

国家药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号: XGB2019-001

药品名称	药品通用名称: 萘普生钠胶囊 汉语拼音名: Naipushengna Jiaonang 英文名: Naproxen Sodium Capsules
剂型	胶囊剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定萘普生钠胶囊国家药品标准。 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-001-2019
实施日期	2019年07月16日
附件	萘普生钠胶囊药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品监督管理局, 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

WS₁-XG-001-2019

萘普生钠胶囊

Naipushengna Jiaonang

Naproxen Sodium Capsules

本品含萘普生钠 (C₁₄H₁₃NaO₃) 应为标示量的 93.0%~107.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1) 取本品的内容物适量 (约相当于萘普生钠 0.25g), 加水 12ml, 振摇, 加盐酸 1ml, 即产生白色沉淀, 滤过, 滤液显钠盐的鉴别反应 (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) 取鉴别 (1) 项下的沉淀物, 用水洗涤至中性, 在 105℃ 干燥 1 小时, 取细粉适量, 加甲醇制成每 1ml 中约含 30μg 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), 在 262nm、271nm、317nm 与 331nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法 (中国药典 2015 年版四部通则 0512) 测定。避光操作。立即进样。

供试品溶液 取本品细粉适量 (约相当于萘普生钠 0.25g), 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加流动相适量, 振摇使萘普生钠溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中含萘普生钠 0.5mg 的溶液。

对照品溶液 取杂质 I 对照品适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 50μg 的溶液。

对照溶液 分别精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml, 置同一 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

灵敏度溶液 取对照溶液 1ml, 置 50ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液 (75:25), 用磷酸调节 pH 值至 3.0 为流动相; 检测波长为 240nm。进样体积 20μl。

系统适用性要求 理论板数按萘普生峰计算不低于 5000，萘普生峰与相邻杂质峰的分
离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中，萘普生峰峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成
分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积
计算，不得过萘普生钠标示量的 0.1%；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中萘普生峰
面积的 0.2 倍（0.2%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中萘普生峰面积（1.0%）。小于
灵敏度溶液中萘普生峰面积的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0931 第一法）测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液（pH7.4）（取磷酸二氢钠 2.28g、磷酸氢二钠 11.50g，加水
至 1000ml）900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作，经 15 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml，滤过，取续滤液（0.1g 规格）；或取续滤液 5ml，置 10ml
量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取萘普生钠对照品，精密称定，加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml
中含 0.1mg 的溶液。

测定法 取供试品溶液和对照品溶液，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2015 年版四
部通则 0401），在 332nm 的波长处分别测定吸光度，计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（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。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物，混合均匀，研细，精密称取适量（约相当于萘
普生钠 0.5g），置 100ml 量瓶中，加流动相适量，超声使萘普生钠溶解，放冷，用流动相稀
释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g
的溶液。

对照品溶液 取萘普生钠对照品，精密称定，加流动相溶解并稀释成每 1ml 中约含 20 μ g
的溶液。

色谱条件 见有关物质项下，检测波长为 272nm。

系统适用性要求 理论板数按萘普生峰计算不低于 2000，萘普生峰与相邻杂质峰之间
的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液和对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外

标法以峰面积计算。

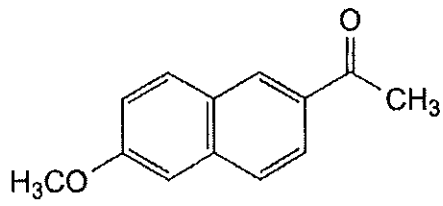
【类别】解热镇痛、非甾体抗炎药。

【规格】(1) 0.1g (2) 0.22g

【贮藏】遮光，密封，在干燥处保存。

附：

杂质 I



$C_{13}H_{12}O_2$ 200.23

6-甲氧基-2-萘乙酮

2

国家药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号: XGB2019-002

药品名称	药品通用名称: 萘普生钠缓释片 汉语拼音名: Naipushengna Huanshipian 英文名: Naproxen Sodium Sustained-release Tablets
剂型	片剂(缓释片)
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定萘普生钠缓释片国家药品标准。 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	WS1-XG-002-2019
实施日期	2019年07月29日
附件	萘普生钠缓释片药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市(食品)药品监督管理局, 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-001-2019

萘普生钠胶囊

Naipushengna Jiaonang

Naproxen Sodium Capsules

本品含萘普生钠(C₁₄H₁₃NaO₃)应为标示量的93.0%~107.0%。

【性状】本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】(1) 取本品的内容物适量(约相当于萘普生钠0.25g),加水12ml,振摇,加盐酸1ml,即产生白色沉淀,滤过,滤液显钠盐的鉴别反应(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) 取鉴别(1)项下的沉淀物,用水洗涤至中性,在105℃干燥1小时,取细粉适量,加甲醇制成每1ml中约含30μg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),在262nm、271nm、317nm与331nm的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 照高效液相色谱法(中国药典2015年版四部通则0512)测定。避光操作。立即进样。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于萘普生钠0.25g),精密称定,置50ml量瓶中,加流动相适量,振摇使萘普生钠溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中含萘普生钠0.5mg的溶液。

对照品溶液 取杂质I对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含50μg的溶液。

对照溶液 分别精密量取供试品溶液与对照品溶液各1ml,置同一100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

灵敏度溶液 取对照溶液1ml,置50ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.01mol/L磷酸二氢钾溶液(75:25),用磷酸调节pH值至3.0为流动相;检测波长为240nm。进样体积20μl。

系统适用性要求 理论板数按萘普生峰计算不低于 5000，萘普生峰与相邻杂质峰的分
离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中，萘普生峰峰高的信噪比应大于 10。

测定法 精密量取供试品溶液与对照溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成
分峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积
计算，不得过萘普生钠标示量的 0.1%；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中萘普生峰
面积的 0.2 倍（0.2%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中萘普生峰面积（1.0%）。小于
灵敏度溶液中萘普生峰面积的色谱峰忽略不计。

溶出度 照溶出度与释放度测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0931 第一法）测定。

溶出条件 以磷酸盐缓冲液（pH7.4）（取磷酸二氢钠 2.28g、磷酸氢二钠 11.50g，加水
至 1000ml）900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作，经 15 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml，滤过，取续滤液（0.1g 规格）；或取续滤液 5ml，置 10ml
量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取萘普生钠对照品，精密称定，加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml
中含 0.1mg 的溶液。

测定法 取供试品溶液和对照品溶液，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2015 年版四
部通则 0401），在 332nm 的波长处分别测定吸光度，计算每粒的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（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。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物，混合均匀，研细，精密称取适量（约相当于萘
普生钠 0.5g），置 100ml 量瓶中，加流动相适量，超声使萘普生钠溶解，放冷，用流动相稀
释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 20μg
的溶液。

对照品溶液 取萘普生钠对照品，精密称定，加流动相溶解并稀释成每 1ml 中约含 20μg
的溶液。

色谱条件 见有关物质项下，检测波长为 272nm。

系统适用性要求 理论板数按萘普生峰计算不低于 2000，萘普生峰与相邻杂质峰之
间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取供试品溶液和对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外

标法以峰面积计算。

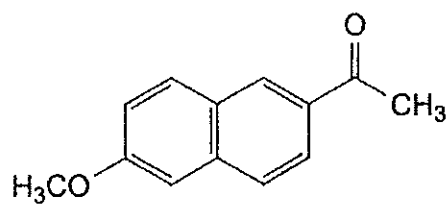
【类别】解热镇痛、非甾体抗炎药。

【规格】(1) 0.1g (2) 0.22g

【贮藏】遮光，密封，在干燥处保存。

附：

杂质 I



C₁₃H₁₂O₂ 200.23

6-甲氧基-2-萘乙酮

3

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2019-003

药品名称	药品通用名称： 磷酸川芎嗪滴丸 汉语拼音名： Linsuan Chuanxiongqin Diwan 英文名： Ligustrazine Phosphate Pills
剂 型	丸剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订磷酸川芎嗪滴丸国家药品标准。 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 ₁ -(X-178)-2012Z-2019
实施日期	2019年07月16日
附 件	磷酸川芎嗪滴丸药品标准
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

WS₁-(X-178)-2012Z-2019

磷酸川芎嗪滴丸

Linsuan Chuanxiongqin Diwan
Ligustrazine Phosphate Pills

本品含磷酸川芎嗪($C_8H_{12}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】本品为白色或类白色滴丸。

【鉴别】(1)取本品的细粉适量(约相当于磷酸川芎嗪0.2g),加水20ml,振摇使磷酸川芎嗪溶解,经 $0.45\mu m$ 滤膜滤过,取续滤液适量,用水稀释制成每1ml中约含磷酸川芎嗪 $15\mu g$ 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295nm的波长处有最大吸收。

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

(3)本品的水溶液显磷酸盐的鉴别反应(中国药典2015年版四部通则0301)。

【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。

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于磷酸川芎嗪25mg),置50ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,经 $0.45\mu m$ 滤膜滤过,取续滤液。

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

灵敏度溶液 精密量取对照溶液1ml,置10ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液 取磷酸川芎嗪约12.5mg,置25ml量瓶中,加浓过氧化氢溶液2ml,置75℃水浴中加热约3.5小时后,用水稀释至刻度,摇匀。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以甲醇-水(35:65)为流动相;检测波长为295nm;进样体积 $20\mu l$ 。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中,川芎嗪色谱峰的保留时间约为15~20分钟,两个氧化降解产物峰相对川芎嗪峰的保留时间分别约为0.40和0.43,理论板数按川芎嗪峰计算不低于2000,川芎嗪峰与相邻杂质峰、两个氧化降解产物峰之间的分离度均应符合要求。灵敏度溶液色谱图中,主成分峰高的信噪比应大于10。

测定法 精密量取供试品溶液和对照溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。

限度 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(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。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每丸含量计算，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 以水 500ml（5mg 规格）或 900ml（12.5mg 规格）为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 20 分钟时取样。

供试品溶液 取溶出液 10ml，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取磷酸川芎嗪对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含磷酸川芎嗪 10 μ g（5mg 规格）或 14 μ g（12.5mg 规格）的溶液。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，照紫外-可见分光光度法，在 295nm 的波长处分别测定吸光度。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合丸剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版四部通则 0108）。

【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 丸，分别置 100ml 量瓶中，加水 60ml，超声使磷酸川芎嗪溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，经 0.45 μ m 滤膜滤过，精密量取续滤液 3ml，置 10ml（5mg 规格）或 25ml（12.5mg 规格）量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取磷酸川芎嗪对照品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15 μ g 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每丸的含量，并求得 10 丸的平均含量，即得。

【类别】血管扩张药。

【规格】（1）5mg （2）12.5mg

【贮藏】遮光、密封保存。

国家药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号: XGB2019-004

药品名称	药品通用名称: 氯唑氨酚分散片 汉语拼音名: Lüzuo Anfen Fensanpian 英文名: Chlorzoxazone and Paracetamol Dispersible Tablets
剂型	片剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定氯唑氨酚分散片(曾用名: 复方氯唑沙宗分散片)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	WS1-XG-003-2019
实施日期	2019年07月29日
附件	氯唑氨酚分散片(曾用名: 氯唑沙宗分散片)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, 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(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-001-2019

氯唑氨酚分散片

Lüzuo Anfen Fensanpian

Chlorzoxazone and Paracetamol Dispersible Tablets

本品含氯唑沙宗($C_7H_4ClNO_2$)与对乙酰氨基酚($C_8H_9NO_2$)均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】	氯唑沙宗	125g
	对乙酰氨基酚	150g
	辅料	适量
	制成	1000片

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液相应的两主峰保留时间一致。

【检查】 有关物质 临用新制。取含量测定下的细粉适量（约相当于氯唑沙宗 0.25g），精密称定，置 25ml 量瓶中，加甲醇适量，振荡使氯唑沙宗和对乙酰氨基酚溶解，用流动相 A 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 200ml 量瓶中，用流动相 A 稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；另取对氨基酚（杂质 I）对照品、对氯苯酚（杂质 II）对照品与 2-氨基-4-氯苯酚（杂质 III）对照品各适量，精密称定，加甲醇适量使溶解，用流动相 A 稀释制成每 1ml 中分别约含 12 μ g、25 μ g 与 50 μ g 的混合溶液，作为对照品溶液；另取本品细粉适量，精密称定，加对照品溶液溶解并制成每 1ml 中分别含氯唑沙宗 0.25mg 与对乙酰氨基酚 0.30mg 的混合溶液，滤过，取续滤液作为系统适用性溶液；精密量取对照品溶液 1ml，置 10ml 量瓶中，用流动相 A 稀释至刻度，摇匀，作为灵敏度溶液。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（4.6mm \times 250mm，5 μ m 或效能相当的色谱柱）；以 0.05mol/L 的磷酸氢二钠溶液-甲醇（70:30）为流动相 A，甲醇为流动相 B，按下表进行梯度洗脱，检测波长为 280nm。取系统适用性溶液 10 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图，出峰顺序依次为杂质 I 峰、对乙酰氨基酚、杂质 III、氯唑沙宗与杂质 II，各相邻峰之间的分离度均应符合要求。取灵敏度溶液 10 μ l，注入液相色谱仪，杂质 III 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 10 μ l，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有与杂质 I 峰、杂质 II 和杂质 III 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 不得过对乙酰氨基酚标示量的 0.1%，含杂质 II 与杂质 III 分别不得过氯唑沙宗标示量的 0.25% 与 0.5%；其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两主峰面积和的 0.5 倍供试品溶液色谱图中小于对照溶液氯唑沙宗峰面积 0.1 倍的色谱峰忽略不计。

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动 B (%)
0	100	0
3.5	100	0
20	30	70
25	30	70
30	100	0
40	100	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 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 60 分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取氯唑沙宗对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量，精密称定，加甲醇适量使溶解，用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中分别约含 0.13mg 与 0.16mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取上述两种溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算每片的溶出量。氯唑沙宗的限度为标示量的 75%，对乙酰氨基酚的限度为标示量的 80%，均应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（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 0.05mol/L 的磷酸氢二钠溶液-甲醇（60:40）为流动相；检测波长为 280nm。取有关物质项下的系统适用性溶液 10 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图，各相邻峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于氯唑沙宗 25mg），置 100ml 量瓶中，加甲醇适量，振摇使氯唑沙宗和对乙酰氨基酚溶解，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；另取氯唑沙宗对照品与对乙酰氨基酚对照品各适量，精密称定，加甲醇适量使溶解，用流动相定量稀释制成每 1ml 中分别约含 0.25mg 与 0.30mg 的混合溶液，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

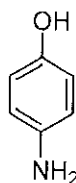
【类别】 中枢性肌肉松弛药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

曾用名：复方氯唑沙宗分散片

附：

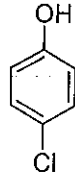
杂质 I



C₆H₇NO 109.13

对氨基酚

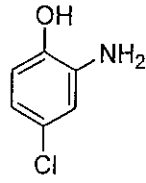
杂质 II



对氯苯酚

C_6H_5ClO 128.56

杂质III



2-氨基-4-氯苯酚

C_6H_6ClNO 143.57

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2019-005

药品名称	药品通用名称： 氢溴酸高乌甲素 汉语拼音名： Qingxiusuan Gaowujiasu 英文名： Lappaconite Hydrobromide
剂 型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订氢溴酸高乌甲素国家药品标准。 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《中国药典》2015年版有关事宜的公告（2015年第105号）”执行。
标准编号	WS1-XG-012-2016-2019
实施日期	2019年07月29日
附 件	氢溴酸高乌甲素药品标准
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（中药民族药监督管理司），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。



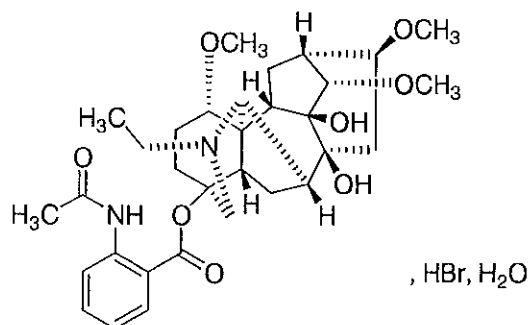
国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-XG-012-2016-2019

氢溴酸高乌甲素

Qingxiusuan Gaowujiasu
Lappaconite Hydrobromide



$C_{32}H_{44}N_2O_8 \cdot HBr \cdot H_2O$ 683.64

本品为从毛茛科植物高乌头 *Aconitum sinomontanum* Nakai 根中提取的一种生物碱（拉巴乌头碱 Lappaconitine）的氢溴酸盐一水合物，化学名为(4,8,9-三羟基-1 α ,14 α ,16 β -三甲氧基-20-乙基-乌头烷-4-基)-2-(乙酰氨基)苯甲酸酯氢溴酸盐一水合物。按无水、无溶剂物计，含 $C_{32}H_{44}N_2O_8 \cdot HBr$ 应为 97.0%~102.0%（供注射用）或 95.0%~102.0%（供口服用）。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在甲醇中溶解，在水中微溶，在乙醇中极微溶解。

比旋度 取本品，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20mg 的溶液，依法测定（中国药典 2015 年版四部通则 0621），比旋度为 +31.5° 至 +34.5°。

【鉴别】（1）取本品约 10mg，加水 5 ml 溶解，加稀硝酸 2 滴，加硝酸银试液，即生成淡黄色凝乳状沉淀，分离，沉淀加氨试液溶解，加稀硝酸后沉淀复生成。

（2）取本品约 10mg，加水 5ml 溶解，加碘化铋钾试液 1 滴，即生成橘红色沉淀。

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

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

【检查】 酸度 取本品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1 ml 中约含 2mg 的溶液，依法测定（中国药典 2015 年版四部通则 0631），pH 值应为 4.0~6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1 ml 中约含 2mg 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，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 第一法）比较，不得更深。

有关物质 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，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 5ml，置 100 ml 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，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与对照溶液各 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 2.5 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（1.0%）（供注射用）或主峰面积的 2 倍（2.0%）（供口服用），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍（2.0%）（供注射用）或主峰面积的 4 倍（4.0%）（供口服用）。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 1.0g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入内标溶液（取乙腈适量，用 *N,N*-二甲基甲酰胺稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液）5ml 使溶解，密封，作为供试品溶液；精密称取乙醇、乙酸乙酯、苯与三氯甲烷各适量，用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含乙醇 1.0 mg、乙酸乙酯 1.0mg、苯 0.4 μ g 与三氯甲烷 12 μ g 的混合溶液，精密量取 5 ml，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 $^{\circ}$ C，维持 8 分钟，再以每分钟 100 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C；进样口温度为 200 $^{\circ}$ C；检测器温度为 250 $^{\circ}$ C；顶空瓶平衡温度为 80 $^{\circ}$ C，平衡时间为 30 分钟。取对照品溶液顶空进样，出峰顺序依次为乙醇、乙腈、乙酸乙酯、三氯甲烷与苯，各色谱峰之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。按内标法以峰面积比值计算，乙醇、乙酸乙酯、苯与三氯甲烷的残留量均应符合规定。

水分 取本品，照水分测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0832 第一法 1）测定，含水分不得过 4.0%。

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（BDS C_{18} ，4.6mm \times 250mm，5 μ m 或效能相当的色谱柱）；以 0.04mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇-乙腈（68：17：15）为流动相；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 252nm。取氢溴酸高乌甲素对照品、冉乌头碱（杂质 I）对照品与 *N*-去乙酰高乌甲素（杂质 II）对照品各适量，加甲醇适量溶解后，用流动相稀释制成每 1ml 中分别约含氢溴酸高乌甲素 40 μ g、杂质 I 10 μ g 与杂质 II 10 μ g 的混合溶液，作为系统适用性溶液。取系统适用性溶液 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图，调节流动相比比例，使高乌甲素峰的保留时间约为 12 分钟，杂质 I 峰与杂质 II 峰相对高乌甲素峰的保留时间分别约为 1.2 与 1.4，高乌甲素峰与杂质 I 峰的分度应大于 4.0，杂质 I 峰与杂质 II 峰的分度应符合要求。

测定法 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含氢溴酸高乌甲素 40 μ g 的溶液，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；另取氢溴酸高乌甲素对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

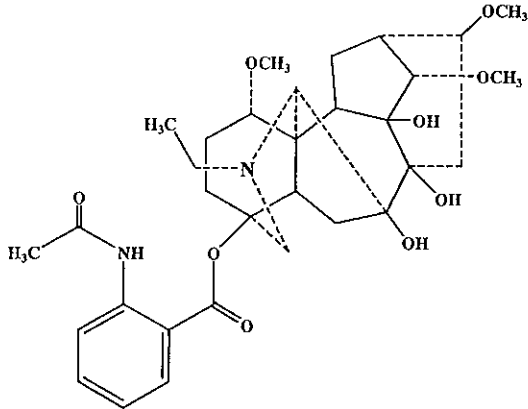
【类别】 镇痛药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1) 氢溴酸高乌甲素片 (2) 氢溴酸高乌甲素注射液 (3) 注射用氢溴酸高乌甲素

附:

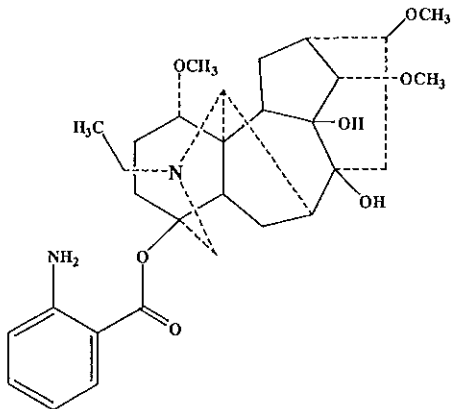
杂质 I (冉乌头碱, Ranaconitine)



$C_{32}H_{44}N_2O_9$ 600.70

(4,7,8,9-四羟基-1 α ,14 α ,16 β -三甲氧基-20-乙基-乌头烷-4-基)-2-(乙酰氨基)苯甲酸酯

杂质 II



$C_{30}H_{42}N_2O_7$ 542.67

N-去乙酰高乌甲素

6

国家药品监督管理局 国家药品标准修订件

批件号：XGB2019-006

药品名称	药品通用名称：奥卡西平片 汉语拼音名：Aokaxiping Pian 英文名：Oxcarbazepine Tablets
剂型	片剂
实施规定	为保证奥卡西平片安全有效、质量可控，现对《中国药典》2015版(二部)奥卡西平片标准进行修订，将【性状】由“……，除去包衣后显淡黄色。”修订为“……，除去包衣后显白色至淡黄色。”。修订标准自实施之日起执行，实施日前生产的药品可按原标准检验。
标准编号	《中国药典》2015年版二部
实施日期	2019年07月29日
附件	奥卡西平片修订内容
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(中药民族药监督管理司)，国家药品监督管理局药品监督管理局。
备注	



附件

奥卡西平片

Aokaxiping Pian

Oxcarbazepine Tablets

书页号：《中国药典》2015 年版二部- 1406 页

[修订]

【性状】 “……，除去包衣后显淡黄色。” 修订为 “……，除去包衣后显白色至淡黄色。”

国家药品监督管理局

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2019-1

药品名称	中文名称：金天格胶囊 汉语拼音：Jintiange Jiaonang 英文名：-----		
剂型	胶囊剂	标准依据	新药转正标准
原标准号	YBZ01592003-2009Z	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，后附质量标准中明确了制法项中辅料的名称及用量；增订了氨基酸的高效液相色谱法鉴别；删除了以人工虎骨为对照药材的高效液相色谱法鉴别项，建立了人工虎骨粉的特征图谱；删除了炽灼残渣、重金属检查项；修订了总氨基酸的高效液相色谱法含量测定，增订了总钙的原子吸收分光光度法含量测定；规格规范为“每粒装0.4g（含氨基酸65mg，钙55mg，磷35mg）”。同意对标准进行修订，继续研究建立甲硫氨酸、胱氨酸、色氨酸的含量测定方法。		
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	YBZ01592003-2009Z-2019	实施日期	2019年07月24日
附件	金天格胶囊药品标准		
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局。		
备注			



国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ01592003-2009Z-2019

金天格胶囊

Jintiange Jiaonang

本品为人工虎骨粉制成的硬胶囊。

【制法】 取人工虎骨粉 324g、淀粉 44.8g、羧甲淀粉钠 28g、二氧化硅 1.2g、硬脂酸镁 2g，混匀，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为类白色或淡黄色粉末；气微，无味。

【鉴别】 (1) 取本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.1g），加水 10ml，加热至沸，放冷，滤过，取滤液 2ml 置试管中，加茚三酮试液数滴，水浴中加热数分钟，应显紫色。

(2) 在（含量测定）总氨基酸项下的色谱图中，供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

【检查】 水分 不得过 8.0%（中国药典 2015 年版通则 0832 第二法）。

其他 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）。

【特征图谱】 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（柱长为 25cm，内径为 4.6mm，粒径 5 μ m，孔径 300 Å），以甲醇为流动相 A，以 0.03% 三氟醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 280nm。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	2	98
20~30	2→15	98→85
30~45	15→30	85→70
45~60	30→2	70→98

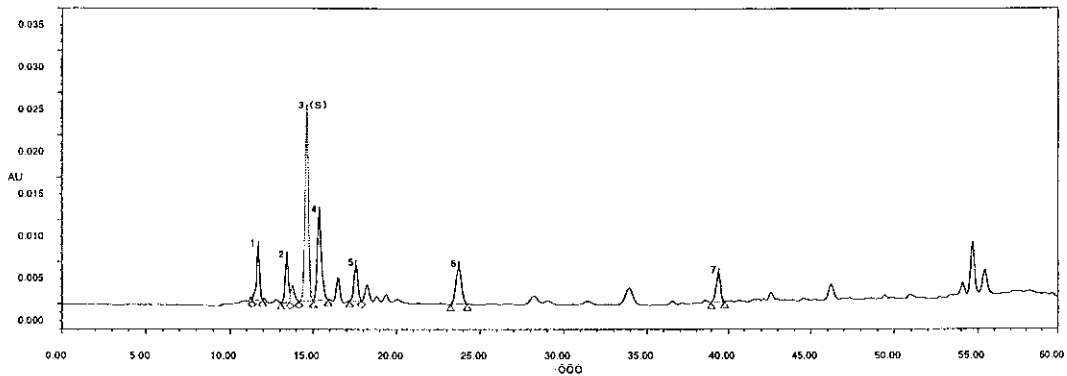
对照药材溶液的制备 取人工虎骨粉对照药材 0.3g，加水 10ml 使溶解，水浴加热 10 分钟，放冷，离心（转速为每分钟 4000 转）10 分钟，取上清液滤过，取续滤液，即得。

供试品溶液的制备 取本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.3g），同法制成供试品

溶液。

测定法 分别吸取对照药材溶液与供试品溶液各 20 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应呈现与对照药材中的 7 个特征峰保留时间相对应的色谱峰；其中以对照特征图谱中的 3 号峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 之内。规定值为：0.82（峰 1）、0.94（峰 2）、1.00（峰 S）、1.05（峰 4）、1.19（峰 5）、1.61（峰 6）、2.72（峰 7）。



对照特征图谱

【含量测定】 总氨基酸 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-乙腈-水（20:60:20）为流动相 A，以 0.1mol/L 醋酸钠缓冲溶液（用冰醋酸调节 pH 值为 6.3 \pm 0.05）为流动相 B；按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 35 $^{\circ}$ C，检测波长为 254nm；理论板数按甘氨酸峰计算应不低于 5000。各氨基酸峰间的分离度应符合规定。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~16	3 \rightarrow 12	97 \rightarrow 88
16~19	12 \rightarrow 13	88 \rightarrow 87
19~30	13 \rightarrow 26	87 \rightarrow 74
30~40	26 \rightarrow 42	74 \rightarrow 58
40~50	42 \rightarrow 50	58 \rightarrow 50
50~50.1	50 \rightarrow 100	50 \rightarrow 0
50.1~55	100	0

对照品溶液的制备 精密称取各氨基酸对照品适量，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含门冬氨酸 0.075mg、谷氨酸 0.130mg、羟脯氨酸 0.125mg、丝氨酸 0.050mg、甘氨酸 0.280mg、

组氨酸 0.015mg、精氨酸 0.100mg、苏氨酸 0.030mg、丙氨酸 0.100mg、脯氨酸 0.125mg、酪氨酸 0.018mg、缬氨酸 0.030mg、异亮氨酸 0.018mg、亮氨酸 0.060mg、苯丙氨酸 0.040mg、赖氨酸 0.075mg 的混合溶液；精密量取 4ml，置 20ml 具塞试管中，加入 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯乙腈溶液（取异硫氰酸苯酯 12ml，加乙腈至 1000ml，摇匀）2.0ml，1mol/L 三乙胺乙腈溶液（取三乙胺 139ml，加乙腈至 1000ml，摇匀）1.0ml，摇匀，室温放置 1 小时，加入正己烷 8ml 提取，静置 10 分钟，取下层溶液滤过，取续滤液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.2g），精密称定，置耐压管中，加入 6mol/L 的盐酸溶液 6ml，在 110℃ 水解 24 小时，放冷至室温，氮吹或水浴蒸干，精密加入 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 20ml 使溶解，离心（转速为每分钟 2500 转）5 分钟，精密量取上清液 5ml，置 10ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，滤过。照对照品溶液制备项下的方法，自“精密量取 4ml，置 20ml 具塞试管中”起，同法制备供试品溶液。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含各氨基酸的总量应不得少于 65.0mg。

总钙

标准曲线的制备 取钙元素标准溶液（100 μ g/ml），精密量取 0ml、1ml、2ml、3ml、4ml、5ml，分别置 50ml 量瓶中，加钼试液 2ml，加水至刻度，摇匀。照原子吸收分光光度法（中国药典 2015 年版通则 0406 第一法），在 422.7nm 的波长处依法测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取装量差异项下的本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.1g），精密称定，置高通量微波消解管中，加硝酸 5ml、过氧化氢 1ml，置微波消解仪进行消解（按仪器规定的消解程序操作），用水转移至 100ml 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀；精密量取 1ml，置 50ml 量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加钼试液 2ml”起依法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中相当于钙的含量（ μ g/ml），计算，即得。

本品每粒含钙（Ca）不得少于 55.0mg。

总磷

对照品溶液的配制 取 110℃ 恒重的磷酸二氢钾 0.1758g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加少量水使溶解，加入 5mol/L 硫酸溶液 1ml 及三氯甲烷 5 滴，加水至刻度摇匀。临用时取 5.0ml，置 100ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，即得（每 1ml 含磷 20.0 μ g）。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.0ml、0.1ml、0.3ml、0.5ml、0.7ml、0.9ml，分

别置具塞试管中，加水至 3ml，分别精密加入定磷试剂（17%硫酸溶液（ml/ml）-2.5%钼酸钠溶液-10%抗坏血酸溶液-水（1：1：1：2）（v/v）（临用新制））3ml，摇匀，于 45℃水浴中保温 10 分钟，取出冷却后，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2015 年版通则 0401），在 660nm 的波长处分别测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取装量差异项下的本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.1g），精密称定，置 50ml 凯氏烧瓶中，加硫酸 5ml，缓缓炽灼使炭化至无固态物时，稍放冷，加过氧化氢约 5ml，继续加热至溶液呈透明状，冷却，将溶液转移至 200ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 3ml，置 50ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀。精密量取 3ml，置具塞试管中，照标准曲线的制备项下的方法，自“精密加入定磷试剂 3ml”起依法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中相当于磷的含量（ $\mu\text{g/ml}$ ），计算，即得。

本品每粒含磷（P）应为 31.5~38.5mg。

【功能与主治】 具有健骨作用，用于腰背疼痛，腰膝酸软，下肢痿弱，步履艰难等症状的改善。

【用法与用量】 口服。一次 3 粒，一日 3 次。一个疗程为 3 个月。

【规格】 每粒装 0.4g（含氨基酸 65mg，钙 55mg，磷 35mg）。

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处。

国家药品监督管理局

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2019-2

药品名称	中文名称：丹参多酚酸盐 汉语拼音：Danshen Duofensuan Yan 英文名：-----		
剂型	原料药	标准依据	转正标准
原标准号	YBZ07562005-2010Z	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，同意丹参多酚酸盐药品标准修订。		
实施规定	<p>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。</p> <p>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。</p>		
标准号	YBZ07562005-2010Z -2019	实施日期	2019年07月21日
附件	丹参多酚酸盐药品标准		
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。上海绿谷生命园医药有限公司。		
备注			



国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ07562005-2010Z-2019

丹参多酚酸盐 Danshen Duofensuan Yan

【制法】取丹参切碎，用70%乙醇提取3次，每次2小时。提取液滤过，合并，滤液减压浓缩至相对密度 1.10 ± 0.05 ($50^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$)，加水充分搅拌稀释至相对密度 1.02 ± 0.05 ($10^{\circ}\text{C} \sim 20^{\circ}\text{C}$)，过滤，滤液通过大孔树脂，依次用水、5%乙醇溶液洗脱，弃去洗脱液，再用20%乙醇溶液洗脱，分段收集洗脱液，分别测定丹参乙酸镁的含量。合并丹参乙酸镁含量大于80%的洗脱液，减压浓缩至相对密度 1.20 ± 0.05 ($40^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$)，加入乙醇使含醇量达90%，静置，取上清液超滤，回收乙醇并减压浓缩至相对密度 1.10 ± 0.05 ($30^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$)，干燥，粉碎成细粉，即得。

【性状】本品为浅棕色粉末，味微苦，微湿。

【鉴别】(1)取本品0.2g，炽灼灰化后，加少量6%醋酸溶液使溶解，加水至10ml，滤过，滤液应显镁盐的鉴别反应(中国药典2015年版通则0301)。

(2)在[含量测定]项下记录的色谱图中，供试品应具与丹酚酸B对照品保留时间一致的色谱峰。

【检查】pH值 取本品，加水制成每1ml含5mg的溶液，依法测定(中国药典2015年版通则0631)，pH值应为4.0~6.0。

水分 取本品100mg，精密称定，加无水甲醇适量使溶解，照水分测定法(中国药典2015年版通则0832第一法1)测定，不得过7.0%。

蛋白质 取本品50mg，加水10ml使溶解。取1ml，加新配制的30%磺基水杨酸溶液1ml，混合，放置5分钟，不得出现浑浊。

鞣质 取本品50mg，加水10ml使溶解，滤过，用截留分子量3000的超滤膜截留鞣质，滤膜及滤器用水洗涤二次，每次10ml，取出滤膜，用水10ml洗涤，取洗液1ml，加新配制的含1%鸡蛋清的生理盐水5ml，放置10分钟，不得出现浑浊或沉淀。

树脂 取本品50mg，加水10ml使溶解。取5ml，加盐酸1滴，放置30分钟，应无絮状物析出。

草酸盐 取本品50mg，加水10ml使溶解，取2ml，加3%氯化钙溶液2~3滴，放置10分钟，不得出现浑浊或沉淀。

炽灼残渣 取本品0.3g，置已炽灼至恒重的坩埚中，精密称定，缓缓炽灼至完全炭化，在 $700 \sim 800^{\circ}\text{C}$ 炽灼至恒重，遗留残渣应为4.0~7.0%。

重金属及有害元素 取本品约0.3g，精密称定，置耐压耐高温微波消解罐中，加优级纯硝酸5ml(如果反应剧烈，放置至反应停止)，按各微波消解仪的要求密闭样品消解罐，按既定消解程序消解，消解完全后，冷却消解液低于 60°C ，取出消解罐，放冷，将消解液

转移至 50ml 聚四氟乙烯材料的量瓶中，用去离子水少量洗涤消解罐 3 次，洗液合并于量瓶中，加入 1 μ g/ml 的标准金溶液 50 μ l，用去离子水稀释至刻度，摇匀，即得。同时另加优级纯硝酸 5ml，置耐压耐高温微波消解罐中，同供试品溶液制备方法制备样品空白溶液。照铅、镉、砷、汞、铜测定法(中国药典 2015 年版通则 2321)测定，铜每日剂量不得过 400 μ g；铅每日剂量不得过 25 μ g；砷每日剂量不得过 40 μ g；镉每日剂量不得过 20 μ g；汞每日剂量不得过 10 μ g。

钾离子 取本品 20mg，精密称定，依法检查（中国药典 2015 年版通则 2400），应符合规定。

大孔吸附树脂有机残留物 正己烷、苯、甲苯、对二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和 1, 2-二乙基苯，照残留溶剂测定法（中国药典 2015 年版通则 0861 第二法）测定。

取正己烷、苯、甲苯、对二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和 1, 2-二乙基苯适量，精密称定，加 0.6% 十二烷基硫酸钠溶液制成每 1ml 中分别含 15 μ g、10 μ g、12 μ g、12 μ g、13 μ g、16 μ g 和 13 μ g 的溶液，摇匀，精密量取 5ml，置 20ml 顶空取样瓶中，作为对照溶液；另取本品约 0.2g，精密称定，置 20ml 顶空取样瓶中，精密加入 0.6% 十二烷基硫酸钠溶液 5ml，摇匀，作为供试品溶液。照有机溶剂残留量测定法（中国药典 2015 年版通则 0861 第二法）测定，用交联聚乙二醇毛细管色谱柱（30m \times 0.25mm，涂层厚 0.25 μ m），柱温 50 $^{\circ}$ C；理论塔板数以甲苯峰计算应不低于 7000，各成分峰之间的分离度应符合规定。取对照溶液和供试品溶液在 120 $^{\circ}$ C 加热 15 分钟后，依法测定，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如显与对照溶液相应的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含正己烷、甲苯、对二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和 1, 2-二乙基苯均不得过 0.002%，含苯不得过 0.0002%。

溶血与凝聚 取本品，加 5% 葡萄糖溶液溶解并稀释成每 1ml 中含 5mg 的溶液，照溶血与凝聚检查法（中国药典 2015 年版通则 1148）进行试验，其中取 5% 葡萄糖溶液作为阴性对照和稀释溶媒，应符合规定。

异常毒性 取本品，加灭菌注射用水溶解并稀释成每 1ml 中含 30mg 的溶液，依法检查（中国药典 2015 年版通则 1141），按静脉注射法缓慢注射给药，应符合规定。

降压物质 取本品，加氯化钠注射液溶解并稀释成每 1ml 中含 20mg 的溶液，依法检查（中国药典 2015 年版通则 1145），剂量按猫体重每 1kg 注射 0.1ml，应符合规定。

过敏反应物质 取本品，加灭菌注射用水溶解并稀释成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为致敏用溶液和攻击用溶液，依法检查（中国药典 2015 年版通则 1147），攻击时静脉注射供试液 2ml，应符合规定。

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

色谱条件与系统适应性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-乙腈-水-甲酸 (42:1:59:0.2) 为流动相，流速为每分钟 0.7ml；检测波长为 254nm，柱温 30 $^{\circ}$ C。理论塔板数按丹酚酸 B 峰计算应不低于 7000。

参照物溶液的制备 取丹酚酸 B 对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 0.8 mg 的溶液，即得。

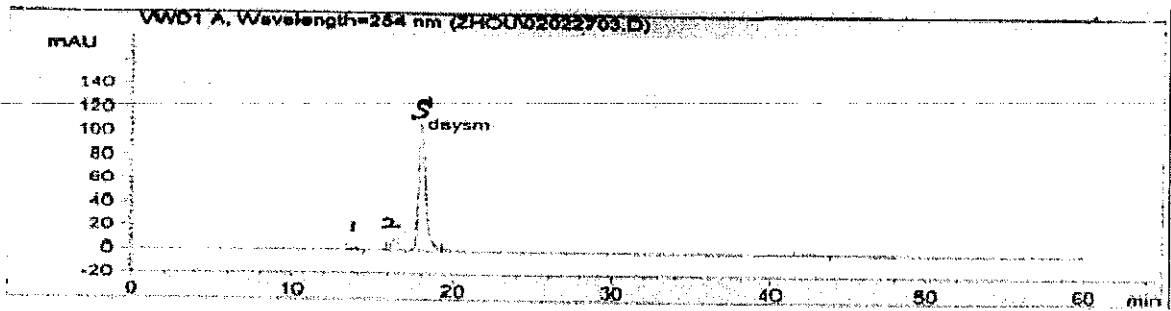
供试品溶液的制备 取本品适量，精密称定，置 5ml 量瓶中，加流动相制成每 1ml 含 1.0mg 的溶液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

以供试品指纹图谱中与参照物保留时间相同的峰为 S 峰，计算相对保留时间和峰面积比值，应符合下列要求：

以丹酚酸 B 峰为 S 峰，供试品指纹图谱（扣除 S 峰）与对照指纹图谱（扣除 S 峰）比

较，相似度不得低于 0.90。



对照指纹图谱

仪器、色谱柱及积分参数：Agilent 1100 系列高效液相色谱仪，Chemstation 色谱工作站。色谱柱为 Zorbax C18 (4.6mm×25cm, 5 μ m)；柱温 30 $^{\circ}$ C。斜率：2，峰宽：0.05；最小峰面积为 20，最小峰高为 1，已扣除 S 峰（丹酚酸 B 峰）。

【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-5mmol/L 磷酸二氢钾溶液(30:70)为流动相；检测波长为 290nm。理论板数按丹酚酸 B 计算应不低于 1500，丹酚酸 B 峰与相邻峰的分离度应大于 2.0。

对照品溶液的制备 取丹酚酸 B 对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 30 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 20mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 2ml，置 20ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，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，计算丹酚酸 B 的含量，按下式换算成丹参乙酸镁的含量。

丹参乙酸镁含量=丹酚酸 B 含量 \times 1.03

按无水物计算，本品含丹参乙酸镁(C₃₆H₂₈O₁₆Mg)，应为 80.0~90.0%。

【功能与主治】活血、化瘀、通脉。用于冠心病稳定型心绞痛，分级为 I、II 级，心绞痛症状表现为轻、中度，中医辨证为心血瘀阻证者，症见胸痛、胸闷、心悸。

【注意】

1. 少数患者发生头晕、头昏、头胀痛。
2. 偶有患者在输液中因静滴速度快致轻度头痛。
3. 偶尔有血谷丙转氨酶升高，在停药后消失。
4. 有出血倾向者慎用。
5. 孕妇、哺乳期妇女慎用。
6. 目前尚无充分的药物相互作用研究资料。

【规格】每袋装 1kg（含丹参乙酸镁 0.8kg）。每袋装 3kg（含丹参乙酸镁 2.4kg）。每袋装 5kg（含丹参乙酸镁 4.0kg）。

【贮藏】密封，避光保存。

【制剂】注射用丹参多酚酸盐

9

国家药品监督管理局

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2019-3

药品名称	中文名称：参鹿茶 汉语拼音：Shenlu Cha 英文名：-----		
剂型	茶剂	标准依据	局颁标准
原标准号	WS-5404(B-0404)-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，后附质量标准将【制法】中“加入丹参、韭菜子、蛇床子粗粉混匀，干燥，粉碎成粗粉，再与人参、鹿茸粉混匀，分装”修改成“加入丹参、韭菜子、蛇床子粗粉及绿茶适量混匀，干燥，粉碎成粗粉，再与人参、鹿茸粉混匀，分装”。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）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-5404(B-0404)-2014Z-2019	实施日期	2019年07月24日
附件	参鹿茶药品标准		
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。黑龙江省济仁药业有限公司。		
备注			



国家药品监督管理局 国家药品标准

WS-5404 (B-0404) -2014Z-2019

参鹿茶

Shenlu Cha

【处方】 人 参 600g 丹 参 300g 鹿 茸 50g
 枸杞子 2000g 淫羊藿 2000g 韭菜子 600g
 蛇床子 300g

【制法】 以上七味，人参、丹参、鹿茸、韭菜子、蛇床子等五味分别喷淋75%乙醇密闭1小时，挥去乙醇烘干，粉碎成粗粉；枸杞子、淫羊藿加水煎煮三次，每次加10倍量，煎煮2小时，滤过，合并滤液，浓缩至相对密度为1.35(80℃)的清膏，加入丹参、韭菜子、蛇床子粗粉及绿茶适量混匀，干燥，粉碎成粗粉，再与人参、鹿茸粉混匀，分装，制成1000袋，即得。

【性状】 本品内容物为深棕色、夹杂淡黄色的颗粒，味微苦。

【鉴别】 (1) 取【含量测定】项下的备用乙醚液，挥干，残渣加乙酸乙酯2ml使溶解，作为供试品溶液。另取丹参酮II_A对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含0.5mg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，吸取供试品溶液10μl，对照品溶液4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯(19:2)为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的粉红色斑点。

(2) 取淫羊藿苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg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【含量测定】项下的供试品溶液和上述对照品溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:1:1:1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，置100℃下烘至斑点显色清晰。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】 应符合茶剂项下有关的各项规定(中国药典2015年版通则0188)。

【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 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.2%冰醋酸为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按人参皂苷 Rg_1 峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~30	19	81
30~55	19→29	81→71

对照品溶液的制备 分别取人参皂苷 Rg_1 、人参皂苷 Re 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 0.4mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，研细，取约 8g，精密称定，置索氏提取器内，加乙醚 50ml，加热回流 1 小时，乙醚液备用，取出滤纸筒，挥干乙醚，加甲醇 50ml，超声处理 40 分钟，滤过，滤渣用 10ml 甲醇分 2 次洗涤，合并滤液，通过中性氧化铝柱（5g，内径 1.5cm），加 10ml 水洗脱，洗脱液蒸干，残渣加水适量使溶解，通过 D_{101} 型大孔吸附树脂柱（内径 1.5cm，高 15cm），加 100ml 水洗脱，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 70ml 洗脱，收集乙醇液，蒸干，残渣加甲醇使溶解，转移至 5ml 量瓶并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 10 μ l、20 μ l，供试品溶液 20 μ l，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含人参以人参皂苷 Rg_1 （ $C_{42}H_{72}O_{14}$ ）和 Re（ $C_{48}H_{82}O_{18}$ ）的总量计，不得少于 0.25mg。

【功能与主治】 温肾助阳。用于肾阳虚症，症见腰膝酸软，畏寒肢冷等。

【用法与用量】 开水泡服。一次 1 袋，一日 2 次。

【注意】 阴虚火旺者忌用。

【规格】 每袋装 4g

【贮藏】 密闭，置阴凉干燥处。

国家药品监督管理局

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2019-4

药品名称	中文名称：人工虎骨粉 汉语拼音：Rengong Hugu Fen 英文名：-----		
剂型	原料药	标准依据	新药转正标准
原标准号	YBZ01602003-2009Z	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氨基酸的高效液相色谱法鉴别；删除了以人工虎骨为对照药材的高效液相色谱法鉴别，建立了人工虎骨粉的特征图谱；删除了炽灼残渣、砷盐检查项，修订了重金属检查项；修订了总氨基酸的高效液相色谱法含量测定，增订了总钙的原子吸收分光光度法含量测定。同意对标准进行修订，继续研究建立甲硫氨酸、胱氨酸、色氨酸的含量测定方法。		
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	YBZ01602003-2009Z-2019	实施日期	2019年07月24日
附件	人工虎骨粉药品标准		
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局。		
备注			



国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ01602003-2009Z-2019

人工虎骨粉

Rengong Hugufen

【性状】 本品为类白色或淡黄色粉末；气微，无味。

【鉴别】 (1) 取本品 0.1g，加水 10ml，加热至沸，放冷，滤过，取滤液 2ml 置试管中，加茛三酮试液数滴，水浴中加热数分钟，应显紫色。

(2) 在(含量测定)总氨基酸项下的色谱图中，供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

【检查】 水分 不得过 8.0% (中国药典 2015 年版通则 0832 第二法)。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法(中国药典 2015 年版通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法)测定，铅不得过 5mg/kg；镉不得过 0.3mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

【特征图谱】 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(柱长为 25cm，内径为 4.6mm，粒径 5 μ m，孔径 300 Å)，以甲醇为流动相 A，以 0.03% 三氟醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 280nm。

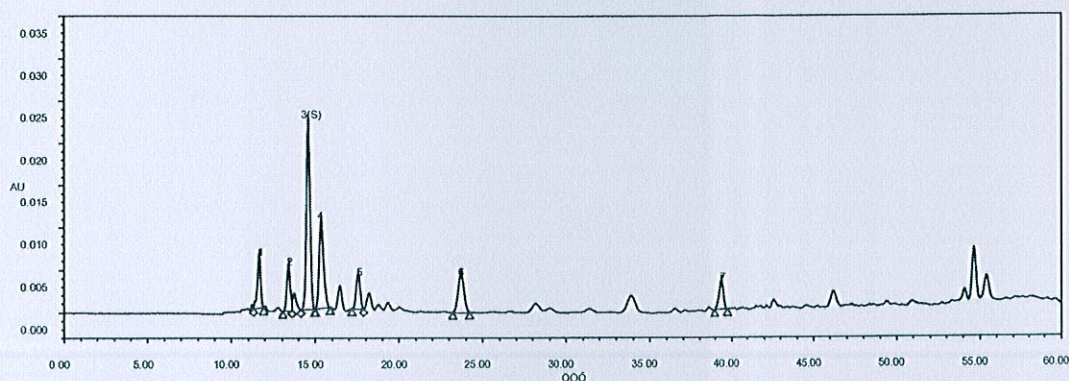
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~20	2	98
20~30	2→15	98→85
30~45	15→30	85→70
45~60	30→2	70→98

对照药材溶液的制备 取人工虎骨粉对照药材约 0.3g，加水 10ml 使溶解，水浴加热 10 分钟，放冷，离心(转速为每分钟 4000 转) 10 分钟，取上清液滤过，取续滤液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 0.3g，同法制成供试品溶液。

测定法 分别吸取对照药材溶液与供试品溶液各 20 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品特征图谱中应呈现与对照药材中的 7 个特征峰保留时间相对应的色谱峰; 其中以对照特征图谱中的 3 号峰为 S 峰, 计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 之内。规定值为: 0.82 (峰 1)、0.94 (峰 2)、1.00 (峰 S)、1.05 (峰 4)、1.19 (峰 5)、1.61 (峰 6)、2.72 (峰 7)。



对照特征图谱

【含量测定】 总氨基酸 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-乙腈-水 (20:60:20) 为流动相 A, 以 0.1mol/L 醋酸钠缓冲溶液 (用冰醋酸调节 pH 值为 6.3 ± 0.05) 为流动相 B; 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 254nm。理论板数按甘氨酸峰计算应不低于 5000。各氨基酸峰间的分离度应符合规定。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~16	3 \rightarrow 12	97 \rightarrow 88
16~19	12 \rightarrow 13	88 \rightarrow 87
19~30	13 \rightarrow 26	87 \rightarrow 74
30~40	26 \rightarrow 42	74 \rightarrow 58
40~50	42 \rightarrow 50	58 \rightarrow 50
50~50.1	50 \rightarrow 100	50 \rightarrow 0
50.1~55	100	0

对照品溶液的制备 精密称取各氨基酸对照品适量, 加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含门冬氨酸 0.075mg、谷氨酸 0.130mg、羟脯氨酸 0.125mg、丝氨酸 0.050mg、甘氨酸 0.280mg、组氨酸 0.015mg、精氨酸 0.100mg、苏氨酸 0.030mg、丙氨酸 0.100mg、脯氨酸 0.125mg、酪

氨酸 0.018mg、缬氨酸 0.030mg、异亮氨酸 0.018mg、亮氨酸 0.060mg、苯丙氨酸 0.040mg、赖氨酸 0.075mg 的混合溶液；精密量取 4ml，置 20ml 具塞试管中，加入 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯乙腈溶液（取异硫氰酸苯酯 12ml，加乙腈至 1000ml，摇匀）2.0ml，1mol/L 三乙胺乙腈溶液（取三乙胺 139ml，加乙腈至 1000ml，摇匀）1.0ml，摇匀，室温下放置 1 小时，加入正己烷 8ml 提取，静置 10 分钟，取下层溶液滤过，取续滤液，即得。

供试品溶液的制备 取本品约 0.2g，精密称定，置耐压管中，加入 6mol/L 的盐酸溶液 6ml，在 110℃ 水解 24 小时，放冷至室温，氮吹或水浴蒸干，精密加入 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 20ml 使溶解，离心（转速为每分钟 2500 转）5 分钟，精密量取上清液 5ml，置 10ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，滤过。照对照品溶液制备项下的方法，自“精密量取 4ml，置 20ml 具塞试管中”起，同法制备供试品溶液。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。
本品按干燥品计算，含各氨基酸的总量不得少于 18.0%。

总钙

标准曲线的制备 取钙单元素标准溶液（100 μ g/ml），精密量取 0ml、1ml、2ml、3ml、4ml、5ml，分别置 50ml 量瓶中，加镧试液 2ml，加水至刻度，摇匀。照原子吸收分光光度法（中国药典 2015 年版通则 0406 第一法）在 422.7nm 的波长处依法测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品约 0.1g，精密称定，置高通量微波消解管中，加硝酸 5ml、过氧化氢 1ml，置微波消解仪进行消解（按仪器规定的消解程序操作），用水转移至 100ml 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 50ml 量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加镧试液 2ml”起依法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中相当于钙的含量（ μ g/ml），计算，即得。

本品按干燥品计算，含钙（Ca）不得少于 18.0%。

总磷

对照品溶液的配制 取 110℃ 恒重的磷酸二氢钾 0.1758g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加少量水使溶解，加入 5mol/L 硫酸溶液 1ml 及三氯甲烷 5 滴，加水至刻度，摇匀。临用时取 5.0ml，置 100ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，即得（每 1ml 含磷 20.0 μ g）。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.0ml、0.1ml、0.3ml、0.5ml、0.7ml、0.9ml，分别置具塞试管中，加水至 3ml，分别精密加入定磷试剂（17%硫酸溶液（ml/ml）-2.5%钼酸钠溶液-10%抗坏血酸溶液-水（1：1：1：2）（v/v）（临用新制））3ml，摇匀，于 45℃ 水浴

中保温 10 分钟，取出冷却后，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2015 年版通则 0401），在 660nm 的波长处分别测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品约 0.1g，精密称定，置 50ml 凯氏烧瓶中，加硫酸 5ml，缓缓炽灼使炭化至无固态物时，稍放冷，加过氧化氢约 5ml，继续加热至溶液呈透明状，冷却，将溶液转移至 200ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 3ml，置 50ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀。精密量取 3ml，置具塞试管中，照标准曲线的制备项下的方法，自“精密加入定磷试剂 3ml”起依法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中相当于磷的含量（ $\mu\text{g/ml}$ ），计算，即得。

本品按干燥品计算，含磷（P）不得少于 8.0%。

【功能主治】 具有健骨作用，用于腰背疼痛，腰膝酸软，下肢痿弱，步履艰难等症状的改善。

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处。

【制剂】 金天格胶囊。