

一致。

(2)在愈创甘油醚、甘草酸含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两主峰的保留时间应与对照品溶液两主峰的保留时间一致。

【检查】 pH 值 应为 6.0~9.0(通则 0631)。

其他 除澄清度外,本品应符合口服溶液剂项下有关的规定(通则 0123)。

【含量测定】 吗啡 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.0025mol/L 庚烷磺酸钠溶液-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(5:18:18)为流动相;检测波长为 220nm。理论板数按吗啡峰计算不低于 1000,吗啡峰与相邻色谱峰的分度应符合要求。

固相萃取柱系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以测定法中相同的处理条件和洗脱条件试验。精密量取浓度为每 1ml 中含吗啡对照品 0.1mg 的 5%醋酸溶液 0.5ml,置处理后的固相萃取柱上,同法洗脱,用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀,作为系统适用性溶液。精密量取系统适用性溶液与含量测定项下的对照品溶液各 10 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按下列公式计算,系统适用性试验结果(f_s)应在 0.97~1.03 之间。

$$\text{系统适用性试验结果}(f_s) = \frac{A_x/C_x}{A_R/C_R}$$

式中 A_x 为系统适用性溶液吗啡峰面积;

A_R 为对照品溶液吗啡峰面积;

C_x 为系统适用性溶液浓度;

C_R 为对照品溶液浓度。

测定法 取固相萃取柱一支,依次用甲醇-水(3:1)15ml 与水 5ml 冲洗,再用 pH 值约为 9 的氨水溶液(取水适量,滴加氨试液至 pH 值为 9)冲洗至流出液 pH 值约为 9,待用。取本品适量,超声 10 分钟,取出,摇匀;精密量取 0.5ml,置上述固相柱上,滴加氨试液适量使柱内溶液的 pH 值约为 9(上样前另取同体积的续滤液预先调试,以确定滴加氨试液的量),摇匀,待溶剂滴尽后,用水 20ml 冲洗,用 5%醋酸溶液洗脱,用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀,精密量取 20 μ l 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取吗啡对照品,精密称定,加 5%醋酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含吗啡 0.01mg 溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

愈创甘油醚与甘草酸 照高效液相色谱法(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-0.0025mol/L 庚烷磺酸钠溶液-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(20:40:40)(用 20%氢氧化钠溶液调节 pH 值为 7.2 \pm 0.2)为流动相;检测波长为 260nm。理论板数按甘草酸峰计算不低于 2000;愈创甘油醚、甘草酸与各自相邻

色谱峰的分度均应符合要求。

测定法 取本品一瓶,超声 10 分钟,放冷,摇匀,精密量取 1ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液,精密量取 10 μ l 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取愈创甘油醚对照品及甘草酸铵对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中分别含愈创甘油醚 0.1mg、甘草酸铵 0.05mg 的混合对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。计算甘草酸含量时应乘以换算系数 0.9797。

【类别】 祛痰镇咳药。

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

复方甘草片

Fufang Gancao Pian

Compound Liquorice Tablets

本品每片中含无水吗啡($C_{17}H_{19}NO_3$)应为 0.36~0.44mg;含甘草酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)不得少于 7.3mg。

【处方】

甘草浸膏粉(中粉)	112.5g
阿片粉或罂粟果提取物粉	4g
樟脑	2g
八角茴香油	2g
苯甲酸钠(中粉)	2g
制成	1000 片

【制成】 取甘草浸膏烘干,研碎,加苯甲酸钠、阿片粉均匀混合制成颗粒后,加入用少量乙醇溶解的樟脑与八角茴香油,混匀压制成片,即得。

【性状】 本品为灰棕色片、棕色片、棕褐色片或薄膜包衣片,除去包衣后,显棕色或棕褐色;有特臭;易受潮。

【鉴别】 (1)取本品 2 片,研细,加水约 7ml 混匀,加 10% 无水碳酸钠水溶液至 pH 值约为 9,用三氯甲烷-异丙醇(3:1)提取 2 次,每次 20ml,合并提取液,用少量氨试液洗涤,再用少量水洗,然后浓缩蒸干,加甲醇 0.3ml 使溶解,作为供试品溶液;另取吗啡对照品适量,加甲醇溶解,制成每 1ml 中含 2mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(通则 0502)试验,取上述两种溶液各 10 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(35:10:5)为展开剂,展开,晾干,喷以碘化铋钾试液。供试品溶液应显与吗啡对照品溶液位置和颜色一致的斑点。

(2)在甘草酸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】 除崩解时限不检查外,应符合片剂项下有关的规定(通则 0101)。

【含量测定】 吗啡 照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-0.0025mol/L 庚烷磺酸钠水溶液-乙腈(5:5:2)为流动相;检测波长为 220nm。理论板数按吗啡峰计算不低于 1000。

固相萃取柱系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以测定法中相同的处理条件和洗脱条件试验。精密量取浓度为每 1ml 中含吗啡对照品 0.05mg 的 5%醋酸溶液 1ml,置处理后的固相萃取柱上,同法洗脱,用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀,作为系统适用性溶液。精密量取系统适用性溶液与含量测定项下的对照品溶液各 10 μ l 分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按下列公式计算,系统适用性试验结果(f_s)应在 0.97~1.03 之间。

$$\text{系统适用性试验结果}(f_s) = \frac{A_x/C_x}{A_R/C_R}$$

式中 A_x 为系统适用性溶液吗啡峰面积;

A_R 为对照品溶液吗啡峰面积;

C_x 为系统适用性溶液浓度;

C_R 为对照品溶液浓度。

测定法 取固相萃取柱 1 支,依次用甲醇-水(3:1)15ml 与水 5ml 冲洗,再用 pH 值约为 9 的氨水溶液(取水适量,滴加氨试液至 pH 值为 9)冲洗至流出液 pH 值约为 9,待用。取本品 30 片,精密称定,研细,精密称取约 10 片量,置磨口锥形瓶中,精密加水 90ml,超声 5 分钟,精密加稀盐酸(6 \rightarrow 10)10ml,摇匀,超声 20 分钟使吗啡溶解,取出,放冷,滤过;精密量取续滤液 1ml,置上述固相柱上,滴加氨试液适量使柱内溶液的 pH 值约为 9(上样前另取同体积的续滤液预先调试,以确定滴加氨试液的量),摇匀,待溶剂滴尽后,用水约 20ml 冲洗,用含 2%甲醇的 5%醋酸溶液洗脱,用 5ml 量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀,精密量取 20 μ l 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取吗啡对照品,精密称定,加含 2%甲醇的 5%醋酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含吗啡 0.01mg 的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

甘草酸 照高效液相色谱法(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 0.025mol/L 磷酸二氢钾溶液-0.0025mol/L 庚烷磺酸钠水溶液-乙腈(33:33:44)为流动相;检测波长为 250nm。理论板数按甘草酸峰计算不低于 2000,甘草酸与相邻色谱峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取约 1 片量,置 50ml 量瓶中,加甲醇-水(1:1)适量,超声 30 分钟,取出,放冷,用甲醇-水(1:1)稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,精密量取 10 μ l 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取甘草酸铵对照品,精密称定,加甲醇-水(1:1)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含甘草酸铵 0.15mg 的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,计算甘草酸含量时应乘以换

算系数 0.9797。

【类别】 祛痰镇咳药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

复方左炔诺孕酮片

Fufang Zuoquenuoyuntong Pian

Compound Levonorgestrel Tablets

本品含左炔诺孕酮($C_{21}H_{28}O_2$)与炔雌醇($C_{20}H_{24}O_2$)均应为标示量的 90.0%~115.0%。

【处方】

左炔诺孕酮	150mg
炔雌醇	30mg
制成	1000 片

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品 5 片,研细,加三氯甲烷 10ml 充分搅拌后,滤过,取滤液 2ml,加碱性三硝基苯酚溶液(取 0.6%三硝基苯酚乙醇溶液、7%氢氧化钠溶液与稀乙醇,临用前等量混合)2ml,放置 30 分钟后,溶液呈棕黄色。

(2)取本品细粉适量(约相当于左炔诺孕酮 15mg),分次加三氯甲烷约 200ml,充分搅拌后,用 G4 垂熔漏斗减压抽滤,用三氯甲烷洗涤滤渣与滤器,合并滤液,置水浴上蒸干,放冷,精密加三氯甲烷 2ml,用 1dm 的微量旋光管依法测定(通则 0621),应为左旋,并不得低于 0.18°。

(3)取本品 5 片,研细,加三氯甲烷 10ml,充分搅拌后,滤过,滤液蒸干,精密加三氯甲烷 1ml 使左炔诺孕酮与炔雌醇溶解,作为供试品溶液;另取左炔诺孕酮与炔雌醇对照品,加三氯甲烷溶解并稀释制成每 1ml 中约含左炔诺孕酮 0.75mg 与炔雌醇 0.15mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 30 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(9:1)为展开剂,展开,晾干,喷以硫酸-无水乙醇(1:1)混合液,在 105℃ 加热使显色。供试品溶液所显两个成分的主斑点的位置和颜色应与对照品溶液相应的主斑点相同。

(4)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两主峰的保留时间一致。

以上(3)、(4)两项可选做一项。

【检查】 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(通则 0941)。

溶出度 取本品,照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第二法),以 0.0005% 聚山梨酯 80 溶液 500ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 60 分钟时,取溶液 30ml,滤过,弃去初滤液 20ml,取续滤液作为供试品溶液。照高效液相色谱法(通则 0512)测定。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充