

量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀;精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀,同法测定,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(通则 0101)。

【含量测定】 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于吲达帕胺 5mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,充分振摇使吲达帕胺溶解,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 242nm 的波长处测定吸光度;另取吲达帕胺对照品适量,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液,同法测定,计算,即得。

【类别】 同吲达帕胺。

【规格】 2.5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

吲达帕胺胶囊

Yindapa'an Jiaonang

Indapamide Capsules

本品含吲达帕胺($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于吲达帕胺 100mg),加丙酮 40ml 研磨,滤过,滤液置水浴上蒸干,取残渣适量,加水 3ml,振摇,加过氧化氢试液 0.5ml,振摇,缓缓加热至近沸,放冷,滤过,滤液加三氯化铁试液 3 滴,摇匀,加氢氧化钠试液 1~2 滴,即产生棕红色沉淀。

(2)取鉴别(1)项下残渣适量,加氢氧化钠溶液(0.4→100)约 1~2ml,制成饱和溶液,滤过,滤液加硫酸铜试液 1 滴,即产生土黄色或棕色沉淀。

(3)取有关物质项下的供试品溶液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取吲达帕胺对照品适量,加流动相适量,置热水浴中振摇溶解后,用流动相稀释制成每 1ml 中约含 50 μ g 的溶液作为对照品溶液,照有关物质项下的色谱条件,取供试品溶液与对照品溶液各 20 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,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】 有关物质 取含量测定项下的细粉适量,加流动相适量,置热水浴中振摇使吲达帕胺溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中约含吲达帕胺 0.5mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含吲达帕胺 5 μ g 的溶液,作为对照溶液。照吲达帕胺有关物质项下的方法测定。供试品溶液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(1.0%)。

供试品溶液色谱图中小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的色谱峰忽略不计。

含量均匀度 取本品 1 粒,倾出内容物置乳钵中,研磨,用乙醇分次转移至 100ml 量瓶中,囊壳用少量乙醇冲洗,洗液并入量瓶中,振摇,使吲达帕胺溶解,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,照含量测定项下的方法测定含量,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 第一法),以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时,取溶液 10ml,滤过,取续滤液,按含量测定项下的方法测定吸光度;另精密称取吲达帕胺对照品约 10mg,置 200ml 量瓶中,加乙醇 10ml 使溶解,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,同法测定,计算出每粒的溶出量。限度为标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【含量测定】 取本品 20 粒的内容物,精密称定,计算平均装量,取内容物研细,混匀,精密称取适量(约相当于吲达帕胺 5mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,充分振摇使吲达帕胺溶解,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 242nm 的波长处测定吸光度;另精密称取吲达帕胺对照品适量,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液,同法测定,计算,即得。

【类别】 同吲达帕胺。

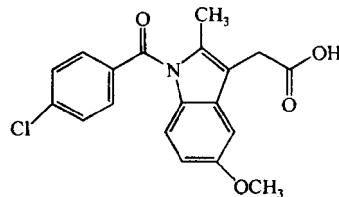
【规格】 2.5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

吲哚美辛

Yinduomeixin

Indometacin



$C_{19}H_{16}ClNO_4$ 357.79

本品为 2-甲基-1-(4-氯苯甲酰基)-5-甲氧基-1H-吲哚-3-乙酸。按干燥品计算,含 $C_{19}H_{16}ClNO_4$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为类白色至微黄色结晶性粉末;几乎无臭。

本品在丙酮中溶解,在甲醇、乙醇、三氯甲烷或乙醚中略溶,在甲苯中极微溶解,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 158~162℃。

吸收系数 取本品 50mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加

甲醇 50ml, 振摇使溶解, 用磷酸盐缓冲液(pH 7.2)稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5ml, 置 100ml 量瓶中, 加磷酸盐缓冲液(pH 7.2)-甲醇(1:1)溶液稀释至刻度, 摇匀。照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 320nm 的波长处测定吸光度, 吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)为 185~200。

【鉴别】(1)取本品约 10mg, 加水 10ml 与 20%氢氧化钠溶液 2 滴使溶解; 取溶液 1ml, 加 0.03%重铬酸钾溶液 0.3ml, 加热至沸, 放冷, 加硫酸 2~3 滴, 置水浴上缓缓加热, 应显紫色; 另取溶液 1ml, 加 0.1%亚硝酸钠溶液 0.3ml, 加热至沸, 放冷, 加盐酸 0.5ml, 应显绿色, 放置后, 渐变黄色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 193 图)一致。

【检查】氯化物 取本品 0.30g, 加水 25ml, 强力振摇 3 分钟, 滤过, 取滤液依法检查(通则 0801), 与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓(0.02%)。

有关物质 取本品约 50mg, 置 100ml 量瓶中, 加甲醇适量, 振摇使溶解, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 取 5ml, 置 25ml 量瓶中, 用 50%甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液; 精密量取 1ml, 置 200ml 量瓶中, 用 50%甲醇溶液稀释至刻度, 作为对照溶液。照高效液相色谱法(通则 0512)试验。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以 0.1mol/L 冰醋酸溶液-乙腈(50:50)为流动相; 检测波长为 228nm。理论板数按吲哚美辛峰计算不低于 2000, 吲哚美辛峰与相邻杂质峰的分度度应符合要求。精密量取对照溶液与供试品溶液各 50 μ l, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至供试品溶液主峰保留时间的 3 倍。供试品溶液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%)。

干燥失重 取本品, 在 105℃干燥至恒重, 减失重量不得过 0.5%(通则 0831)。

炽灼残渣 取本品 1.0g, 依法检查(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(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 0.5g, 精密称定, 加乙醇 30ml, 微温使溶解, 放冷, 加水 20ml, 加酚酞指示液 7~8 滴, 迅速用氢氧化钠滴定液(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 35.78mg 的 $\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClNO}_4$ 。

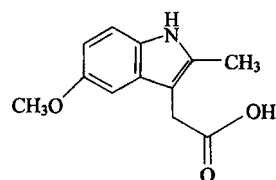
【类别】解热镇痛、非甾体抗炎药。

【贮藏】遮光, 密封保存。

【制剂】(1)吲哚美辛肠溶片 (2)吲哚美辛乳膏 (3)吲哚美辛贴片 (4)吲哚美辛栓 (5)吲哚美辛胶囊 (6)吲哚美辛搽剂 (7)吲哚美辛缓释片 (8)吲哚美辛缓释胶囊

附:

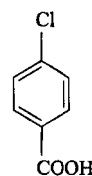
杂质 I



$\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{NO}_3$ 219.24

2-甲基-5-甲氧基-1H-吲哚-3-乙酸

杂质 II



$\text{C}_7\text{H}_5\text{ClO}_2$ 156.57

4-氯苯甲酸

吲哚美辛肠溶片

Yinduomeixin Changrongpian

Indometacin Enteric-coated Tablets

本品含吲哚美辛($\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClNO}_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】本品为肠溶包衣片, 除去包衣后显白色。

【鉴别】(1)取本品, 除去包衣后, 研细, 取适量(约相当于吲哚美辛 10mg), 加水 10ml, 振摇浸透后, 加 20%氢氧化钠溶液 2 滴, 振摇使吲哚美辛溶解, 滤过, 取滤液, 照吲哚美辛项下的鉴别(1)项试验, 显相同的反应。

(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。

【检查】有关物质 取含量测定项下的细粉适量(约相当于吲哚美辛 50mg), 置 100ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声使吲哚美辛溶解, 放冷, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 2ml, 置 10ml 量瓶中, 用 50%甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液; 精密量取供试品溶液 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用 50%甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液。照吲哚美辛有关物质项下的方法测定, 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%), 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%)。

溶出度 取本品, 照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法方法 2), 以 0.1mol/L 盐酸溶液 1000ml 为溶出介质, 转速为每分钟 100 转, 依法操作, 经 2 小时, 立即将转篮升

出液面,供试片均不得有裂缝或崩解等现象。随即将转篮浸入磷酸盐缓冲液(pH 6.8)1000ml 的溶出介质中,转速不变,继续依法操作,经 45 分钟时,取溶液滤过,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 320nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{19}H_{16}ClNO_4$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 196 计算每片的溶出量。限度为标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(通则 0101)。

【含量测定】 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-0.1mol/L 冰醋酸溶液(50:50)为流动相;检测波长为 228nm;理论板数按吲哚美辛峰计算不低于 2000,吲哚美辛峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 取本品 10 片,除去包衣后,精密标定,研细,精密称取细粉适量(约相当于吲哚美辛 50mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使吲哚美辛溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2ml,置 10ml 量瓶中,用 50% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,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;另取吲哚美辛对照品约 25mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 10ml 量瓶中,用 50% 甲醇溶液稀释至刻度,摇匀,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同吲哚美辛。

【规格】 25mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

吲哚美辛乳膏

Yinduomeixin Rugao

Indometacin Cream

本品含吲哚美辛($C_{19}H_{16}ClNO_4$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为淡黄色乳膏。

【鉴别】 取本品约 2.5g,加环己烷 50ml 与甲醇 25ml,振摇提取,静置分层,取下层甲醇溶液照下述方法试验。

(1)取甲醇溶液 1ml,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 3~4 滴,加 0.03% 重铬酸钾溶液 0.5ml,加热至沸,放冷,加硫酸 4~5 滴,置水浴上缓缓加热,显紫色。

(2)取甲醇溶液 1ml,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 3~4 滴,加 0.1% 亚硝酸钠溶液 0.5ml,加热至沸,放冷,加盐酸 0.5ml,应显绿色,放置后渐变为黄色。

(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。

【检查】 应符合乳膏剂项下有关的各项规定(通则 0109)。

【含量测定】 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 0.1mol/L 冰醋酸溶液-乙腈(50:50)为流动相;检测波长为 228nm;理论板数按吲哚美辛峰计算不低于 2000,吲哚美辛峰与相邻杂质峰的分度应符合要求。

测定法 取本品适量(约相当于吲哚美辛 10mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声使吲哚美辛溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,置冰浴中放置 1 小时,滤过,取续滤液放冷,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;另取吲哚美辛对照品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同吲哚美辛。

【规格】 10g:100mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉处保存。

吲哚美辛贴片

Yinduomeixin Tiepian

Indometacin Patches

本品含吲哚美辛($C_{19}H_{16}ClNO_4$)应为标示量的 80.0%~120.0%。

【性状】 本品为无色透明片状聚丙烯酸酯贴片。

【鉴别】 取含量测定项下的浸渍液 40ml(约相当于吲哚美辛 10mg),置水浴上蒸干,残渣加水 10ml 与 20% 氢氧化钠溶液 2 滴,搅拌使吲哚美辛溶解,滤过,滤液做以下试验。

(1)取滤液 1ml,加 0.03% 重铬酸钾溶液 0.3ml,加热至沸,放冷,加硫酸 2~3 滴,置水浴上缓缓加热,应显紫色。

(2)取滤液 1ml,加 0.1% 亚硝酸钠溶液 0.3ml,加热至沸,放冷,加盐酸 0.5ml,应显绿色,放置后,渐变黄色。

【检查】 含量均匀度 取本品 1 片,剪成小条,除去保护层,置干燥的具塞锥形瓶中,精密加甲醇 50ml,照含量测定项下的方法,自“避光放置”起,依法测定含量,限度为 $\pm 20\%$,应符合规定(通则 0941)。

其他 除释放度外,应符合贴片剂项下有关的各项规定(通则 0121)。

【含量测定】 取本品 5 片,分别剪成小条,除去保护层,置干燥的具塞锥形瓶中,精密加甲醇 250ml,避光放置,浸渍 2 小时后,摇匀,精密量取浸渍液 5ml,置 50ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 320nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{19}H_{16}ClNO_4$ 的吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 179 计算,即得。

【类别】 同吲哚美辛。

【规格】 7.2cm $\times$ 7.2cm,含吲哚美辛 12.5mg

【贮藏】 密封,在干燥处保存。