

国家药品监督管理局

30

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2021-16

药品名称	中文名称： 骨骼风痛片 汉语拼音： Guge Fengtong Pian 英文名： ----		
剂 型	片剂	标准依据	国家药品标准
原标准号	WS-10720(ZD-0720)-2007-2012 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，经审查，同意对骨骼风痛片药品标准的修订。		
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-10720(ZD-0720)-2002-2012 Z-2021	实施日期	2021年10月06日
附 件	骨骼风痛片药品标准		
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	根据《中成药规格表述技术指导原则》，将原标准中的规格规范为“(1)糖衣片：每片心重0.30g（相当于饮片1g）（2）薄膜衣片 每片重0.31g（相当于饮片1g）”		



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS-10720(ZD-0720)-2002-2012Z-2021

骨骼风痛片

Guge Fengtong Pian

【处方】 鸡血藤 450g 穿山龙 450g 干姜 100g

【制法】 以上三味，取鸡血藤、穿山龙加水煎煮二次，第一次3小时，第二次2小时，分次滤过，合并滤液并浓缩至相对密度为1.20~1.30（25℃）的清膏，备用。取干姜粉碎成细粉，与上述清膏混合，加淀粉适量，混匀，制粒，干燥，压制成1000片，包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显棕色；味微辛辣。

【鉴别】（1）取本品20片，除去包衣，研细，加80%丙酮150ml，超声处理30分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取鸡血藤对照药材2g，加80%丙酮20ml，同法制成对照药材溶液。再取芒柄花素对照品适量，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取上述三种溶液各2~5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，使成条状，以三氯甲烷-甲醇（20：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光条斑。

（2）取本品10片，除去包衣，研细，加乙醇20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取干姜对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取上述两种溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙醚（1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以香草醛硫酸试液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品20片，除去包衣，研细，加甲醇40ml，超声处理30分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣用水40ml溶解并转移至分液漏斗中，加浓氨试液1ml，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次30ml，合并正丁醇液，用正丁醇饱和的水洗至中性，取正丁醇液回收溶剂至干，残渣加甲醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取穿山龙对照药材5g，加水50ml，煎煮1小时，滤过，放冷，滤液加浓氨试液1ml，自“用水饱和的正丁醇……”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2~5μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（2.5：4：3：0.3）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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定（中国药典2020年版通则0101）

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典2020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；以甲醇-水（88：12）为流动

相；检测波长为 203nm。理论板数按薯蓣皂苷元峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取薯蓣皂苷元对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.4mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 50 片，除去包衣，精密称定，研细，取 6g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 100ml，称定重量，超声处理（功率 150W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，加甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 50ml，回收溶剂至干，残渣加盐酸-异丙醇-水（8：22：20）混合溶液 50ml，加热回流 2.5 小时，放冷，加三氯甲烷-乙醇（5：1）混合溶液振摇提取 5 次，每次 30ml，合并提取液，回收溶剂至干，残渣加三氯甲烷 30ml 分次使溶解，依次通过中性氧化铝-活性炭柱（中性氧化铝 100~200 目，7g，活性炭 30~40 目，1.5g，混匀装柱，内径 1.5cm），加三氯甲烷 150ml 洗脱，收集洗脱液，回收溶剂至干，残渣加甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含穿山龙以薯蓣皂苷元（ $C_{27}H_{42}O_3$ ）计，不得少于 0.20mg。

【功能与主治】 祛风除湿，活血通络，散寒止痛。用于风湿痹痛。

【用法与用量】 口服，一次 4~5 片，一日 3 次。

【规格】 （1）糖衣片：每片心重 0.30g（相当于饮片 1g）

（2）薄膜衣片 每片重 0.31g（相当于饮片 1g）

【贮藏】 密封。

国家药品监督管理局

国家药品标准（修订）颁布件

批件号：ZGB2021-18

药品名称	中文名称：强腰壮骨膏 汉语拼音：Qiangyao Zhuanggu Gao 英文名：		
剂型	贴膏剂(橡胶膏剂)	标准依据	转正标准
原标准号	WS-10672(ZD-0672)-2002-2012Z	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，同意强腰壮骨膏质量标准修订。		
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-10672(ZD-0672)-2012Z-2021	实施日期	2021年10月06日
附件	强腰壮骨膏药品标准		
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食品药品审核查验中心，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

WS-10672(ZD-0672)-2012Z-2021

强腰壮骨膏

Qiangyao Zhuanggu Gao

【处方】	杜仲	500g	续断	250g	胡芦巴	100g
	木瓜	250g	牛膝	150g	三七	100g
	桂枝	100g	油松节	250g		

【制法】 以上八味，粉碎成粗粉，用 70%乙醇回流提取二次，每次 1 小时，滤过，合并滤液，回收乙醇，减压浓缩至相对密度为 1.30~1.34 (80℃) 的稠膏。另取 BC-1 型医用压敏胶粘剂与乙酸乙酯按 (2:1) (g/g) 混匀制成基质。将上述稠膏与基质按 (1:2) (g/g) 搅拌均匀、滤过，制成涂料，进行涂膏，干燥，分切，盖衬，切片，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的片状贴膏剂；气芳香。

【鉴别】 (1) 取本品 2 片，除去盖衬，剪成条状，加 70%乙醇 50ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取续断对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0502) 试验，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水 (15:40:22:10) 10℃ 以下放置 12 小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 110℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

(2) 取本品 2 片，除去盖衬，剪碎，加甲醇 50ml，加热回流 60 分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加水 20ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤 2 次，每次 30ml，弃去氨液，再用正丁醇饱和的水 50ml 洗涤，弃去水液，正丁醇液回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷 Rg₁ 对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0502) 试验，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水 (13:7:2) 10℃ 以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 110℃ 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。

(3) 取本品 2 片，除去盖衬，剪碎，置具塞锥形瓶中，加乙醇 50ml，超声处理 30 分钟，过滤，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取木瓜对照药材 1g，加乙醇 10ml，超声处理 30 分钟，过滤，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0502) 试验，吸取上述两种溶液各 3~5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-丙酮-甲酸 (6:1.5:1:0.1) 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，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的橙黄色荧光主斑点。

【检查】 含膏量 取供试品 2 片（每片切取 35cm²），用乙醚作溶剂，依法（中国药典 2020 年版通则 0122 第一法）检查，每 100cm² 含膏量不得少于 0.50g。

黏附性 取本品 3 片，照贴膏剂黏附力测定法（中国药典 2020 年版通则 0952 第二法）测定，取供试品固定于试验板表面，沿供试品长度方向加载 1000g 砝码，1 小时后取出，测量供试品在试验板上的位移值，即得。

本品平均位移值不得大于 6.0mm。（以贴膏上下边缘滑动距离总和计）

其他 应符合贴膏剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0122）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 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；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 203nm。理论板数按人参皂苷 Rg₁ 峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	19→20	81→80
25~60	20→40	80→60

对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rg₁ 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 中含 0.10mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 5 片，除去盖衬，精密称定，全部剪成约 1cm² 大小的小碎片，混合均匀，取其中相当于 100cm² 膏药的碎片，精密称定，置圆底烧瓶中，加入甲醇 100ml，回流提取 120 分钟，滤过，用甲醇 20ml 洗涤容器及滤器，合并滤液与洗液，回收溶剂至干，残渣加热水 20ml 分次使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 4 次，每次 20ml，合并正丁醇液，用氨试液 30ml（含饱和氯化钠溶液 0.5~1ml）洗涤，弃去碱液，再用正丁醇饱和的水 30ml（含饱和氯化钠溶液 0.5~1ml）洗涤，弃去水液，正丁醇液回收溶剂至干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 100cm² 含三七以人参皂苷 Rg₁（C₄₂H₇₂O₁₄）计，不得少于 0.26mg。

【功能与主治】 壮腰固肾，温经通络。用于肾虚腰痛、腰肌劳损以及陈旧性软组织损伤。

【用法与用量】 贴患处，一次 1 片，隔日 1 次。

【注意】 （1）皮肤破损者，勿直接贴用；

（2）敷贴处若有发红或瘙痒，则暂停使用，待其自行消失后，方可续用；

（3）孕妇慎用。

【规格】 每片（1）7cm×10cm （2）8cm×12cm （3）12cm×16cm

【贮藏】 密闭，置阴凉处。

国家药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号:XGB2021-022

药品名称	药品通用名称: 阿达帕林 汉语拼音名: Adapalin 英文名称: Adapalene
剂型	-----
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定阿达帕林国家药品标准。 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药品监督管理局“关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告(2020年第80号)”执行。
标准编号	WS ₁ -XG-012-2021
实施日期	2021年10月06日
附件	阿达帕林药品标准
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食品药品审核查验中心, 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。



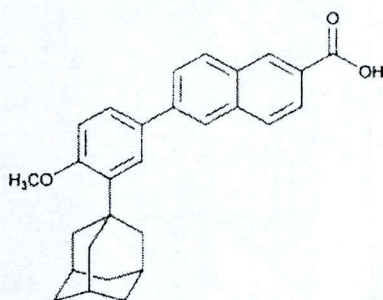
国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-XG-012-2021

阿达帕林

Adapalin
Adapalene



$C_{28}H_{28}O_3$ 412.52

本品为 6-[3-(1-金刚烷基)-4-甲氧基苯基]-2-萘甲酸，按干燥品计算，含 $C_{28}H_{28}O_3$ 应为 98.0%~102.0%。

【性状】本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在四氢呋喃中略溶，在水和乙醇中几乎不溶。

【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一致（中国药典 2020 年版四部通则 0402）。

【检查】有关物质 I 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品约 10mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加四氢呋喃 1ml 使溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。

对照溶液 精密称取杂质 I 对照品与杂质 II 对照品各适量，加四氢呋喃适量使溶解，用流动相定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.2mg 的溶液，再分别精密量取上述溶液与供试品溶液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含阿达帕林、杂质 I 和杂质 II 各 0.2 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取阿达帕林、杂质 I 对照品与杂质 II 对照品各适量，加四氢呋喃适量使溶解，用流动相定量稀释制成每 1ml 中各约含 20 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取供试品溶液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含阿达帕林 0.04 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-四氢呋喃-三氟乙酸-水（42:32:0.02:26）为流动相，检测波长为 235nm；进样体积为 20 μ l。

系统适用性试验 系统适用性溶液色谱图中，出峰顺序为杂质 I 峰、阿达帕林峰与杂质 II 峰。理论板数按阿达帕林峰计算不低于 3000。灵敏度溶液色谱图中，阿达帕林峰的信噪比应不小于 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，记录色谱图至阿达帕林峰保留时间的 2.5 倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有与杂质 I 峰和杂质 II 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 与杂质 II 均不得过 0.1%，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中阿达帕林峰面积的 3 倍（0.3%），超过对照溶液阿达帕林峰面积的杂质峰不得超过 1 个，其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中阿达帕林峰面积的 3 倍（0.3%）。小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

有关物质 II 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

溶剂 乙腈-四氢呋喃-水（37:20:43）

供试品溶液 取本品约 20mg，置 10ml 量瓶中，加四氢呋喃 5ml 使溶解，用溶剂稀释至刻度，摇匀。

对照溶液 精密量取供试品溶液 1ml，置 10ml 量瓶中，用四氢呋喃稀释至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用溶剂稀释至刻度，摇匀。

系统适用性溶液 精密称取杂质 III 对照品、杂质 IV 对照品与杂质 V 对照品各约 2.4mg，置 20ml 量瓶中，加四氢呋喃使溶解并稀释至刻度，摇匀，取 2ml，置 20ml 量瓶中，加四氢呋喃 4ml，用溶剂稀释至刻度，摇匀，取上述溶液与供试品溶液各 2ml，置同一 20ml 量瓶中，用溶剂稀释至刻度，摇匀。

色谱条件 用苯基硅烷键合硅胶为填充剂（依利特，4.6mm×250mm，5 μ m 或效能相当的色谱柱）；以冰醋酸-水（0.1:100）为流动相 A，乙腈-四氢呋喃（65:35）为流动相 B，按下表进行梯度洗脱，检测波长为 270nm；进样体积为 25 μ l。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	50	50
2.5	50	50
40	28	72
42	28	72
42.1	50	50
50	50	50

系统适用性试验 系统适用性溶液色谱图中，阿达帕林峰的保留时间约为 18 分钟，杂质 III 峰、杂质 IV 峰和杂质 V 峰的相对保留时间分别约为 0.3、0.8 和 2.1，杂质 IV 峰与阿达帕林峰之间的分离度应不小于 4.5，杂质 IV 峰的信噪比应不小于 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 供试品溶液色谱图中如有与杂质 III 峰、杂质 IV 峰和杂质 V 峰保留时间一致的色谱峰，杂质 III 峰面积乘以校正因子 0.7 后不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍（0.3%），杂质 IV 峰面积乘以校正因子 7 后不得大于对照溶液的主峰面积（0.1%），杂质 V 峰面积乘以校正因子 1.4 后不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍（0.2%）；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积（0.1%）；各杂质峰面积（杂质 III 峰、杂质 IV 峰和杂质 V 峰经校正后）的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍（0.5%），小于对照溶液主峰面积 0.5 倍的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法（中国药典 2020 年版四部通则 0861）测定，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 2020 年版四部通则 0831）。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(中国药典 2020 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 2020 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】照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版四部通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品约 20mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加四氢呋喃 5ml 使溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取阿达帕林对照品适量, 精密称定, 加四氢呋喃适量使溶解, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 20 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-四氢呋喃-三氟乙酸-水(42:32:0.02:26)为流动相, 检测波长为 270nm。进样体积为 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按阿达帕林峰计算不低于 3000。

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。

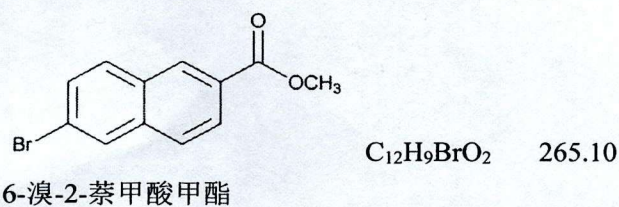
【类别】 皮肤科用药。

【制剂】 阿达帕林凝胶

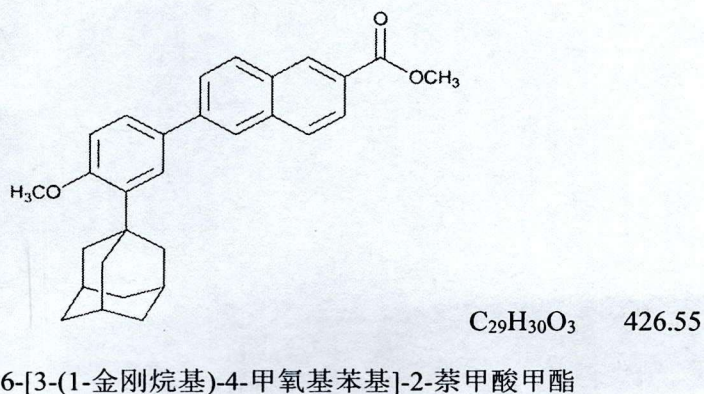
【贮藏】 密封保存。

附:

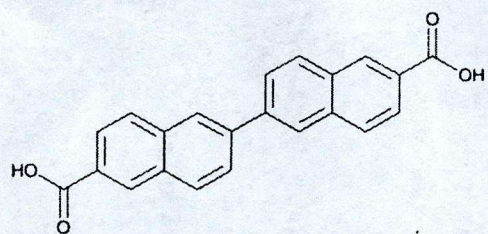
杂质 I



杂质 II



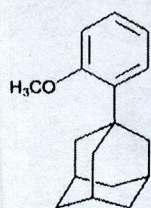
杂质 III



$C_{22}H_{14}O_4$ 342.34

2,2'-联萘-6,6'-二甲酸

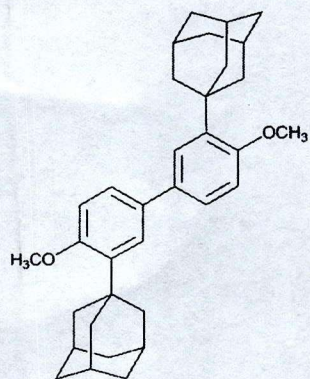
杂质 IV



$C_{17}H_{20}O$ 242.36

2-(1-金刚烷基)甲氧基苯

杂质 V



$C_{34}H_{42}O_2$ 482.70

4,4'-二甲氧基-3,3'-二(1-金刚烷基)联苯

国家药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号: XGB2021-024

药品名称	药品通用名称: 枸橼酸西地那非 汉语拼音名: Juyuansuan Xidinafei 英文名称: Sildenafil Citrate
剂型	----
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定枸橼酸西地那非国家药品标准。 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药品监督管理局“关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告(2020年第80号)”执行。
标准编号	WS ₁ -XG-014-2021
实施日期	2021年10月06日
附件	枸橼酸西地那非药品标准
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食品药品审核查验中心, 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。



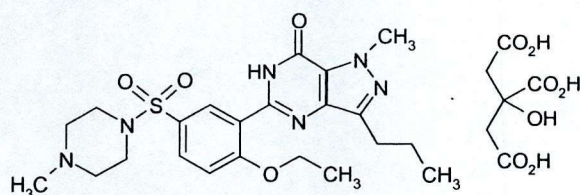
国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-XG-014-2021

枸橼酸西地那非

Juyuansuan Xidinafei
Sildenafil Citrate



$C_{22}H_{30}N_6O_4S \cdot C_6H_8O_7$ 666.70

本品为 1-[[3-(6,7-二氢-1-甲基-7-氧代-3-丙基-1H-吡唑并[4,3-d]嘧啶-5-基)-4-乙氧苯基]磺酰基]-4-甲基哌嗪枸橼酸盐。按无水物计算，含 $C_{22}H_{30}N_6O_4S \cdot C_6H_8O_7$ 不得少于 98.5%。

【生产要求】应对生产工艺进行评估以确定形成遗传毒性杂质磺酸烷基酯的可能性。必要时，应采用适宜的分析方法对产品进行分析，以确认磺酸烷基酯含量符合我国药品监管部门相关指导原则或 ICH M7 指导原则的要求。

【性状】本品为白色或类白色结晶性粉末，略有引湿性。

本品在甲醇或水中微溶，在乙醇中极微溶解，在正己烷中几乎不溶。

吸收系数 取本品，加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含枸橼酸西地那非 20μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则 0401），在 292nm 的波长处测定吸光度，吸收系数（ $E_{1cm}^{1\%}$ ）为 195~210。

【鉴别】（1）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集 990 图）一致。

（2）本品显枸橼酸盐鉴别（2）的反应（中国药典 2020 年版四部通则 0301）。

【检查】酸度 取本品 20mg，加水 20ml 溶解，依法测定（中国药典 2020 年版四部通则 0631），pH 值应为 3.0~4.5。

有关物质 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

溶剂 乙腈-流动相 A（10:90）

供试品溶液 取本品适量，加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含枸橼酸西地那非 0.5mg 的溶液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量，用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含枸橼酸西地那非 0.5μg 的溶液。

系统适用性溶液 取杂质 I 对照品与枸橼酸西地那非各适量，加溶剂溶解并稀释制成每 1ml 中约含杂质 I 10μg 与枸橼酸西地那非 25μg 的混合溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量，用溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含枸橼酸西地那非 0.25μg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以磷酸盐缓冲液（pH6.5）（取磷酸二氢钾 2.72g，加水 900ml 溶解，用 2mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.5，加水稀释至 1000ml）-乙腈（80:20）为

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

流动相 A，以上述磷酸盐缓冲液（pH6.5）-甲醇-乙腈（20:20:60）为流动相 B，按下表进行线性梯度洗脱；流速为每分钟 1.5ml；柱温为 40℃；检测波长为 230nm；进样体积为 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液的色谱图中，西地那非峰的保留时间约为 17 分钟，西地那非峰与杂质 I 峰之间的分离度应不小于 5.0。灵敏度溶液的色谱图中，主成分峰高的信噪比应不小于 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，除枸橼酸峰（相对保留时间约为 0.08）外，如有杂质峰，杂质 I 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍（0.15%），其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积（0.1%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍（0.5%）。小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	75	25
3	75	25
26	30	70
38	30	70
38.1	75	25
45	75	25

残留溶剂 照残留溶剂测定法（中国药典 2020 年版四部通则 0861）测定，应符合规定。

水分 取本品，照水分测定法（中国药典 2020 年版四部通则 0832 第一法 1）测定，含水分不得过 2.5%。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（中国药典 2020 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 2020 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】取本品 0.25g，精密称定，加冰醋酸-醋酐（1:2）30ml 溶解后，照电位滴定法（中国药典 2020 年版四部通则 0701），用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于 33.335mg 的 C₂₂H₃₀N₆O₄S·C₆H₈O₇。

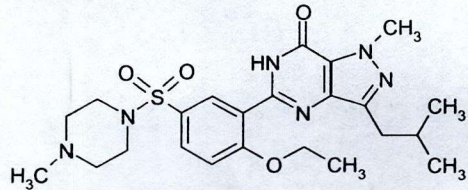
【类别】血管扩张药，勃起功能障碍用药。

【贮藏】遮光，密封保存。

【制剂】枸橼酸西地那非片

附：

杂质 I



C₂₃H₃₂N₆O₄S 488.61

5-[2-乙氧基-5-[(4-甲基哌嗪-1-基)磺酰基]苯基]-1-甲基-3-(2-甲基丙基)-1,6-二氢-7H-吡唑并[4,3-d]嘧啶-7-酮

国家药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号: XGB2021-025

药品名称	药品通用名称: 氨甲环酸氯化钠注射液 汉语拼音名: Anjiahuansuan Lühuana Zhusheye 英文名称: Tranexamic Acid and Sodium Chloride Injection
剂型	注射剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定氨甲环酸氯化钠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药品监督管理局“关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告(2020年第80号)”执行。
标准编号	WS ₁ -XG-015-2021
实施日期	2021年10月06日
附件	氨甲环酸氯化钠注射液药品标准
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食品药品审核查验中心, 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-015-2021

氨甲环酸氯化钠注射液

Anjiahuansuan Lūhuana Zhushuye

Tranexamic Acid and Sodium Chloride Injection

本品为氨甲环酸与氯化钠的灭菌水溶液。含氨甲环酸($C_8H_{13}NO_2$)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10ml, 浓缩至约5ml, 加茚三酮约10mg, 加热, 渐显蓝紫色。

(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) 本品显钠盐鉴别(1)与氯化物鉴别(1)的反应(中国药典2020年版四部通则0301)。

【检查】 pH值 应为6.0~7.5(中国药典2020年版四部通则0631)。

有关物质 照高效液相色谱法(中国药典2020年版四部通则0512)测定。

供试品溶液 取本品, 加水稀释制成每1ml中约含氨甲环酸5mg的溶液。

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 取氨甲环酸与氨甲苯酸, 加水溶解并稀释制成每1ml中约含氨甲环酸0.2mg与氨甲苯酸2 μ g的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以0.23%十二烷基硫酸钠溶液(取磷酸二氢钠18.3g, 加水800ml溶解, 加三乙胺8.3ml混匀后, 再加入十二烷基硫酸钠2.3g, 振摇使溶解, 用磷酸调节pH值至2.5, 加水至1000ml, 摇匀)-甲醇(60:40)为流动相; 检测波长为220nm; 进样体积40 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 氨甲环酸峰保留时间约为13分钟, 氨甲环酸峰与氨甲苯酸峰的分离度应大于5.0。灵敏度溶液色谱图中, 主成分色谱峰的信噪比应不小于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, 记录色谱图至主峰保留时间的3倍。

限度 供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 相对保留时间约1.2的环烯烃杂质峰面积乘以校正因子0.005后, 不得大于对照溶液主峰面积的0.2倍(0.1%); 氨甲苯酸峰面积乘以校正因子0.006后, 不得大于对照溶液主峰面积的0.2倍(0.1%); 相对保留时间约1.5的Z-异构体峰面积乘以校正因子1.2后, 不得大于对照溶液主峰面积0.4倍(0.2%); 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.2倍(0.1%); 环烯烃、氨甲苯酸、Z-异构体峰面积分别乘以校正因

子后与其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

重金属 取本品 40ml, 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 2020 年版四部通则 0821 第一法), 含重金属不得过千万分之五。

渗透压摩尔浓度 取本品, 依法测定(中国药典 2020 年版四部通则 0632), 渗透压摩尔浓度应为 260~310mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品, 依法检查(中国药典 2020 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 2020 年版四部通则 0102)。

【含量测定】 氨甲环酸 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版四部通则 0512)测定。

供试品溶液 精密量取本品适量(约相当于氨甲环酸 0.1g), 置 50ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

对照品溶液 取氨甲环酸对照品, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 2mg 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。

氯化钠 精密量取本品 15ml, 加水 40ml, 加糊精溶液(1→50) 5ml 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】 止血药。

【规格】 (1) 100ml: 氨甲环酸 0.5g 与氯化钠 0.84g; (2) 100ml: 氨甲环酸 0.5g 与氯化钠 0.85g; (3) 100ml: 氨甲环酸 1.0g 与氯化钠 0.68g; (4) 100ml: 氨甲环酸 1g 与氯化钠 0.7g;

【贮藏】 避光, 密闭保存。

国家药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号:XGB2021-026

药品名称	药品通用名称: 盐酸格拉司琼口崩片 汉语拼音名: Yansuan Gelasiqiong Koubengpian 英文名: Granisetron Hydrochloride Orally Disintegrating Tablets
剂型	口崩片
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 制定盐酸格拉司琼口崩片国家药品标准。 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药品监督管理局“关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告(2020年第80号)”执行。
标准编号	WS ₁ -XG-016-2021
实施日期	2021年10月06日
附件	盐酸格拉司琼口崩片药品标准
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食品药品审核查验中心, 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	曾用名: 盐酸格拉司琼口腔崩解片 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, 自实施之日起执行本标准。



国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-XG-016-2021

盐酸格拉司琼口崩片

Yansuan Gelasiqiong Koubengpian

Granisetron Hydrochloride Orally Disintegrating Tablets

本品含盐酸格拉司琼按格拉司琼 ($C_{18}H_{24}N_4O$) 计, 应为标示量的 90.0%~110.0%。本品在口腔内迅速崩解, 无砂砾感, 口感良好。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【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)取本品细粉适量, 加 0.1mol/L 盐酸溶液使盐酸格拉司琼溶解并稀释制成每 1ml 中约含格拉司琼 10 μ g 的溶液, 滤过, 照紫外-可见分光光度法 (中国药典 2020 年版四部通则 0401) 测定, 在 302nm 的波长处有最大吸收。

(3)取本品细粉适量, 加水振摇, 滤过, 滤液显氯化物鉴别(1)的反应 (中国药典 2020 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 2020 年版四部通则 0512) 测定。

供试品溶液 取本品细粉适量, 加流动相使盐酸格拉司琼溶解并稀释制成每 1ml 中约含格拉司琼 0.5mg 的溶液, 滤过, 取续滤液。

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 中约含格拉司琼 5 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取盐酸格拉司琼适量, 加溶剂 (取磷酸 0.16ml 加水至 80ml, 加乙腈 20ml, 混匀, 加己胺 0.1ml, 用三乙胺调 pH 值至 7.5) 溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液, 取适量, 置试管中, 密塞, 在强光下照射 4 小时。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含格拉司琼 0.25 μ g 的溶液。

色谱条件 用氰基硅烷键合硅胶为填充剂; 以含 0.25% (ml/ml) 三乙胺的 0.05mol/L 醋酸钠溶液 (用冰醋酸调节 pH 值至 6.0) - 甲醇 (50:50) 为流动相; 检测波长为 302nm; 进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 系统适用性溶液色谱图中, 格拉司琼峰前应产生明显的光降解产物峰, 格拉司琼峰与光降解产物峰的分离度应符合要求。灵敏度溶液色谱图中, 主成分峰高的信噪比应不小于 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%)。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 取本品 1 片,置 25ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使盐酸格拉司琼溶解后,加流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法,依法测定,应符合规定(中国药典 2020 年版四部通则 0941)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(中国药典 2020 年版四部通则 0101)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版四部通则 0512)测定。

供试品溶液 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量,加流动相使盐酸格拉司琼溶解,并定量稀释制成每 1ml 中约含格拉司琼 80 μ g 的溶液。

对照品溶液 取盐酸格拉司琼对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 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,并将结果乘以 0.8955。

【类别】 抗肿瘤辅助药。

【规格】 1mg (按 $C_{18}H_{24}N_4O$ 计)

【贮藏】 遮光,密封保存

曾用名 盐酸格拉司琼口腔崩解片

36

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2021-030

药品名称	药品通用名称： 氨甲苯酸 汉语拼音名： Anjiabensuan 英 文 名： Aminomethylbenzoic Acid
剂 型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订氨甲苯酸国家药品标准。 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药品监督管理局“关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告（2020年第80号）”执行。
标准编号	WS ₁ -（YH-001）-1995-2021
实施日期	2021年10月06日
附 件	氨甲苯酸药品标准
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食品药品审核查验中心，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。



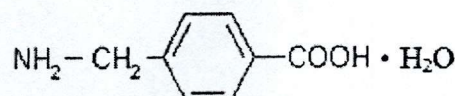
国家药品监督管理局

国家药品标准

WS₁- (YH-001) -1995-2021

氨甲苯酸

Anjiabensuan
Aminomethylbenzoic Acid



$C_8H_9NO_2 \cdot H_2O$ 169.18

本品为对氨甲基苯甲酸一水合物。按干燥品计算，含 $C_8H_9NO_2$ 不得少于 98.0%。

【性状】本品为白色或类白色的鳞片状结晶或结晶性粉末；无臭，味微苦。

本品在沸水中溶解，在水中略溶，在乙醇、三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

【鉴别】（1）取本品的饱和水溶液 2ml，加茚三酮试液 5 滴，加热，即显蓝紫色。

（2）取本品，加水制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则 0401）测定，在 227nm 的波长处有最大吸收。

（3）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集 410 图）一致。

【检查】溶液的澄清度与颜色 取本品 0.10g，加水 10ml，加热使溶解，放冷后，溶液应澄清无色（中国药典 2020 年版四部通则 0902 第一法与通则 0901 第一法）。

氯化物 取本品 0.25g，加水 25ml，加热使溶解，放冷，依法检查（中国药典 2020 年版四部通则 0801），与标准氯化钠溶液 7.5ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.03%）。

有关物质 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.4mg 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 中约含 0.4 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取氨甲苯酸和杂质 I 对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含氨甲苯酸与杂质 I 分别为 0.4mg 和 10 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲液（取磷酸氢二钠 11.0g，辛烷磺酸钠 1.0g，加水 800ml 使溶解，用磷酸调节 pH 值至 2.5，加水至 900ml，摇匀）-乙腈（85：15）为流动相；柱温 40℃；检测波长为 230nm；进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 调节流动相比例，使系统适用性溶液色谱图中氨甲苯酸峰保留时间约为 8 分钟，理论板数按氨甲苯酸峰计算不低于 5000，氨甲苯酸峰与杂质 I 峰之间的分离度应不小

于 5.0；灵敏度溶液色谱图中，主成分峰高的信噪比应不小于 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，记录色谱图至主峰保留时间的 6 倍。

限度 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的主峰面积（0.1%）；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍（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（0.025%）。

残留溶剂 照残留溶剂测定法（中国药典 2020 年版四部通则 0861）测定，应符合规定。

干燥失重 取本品约 0.5g，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 11.0%（中国药典 2020 年版四部通则 0831）。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（中国药典 2020 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 2020 年版四部通则 0821 第二法），含重金属不得过百万分之十。

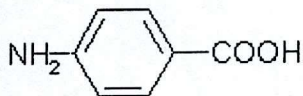
【含量测定】 取本品约 0.3g，精密称定，加水 30ml，加热使溶解，放冷，加甲醛溶液 20ml，照电位滴定法（中国药典 2020 年版四部通则 0701），用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于 15.12mg 的 $C_7H_7NO_2$ 。

【类别】 止血药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 （1）氨甲苯酸注射液 （2）注射用氨甲苯酸

附：杂质 I



$C_7H_7NO_2$ 137.14

对氨基苯甲酸

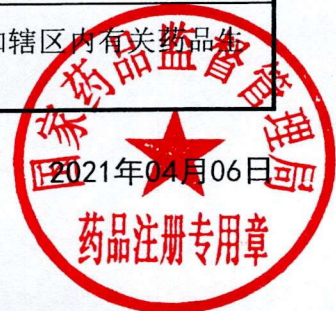
37

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号: XGB2021-031

药品名称	药品通用名称: 注射用氨甲苯酸 汉语拼音名: Zhushheyong Anjiabensuan 英文名: Aminomethylbenzoic Acid for Injection
剂型	注射剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定, 修订注射用氨甲苯酸国家药品标准。 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药品监督管理局“关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告(2020年第80号)”执行。
标准编号	WS ₁ -XG-001-2020-2021
实施日期	2021年10月06日
附件	注射用氨甲苯酸药品标准
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食品药品审核查验中心, 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-001-2020-2021

注射用氨甲苯酸

Zhusheyong Anjiabensuan
Aminomethylbenzoic Acid for Injection

本品为氨甲苯酸的无菌冻干品。按平均装量计算，含氨甲苯酸（ $C_8H_9NO_2 \cdot H_2O$ ）应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的疏松块状物。

【鉴别】（1）取本品适量（约相当于氨甲苯酸 60mg），加水 2ml 使溶解，加茚三酮试液 5 滴，加热，即显蓝紫色。

（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）取本品适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含氨甲苯酸 10 μ g 的溶液，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则 0401）测定，在 227nm 的波长处有最大吸收。

【检查】**酸度** 取本品，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含氨甲苯酸 10mg 的溶液，依法测定（中国药典 2020 年版四部通则 0631），pH 值应为 2.0~3.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含氨甲苯酸 10mg 的溶液，溶液应澄清无色（中国药典 2020 年版四部通则 0902 第一法与通则 0901 第一法）。

有关物质 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含氨甲苯酸 0.4mg 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 中含氨甲苯酸 0.4 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 取氨甲苯酸和杂质 I 对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含氨甲苯酸与杂质 I 分别为 0.4mg 和 10 μ g 的溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中含氨甲苯酸 0.1 μ g 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲液（取磷酸氢二钠 11.0g，辛酸磺酸钠 1.0g，加水 800ml 使溶解，用磷酸调节 pH 值至 2.5，加水至 900ml，摇匀）-乙腈（85:15）为流动相；柱温 40℃；检测波长为 230nm；进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 调节流动相比比例，使系统适用性溶液色谱图中氨甲苯酸峰保留时间约为 8 分钟，理论板数按氨甲苯酸峰计算不低于 5000，氨甲苯酸峰与杂质 I 峰之间的分离度应不小

于 5.0；灵敏度溶液色谱图中，主成分峰高的信噪比应不小于 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，记录色谱图至主峰保留时间的 6 倍。

限度 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的主峰面积（0.1%）；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍（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（0.025%）。

水分 取本品适量，照水分测定法（中国药典 2020 年版四部通则 0832 第一法 1）测定，含水分不得过 7.0%。

细菌内毒素 取本品，依法检查（中国药典 2020 年版四部通则 1143），每 1mg 氨甲苯酸中含内毒素的量应小于 0.50EU。

无菌 取本品，加 0.9% 无菌氯化钠溶液适量使溶解后，经薄膜过滤法处理，以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查（中国药典 2020 年版四部通则 1101），应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版四部通则 0102）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 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，精密称取适量，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含氨甲苯酸 40μg 的溶液。

对照品溶液 取氨甲苯酸对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液。

系统适用性溶液、色谱条件、系统适用性要求 除灵敏度要求外，见有关物质项下。

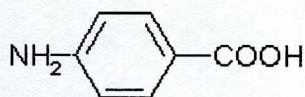
测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同氨甲苯酸。

【规格】 （1）25mg （2）50mg （3）100mg

【贮藏】 密闭保存。

附：杂质 I



对氨基苯甲酸

$C_7H_7NO_2$ 137.14

国家药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2021-032

药品名称	药品通用名称：枸橼酸西地那非片 汉语拼音名：Juyuansuan Xidinafei Pian 英文名：Sildenafil Citrate Tablets
剂型	片剂
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订枸橼酸西地那非片国家药品标准。 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药品监督管理局“关于实施2020年版《中华人民共和国药典》有关事宜的公告（2020年第80号）”执行。
标准编号	WS ₁ -(X-010)-2010Z-2021
实施日期	2021年10月06日
附件	枸橼酸西地那非片药品标准
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食品药品审核查验中心，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-010)-2010Z-2021

枸橼酸西地那非片

Juyuansuan Xidinafei Pian
Sildenafil Citrate Tablets

本品含枸橼酸西地那非按西地那非($C_{22}H_{30}N_6O_4S$)计算,应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】(1)照薄层色谱法(中国药典2020年版四部通则0502)试验。

溶剂 甲醇-水-氨水(75:25:1)

供试品溶液 取含量测定项下的细粉适量(约相当于西地那非50mg),加溶剂100ml,振摇,超声处理10分钟使枸橼酸西地那非溶解,离心,取上清液。

对照品溶液 取枸橼酸西地那非对照品适量,加溶剂溶解并制成每1ml中约含西地那非0.5mg的溶液。

色谱条件 采用硅胶GF₂₅₄薄层板,以正己烷-乙醇-氨水(30:70:1)为展开剂,展开缸预先用展开剂饱和至少20分钟。

测定法 吸取上述两种溶液各5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,在碘蒸气中显色5分钟,置紫外灯(254nm)下检视。

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的主斑点一致。

(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)本品显枸橼酸盐鉴别(2)的反应(中国药典2020年版四部通则0301)。

以上(1)、(2)项可选做一项。

【检查】有关物质 照高效液相色谱法(中国药典2020年版四部通则0512)测定。

溶剂 乙腈-流动相A(10:90)

供试品溶液 取本品细粉适量(约相当于西地那非25mg),精密称定,置50ml量瓶中,加溶剂适量,超声使枸橼酸西地那非溶解,放冷,用溶剂稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照溶液 精密量取供试品溶液适量,用溶剂定量稀释制成每1ml中约含西地那非1 μ g的溶液。

系统适用性溶液 取杂质I对照品与枸橼酸西地那非各适量,加溶剂溶解并稀释制成每1ml中约含杂质I 10 μ g与枸橼酸西地那非25 μ g的混合溶液。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量,用溶剂定量稀释制成每1ml中约含西地那非0.25 μ g的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以磷酸盐缓冲液(pH6.5)(取磷酸二氢钾2.72g,

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

加水 900ml 溶解，用 2mol/L 氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.5，加水稀释至 1000ml) -乙腈 (80:20) 为流动相 A，以上述磷酸盐缓冲液 (pH6.5) -甲醇-乙腈 (20:20:60) 为流动相 B，按下表进行线性梯度洗脱；流速为每分钟 1.5ml；柱温为 40℃；检测波长为 230nm；进样体积为 10μl。

系统适用性要求 系统适用性溶液的色谱图中，西地那非峰的保留时间约为 17 分钟，西地那非峰与杂质 I 峰之间的分离度应不小于 5.0。灵敏度溶液的色谱图中，主成分峰高的信噪比应不小于 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，除枸橼酸峰（相对保留时间约 0.08）外，如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.2%），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%）。小于灵敏度溶液主峰面积的色谱峰忽略不计。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	75	25
3	75	25
26	30	70
38	30	70
38.1	75	25
45	75	25

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 2020 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 2020 年版四部通则 0931 第一法）测定。

溶出条件 以 0.01mol/L 盐酸溶液 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，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含西地那非 28μg 的溶液。

对照品溶液 取枸橼酸西地那非对照品适量，精密称定，加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含西地那非 28μg 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（中国药典 2020 年版四部通则 0401），在 290nm 的波长处测定吸光度，计算每片的溶出量。

限度 标示量的 80%，应符合规定。

水分 取本品细粉，照水分测定法（中国药典 2020 年版四部通则 0832 第一法 1）测定，含水分不得过 6.0%。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版四部通则 0101）。

【含量测定】照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

溶剂 乙腈-磷酸盐缓冲液 (pH6.5)（取磷酸二氢钾 2.72g，加水 900ml，用 2mol/L 的氢氧化钾溶液调节 pH 值至 6.5，加水稀释至 1000ml）(30:70)。

供试品溶液 取本品 10 片，分别置 200ml 量瓶中（规格 0.1g），或置 100 ml 量瓶中（规格 50mg），或置 50 ml 量瓶中（规格 25mg），加溶剂适量，振摇使崩解，超声处理使枸橼酸西地那非溶解，放冷，用溶剂稀释至刻度，摇匀，离心，精密量取上清液 2ml，置 50ml 量瓶中，用溶剂稀释至刻度，摇匀，

对照品溶液 取枸橼酸西地那非对照品适量，精密称定，加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中含西地那非 20 μ g 的溶液。

系统适用性溶液 分别取枸橼酸西地那非与杂质 I 对照品各适量，加溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含枸橼酸西地那非 25 μ g 和杂质 I 10 μ g 的混合溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以上述磷酸盐缓冲液(pH6.5)-甲醇-乙腈(40:20:40)为流动相；流速为每分钟 1.0ml；检测波长为 290 nm。进样体积为 10 μ l。

系统适用性要求 西地那非峰与杂质 I 峰的分离度应不小于 3.0，理论板数按西地那非峰计算不低于 8000。

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。

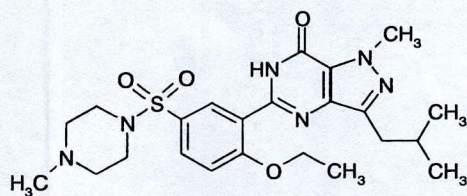
【类别】血管扩张药，勃起功能障碍用药。

【规格】按 $C_{22}H_{30}N_6O_4S$ 计 (1) 25mg (2) 50mg (3) 100mg

【贮藏】遮光，密封保存。

附：

杂质 I



$C_{23}H_{32}N_6O_4S$ 488.61

5-[2-乙氧基-5-[(4-甲基哌嗪-1-基)磺酰基]苯基]-1-甲基-3-(2-甲基丙基)-1,6-二氢-7H-吡唑并[4,3-d]嘧啶-7-酮