

均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录 I B)。

【含量测定】 精密量取本品适量,照硫酸依替米星项下方法测定,即得。

【类别】 同硫酸依替米星。

【规格】 按 $C_{21}H_{43}N_5O_7$ 计算 (1)1ml: 50mg
(2)2ml: 100mg (3)4ml: 200mg

【贮藏】 密闭保存。

注射用硫酸依替米星

Zhusheyong Liusuan Yitimixing

Etimicin Sulfate for Injection

本品为硫酸依替米星的无菌冻干粉。按平均装量计算,含依替米星($C_{21}H_{43}N_5O_7$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末或疏松块状物。

【鉴别】 照硫酸依替米星项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品 5 瓶,按标示量分别加水制成每 1ml 中含 25mg 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(附录 IX B)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 2 号标准比色液(附录 IX A 第一法)比较,均不得更深。

酸度、有关物质、水分、细菌内毒素与无菌 照硫酸依替米星项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录 I B)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,照硫酸依替米星项下的方法测定,即得。

【类别】 同硫酸依替米星。

【规格】 按 $C_{21}H_{43}N_5O_7$ 计算 (1)50mg (2)100mg
(3)150mg (4)200mg (5)300mg

【贮藏】 密闭,在凉暗干燥处保存。

硫酸鱼精蛋白

Liusuan Yujingdanbai

Protamine Sulfate

本品系自适宜的鱼类新鲜成熟精子中提取的一种碱性蛋白质的硫酸盐。按干燥品计算,每 1mg 所中和的肝素抗血凝作用不得少于 100 单位。

【制法要求】 本品应从检疫合格的新鲜鱼类精子中提取,生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》要求。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末;水溶液对石蕊试纸显酸性反应。

本品在水中略溶,在乙醇或乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量制成每 1ml 中含约 10mg 的溶液,依法测定(附录 VI E),比旋度为 -65° 至 -85° 。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,加水 1ml,微温溶解后,加 10% 氢氧化钠溶液 1 滴及硫酸铜试液 2 滴,上清液显紫红色。

(2)取本品约 1mg,加水 2ml 溶解后,加 0.1% α -萘酚的 70% 乙醇溶液与次氯酸钠试液各 5 滴,再加氢氧化钠试液使溶液成碱性,即显粉红色。

(3)本品的水溶液显硫酸盐的鉴别反应(附录 III)。

【检查】 氮 取本品适量,照氮测定法(附录 VII D 第二法)测定,按干燥品计算,含氮量应为 21.0%~25.0%。

硫酸盐 取本品 0.15g,精密称定,置烧杯中,加水 15ml 和稀盐酸 5ml,加热至沸,缓缓加入 10% 氯化钡溶液 10ml,加盖,置水浴上加热 1 小时,滤过,沉淀用热水洗涤数次,在 600℃ 灼灼至恒重,精密称定;所得残渣重量与 0.4117 相乘,即为硫酸盐的重量。按干燥品计算,含硫酸盐应为 16%~24%。

干燥失重 取本品,在 105℃ 干燥 3 小时,减失重量不得过 5.0%(附录 VIII L)。

汞 取本品 2.0g,置 250ml 回流瓶中,加硫酸 10ml 和硝酸 10ml 混匀后,置水浴上加热回流 1 小时,放冷后加少量水,置水浴上敞口加热,直至无硝酸蒸气升起,放冷后转移至 200ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。取供试品溶液 50ml 置 125ml 分液漏斗中,加 20% 盐酸羟胺溶液 5ml 和水 30ml,用双硫脲滴定液(精密称取双硫脲 50mg,置 100ml 量瓶中,加三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。临用前,精密量取贮备液 2.5ml,置 100ml 量瓶中,加四氯化碳稀释至刻度,摇匀,即得双硫脲滴定液,保存于冷暗处)滴定,每次加入滴定液后,振摇 10 秒钟,静置分层,弃去四氯化碳层,继续滴定,直至双硫脲滴定液在 4 分钟内的绿色不变,即为终点。精密量取标准汞溶液(精密称取置硫酸干燥器中干燥至恒重的氯化高汞 0.135g,置 100ml 量瓶中,加 0.5mol/L 硫酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,即为标准汞贮备液。临用前,精密量取标准汞贮备液 1ml,置 200ml 量瓶中,用 0.5mol/L 硫酸溶液稀释至刻度,摇匀,即为每 1ml 相当于 5 μ g Hg 的标准汞溶液)1ml,置 125ml 分液漏斗中,加硫酸 2ml,加水 80ml 和 20% 盐酸羟胺溶液 5ml,用双硫脲滴定液滴定,同法操作。供试品溶液消耗的双硫脲滴定液体积不得超过标准汞溶液消耗的双硫脲滴定液体积(0.001%)。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(附录 VIII H 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液溶解并制成每 1ml 中含 1mg 的溶液,依法检查(附录 XI C),按静脉注射法给药,应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录 XI E),每 1mg 硫酸鱼精蛋白中含内毒素的量应小于 6.0EU。

【效价测定】 照硫酸鱼精蛋白生物测定法(附录 XII J)测

定,应符合规定,测得的结果应为标示量的90%~110%。

【类别】 抗肝素药。

【贮藏】 密封,在凉暗处保存。

【制剂】 硫酸鱼精蛋白注射液

硫酸鱼精蛋白注射液

Liusuan Yujingdanbai Zhushuye

Protamine Sulfate Injection

本品为硫酸鱼精蛋白加氯化钠使成等渗的无菌水溶液。按每1mg硫酸鱼精蛋白中和肝素100单位计算,其效价应为标示量的90%~115%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 取本品,照硫酸鱼精蛋白项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 pH值 应为2.5~3.5(附录VI H)。

吸光度 取本品,照紫外-可见分光光度法(附录IV A),在260~280nm的波长范围内测定吸光度,不得大于0.1。

旋光度 精密量取本品适量,用0.5mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含8mg的溶液,依法测定(附录VI E),旋光度应为-0.52°至-0.68°。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法测定(附录IX G),渗透压摩尔浓度应为270~320mOsmol/kg。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液制成每1ml中含1mg的溶液,依法检查(附录XI C),按静脉注射法给药,应符合规定。

过敏反应 取本品,用氯化钠注射液制成每1ml中含2.5mg的溶液,依法检查(附录XI K),应符合规定。

细菌内毒素 照硫酸鱼精蛋白项下的方法检查,应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录I B)。

【效价测定】 照硫酸鱼精蛋白生物测定法(附录XII J)测定,即得。

【类别】 同硫酸鱼精蛋白。

【规格】 (1)5ml:50mg (2)10ml:100mg

【贮藏】 密闭,在凉暗处保存。

硫酸卷曲霉素

Liusuan Juanquemeisu

Capreomycin Sulfate

本品按干燥品计算,每1mg的效价不得少于830卷曲霉素单位。

【性状】 本品为白色或类白色粉末;无臭;有引湿性。

本品在水中易溶,在乙醇、三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

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10mg的溶液,依法测定(附录VI E),比旋度为-26°至-36°。

【鉴别】 (1)取本品与卷曲霉素标准品适量,分别加水溶解制成每1ml中含20mg的溶液,作为供试品溶液与标准品溶液。照薄层色谱法(附录V B)试验,吸取上述两种溶液各3 μ l,分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上,以10%醋酸铵溶液-10%氢氧化铵溶液-丙酮(9:1:10)为展开剂,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。供试品溶液所显的两个主斑点的位置和颜色应与标准品溶液两个主斑点的位置和颜色相同。

(2)取本品与卷曲霉素标准品,分别加水制成每1ml中含0.12mg的溶液,照卷曲霉素I项下的方法试验,供试品溶液主峰的保留时间应与标准品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品,加盐酸溶液(9→1000)制成每1ml中含20 μ g的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录IV A)测定,在269nm的波长处有最大吸收。

(4)本品的水溶液显硫酸盐的鉴别反应(附录III)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 酸碱度 取本品,加水制成每1ml中含30mg的溶液,依法测定(附录VI H),pH值应为5.0~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品5份,各0.6g,分别加水5ml,溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与2号浊度标准液(附录IX B)比较,均不得更浓;如显色,与黄色5号标准比色液(附录IX A第一法)比较,均不得更深。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得超过6.0%(附录VIII L)。

炽灼残渣 不得过3.0%(附录VIII N)。

可见异物 取本品5份,加微粒检查用水溶解,依法检查(附录IX H),应符合规定。

不溶性微粒 取本品3份,用微粒检查用水溶解,依法检查(附录IX C),每1g样品中,含10 μ m以上的微粒不得过6000粒,含25 μ m以上的微粒不得过600粒。

卷曲霉素I 照高效液相色谱法(附录V D)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0.016mol/L己烷磺酸钠溶液-甲醇-乙腈-冰醋酸(60:25:25:2)为流动相;检测波长为254nm。理论板数按卷曲霉素I峰计算不低于1000,卷曲霉素II峰对卷曲霉素I峰的相对保留时间约0.6~0.7,卷曲霉素I峰和卷曲霉素II峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品适量,精密称定,加水溶解并稀释制成每1ml中含0.12mg的溶液,取10 μ l注入液相色谱仪,记录色谱图;按峰面积归一法计算,含卷曲霉素I不得低于卷曲霉素I与卷曲霉素II之和的90.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录XI E),每1mg卷曲霉素中含内毒素的量应小于0.30EU。

无菌 取本品,用适宜溶液溶解后,转移至不少于500ml的0.9%无菌氯化钠溶液中,用薄膜过滤法处理后,依法检查