

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(通则 0103)。

【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;以醋酸铵/醋酸铜溶液(取醋酸铵 50g 和醋酸铜 0.2g,加水溶解并稀释至 1000ml,用冰醋酸调节 pH 值至 5.0)-甲醇(88:12)为流动相;检测波长为 270nm;柱温为 40℃。取对照品溶液 10 μ l 注入液相色谱仪,记录色谱图,乙胺丁醇峰拖尾因子应小于 1.6。

测定法 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于盐酸乙胺丁醇 0.25g),置 100ml 量瓶中,加水超声使盐酸乙胺丁醇溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,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;另精密称取盐酸乙胺丁醇对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.25mg 的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 抗结核病药。

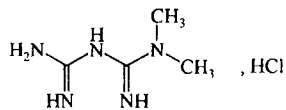
【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

盐酸二甲双胍

Yansuan Erjiashuanggua

Metformin Hydrochloride



$C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ 165.63

本品为 1,1-二甲基双胍盐酸盐。按干燥品计算,含 $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在水中易溶,在甲醇中溶解,在乙醇中微溶,在三氯甲烷或乙醚中不溶。

熔点 本品的熔点(通则 0612)为 220~225℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 233nm 的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1\%}^{1cm}$)为 778~818。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg,加水 10ml 溶解后,加 10% 亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10% 氢氧化钠溶液(等体积混合,放置 20 分钟使用)10ml,3 分钟内溶液呈红色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 631 图)一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(通则 0301)。

【检查】 有关物质 取本品,精密称定,加流动相溶解并

定量稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;另取双胍胺对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液,作为对照品溶液。照高效液相色谱法(通则 0512)试验,用磺胺基阳离子交换键合硅胶为填充剂,以 1.7% 磷酸二氢铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相,检测波长为 218nm。取盐酸二甲双胍与三聚氰胺,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸二甲双胍 0.25mg 与三聚氰胺 0.1mg 的溶液,取 1ml,用流动相稀释至 50ml,摇匀,取 10 μ l 注入液相色谱仪,记录色谱图,二甲双胍峰与三聚氰胺峰的分离度应大于 10.0。精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至二甲双胍峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液色谱图中双胍胺峰保留时间一致的峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.02%,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%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(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 不得过 0.1%(通则 0841)。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(通则 0821 第一法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 60mg,精密称定,加无水甲酸 4ml 使溶解,加醋酐 50ml,充分混匀,照电位滴定法(通则 0701),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 8.282mg 的 $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ 。

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)盐酸二甲双胍片 (2)盐酸二甲双胍肠溶片 (3)盐酸二甲双胍肠溶胶囊 (4)盐酸二甲双胍胶囊

盐酸二甲双胍片

Yansuan Erjiashuanggua Pian

Metformin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为糖衣或薄膜衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml 使盐酸二甲双胍溶解,滤过,照盐酸二甲双胍项下鉴别(1)、(3)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光

度法(通则 0401)测定,在 233nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 溶出度 取本品,照溶出度与释放度测定法(通则 0931 第一法),以水 1000ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时,取溶液适量,滤过,弃去初滤液 10ml,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含 5 μ g 的溶液,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 70%,应符合规定。

有关物质 取本品细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍 500mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声 15 分钟使盐酸二甲双胍溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,取续滤液作为供试品溶液;照盐酸二甲双胍有关物质项下的方法测定。供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液色谱图中双胍峰保留时间一致的峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸二甲双胍标示量的 0.02%,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%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.2 倍(0.6%)。

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(约相当于盐酸二甲双胍 100mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,超声 15 分钟使盐酸二甲双胍溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液 20ml,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 μ g 的溶液,作为供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 233nm 的波长处测定吸光度;另取盐酸二甲双胍对照品,精密称定,加水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】 同盐酸二甲双胍。

【规格】 0.25g

【贮藏】 密封保存。

盐酸二甲双胍肠溶片

Yansuan Erjiashuanggua Changrongpian

Metformin Hydrochloride Enteric-coated

Tablets

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为肠溶衣片,除去包衣后显白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml 使盐酸二甲双胍溶解,滤过,照盐酸二甲双胍项下鉴别(1)、(3)项试验,显相同的反应。

(2)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401)测定,在 233nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 取本品细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍 500mg),精密称定,置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声 15 分钟使盐酸二甲双胍溶解,用流动相稀释至刻度,摇

匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;照盐酸二甲双胍有关物质项下的方法测定,记录色谱图至盐酸二甲双胍峰保留时间的 4 倍。供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液色谱图中双胍峰保留时间一致的峰,按外标法以峰面积计算,不得过盐酸二甲双胍标示量的 0.02%,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%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.2 倍(0.6%)。

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 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 2 小时时,取溶液 20ml 滤过,弃去初滤液 10ml,取续滤液作为供试品溶液(1);立即将转篮升起液面,随即将转篮浸入磷酸盐缓冲液(pH 6.8)(取 0.1mol/L 盐酸溶液与 0.2mol/L 磷酸钠溶液,按 3:1 混合均匀,必要时用 2mol/L 盐酸溶液或 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.8 \pm 0.05)900ml 的溶出介质中,转速不变,继续依法操作,经 45 分钟时,取溶液 20ml 滤过,弃去初滤液 10ml,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 μ g 的溶液,作为供试品溶液(2);另取盐酸二甲双胍对照品,精密称定,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 28 μ g 的溶液,作为对照品溶液(1);取含量测定项下的对照品溶液作为对照品溶液(2)。取供试品溶液(1)、(2)与对照品溶液(1)、(2),照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 233nm 的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。酸中溶出量的限度为标示量的 5%,缓冲液中溶出量的限度为标示量的 85%,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(约相当于盐酸二甲双胍 100mg),置 100ml 量瓶中,加水 75ml,充分振摇 15 分钟,使盐酸二甲双胍溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液 20ml,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸二甲双胍 5 μ g 的溶液,作为供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(通则 0401),在 233nm 的波长处测定吸光度;另取盐酸二甲双胍对照品,精密称定,加水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】 同盐酸二甲双胍。

【规格】 (1)0.25g (2)0.5g (3)0.85g

【贮藏】 密封保存。

盐酸二甲双胍肠溶胶囊

Yansuan Erjiashuanggua Changrongjiaonang

Metformin Hydrochloride

Enteric Capsules

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%~105.0%。