

盐酸异可利定片(征求意见稿)

Yansuan Youyikeliding Pian
Dexisolorydine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸异可利定 ($C_{20}H_{23}NO_4 \cdot HCl$) 应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1) 取本品 4 片, 研细, 加乙醇适量, 置水浴上加热使盐酸异可利定溶解, 滤过, 滤液置水浴上蒸干, 残渣照下述方法试验。

(a) 取残渣约 1mg, 加水溶解, 加三氯化铁试液 1 滴, 溶液即显红色。

(b) 取残渣约 1mg, 加硝酸 1 滴, 即显红棕色。

(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。

(3) 取本品 1 片, 研细, 加乙醇 10ml, 超声使盐酸异可利定溶解, 滤过, 取续滤液 1ml, 用乙醇稀释至 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) 测定, 在 267nm 与 304nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 取本品细粉适量 (约相当于盐酸异可利定 50mg), 置 50ml 量瓶中, 加甲醇-水 (50:50) 溶液适量, 超声使盐酸异可利定溶解, 放冷, 用甲醇-水 (50:50) 溶液稀释至刻度, 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, 用甲醇-水 (50:50) 溶液稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液; 精密量取对照溶液 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用甲醇-水 (50:50) 溶液稀释至刻度, 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 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 0.4 倍 (0.2%), 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峰面积的色谱峰忽略不计 (0.05%)。

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 第二法), 以水 500ml 为溶出介质, 转速为每分钟 50 转, 依法操作, 经 45 分钟时, 取溶液适量, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液; 另取盐酸异可利定对照品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液, 作为对照品溶液。精密量取上述两种溶液各 20 μ l, 照含量测定项下的方法测定, 计算每片的溶出量。限度为标示量的 75%, 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 (4.6mm \times 250mm, 5 μ m 或效能相当的色谱柱); 以甲醇-磷酸盐缓冲液 (取 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液, 用三乙胺调节 pH 值至 7.0 \pm 0.05) (60:40) 为流动相; 检测波长为 267nm。理论板数按异可利定

峰计算不低于 2000。

测定法 取本品 10 片，分别置乳钵中，加水适量使润湿，研细，用水分次定量转移置 100ml 量瓶中，超声使盐酸异可利定溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液，精密量取 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸异可利定对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸异可利定 0.1mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算每片的含量，并求得 10 片的平均含量，即得。

【类别】 同盐酸右异可利定。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

起草单位：湖南省食品药品检验研究院

复核单位：四川省食品药品检验所