚三酮试液数滴，加热，应显蓝紫色。

（3）照高效液相色谱法（中国药典2015年版四部通则 0512）试验。

供试品溶液 取本品适量，用水稀释制成每1ml中约含多肽4mg的溶液。

对照品溶液 取脾多肽对照提取物适量，即得。

系统适用性溶液 取色氨酸对照品适量，加水溶解并稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（如PhenomenexSynergi Hydro-RP柱，4.6mm×250mm，4μm或其他适宜的色谱柱）；以磷酸盐溶液（取磷酸1.0ml，三乙胺0.5ml，加水500ml）为流动相A，磷酸-乙腈（1:1000）为流动相B，按下表进行梯度洗脱。流速为每分钟1ml；检测波长280nm；柱温30℃。进样体积5μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液连续进样5次的色谱图中，主峰保留时间和峰面积的相对标准偏差分别不得过1.0%和2.0%。理论板数按色氨酸峰计算应不低于50000。

测定法 精密量取供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 按中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算，供试品溶液色谱图与对照品溶液色谱图的相似度不得低于0.90。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0	100	0
10	100	0
30	90	10
40	50	50
43	10	90
45	10	90
46	100	0
54	100	0

【检查】 pH值 应为6.5~7.5（中国药典2015年版四部通则 0631）。

蛋白质 取本品适量，用水稀释制成每1ml中约含多肽4.0mg的溶液，取2ml，加30%磺基水杨酸溶液2ml，摇匀，不得发生混浊。

高分子量物质 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，用流动相稀释并制成每1ml中含多肽1mg的溶液。

对照溶液 取胰岛素（分子量5800）适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含1mg的溶液。

灵敏度溶液 取对照溶液适量，用流动相定量稀释制成每1ml中含1μg的溶液。

色谱条件 用亲水改性硅胶为填充剂（如TSK GEL 2000SW柱7.8mm×300mm，5μm或其他适宜的色谱柱）；以三氟乙酸-乙腈-水（0.05:10:90）为流动相；检测波长为214nm；进样体积20μl。

系统适用性要求 对照溶液色谱图中，理论板数按胰岛素峰计算不得低于3000；灵敏度溶液色谱图中，胰岛素峰高的信噪比应不小于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，按面积归一化法计算。

结果判定 供试品溶液色谱图中保留时间小于胰岛素峰的所有峰面积之和不得过3.0%。小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

氨基酸 精密量取本品适量，照异硫氰酸苯酯柱前衍生高效液相色谱法（附件3）或其它适宜的氨基酸分析方法，分别测定游离氨基酸和水解氨基酸含量，每1ml中含游离氨基酸的量应不少于7.5mg，水解氨基酸与游离氨基酸之差不得少于4.8mg。

生物活性 取本品适量，照T细胞活性测定法-脱E受体法（附件4）测定，供试品测定管E玫瑰花结百分率与脱E受体胸腺T细胞对照管E玫瑰花结百分率之差应不低于10.0%。

异常毒性 取本品适量，用氯化钠注射液稀释制成每1ml中约含多肽4.0mg的溶液，依法检查（中国药典2015年版四部通则 1141），按静脉注射法给药，应符合规定。

降压物质 取本品适量，用氯化钠注射液稀释制成每1ml中约含多肽0.75mg的溶液，依法检查（中国药典2015年版四部通则 1145），剂量按猫体重每1kg注射0.2ml，应符合规定。

细菌内毒素 取本品适量，用细菌内毒素检查用水稀释制成每1ml中约含多肽4.0mg的溶液，依法检查（中国药典2015年版四部通则 1143），每1ml中含内毒素的量应小于2EU。

微生物限度 取本品，依法检查（中国药典2015年版四部通则1105薄膜过滤法或平皿法），每1ml供试品中细菌、霉菌和酵母菌总数不得过10⁴cfu。

【含量测定】 多肽 精密量取本品适量，用水定量稀释制成每1ml中约含多肽0.1mg的溶液，精密量取1.0ml，照蛋白含量测定法（中国药典2015年版四部通则0731 第二法方法1）测定。

核酸 精密量取本品1ml，用水定量稀释至50ml，摇匀，照紫外-可见分光光度法（中国药典2015年版四部通则0401），在260nm的波长处测定吸光度，按吸收系数（E_{1%}^{1cm}）为200计算。

总糖 照紫外-可见分光光度法（中国药典2015年版四部通则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中约含多肽4mg的溶液，精密量取10ml，用水定量稀释至50ml，摇匀。

对照品溶液 取葡萄糖对照品约50mg，精密称定，置50ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。精密量取5ml，用水稀释至50ml，摇匀。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液0ml、0.2ml、0.4ml、0.6ml、0.8ml、1ml，分别置具塞试管中，各加水至1.0ml，再各加5%苯酚溶液1.0ml，摇匀，加硫酸5ml，置37℃水浴中准确加热10分钟，迅速冷却，以0号管为空白，在487nm的波长处测定吸光度。以浓度为横坐标，吸光

度为纵坐标绘制标准曲线。

适用性要求 将标准曲线进行线性回归，其相关系数应大于0.99。

测定法 精密量取供试品溶液1ml，照标准曲线的制备项下的方法，自“各加5%苯酚溶液1.0ml”起，依法测定，从回归方程中求出供试品溶液中总糖的浓度，结果乘以稀释倍数，即得。

【贮存条件及贮存期】 4~8℃保存不得超过48小时；-22~-18℃存放不得超过1年。

附件1-1

小牛脾脏

本品系采集自非疫区法定兽医部门检疫合格可供食用的健康小牛（出生不得超过18个月）的脾脏，用于小牛脾脏提取物生产。采集的脾脏应采用适宜的方法进行种的确认。

形状 肉眼观察，应呈长而扁的椭圆形外观

色泽 呈深红色或酱红色

粘度 外形完整，外附筋膜，有光泽，手感光滑

弹性 较柔软且具弹性。指压后的凹陷能够立即恢复

气味 有淡腥气味，不能有腐臭味或其他异常的气味

纯度 不得夹杂其他脏器组织或异物。

新鲜度 随机抽取待投料的小牛脾脏20个，绞碎，混匀，取适量，分成三份，每份照半微量定氮法（附）检测，计算三份样品挥发性盐基氮的平均值，不得过0.25mg/g。

包装 离体后置于洁净食品级塑料袋中，冷冻。

贮存及有效期 冷藏（4~8℃）不超过48小时；冷冻保存（≤-18℃）不超过1.5年。

运输 具有储存条件的运输车。

半微量定氮法

1. 原理

本法系用于检测动物组织在贮存过程中,由于酶和细菌的作用,使蛋白质分解而产生氨以及胺类等碱性含氮物质即挥发性盐基氮的含量。此类物质具有挥发性,在碱性溶液中蒸发出后,用标准酸滴定,计算含量。

2. 试剂 1%氧化镁混悬液 取氧化镁1.0g,加水100ml,振摇成混悬液。

吸收液 2%硼酸溶液。

指示液 取0.2%甲基红乙醇溶液与0.1%次甲基蓝溶液等量混合,临用新制。

滴定液 盐酸滴定液(0.01mol/L)。

3. 仪器 半微量定氮器(蒸馏装置参见中国药典2015年版四部通则0704)。

微量滴定管最小分度0.01ml。

4. 操作方法 取小牛脾脏适量,绞碎搅匀,精密称取适量(W),置锥形瓶中,加水100ml,不时振摇,浸渍30分钟后离心,取上清液,测量体积(V₃)后置冰箱备用,作为供试品溶液。

预先将盛有10ml吸收液并加有5~6滴指示液的锥形瓶置于冷凝管下端,并使其下端插入锥形瓶内吸收液的液面下,精密量取供试品溶液5ml,置蒸馏器反应室内,加1%氧化镁混悬液5ml,迅速盖塞,并加水以防漏气,通入蒸气进行蒸馏,由冷凝管出现第一滴冷凝水开始计时,蒸馏5分钟即停止,吸收液用盐酸滴定液(0.01mol/L)滴定至蓝紫色终点,同时做试剂空白试验。

5. 计算

$$X_1 = (V_1 - V_2) \times 0.1401 \times V_3 / (W \times 5\text{ml})$$

式中 X₁为样品中挥发性盐基氮的含量, mg/g;

V₁为测定样品液消耗盐酸滴定液(0.01mol/L)的体积, ml;

V₂为试剂空白消耗盐酸滴定液(0.01mol/L)的体积, ml;

V₃为浸渍上清液体积, ml;

0.1401为与1ml盐酸滴定液(0.01mol/L)相当氮的毫克数;

W为样品质量, g。

脾多肽注射液生产工艺

1.基本要求

设施与生产质量管理按中国《药品生产质量管理规范》要求实施。原材料应符合企业内控标准，辅料应符合现行《中国药典》的相关要求。生产用水源水应符合国家饮用水标准，纯化水及注射用水应符合现行《中国药典》标准。直接接触药液的生产用器具必须严格清洗。

小牛脾脏提取物系由健康小牛脾脏（附件1-1）经匀浆、调pH、冻融，多次调pH、加热、离心、过滤、冷冻融化再过滤、超滤等工艺步骤提取制成。采集的脾脏应采用适宜的方法进行种的确认，生产工艺中应采用适宜的病毒灭活（去除）方法。

2. 生产工艺过程

2.1 小牛脾脏提取物的生产工艺过程

2.1.1 小牛脾脏处理，经检疫合格，新鲜冷冻保存（ $\leq -18^{\circ}\text{C}$ ），经质检部门按企业内控标准检验合格方可使用。用前去除筋、膜等异物。

2.1.2 匀浆工艺，通过匀浆破碎组织细胞，经调pH、反复冻融得匀浆液。

2.1.3 提取工艺，采用多次调节pH、加热、离心、过滤、冷冻融化再过滤的方法进行提取。

2.1.4 超滤工艺，冷冻融化再过滤后，用截留分子量小于6000道尔顿超滤设备进行超滤，反复操作，过滤得小牛脾脏提取物。

2.2 脾多肽注射液生产工艺过程

取小牛脾脏提取物（质控要求见附件1）经过滤后加水至配液量，经除菌过滤，灌装，灭菌，灯检，包装入库。

T细胞活性测定法——脱E受体法

本法系根据脾多肽可使脱E受体的胸腺T细胞恢复其E受体功能，从而反映脾多肽的生物活性。

试剂 (1) Hank's液 将0.3%磷酸二氢钾溶液、0.76%磷酸氢二钠溶液、2%氯化钾溶液及20%氯化钠溶液依次按20:20:20:40比例混合，取此混合液100ml，加葡萄糖1g，溶解并混匀，用水稀释至1000ml，并用4%碳酸氢钠溶液调节pH值至7.2~7.3（临用时配制）。

(2) 阿氏液 取氯化钠0.420g、枸橼酸0.055g、枸橼酸钠0.766g、葡萄糖2.05g，加水溶解并稀释至100ml，灭菌。

(3) 分离液 淋巴细胞分离液。

(4) 羊血 取绵羊静脉血5ml，加入至阿氏液5ml中，摇匀，2~8℃冰箱中保存。

(5) 固定液 取25%戊二醛溶液、3.5%碳酸氢钠溶液与Hank's液依次按1:1:38比例混合。

(6) 姬姆萨染色液原液 取姬姆萨氏色素0.5g，加甘油33ml，55~60℃加热至姬姆萨氏色素溶解，放冷，加甲醇33ml，放置24小时，用滤纸过滤，取滤液即得。密封保存。

(7) 染色液 取姬姆萨染色液原液2ml，加Hank's液6ml，摇匀，以每分钟1500转离心10分钟，取上清液即得。

操作法 (1) 胸腺T细胞悬液与脱E受体胸腺T细胞悬液的制备 取新鲜猪胸腺，去除脂肪并剪碎，加Hank's液适量使成细胞悬液，经100目筛过滤，每分钟1500转离心3~5分钟，弃去上清液，加少量Hank's液打匀，将此悬液加入已装有约1/3体积淋巴细胞分离液的离心管中，以每分钟2000转离心20分钟，小心吸出中间层的胸腺细胞，放入另一离心管中，加Hank's液适量洗涤，摇匀，以每分钟1500转离心3~5分钟，弃去上清液，在沉淀物中加入Hank's液适量，混匀，分成两份，一份在45℃恒温水浴保温30分钟（每隔5分钟振摇一次），以每分钟1500转离心3~5分钟，弃去上清液，再加入Hank's液适量，混匀后，置45℃恒温水浴保温30分钟，取出后以每分钟1500转离心3~5分钟，弃去上清液后，再用Hank's液洗涤三次（即每次加入Hank's液适量，混匀，以每分钟1500转离心3~5分钟，弃去上清液），再用Hank's液适当稀释并计数，使终浓度为每1ml中 $(3 \times 10^6) \sim (5 \times 10^6)$ 个细胞，作为脱E受体胸腺T细胞悬液；另一份用Hank's液洗涤三次（操作同前），用Hank's液适当稀释并计数，使终浓度为每1ml中 $(3 \times 10^6) \sim (5 \times 10^6)$ 个细胞，作为胸腺T细胞悬液。

(2) 绵羊红血球悬液的制备 取适量羊血，用Hank's液洗涤三次（操作同前），加适量Hank's液稀释并计数，使终浓度为脱E受体胸腺T细胞悬液浓度的8~10倍。

(3) 供试品溶液 取本品5ml，加氯化钠45mg，振摇使溶解，取适量，用Hank's液配制成每1ml中约含多肽1mg的溶液。

(4) 测定 取小试管9支，其中6支各加Hank's液0.1ml作为对照管，另3支各加供试品溶液0.1ml作为测定管，对照管中3支加胸腺T细胞悬液0.2ml，另3支加脱E受体胸腺T细胞悬液0.2ml，测定管中各加脱E受体胸腺T细胞悬液0.2ml，37℃保温1小时后，加入绵羊红血球悬液0.2ml，摇匀，以每分钟500~1000转离心3分钟，放入2~8℃冰箱过夜，次日取出，弃去上清液，每管中各加入固定液一滴，轻轻摇匀，静置10分钟，加入染色液2滴并摇匀，静置15分钟后，轻轻旋转摇匀，用10μl移液器取6~7μl细胞悬液从边缘打入已覆盖盖玻片的玻璃计数板上，显微镜下开始计数，共数计数板方格上不少于200个淋巴细胞，统计其中的E玫瑰花结形成的细胞数（显微镜视野中淡蓝色的较大的细胞为淋巴细胞，结合3个以上绵羊红细胞的淋巴细胞为E玫瑰花结），求得

E玫瑰花结百分率，取平均值，即为供试品管或对照管的平均值。胸腺T细胞对照管的E玫瑰花结率平均值应不低于55%，并且与脱E受体胸腺T细胞对照管的E玫瑰花结率平均值的差应不低于20%，否则测定结果无效，应重取猪胸腺再测。

活力 = 供试品测定管E玫瑰花结百分率 - 脱E受体胸腺T细胞对照管E玫瑰花结百分率

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号: XGB2019-015

药品名称	药品通用名称: 氧化樟脑 汉语拼音名: Yanghuazhangnao 英文名称: Oxocamphor
剂型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 修订氧化樟脑国家药品标准。 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总局“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-1073)-2002-2019
实施日期	2019年09月05日
附件	氧化樟脑药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品监督管理局, 中央军委后勤保障部卫生局
抄送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验院(所), 中国人民解放军联勤保障部队药品仪器监督检验总站, 中国食品药品检定研究院, 国家药典委员会, 国家药品监督管理局药品审评中心, 国家药品监督管理局药品审核查验中心, 国家药品监督管理局药品评价中心, 国家药品监督管理局信息中心, 国家药品监督管理局药品注册管理司, 国家药品监督管理局药品监督管理局。
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, 自实施之日起执行本标准。



(0.03%)。

硫酸盐 取上述氯化物检查项下剩余的滤液 25ml，依法检查（中国药典 2015 年版四部通则 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（中国药典2015年版四部通则0512）测定。临用新制，避光操作。

供试品溶液 取本品，加流动相 A：流动相 B（20：80）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，加流动相 A：流动相 B（20：80）稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液 取本品适量，置 60℃烘箱放置 80min，使产生杂质 I（异樟脑酮酸），取出，放冷，用流动相 A：流动相 B（20：80）溶解并稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液 1ml，置 20ml 量瓶中，加流动相 A：流动相 B（20：80）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 为乙腈-0.2%磷酸（95：5），流动相 B 为乙腈-0.2%磷酸（19：81），按下表进行梯度洗脱，流速为 1ml/min；检测波长为 286nm；柱温:40℃，进样体积 20μl。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0	0	100
20	75	25
40	75	25
41	0	100
51	0	100

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中，降解产物峰（杂质 I，相对保留时间约为 0.7）与氧化樟脑峰的分离度应大于 8.0；灵敏度溶液色谱图中，主成分峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，杂质 I 峰面积乘以校正因子 1.6，不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍（2.0%）；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（1.0%）；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍（3.0%）。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液

主峰面积的峰忽略不计 (0.05%)。

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。

砷盐 取本品 1.0g, 加氢氧化钙 1.0g, 混合, 加水少量, 搅拌均匀, 干燥后, 先用小火灼烧使炭化, 再在 500~600℃ 下炽灼使完全灰化, 放冷, 加盐酸 5ml 与水 23ml 使溶解, 依法检查 (中国药典 2015 年版四部通则 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, 置 100ml 量瓶中, 加热水适量使溶解, 放冷, 加水至刻度, 摇匀, 精密量取 20ml, 置碘瓶中, 精密加入高锰酸钾溶液 (0.02mol/L) 20ml, 摇匀, 放置 20 分钟, 加碘化钾 1.0g 与稀硫酸 10ml, 立即密塞混匀, 放置 5 分钟, 用硫代硫酸钠滴定液 (0.1mol/L) 滴定至近终点, 加淀粉指示液 1ml, 继续滴定至蓝色消失, 并将滴定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 8.31mg 的 $C_{10}H_{14}O_2$ 。

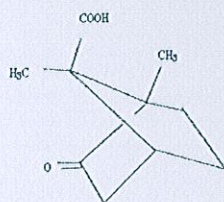
【类别】 中枢兴奋药。

【贮藏】 遮光, 真空或充入惰性气体, 低温保存。

【制剂】 氧化樟脑注射液

曾用名: 强尔心

杂质 I:



$C_{10}H_{14}O_3$ 182.2

异樟脑酮酸

国家药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号:XGB2019-016

药品名称	药品通用名称: 米诺地尔凝胶 汉语拼音名: Minuodi'er Ningjiao 英文名称: Minoxidil Gel
剂型	凝胶剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定米诺地尔凝胶国家药品标准。 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。其他有关事宜参照原国家食品药品监督管理总局“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 ₁ -XG-005-2019
实施日期	2019年09月05日
附件	米诺地尔凝胶药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品监督管理局, 中央军委后勤保障部卫生局
抄送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品检验院(所), 中国人民解放军联勤保障部队药品仪器监督检验总站, 中国食品药品检定研究院, 国家药典委员会, 国家药品监督管理局药品审评中心, 国家药品监督管理局药品审核查验中心, 国家药品监督管理局药品评价中心, 国家药品监督管理局信息中心, 国家药品监督管理局药品注册管理司, 国家药品监督管理局药品监督管理局。
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, 自实施之日起执行本标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-XG-005-2019

米诺地尔凝胶

Minuodi' er Ningjiao
Minoxidil Gel

本品含米诺地尔($C_9H_{15}N_3O$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】本品为无色至微黄色的凝胶。

【鉴别】(1) 取本品适量(约相当于米诺地尔5mg),加乙醇3ml,振摇使米诺地尔溶解,溶液蒸干,取残渣,加醋酐1ml、枸橼酸10mg,置水浴中加热2分钟,渐显红色。

(2) 取本品适量,加乙醇溶解并稀释制成每1ml中约含米诺地尔6 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231nm的波长处有最大吸收。

【检查】pH值 取本品5.0g,加水50ml溶解后,依法测定(中国药典2015年版四部通则0631),pH值应为6.5~8.0。

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(约相当于米诺地尔25mg),精密称定,置25ml量瓶中,加甲醇振摇使米诺地尔溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,离心15分钟(3000转/分钟),精密量取上清液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含米诺地尔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2.5 μ g的溶液。

系统适用性溶液 取米诺地尔适量,加含0.3%磺基丁二酸钠二辛酯的流动相溶解并稀释制成每1ml中含0.5mg的溶液,置60℃水浴中加热1小时,冷却。

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。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-三氟乙酸(450:550:1)(每1000ml中含庚烷磺酸钠2g)为流动相,检测波长为230nm;进样体积10 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,米诺地尔峰与相对保留时间约1.2的杂质峰的分离度应符合要求,理论板数按米诺地尔峰计算不低于2000。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的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3倍(1.5%)。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。

乙醇与1,2-丙二醇 照气相色谱法（中国药典2015年版四部通则0521）测定。

供试品溶液 取恒温至20℃的本品5g，精密称定，置100ml量瓶中，精密加入恒温至20℃的正丙醇2ml（作为乙醇内标）和正丁醇1ml（作为1,2-丙二醇内标），用水稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置25ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 分别取恒温至20℃的无水乙醇对照品1.6g和1,2-丙二醇对照品1.25g，精密称定，置同一100ml量瓶中，精密加入恒温至20℃的正丙醇2ml和正丁醇1ml，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置25ml量瓶中，用水稀释至刻度，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；起始温度为60℃，维持3分钟，以每分钟10℃的速率升温至160℃；进样口温度为220℃；检测器温度为250℃；进样体积1μl。

系统适用性要求 理论板数按正丙醇峰计算不低于8000，各相邻色谱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，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。

限度 按内标法以峰面积计算，含乙醇的量应为22%~32%，含1,2-丙二醇的量应为15%~25%。

其他 应符合凝胶剂项下有关的各项规定（中国药典2015年版四部通则0114）。

【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 取本品适量（约相当于米诺地尔25mg），精密称定，置25ml量瓶中，加甲醇振摇使米诺地尔溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀，离心15分钟（3000转/分钟），精密量取上清液适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含米诺地尔0.1mg的溶液。

对照品溶液 取米诺地尔对照品约25mg，精密称定，置25ml量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含米诺地尔0.1mg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，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】抗脱发药。

【规格】40g；0.88g

【贮藏】密闭，阴凉处保存。

43

国家药品监督管理局

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2019-16

药品名称	中文名称：山防感冒颗粒 汉语拼音：Shanfang Ganmao Keli 英文名：-----		
剂型	颗粒剂	标准依据	国家食品药品监督管理局国家药品标准
原标准号	WS-11474(ZD-1474)-2002-2016 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，同意山防感冒颗粒药品标准修订。		
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-11474(ZD-1474)-2002-2016 Z-2019	实施日期	2019年09月12日
附件	山防感冒颗粒药品标准		
主送单位	各省、自治区、直辖市药品监督管理局，中央军委后勤保障部卫生局		
抄送单位	各省、自治区、直辖市（食品）药品检验院（所），中国人民解放军联勤保障部队药品仪器监督检验总站，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家药品监督管理局药品审评中心，国家药品监督管理局药品审核查验中心，国家药品监督管理局药品评价中心，国家药品监督管理局信息中心，国家药品监督管理局药品注册管理司，国家药品监督管理局药品监督管理司。承德燕峰药业有限责任公司		
备注			



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS-11474 (ZD-1474) -2002-2016Z-2019

山 防 感 冒 颗 粒

Shanfang Ganmao Keli

【处方】 山银花 77.7g 防风 77.7g 山楂 77.7g
 生 姜 77.7g 对乙酰氨基酚 18.7 g

【制法】 以上五味，取山银花、防风、山楂，加水煎煮二次，每次 1 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.05~1.10 (50℃) 的清膏，放冷，加乙醇使含醇量达 60%，搅匀，静置 24 小时，滤过，滤液回收乙醇并浓缩至相对密度为 1.30~1.35 (50℃) 的稠膏；生姜切成薄片，加乙醇浸渍三次，每次 24 小时，合并浸渍液，滤过，滤液减压回收乙醇并浓缩至相对密度为 1.30~1.35 (50℃) 的稠膏；对乙酰氨基酚，加 83%乙醇使溶解，加入上述稠膏及适量的蔗糖，搅匀，制成颗粒，干燥，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至黄褐色的颗粒；味甜、微苦。

【鉴别】 (1) 取本品 3g，加甲醇 5ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取对乙酰氨基酚对照品，加甲醇制成每 1ml 含 5mg 的溶液，作为对照品溶液。再取防风对照药材 0.2g，加甲醇 2ml，超声处理 10 分钟，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 8~10μl、对照药材溶液和对照品溶液各 4~6μl，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液（10：2：4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色斑点；再喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热 1~2 分钟，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，显相同的亮兰色荧光主斑点。

(2) 取灰毡毛忍冬皂苷乙对照品，加 90%甲醇制成每 1ml 含 1mg 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，取〔鉴别〕（1）项下的供试品溶液 3~5μl、对照品溶液 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液

（0.5：0.5：10：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 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】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版通则 0104）。

【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-甲醇-0.1%磷酸溶液（6：4.5：89.5）为流动相；检测波长为 295nm；柱温为 40℃；理论板数按对乙酰氨基酚峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品与对乙酰氨基酚对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1 ml 含绿原酸 18μg、对乙酰氨基酚 0.45 mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下本品，研细，取约 0.6g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加 70%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）10 分钟，放冷，再称

定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含山银花以绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）计，不得少于 10.5mg；含对乙酰氨基酚（ $C_8H_9NO_2$ ）应为标示量的 90.0%~110.0%。

【功能与主治】 发表解热，祛风散寒。用于风寒外感，恶寒无汗，发热头痛等症。

【用法与用量】 开水冲服。一次 15 g，一日 3 次。

【注意】 本品含对乙酰氨基酚，不宜过量服。

【规格】 每袋装 15 g（含对乙酰氨基酚 0.28 g）

【贮藏】 密封。