

国家食品药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号: XGB2011-141

药品名称	药品通用名称: 双氯芬酸钠肠溶缓释胶囊 汉语拼音: Shuanglüfensuanna Changrong Huanshi Jiaonang 英文名: Diclofenac Sodium Enteric-coated Sustained Release Capsules
实施规定	为保证临床应用安全有效、质量可控, 现制订双氯芬酸钠肠溶缓释胶囊的质量标准。本标准自实施之日起执行, 其他有关事宜参照国家食品药品监督管理局“关于实施《中国药典》2010年版有关事宜的公告(2010年第43号)”执行。
标准编号	WS ₁ -XG-030-2011
实施日期	2012年2月29日
附件	双氯芬酸钠肠溶缓释胶囊药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市药监局及药检所
抄送单位	国家药典委员会, 中国食品药品检定研究院, 国家食品药品监督管理局药品审评中心。
备注	



国家食品药品监督管理局

国家药品标准

WS₁-XG-030-2011

双氯芬酸钠肠溶缓释胶囊

Shuanglüfensuanna Changrong Huanshi Jiaonang

Diclofenac Sodium Enteric-coated Sustained Release Capsules

本品含双氯芬酸钠($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】本品胶囊剂,内容物为白色或类白色或微黄色球形小丸。

【鉴别】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双氯芬酸钠对照品主峰的保留时间一致。

【检查】有关物质 取含量测定项下的内容物细粉适量(约相当于双氯芬酸钠0.1g),精密称定,置100ml量瓶中,加甲醇适量,超声处理10分钟使双氯芬酸钠溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液作为供试品溶液;另取邻苯二甲酸二乙酯5mg,置200ml量瓶中,加甲醇使溶解,精密加入供试品溶液1ml,用甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(中国药典2010年版二部附录VD)测定。用十八烷基硅烷化键合硅胶为填充剂,以甲醇-4%冰醋酸溶液(65:35)为流动相;检测波长为254nm。取双氯芬酸钠对照品适量,用水制成每1ml中约含1mg的溶液,取适量,置石英吸收池中,在紫外光灯(254nm)下照射15分钟,取20 μ l,注入液相色谱仪,记录色谱图,在与双氯芬酸钠峰相对保留时间约0.8处出现一杂质峰,杂质峰和双氯芬酸钠峰之间的分离度应不小于6.0,理论板数按双氯芬酸钠峰计算应不低于5000。取对照溶液20 μ l,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使双氯芬酸钠峰高约为满量程的20%;再精密量取供试品溶液、对照溶液各20 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主峰保留时间的2倍,在供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,除邻苯二甲酸二乙酯峰及其之前的色谱峰外,如有相对保留时间1.2~1.3(杂质III)的峰,其峰面积乘以0.5后不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和(杂质III按校正后的峰面积计算)不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

释放度 取本品,照释放度测定法(中国药典2010年版二部附录XD第一法),采用溶出度第二法装置,先以0.1mol/L盐酸溶液900ml为介质,转速为每分钟100转,依法操作,经2小时时,取溶液10ml,滤过,取续滤液作为供试品溶液(1);另取样品,以磷酸盐缓冲液(pH6.8)[取磷酸氢二钠($Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$)55.269g,枸橼酸4.767g,加水溶解并稀释至1000ml,用2mol/L的氢氧化钠溶液或2mol/L的盐酸溶液调节pH值至6.8]900ml为释放介质,转速为每分钟100转,依法操作,在1小时、2小时和4小时时分别取溶液10ml,滤过,并即时补充相同温度相同体积的释放介质,精密量取续滤液2ml,置10ml量瓶中,用释放介质稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液(2);另取双氯芬酸钠对照品10mg,精密称定,置50ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,作为对照品贮备溶液,精密量取对照品贮备溶液10ml,置200ml量瓶中,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,作为供试品溶液(1)

国家食品药品监督管理局

发布

国家药典委员会

审定

的对照品溶液；另精密量取对照品贮备溶液 2ml，置 25ml 量瓶中，用释放介质稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液（2）的对照品溶液。取上述 4 种溶液，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2010 年版二部附录 IV A），在 276nm 的波长处分别测定吸光度，计算出每粒不同时间的释放量。本品酸中释放量限度应不大于标示量的 10%；每粒在 1 小时、2 小时和 4 小时的释放量应分别相应为标示量的 40%~65%、65%~80% 和 70% 以上，均应符合规定。

其它 应符合胶囊剂项下的有关的各项规定（中国药典 2010 年版二部附录 I E）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2010 年版二部附录 VD）测定。

色谱条件与系统适用性用十八烷基硅烷化键合硅胶为填充剂，以甲醇-4%冰醋酸溶液（70：30）为流动相；检测波长为 276nm。取双氯芬酸钠对照品适量，用水制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液，取适量，置石英吸收池中，在紫外光灯（254nm）下照射 15 分钟，取 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图，在与双氯芬酸钠峰相对保留时间约 0.8 处出现一杂质峰，杂质峰和双氯芬酸钠峰之间的分离度应不小于 4.0。

测定法 取本品 20 粒，倾出内容物，精密称定，研细，精密称细粉适量（约相当于双氯芬酸钠 50mg），置 200ml 量瓶中，加 70%甲醇溶液适量，超声振荡 15 分钟，放冷，用 70%甲醇稀释至刻度，混匀，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；另取双氯芬酸钠对照品适量，精密称定，加 70%甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.25mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同双氯芬酸钠

【规格】 0.1g

【贮藏】 密闭，在干燥处保存。