

盐酸多西环素子宫注入剂

Yansuan Duoxihuansu Zigong Zhuruji
Doxycycline Hyclate Intrauterine Infusion

本品含盐酸多西环素按多西环素 ($C_{22}H_{24}N_2O_8$) 计算, 应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为黄色油状混悬液, 具有樟脑的芳香特臭。

【鉴别】 (1) 取本品 6g, 置蒸馏瓶中, 加水 50ml, 硫酸 0.5ml, 摇匀, 缓缓加热, 收集馏出液约 40ml, 在馏出液中加入三氯甲烷 5ml, 振摇提取, 分取三氯甲烷液作为供试品溶液; 另取樟脑对照品, 加三氯甲烷制成每 1ml 中含 25mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法 (附录 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 15 μ l, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯 (9:2) 为展开剂, 展开, 晾干, 喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液, 在 105℃ 加热至斑点出现, 立即检视。供试品溶液所显樟脑主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点的位置和颜色相同。

(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) 取本品约 2g, 置离心管中, 加石油醚 (沸程 90~120℃) 10ml, 振摇, 离心, 弃去上清液, 挥干, 取沉淀适量, 加水溶解, 溶液显氯化物鉴别 (1) 的反应 (附录 0301)。

【检查】 粒度 取本品, 照粒度和粒度分布测定法 (附录 0982 第一法) 检查, 应不得检出 50 μ m 及以上的粒子。

无菌 取本品, 挤出内容物, 混匀, 取 2ml, 置无菌的分液漏斗中, 加灭菌肉豆蔻异丙酯 200ml, 充分振摇, 再加入 0.1% 无菌蛋白胨溶液 100ml, 振摇, 萃取, 静置, 取水层用薄膜过滤法处理后, 用 pH7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液为冲洗液, 依法检查 (附录 1101), 应符合规定。

有关物质 取本品, 置离心管中, 加石油醚 (沸程 90~120℃) 10ml, 振摇, 离心, 弃去上清液, 挥干, 加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含多西环素 0.2mg 的溶液, 作为供试品溶液; 精密量取适量, 用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含多西环素 4 μ g 的溶液, 作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件, 精密量取供试品溶液及对照溶液各 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 2 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 美他环素与 β -多西环素峰面积均不得大于对照溶液主峰面积 (2.0%), 其他单个杂峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍 (1.0%), 各杂峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍 (4.0%)。

其他 应符合乳房注入剂项下有关的各项规定 (附录 0116)。

【含量测定】 照高效液相色谱法 (附录 0512) 测定。

色谱条件及系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (pH 值适用范围应大于 8.9); 以 0.05mol/L 草酸铵溶液: N,N-二甲基甲酰胺: 0.02mol/L 磷酸二氢铵溶液 (65:-

~~30: 5)~~ 用氨试液调节 pH 值至 8.0 ± 0.2 醋酸盐缓冲液 (0.25mol/L 醋酸铵溶液-0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠-三乙胺(100:10:1) , 用冰醋酸或氨水调节 pH 值至 8.8) -乙腈 ((85:15)) 为流动相; 柱温为 35℃; 检测波长为 280nm。称取土霉素对照品、美他环素对照品、 β -多西环素对照品及多西环素对照品各适量, 加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中分别约含 80 μ g 土霉素、美他环素、 β -多西环素 0.1mg 与多西环素 0.2mg 的混合溶液, 进样测试。理论版数按多西环素峰计算不低于 1500, 多西环素峰和 β -多西环素峰的分离度应符合要求。取 20 μ l 注入液相色谱仪, 记录色谱图。多西环素与 β -多西环素峰的分离度应大于 4.0, 多西环素与杂质 F 峰 (相对保留时间约为 1.1) 间的分离度应符合要求。

测定法 取本品适量 (约相当于多西环素 40mg-50mg), 精密称定, 置离心管中, 加石油醚 (沸程 90~120℃) 10ml-12.5ml, 振摇 1 分钟, 离心 5 分钟 (4000 转/分钟), 弃去上清液, 挥干, 加 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含多西环素 0.8mg-1mg 的溶液, 摇匀。精密量取 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 20 μ l 注入液相色谱仪, 记录色谱图; 另取多西环素对照品适量, 用 0.01mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中含多西环素 0.08mg-0.1mg 的溶液, 摇匀, 同法测定。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{22}H_{24}N_2O_8$ 的含量。

【规格】 按 $C_{22}H_{24}N_2O_8$ 计算 24g: 2g

【贮藏】 密闭, 干燥处保存。