

氟尼辛葡甲胺颗粒质量标准草案

Funixin Pujia' an Keli

Flunixin Meglumine Granules

本品含氟尼辛 ($C_{14}H_{11}F_3N_2O_2$) 应为标示量的 90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色或淡黄色颗粒。

【鉴别】~~(1) 取含量测定项下的供试品溶液和对照品溶液，照紫外-可见分光光度法（附录——页）在 220~400nm 的波长处测定，供试品溶液的图谱应与对照品溶液的图谱一致。~~

~~(1) 在含量测定下记录的色谱图中，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。~~

(2) 取本品的细粉适量（约相当于氟尼辛 25mg），置 50ml 离心管中，加醋酸盐缓冲液 10ml（取无水醋酸钠 4.1g，加水 500ml 使溶解，加冰醋酸 2.9ml，用水稀释至 1000ml，摇匀，即得），振摇 1 分钟，再加入乙酸乙酯 25ml，振摇 1 分钟，静置分层，取上层清液作为供试品溶液。另取氟尼辛葡甲胺对照品适量，加甲醇制成每 1ml 中含 1.5mg 氟尼辛普甲胺的溶液，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 10 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸-水（65:30:10:1）为展开剂，展开后，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品溶液所显主斑点的位置应与对照品相同。

以上 (1)、(2) 两项可选做一项。

【检查】 溶出度 取本品适量（约相当于氟尼辛 12.5mg），照溶出度与释放度测定法（附录 0931 第二法），以 0.1mol/L 盐酸 900ml 为溶剂，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 30 分钟时，取溶液滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取氟尼辛葡甲胺对照品，精密称定，用 0.1mol/L 盐酸溶解并定量稀释制成每 1ml 含 23.6 μ g 氟尼辛普甲胺的溶液，作为对照品溶液。取上述两种溶液，照紫外-分光光度法（附录 0401），在 252nm 的波长处测定吸光度，计算溶出量。每 1 μ g 氟尼辛葡甲胺相当于 0.6028 μ g 氟尼辛。限度为标示量的 75%，应符合规定。

干燥失重 取本品，60℃减压干燥至恒重，减失重量不得过 2.0%（附录 0831）。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录 0110）。

【含量测定】

~~精密称取本品适量（约相当于氟尼辛 25mg），置 100ml 量瓶中，加水 80ml，振摇 10 分钟，用水稀释至刻度，摇匀，取该溶液 10ml，离心，精密量取上清液 5ml 至另一 100ml 量瓶中，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取氟尼辛葡甲胺对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.4mg 氟尼辛葡甲胺的溶液，精密量取该溶液 5ml 至另一 100ml 量瓶中，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法（附录 0401），在 283nm 的波长处测定吸光度，计算，即得。每 1 μ g 氟尼辛葡甲胺相当于 0.6028 μ g 氟尼辛。~~

照高效液相色谱法（附录 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基键合硅胶为填充剂；甲醇-水-冰醋酸（70：30：1）为流动相；检测波长 254nm。理论板数按氟尼辛峰计算应不低于 1500，氟尼辛与内标物质峰的分离度应大于 1.9。

校正因子的测定 取苯甲酸钠适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 33mg 的溶液，作为内标溶液。另取氟尼辛葡甲胺对照品约 83mg（约相当于氟尼辛 50mg），精密称定，置 50ml 量瓶中，加适量甲醇-水（7：3）使溶解，精密加入内标溶液 5ml，用甲醇-水（7：3）稀释至刻度，摇匀；精密量取 5ml，置 25ml 量瓶中，用甲醇-水（7：3）稀释至刻度，摇匀，取 20 μ l 注入液相色谱仪，计算校正因子。

测定法 精密称取本品适量（约相当于氟尼辛 50mg），置 50ml 量瓶中，加适量甲醇-水（7：3）使溶解，精密加入内标溶液 5ml，用甲醇-水（7：3）稀释至刻度，摇匀；滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 5ml，置 25ml 量瓶中，用甲醇-水（7：3）稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。取 20 μ l 注入液相色谱仪，测定，计算，即得。每 1 μ g 氟尼辛葡甲胺相当于 0.6028 μ g 氟尼辛。

【作用与用途】

【用法与用量】

【不良反应】

【注意事项】

【规格】 按 $C_{14}H_{11}F_3N_2O_2$ 计 5%

【贮藏】 遮光、密封保存。