

## 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-049

药品名称	药品通用名称: 门冬氨酸氨氯地平 汉语拼音名: Mendong' ansuan Anludiping 英文名: Aspartic acid Amlodipine
剂型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定门冬氨酸氨氯地平国家药品标准。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 <sub>1</sub> -XG-027-2016
实施日期	2017年04月10日
附件	门冬氨酸氨氯地平药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局, 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	曾用名: L-门冬氨酸氨氯地平 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。



# 国家食品药品监督管理总局

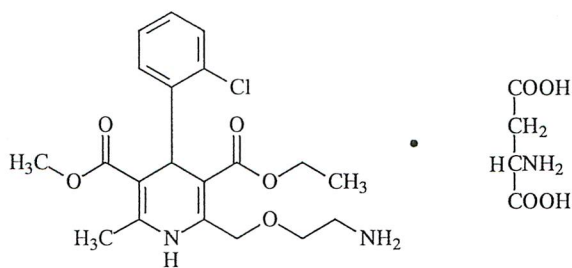
## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-027-2016

### 门冬氨酸氨氯地平

Mendong'ansuan Anluidiping

Aspartic acid Amlodipine



$C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_4H_7NO_4$  541.99

本品为(±)-2-[(2-氨基乙氧基)甲基]-4-(2-氯苯基)-1,4-二氢-6-甲基-3,5-吡啶二羧酸-5-甲酯,3-乙酯 L-门冬氨酸盐。按干燥品计算,含  $C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_4H_7NO_4$  不得少于 98.5%。

【性状】本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭;有引湿性。

本品在甲醇中略溶,在水中微溶,在 0.1mol/L 盐酸溶液中溶解。

**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 中约含 12μg 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 的波长处测定吸光度,吸收系数( $E_{1cm}^{1\%}$ )为 322~342。

【鉴别】(1)取本品约 2mg,加茚三酮试液 1ml,置热水浴中加热约 5 分钟,溶液显蓝紫色。

(2)取本品(约相当于氨氯地平 20mg),加甲醇 4ml,超声约 20 分钟,滤过,取滤液作为供试品溶液;另取门冬氨酸氨氯地平对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨氯地平 5mg 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,吸取上述两种溶液各 10μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲基异丁基酮-冰醋酸-水(2:1:1)的上层液为展开剂,展开,晾干,喷以稀碘化铋钾试液,供试品溶液所显主斑点位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(3)取本品,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,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 366nm 的波长处有最大吸收,在 223nm 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 1081 图)一致。

【检查】有关物质 I 取本品适量,加甲醇超声使溶解并稀释制成每 1ml 中约含门冬氨酸氨氯地平 20mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液适量,用甲醇定量稀释制

国家食品药品监督管理总局

发布

国家药典委员会

审定



成每 1ml 中分别含 0.06mg 和 0.02mg 的溶液，作为对照溶液（1）和（2）。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 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲基异丁基酮-冰醋酸-水（2:1:1）的上层液为展开剂，展开，80℃干燥 15 分钟，置紫外灯（254nm 和 365nm）下检视。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** 取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含氨氯地平 1mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每 1ml 中含氨氯地平 3 $\mu$ g 的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（Phenomenex Luna C18 柱，4.6mm $\times$ 250mm，5 $\mu$ 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。取门冬氨酸氨氯地平 5mg，加浓过氧化氢溶液 5ml，置 70℃加热 10-30 分钟，作为系统适用性溶液，取 20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，记录色谱图，氨氯地平峰保留时间约为 18 分钟，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，理论板数按氨氯地平峰计算不低于 3000。精密量取供试品溶液与对照溶液各 20 $\mu$ 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。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，氨氯地平杂质 I 的峰面积乘以 2 不得大于对照溶液主峰面积（0.3%），其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（0.3%）。供试品溶液的色谱图中小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计。

**残留溶剂** 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，密封，摇匀，作为供试品溶液。另取二氯甲烷、乙醇和乙酸乙酯各适量，精密称定，用二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中含二氯甲烷 24 $\mu$ g、乙醇 200 $\mu$ g 和乙酸乙酯 200 $\mu$ g 的混合溶液，精密量取 5ml 置顶空瓶中，密封，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 第二法）测定。以（6%）氰丙基苯基-（94%）二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液；起始温度为 45℃，维持 8 分钟，以每分钟 20℃的速率升温至 180℃，维持 6 分钟；进样口温度为 250℃；检测器温度为 280℃；顶空瓶平衡温度为 90℃，平衡时间 30 分钟。取对照品溶液顶空进样，各组分的分离度均应符合要求。精密量取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，二氯甲烷、乙醇和乙酸乙酯的残留量均应符合规定。

**干燥失重** 取本品，在 80℃减压干燥至恒重，减失重量不得过 1.0%（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 0.2%。

**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二十。

**【含量测定】**取本品约 0.5g，精密称定，加甲醇 25ml 和 1mol/L 高氯酸溶液 25ml 溶解后，加邻二氮菲指示液 2 滴，用硫酸铈滴定液（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 硫酸铈滴定液（0.1mol/L）相当于 27.10mg 的 C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·C<sub>4</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>4</sub>。

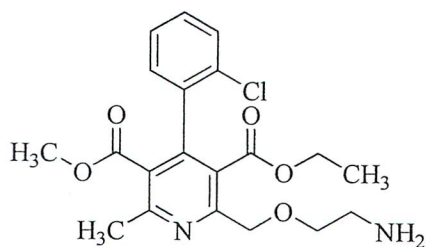
【类别】钙通道阻滞药。

【贮藏】遮光，密封干燥处保存。

【制剂】门冬氨酸氨氯地平片

曾用名：L-门冬氨酸氨氯地平

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



# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-051

药品名称	药品通用名称: 塞克硝唑分散片 汉语拼音名: Saikexiaozuo Fensanpian 英文名称: Secnidazole Dispersible Tablets
剂型	片剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定塞克硝唑分散片国家药品标准。 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 <sub>1</sub> -XG-029-2016
实施日期	2017年04月10日
附件	塞克硝唑分散片药品标准
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, 自实施之日起执行本标准。



# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-029-2016

### 塞克硝唑分散片

Saikexiaozuo Fensanpian

Secnidazole Dispersible Tablets

本品含塞克硝唑( $C_7H_{11}N_3O_3$ )应为标示量的93.0%~107.0%。

【性状】 本品为类白色至微黄色片。

【鉴别】 (1) 取本品的细粉适量(约相当于塞克硝唑10mg), 加氢氧化钠试液2ml, 温热, 即得紫红色溶液, 滴加稀盐酸, 使成酸性后, 即变成黄色, 再滴加过量的氢氧化钠试液, 溶液变成橙红色。

(2) 取本品细粉适量, 加0.1mol/L的盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含塞克硝唑12 $\mu$ 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277nm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 取本品细粉适量(约相当于塞克硝唑 15mg), 置 50ml 量瓶中, 加流动相适量, 超声处理使塞克硝唑溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液; 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。照含量测定项下色谱条件, 精密量取供试品溶液及对照溶液各 20 $\mu$ 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 2 倍。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 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 50 转, 依法操作, 经 20 分钟时, 取溶液适量, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 100ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液; 另取塞克硝唑对照品适量, 精密称定, 加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 12 $\mu$ g 的溶液, 作为对照品溶液。照紫外-可见分光光度法(中国药典 2015 年版四部通则 0401), 在 320nm 波长处分别测定吸光度, 计算每片的溶出量。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 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 以甲醇-水(20:80)为流动相; 检测波长为 318nm。理论板数按塞克硝唑峰计算不低于 2000, 塞克硝唑峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于塞克硝唑 150mg), 置 100ml 量瓶中, 加流动相适量, 超声使塞克硝唑溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过,

国家食品药品监督管理总局

发布

国家药典委员会

审定

精密量取续滤液 1ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取塞克硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30 $\mu$ g 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同塞克硝唑。

【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光、密封、干燥处保存。





# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-052

药品名称	药品通用名称: 托拉塞米胶囊 汉语拼音名: Tuolasaimi Jiaonang 英文名称: Torasemide Capsules
剂型	胶囊剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定托拉塞米胶囊国家药品标准。 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 <sub>1</sub> -XG-030-2016
实施日期	2017年04月10日
附件	托拉塞米胶囊药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局, 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, 自实施之日起执行本标准。



# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-030-2016

### 托拉塞米胶囊

Tuolasaimi Jiaonang

Toraseamide Capsules

本品含托拉塞米( $C_{16}H_{20}N_4O_3S$ )应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品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286nm的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 取本品内容物适量(约相当于托拉塞米20mg),精密称定,置50ml量瓶中,加甲醇18ml使托拉塞米溶解,再加0.1%三乙胺溶液22ml,摇匀后,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相稀释制成每1ml中约含托拉塞米0.8 $\mu$ g的溶液,作为对照溶液;精密量取适量,用流动相稀释制成每1ml中约含托拉塞米0.2 $\mu$ g的溶液,作为灵敏度溶液;另取4-[(3-甲基苯基)氨基]-3-吡啶磺酰胺(杂质I)对照品约10mg,精密称定,加甲醇5ml使溶解,用流动相定量稀释制成每1ml中约含2 $\mu$ g的溶液,作为杂质I对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件,取灵敏度溶液20 $\mu$ l注入液相色谱仪,主成分色谱峰的峰高信噪比应大于10。再精密量取供试品溶液、对照溶液及对照品溶液各20 $\mu$ 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2.5倍。供试品溶液色谱图中如有与杂质I峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含杂质I不得过标示量的0.5%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),杂质总量不得过1.0%。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计(0.05%)。

含量均匀度 取本品一粒,将内容物倾入50ml量瓶中,加甲醇9ml使托拉塞米溶解,再加0.1%三乙胺溶液11ml,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,照含量测定项下的方法测定,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,取溶液适量,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取托拉塞米对照品适量,精密称定,加溶出介质溶



解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液, 作为对照品溶液; 取上述两种溶液, 照紫外-可见分光光度法 (中国药典 2015 年版四部通则 0401), 在 286nm 的波长处分别测定吸光度, 计算每片的溶出量。限度为标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定 (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 用端基封尾十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-0.1%三乙胺溶液 (用磷酸调节 pH 值至 3.5) (45: 55) 为流动相, 检测波长为 291nm。取托拉塞米与杂质 I 对照品适量, 加甲醇适量使溶解, 并用流动相稀释制成每 1ml 中分别约含 0.1mg 与 0.01mg 的溶液, 量取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 托拉塞米峰与杂质 I 峰的分离度应大于 5。

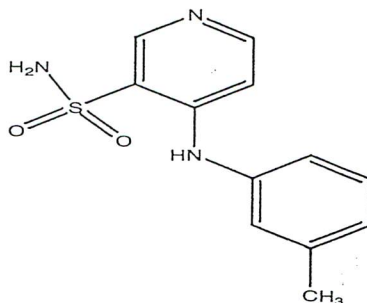
测定法 取本品 20 粒, 精密称定, 取内容物混合均匀, 精密称取适量 (约相当于托拉塞米 20mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇 18ml 使托拉塞米溶解, 再加 0.1%三乙胺溶液 22ml, 摇匀后, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 精密量取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪, 记录色谱图。另取托拉塞米对照品适量, 同法测定。按外标法以峰面积计算, 即得。

【类别】 同托拉塞米。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光, 密封保存。

杂质 I



C<sub>12</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>S 263.32

中文名: 4-[(3-甲基苯基)氨基]-3-吡啶磺酰胺

英文名: 4-[(3-methylphenyl)amino]pyridine-3-sulfonamide

84

# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-053

药品名称	药品通用名称: 注射用托拉塞米 汉语拼音名: Zhushheyong Tuolasaimi 英文名称: Torasemide for Injection
剂 型	注射剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定注射用托拉塞米国家药品标准。 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 <sub>1</sub> -XG-031-2016
实施日期	2017年04月10日
附 件	注射用托拉塞米药品标准
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, 自实施之日起执行本标准。



# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-031-2016

### 注射用托拉塞米

Zhusheyong Tuolasaimi

Toraseamide for Injection

本品为托拉塞米的无菌冻干品。按平均装量计算，含托拉塞米（ $C_{16}H_{20}N_4O_3S$ ）应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的疏松块状物或粉末。

【鉴别】（1）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（2）取本品适量，加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 20 $\mu$ g 的溶液，摇匀，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 286nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 碱度 取本品适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 5mg 的溶液，依法测定（中国药典 2015 年版四部通则 0631），pH 值应为 8.5~9.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶，分别加水 2ml 使溶解后，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 2 号浊度标准液（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 2 号标准比色液（中国药典 2015 年版四部通则 0901 第一法）比较，均不得更深。

有关物质 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.4mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.8 $\mu$ g 的溶液，作为对照溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每 1ml 中约含托拉塞米 0.2 $\mu$ g 的溶液，作为灵敏度溶液；另取 4-[(3-甲基苯基)氨基]-3-吡啶磺酰胺（杂质 I）对照品约 10mg，精密称定，加甲醇 5ml 使溶解，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 2 $\mu$ g 的溶液，作为杂质 I 对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，取灵敏度溶液 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，主成分色谱峰的峰高信噪比应大于 10。再精密量取供试品溶液、对照溶液及对照品溶液各 20 $\mu$ 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 2.5 倍。供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含杂质 I 不得过标示量的 0.5%，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.2%），杂质总量不得过 1.0%。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计（0.05%）。



**水分** 取本品，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 8.0%。

**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 托拉塞米中含内毒素的量应小于 1.0EU。

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

**【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** 用端基封尾十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%三乙胺溶液（用磷酸调节 pH 值至 3.5）（45：55）为流动相，检测波长为 291nm。取托拉塞米与杂质 I 对照品适量，加甲醇适量使溶解，并用流动相稀释制成每 1ml 中分别约含 0.1mg 与 0.01mg 的溶液，量取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，托拉塞米峰与杂质 I 峰的分离度应大于 5。

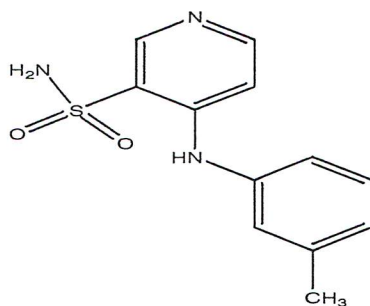
**测定法** 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于托拉塞米 20mg），置 100ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，精密量取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，记录色谱图。另取托拉塞米对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

**【类别】** 同托拉塞米。

**【规格】** （1）10mg （2）20mg

**【贮藏】** 遮光，密闭保存。

杂质 I



C<sub>12</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>S 263.32

中文名： 4-[(3-甲基苯基)氨基]-3-吡啶磺酰胺

英文名： 4-[(3-methylphenyl)amino]pyridine-3-sulfonamide

95

# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-054

药品名称	药品通用名称: 托拉塞米 汉语拼音名: Tuolasaimi 英文名称: Torasemide
剂型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定托拉塞米国家药品标准。 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 <sub>1</sub> -XG-032-2016
实施日期	2017年04月10日
附件	托拉塞米药品标准
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, 自实施之日起执行本标准。



# 国家食品药品监督管理总局

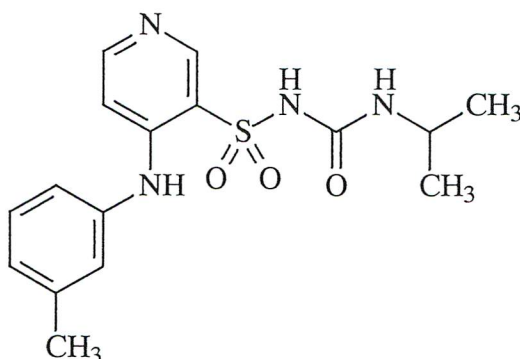
## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-032-2016

托拉塞米

Tuolasaimi

Toraseamide



$C_{16}H_{20}N_4O_3S$  348.43

本品为N-[[ (1-甲基乙基)氨基]羰基]-4-[ (3-甲基苯基)氨基]-3-吡啶磺酰胺。按干燥品计算，含  $C_{16}H_{20}N_4O_3S$  应为 98.0%~102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在甲醇中微溶，在水中几乎不溶，在 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中略溶，在 0.1mol/L 盐酸溶液中极微溶解。

【鉴别】 (1) 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2) 本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱(中国药典 2015 年版四部通则 0402)一致。

【检查】 有关物质 取本品约 20mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加甲醇 18ml 使溶解，再加 0.1%三乙胺溶液 22ml，摇匀后，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每 1ml 中约含 0.8 $\mu$ g 的溶液，作为对照溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每 1ml 中约含 0.2 $\mu$ g 的溶液，作为灵敏度溶液；另取 4-[ (3-甲基苯基)氨基]-3-吡啶磺酰胺(杂质 I)对照品约 8mg，精密称定，加甲醇 5ml 使溶解，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.8 $\mu$ g 的溶液，作为杂质 I 对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，取灵敏度溶液 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，主成分色谱峰的峰高信噪比应大于 10。再精密量取供试品溶液、对照溶液及对照品溶液各 20 $\mu$ 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 2.5 倍。供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含杂质 I 不得过 0.2%，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积 (0.2%)，杂质总量不得过 0.6%。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%）。

**残留溶剂** 甲醇、乙醇、丙酮、二氧六环、二氯甲烷、正丙醇和甲苯 取供试品约 0.5g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入二甲基甲酰胺 5ml 使溶解，密封，作为供试品溶液；分别精密称取甲醇、乙醇、丙酮、二氧六环、二氯甲烷、正丙醇和甲苯各适量，加二甲基甲酰胺稀释制成每 1ml 中含甲醇 300 $\mu$ g、乙醇 500 $\mu$ g、丙酮 500 $\mu$ g、二氧六环 38 $\mu$ g、二氯甲烷 60 $\mu$ g、正丙醇 500 $\mu$ g、甲苯 89 $\mu$ g 的溶液，精密量取 5ml，置顶空瓶中，密封，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 第二法）测定，以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷聚合物为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度为 40℃，维持 5 分钟，以每分钟 20℃的速率升温至 180℃，维持 2 分钟；检测器温度为 300℃；进样口温度为 200℃；顶空进样，顶空瓶平衡温度为 80℃，平衡时间 30 分钟，进样体积 1.0ml；流速为每分钟 1.0ml。取对照品溶液顶空进样，各成分峰之间的分离度均应符合要求。分别取供试品溶液与对照品溶液顶空进样，记录色谱图。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 1.0%（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** 用端基封尾十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%三乙胺溶液（用磷酸调节 pH 值至 3.5）（45：55）为流动相，检测波长为 291nm。取托拉塞米与杂质 I 对照品适量，加甲醇适量使溶解，并用流动相稀释制成每 1ml 中分别约含 0.1mg 与 0.01mg 的溶液，量取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，托拉塞米峰与杂质 I 峰的分离度应大于 5。

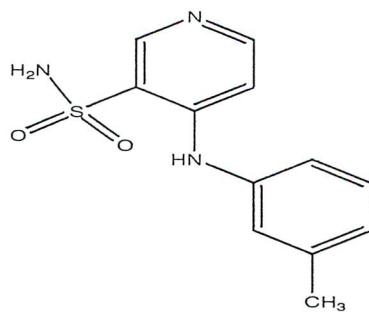
**测定法** 取本品约 20mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加甲醇 18ml 使溶解，再加 0.1%三乙胺溶液 22ml，用流动相稀释至刻度，摇匀；精密量取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，记录色谱图。另取托拉塞米对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

**【类别】**利尿药。

**【贮藏】**遮光，密封，置干燥处保存。

**【制剂】**（1）托拉塞米片 （2）托拉塞米胶囊 （3）托拉塞米注射液 （4）注射用托拉塞米

杂质 I



$C_{12}H_{13}N_3O_2S$  263.32

中文名: 4-[(3-甲基苯基)氨基]-3-吡啶磺酰胺

英文名: 4-[(3-methylphenyl)amino]pyridine-3-sulfonamide





96

# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-063

药品名称	药品通用名称: 盐酸托烷司琼片 汉语拼音名: Yansuan Tuowansiqiong Pian 英文名称: Tropisetron Hydrochloride Tablets
剂型	片剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定盐酸托烷司琼片国家药品标准。 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 <sub>1</sub> -XG-034-2016
实施日期	2017年04月10日
附件	盐酸托烷司琼片药品标准
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, 自实施之日起执行本标准。



# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-034-2016

### 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(中国药典2015年版四部通则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(中国药典2015年版四部通则0301)。

【检查】 有关物质 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,取续滤液作为供试品溶液;精密量取1ml,置500ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,精密量取供试品溶液与对照溶液各20 $\mu$ 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2.5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(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),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,取溶液10ml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),在284nm的波长处测定吸光度;另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,同法测定,结果乘以0.8864,计算每片的溶出量。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)。

国家食品药品监督管理总局

发布

国家药典委员会

审定

【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。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，加流动相使溶解并稀释制成每 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，作为系统适用性溶液，取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，记录色谱图。理论板数按托烷司琼峰计算不低于 2000，托烷司琼峰、吲哚-3-甲酸峰与吲哚-3-甲醛峰之间的分离度均应符合规定。

测定法 取本品 10 片，分别置 100ml 量瓶中，加水适量使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，精密量取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，记录色谱图；另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 23 $\mu$ g 的溶液，同法测定。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，即得。

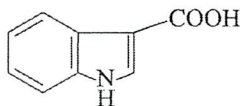
【类别】 同盐酸托烷司琼。

【规格】 按  $C_{17}H_{20}N_2O_2$  计 5mg

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

附：

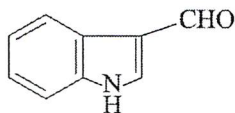
杂质 I



$C_9H_7NO_2$  161.16

吲哚-3-甲酸

杂质 II



$C_9H_7NO$  145.16

吲哚-3-甲醛



## 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-043

药品名称	药品通用名称: 甲磺酸罗哌卡因注射液 汉语拼音名: Jiahuangsuan Luopaikayin Zhusheye 英文名: Ropivacaine Mesilate Injection
剂型	注射剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定甲磺酸罗哌卡因注射液国家药品标准。 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 <sub>1</sub> -XG-021-2016
实施日期	2017年04月10日
附件	甲磺酸罗哌卡因注射液药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局, 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, 自实施之日起执行本标准。



# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-021-2016

### 甲磺酸罗哌卡因注射液

JiahuangsuanLuopaikayinZhusheye

Ropivacaine Mesilate Injection

本品为甲磺酸罗哌卡因的灭菌水溶液。含甲磺酸罗哌卡因( $C_{17}H_{26}N_2O \cdot CH_3SO_3H$ )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(约相当于甲磺酸罗哌卡因50mg)，小火蒸干至适量，加0.2g氢氧化钠混合溶解后，小火蒸干，再缓缓加热至熔融，继续加热数分钟，放冷，加水0.5ml与稍过量的稀盐酸，即产生二氧化硫气体的臭气。

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

【检查】pH值应为4.0~6.0(中国药典2015年版四部通则0631)。

有关物质取本品，或精密量取本品适量，用流动相制成每1ml中约含甲磺酸罗哌卡因2.4mg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中约含甲磺酸罗哌卡因4.8 $\mu$ g的溶液，作为对照溶液；另精密称取2, 6-二甲基苯胺(杂质I)对照品适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.24 $\mu$ g的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件试验，精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各20 $\mu$ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，与杂质I保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过甲磺酸罗哌卡因标示量的0.01%，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2.5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5倍(1.0%)。供试品溶液色谱图中小于对照溶液主峰面积0.25倍的色谱峰忽略不计(0.05%)。

光学异构体取本品适量，用流动相稀释制成每1ml中约含甲磺酸罗哌卡因0.1mg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。照高效液相色谱法(中国药典2015年版四部通则0512)测定，用 $\alpha$ -酸糖蛋白柱；以0.02mol/L的磷酸盐缓冲液(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，加水至1000ml)-异丙醇(90:10)为流动相；检测波长为210nm；柱温为30 $^{\circ}$ C。取光学异构体(杂质II)对照品与甲磺酸罗哌卡因对照品各适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中各约含0.05mg的混合溶液，精密量取20 $\mu$ l注入色谱仪，记录色谱图，杂质II峰与甲磺酸罗哌卡因峰的分离度应大于2.0。精密量取供试品溶液与对照溶液各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%)。

重金属取本品50ml，蒸发至约20ml，放冷，加醋酸盐缓冲液(pH3.5)2ml与水适量

国家食品药品监督管理总局发布国家药典委员会审定



使成25ml，依法检查（中国药典2015年版四部通则0821第一法），含重金属不得过千万分之三。

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），渗透压摩尔浓度应为285~310mOsmol/kg。

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甲磺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（中国药典2015年版四部通则0102）。

【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-磷酸盐缓冲溶液（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，加水至1000ml，调节pH值至8.0）（50：50）为流动相；检测波长为210nm；理论板数按甲磺酸罗哌卡因峰计算不低于3000。

测定法精密量取本品适量，用流动相制成每1ml中约含甲磺酸罗哌卡因0.12mg的溶液，作为供试品溶液，精密量取20 $\mu$ l注入液相色谱仪，记录色谱图；另取甲磺酸罗哌卡因对照品适量，精密称定，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

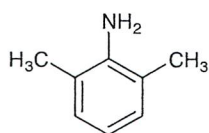
【类别】同甲磺酸罗哌卡因。

【规格】（1）10ml：甲磺酸罗哌卡因23.8mg （2）10ml：甲磺酸罗哌卡因24mg （3）10ml：甲磺酸罗哌卡因89.4mg （4）10ml：甲磺酸罗哌卡因90mg （5）10ml：甲磺酸罗哌卡因119.2mg （6）10ml：甲磺酸罗哌卡因120mg （7）10ml：甲磺酸罗哌卡因240mg （8）20ml：甲磺酸罗哌卡因47.7mg （9）20ml：甲磺酸罗哌卡因178.8mg （10）30ml：甲磺酸罗哌卡因178.8mg

【贮藏】遮光，密闭保存。

附：

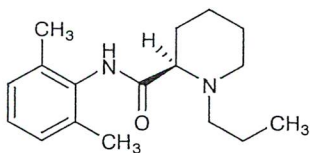
杂质 I



$C_8H_{11}N$  121.18

2, 6-二甲基苯胺

杂质 II



$C_{17}H_{26}N_2O$  274.4

(2R) -N-(2, 6-二甲基苯基) -1-丙基-2-哌啶甲酰胺





# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-047

药品名称	<p>药品通用名称: 甲磺酸罗哌卡因氯化钠注射液</p> <p>汉语拼音名: Jiahuangsuan Luopaikayin Lühuana Zhusheye</p> <p>英文名: Ropivacaine Mesilate and Sodium Chloride 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, 制定甲磺酸罗哌卡因氯化钠注射液国家药品标准。</p> <p>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。</p>
标准编号	WS <sub>1</sub> -XG-025-2016
实施日期	2017年04月10日
附件	甲磺酸罗哌卡因氯化钠注射液药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局, 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, 自实施之日起执行本标准。



# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-025-2016

### 甲磺酸罗哌卡因氯化钠注射液

JiahuangsuanLuopaikayinLühuanaZhusheye  
RopivacaineMesilate and Sodium Chloride Injection

本品为甲磺酸罗哌卡因与氯化钠的灭菌水溶液。含甲磺酸罗哌卡因( $C_{17}H_{26}N_2O \cdot CH_3SO_3H$ )与氯化钠( $NaCl$ )均应为标示量的95.0%~105.0%。

【性状】本品为无色的澄明液体。

【鉴别】(1)取本品适量(约相当于甲磺酸罗哌卡因50mg),小火蒸发至适量,加0.2g氢氧化钠混合溶解后,小火蒸干,再缓缓加热至熔融,继续加热数分钟,放冷,加水0.5ml与稍过量的稀盐酸,即产生二氧化硫气体的臭气。

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

(3)本品显钠盐与氯化物鉴别(1)的反应(中国药典2015年版四部通则0301)。

【检查】pH值应为4.0~6.0(中国药典2015年版四部通则0631)。

有关物质精密量取本品适量,用流动相制成每1ml中约含甲磺酸罗哌卡因1.2mg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;另精密称取2,6-二甲基苯胺(杂质I)对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.12 $\mu$ g的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件试验,精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各20 $\mu$ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍,供试品溶液色谱图中如有杂质峰,与杂质I保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过甲磺酸罗哌卡因标示量的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%),其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。供试品溶液色谱图中小于对照溶液主峰面积0.05倍的色谱峰忽略不计(0.05%)。

光学异构体取本品适量,用流动相稀释制成每1ml中约含甲磺酸罗哌卡因0.1mg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。照高效液相色谱法(中国药典2015年版四部通则0512)测定,用 $\alpha$ -酸糖蛋白柱;以0.02mol/L的磷酸盐缓冲液(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,加水至1000ml)-异丙醇(90:10)为流动相;检测波长为210nm;柱温为30 $^{\circ}$ C。取光学异构体(杂质II)对照品与甲磺酸罗哌卡因对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中各约含0.05mg的混合溶液,精密量取20 $\mu$ l注入液相色谱仪,记录色谱图,

国家食品药品监督管理总局发布国家药典委员会审定



杂质Ⅱ峰与甲磺酸罗哌卡因峰的分离度应大于2.0。精密量取供试品溶液与对照溶液各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%）。

重金属取本品50ml，蒸发至约20ml，放冷，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）2ml与水适量使成25ml，依法检查（中国药典2015年版四部通则0821第一法），含重金属不得超过千万分之三。

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），渗透压摩尔浓度应为285~310mOsmol/kg。

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0.50EU。

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】甲磺酸罗哌卡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；以乙腈-磷酸盐缓冲溶液（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，加水至1000ml，调节pH值至8.0）（50：50）为流动相；检测波长为210nm；理论板数按甲磺酸罗哌卡因峰计算不低于3000。

测定法精密量取本品适量，用流动相制成每1ml中约含甲磺酸罗哌卡因0.12mg的溶液，作为供试品溶液，精密量取20 $\mu$ l注入液相色谱仪，记录色谱图；另取甲磺酸罗哌卡因对照品适量，精密称定，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

氯化钠精密量取本品15ml，置锥形瓶中，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5.844mg的NaCl。

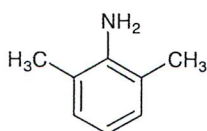
【类别】同甲磺酸罗哌卡因。

【规格】（1）100ml：甲磺酸罗哌卡因238mg与氯化钠860mg（2）100ml：甲磺酸罗哌卡因240mg与氯化钠860mg

【贮藏】遮光，密闭保存。

附：

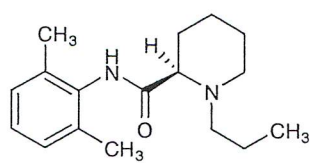
杂质Ⅰ



**C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N** 121.18

2, 6-二甲基苯胺

杂质Ⅱ



$C_{17}H_{26}N_2O$  274.4

(2R) -N- (2, 6-二甲基苯基) -1-丙基-2-哌啶甲酰胺

# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-046

药品名称	药品通用名称: 甲磺酸罗哌卡因 汉语拼音名: Jiahuangsuan Luopaikayin 英文名称: Ropivacaine Mesilate
剂型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定甲磺酸罗哌卡因国家药品标准。 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 <sub>1</sub> -XG-024-2016
实施日期	2017年04月10日
附件	甲磺酸罗哌卡因药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局, 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, 自实施之日起执行本标准。

2016年10月10日

药品注册专用章



# 国家食品药品监督管理总局

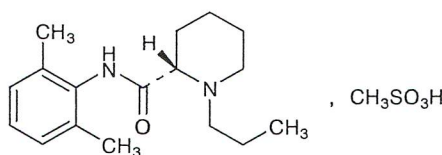
## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-024-2016

### 甲磺酸罗哌卡因

JiahuangsuanLuopaikayin

Ropivacaine Mesilate



$C_{17}H_{26}N_2O \cdot CH_3SO_3H$  370.51

本品为(2S)-N-(2,6-二甲基苯基)-1-丙基-2-哌啶甲酰胺甲磺酸盐。按干燥品计算,含  $C_{17}H_{26}N_2O \cdot CH_3SO_3H$  应为 98.0%~102.0%。

【生产要求】必须对生产工艺进行评估以确定甲磺酸烷基酯形成的可能性,特别是当反应溶媒含低级醇时,很可能会出现这些杂质。必要时,需要对生产工艺进行验证,并说明在成品中未检出甲磺酸烷基酯。

【性状】本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水、乙醇或二甲基亚砷中易溶,在丙酮中微溶。

熔点本品的熔点为 151~155℃。

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(中国药典 2015 年版四部通则 0621),比旋度为-6.0°至-8.0°。

【鉴别】(1)取本品约 50mg 与氢氧化钠 0.2g,加水数滴溶解后,小火蒸干,再缓缓加热至熔融,继续加热数分钟,放冷,加水 0.5ml 与稍过量的稀盐酸,即产生二氧化硫气体的臭气。

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

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(中国药典 2015 年版四部通则 0402)。

【检查】酸度取本品 0.5g,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 3.5~5.5。

溶液的澄清度与颜色取本品 0.1g,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(中国药典 2015 年版四部通则 0902)比较,不得更浓;如显色,与黄色

国家食品药品监督管理总局发布国家药典委员会审定

1 号标准比色液（中国药典 2015 年版四部通则 0901 第一法）比较，不得更深。

有关物质取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2.5mg 的溶液作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每 1ml 中约含 5 $\mu$ g 的溶液，作为对照溶液；另精密称取 2, 6-二甲基苯胺（杂质 I）对照品适量，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1 $\mu$ g 的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件试验，精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 20 $\mu$ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，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 0.001%，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积 0.5 倍（0.1%），其他各杂质峰面积的和不得过对照溶液主峰面积的 2.5 倍（0.5%）。供试品溶液色谱图中小于对照溶液主峰面积 0.25 倍的色谱峰忽略不计（0.05%）。

光学异构体取本品适量，加流动相溶解并稀释成每 1ml 中约含甲磺酸罗哌卡因 0.1mg 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。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512）测定，用  $\alpha$ -酸糖蛋白柱；以 0.02mol/L 的磷酸盐缓冲液（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，加水至 1000ml）-异丙醇（90：10）为流动相；检测波长为 210nm；柱温为 30℃。取光学异构体（杂质 II）对照品与甲磺酸罗哌卡因对照品各适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.05mg 的混合溶液，精密量取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，杂质 II 峰与甲磺酸罗哌卡因峰的分度应大于 2.0。精密量取供试品溶液与对照溶液各 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%）。

残留溶剂取本品 0.5g，精密称定，置顶空瓶中，精密加二甲基亚砜 5ml 使溶解，密封，作为供试品溶液；精密称取乙醇、丙酮、异丙醇、三氯甲烷、甲苯与 *N,N*-二甲基甲酰胺各适量，加二甲基亚砜溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含乙醇 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，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 第二法）测定，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；再以每分钟 10℃ 的速率升至 240℃，维持 30 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。取对照品溶液顶空进样，各成分峰间的分离度均应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，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。

干燥失重取本品，在 105℃ 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十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-磷酸盐缓冲溶液（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，加水至1000ml，摇匀，调节pH值至8.0）（50：50）为流动相；检测波长为210nm；理论板数按甲磺酸罗哌卡因峰计算不低于3000。

测定法取本品适量，精密称定，加流动相溶解并稀释成每1ml中约含0.12mg的溶液，作为供试品溶液，精密量取20 $\mu$ l注入液相色谱仪，记录色谱图；另取甲磺酸罗哌卡因对照品适量，精密称定，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

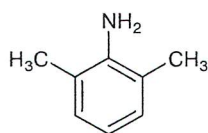
【类别】局麻药。

【贮藏】密封，在干燥处保存。

【制剂】（1）甲磺酸罗哌卡因注射液（2）甲磺酸罗哌卡因氯化钠注射液（3）注射用甲磺酸罗哌卡因

附：

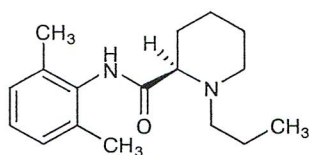
杂质 I



**C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N** 121.18

2, 6-二甲基苯胺

杂质 II



**C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O** 274.4

(2R) -N- (2, 6-二甲基苯基) -1-丙基-2-哌啶甲酰胺



# 国家食品药品监督管理总局

## 国家药品标准制订件

批件号:XGB2016-045

药品名称	药品通用名称: 扎来普隆 汉语拼音名: Zhalaipulong 英文名称: Zaleplon
剂型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定扎来普隆国家药品标准。 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 <sub>1</sub> -XG-023-2016
实施日期	2017年04月10日
附件	扎来普隆药品标准
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, 自实施之日起执行本标准。



# 国家食品药品监督管理总局

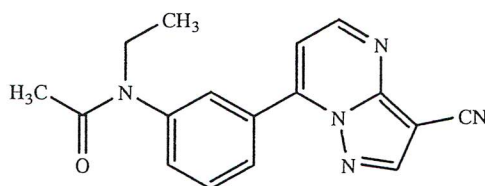
## 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-XG-023-2016

扎来普隆

Zhalaipulong

Zaleplon



C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>O305.33

本品为 *N*-[3-(3-氰基吡唑并[1,5-*a*]嘧啶-7-基)苯基]-*N*-乙基乙酰胺。按干燥品计算，含 C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>O 应为 98.0%~102.0%。

【性状】本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭。

本品在二氯甲烷中易溶，在甲醇、乙醇或丙酮中略溶，在水中几乎不溶；在 0.1mol/L 盐酸溶液或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中几乎不溶。

熔点本品的熔点（中国药典 2015 年版四部通则 0612）为 185~188℃。

【鉴别】（1）取本品，加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液，置紫外光灯（365nm）下应显黄绿色荧光。

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

（3）本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（中国药典 2015 年版四部通则 0402）。

【检查】甲醇溶液的澄清度与颜色取本品 0.1g，加甲醇 10ml，振摇使溶解，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液（中国药典 2015 年版四部通则 0902）比较，不得更浓；如显色，与黄色 2 号标准比色液（中国药典 2015 年版四部通则 0901）比较，不得更深。

卤化物取本品 2.5g，加水 30ml，加热煮沸，放冷，滤过，滤液置 50ml 量瓶中，用水洗涤沉淀，洗液并入量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，取 10ml，依法检查（中国药典 2015 年版四部通则 0801），与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

有关物质取本品适量，加乙腈-水（50：50）溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取供试品溶液适量，用乙腈-水（50：50）稀释制成每 1ml 中约含 1.5μg 的溶液，作为对照溶液；精密量取对照溶液适量，用乙腈-水（50：50）稀释制成每 1ml 中约含 0.15μg 的溶液，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。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.3 倍（0.15%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（0.5%）。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主

国家食品药品监督管理总局发布国家药典委员会审定



峰面积的色谱峰忽略不计(0.05%)。

**残留溶剂**取本品约0.5g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入二甲基亚砩5ml,振摇使溶解,密封,作为供试品溶液;另精密称取甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、甲苯与*N,N*-二甲基甲酰胺各适量,加二甲基亚砩溶解并定量稀释制成每1ml中分别约含甲醇300μg、乙醇500μg、丙酮500μg、二氯甲烷60μg、正己烷29μg、乙酸乙酯500μg、甲苯89μg与*N,N*-二甲基甲酰胺88μg的混合溶液,精密量取5ml置顶空瓶中,密封,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第二法)测定,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;初始温度为40℃,维持8分钟,以每分钟8℃的速率升温至120℃,维持5分钟,再以每分钟30℃的速率升温至210℃,维持2分钟;进样口温度为200℃;采用氢火焰离子化检测器,温度为250℃;顶空瓶平衡温度为95℃,平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样,各成分峰间的分离度均应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、甲苯与*N,N*-二甲基甲酰胺的残留量均应符合规定。

**干燥失重**取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(中国药典2015年版四部通则0831)。

**炽灼残渣**取本品,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**用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(35:65)为流动相;检测波长为231nm。理论板数按扎来普隆峰计算不低于3000,扎来普隆峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

**测定法**取本品适量,精密称定,加乙腈-水(50:50)溶解并定量稀释制成每1ml中约含扎来普隆20μg的溶液,作为供试品溶液,精密量取10μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取扎来普隆对照品适量,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

**【类别】**镇静催眠药。

**【贮藏】**遮光,密封保存。

**【制剂】**(1)扎来普隆片(2)扎来普隆分散片(3)扎来普隆胶囊