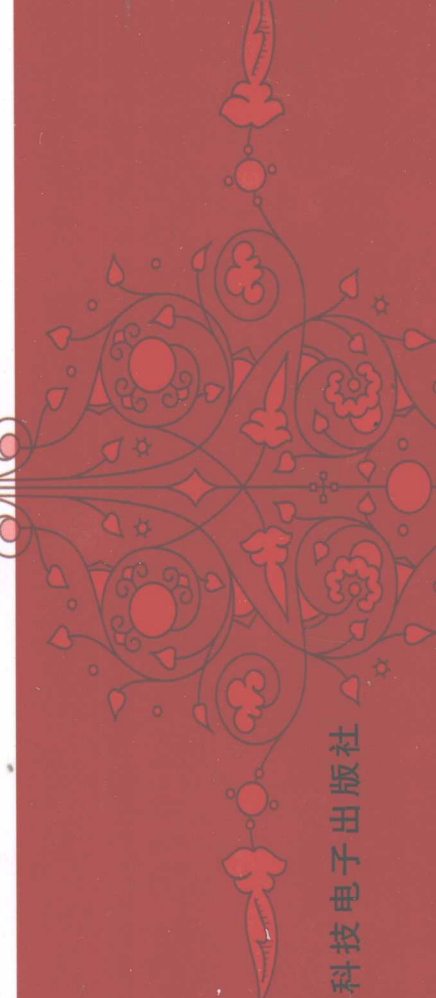


YAO DIAN
YU GUO WAI YAO PIN BIAO ZHUN
DUI BI FENG XI SHOU CE

2005年(版)药典
与
国外药品标准
对比分析手册



中国医药科技出版社

2005年(版)药典与国外药品标准对比分析手册

主 编 曹 文

(第二卷)

中国医药科技电子出版社

甲磺酸酚妥拉明注射液 Phentolamine Mesilate Injection → Phentolamine Injection (BP)

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 133 页)	英国药典 (2000 年版 1209 页)
含量限度 (含 $C_{17}H_{19}N_3O \cdot C_{11}O_3S$)	含甲磺酸酚妥拉明应为标示量的 95.0% ~ 105.0%。	应为标示量的 95.0% ~ 105.0%
性状	本品为无色至微黄色的澄明液体。	
鉴别	(1) 取含量测定项下得到的三氯醋酸盐，依法测定，熔点为 136 ~ 141℃，熔融时同时分解。 (2) 取本品约 3ml、加水 12ml 稀释后，照甲磺酸酚妥拉明项下的鉴别(2) 项试验，显相同的反应。	TLC 法。在有关物质项下的色谱图中，溶液 (2) 的主斑点与溶液 (4) 的斑点相同
pH 值	pH 值 应为 2.5 ~ 5.0。	3.5 ~ 5.0
有关物质		TLC 法。硅胶 G 板，浓氨水-丙酮-2-丁酮 (5:15:85) 为展开剂，供试液为 1% (w/v) (乙醇) (溶液 1)，对照液用供试液稀释制成相当于供试品溶液浓度的 5% (2) 和 0.5% (3) 的溶液，用对照品制成 0.05% (w/v) 的溶液 (4)。点样 20μL，展开后，在空气中干燥，喷以稀碘化铋钾溶液，任何杂质斑点不得深于对照溶液 (3) 的斑点 (0.5%)
其他	应符合注射剂项下有关的规定。	应符合非肠道制剂有关的规定
含量测定	精密量取本品适量 (约相当于甲磺酸酚妥拉明 0.1g)，加水 20ml，照甲磺酸酚妥拉明项下的方法，自“在搅拌下缓缓加 10% 三氯醋酸溶液 40ml”起，依法测定，即得。	UV 法。在 278nm 波长处测定，按 A 值 (1%, 1cm) 204 计算，供试液为 0.004% (甲醇)
评述	鉴别项，中国药典为化学反应，英国药典为 TLC 法。pH 值，中、英两国药典均作了规定，但限度不同。英国药典采用 TLC 法检查了有关物质，方法与原料相同，限度放宽。含量测定，中国药典与原料相同，英国药典采用 UV 吸收系数法	

甲基多巴 Methyl dopa

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 121 页)	英国药典 (2000 年版 1027 页)	美国药典 (第 24 版 1080 页)	日本药局方 (第 13 版 505 页)
含量限度 (含 $C_{10}H_{13}NO_4$)	按干燥品计算，含不得少于 98.0%。	按无水物计为 98.5% ~ 101.0%	按无水物计为 98.0% ~ 101.0%	按无水物计算，不得少于 98.0%
性状	本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭。	白色或黄白色结晶性粉末或无色或几乎无色结晶	白色或类白色粉末，可能含有易碎的块状物，无臭	白色或类白色结晶性粉末

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 121 页)	英国药典 (2000 年版 1027 页)	美国药典 (第 24 版 1080 页)	日本药局方 (第 13 版 505 页)
溶解度	本品在水中略溶, 在乙醇中微溶, 在乙醚中极易溶解, 在稀盐酸中易溶。	在水中微溶, 在乙醇中极易溶解, 在乙醚中几乎不溶, 在稀盐酸中易溶。	在水中略溶, 在 3N 盐酸溶液中极易溶解, 在乙醇中微溶, 在乙醚中几乎不溶。	在水、甲醇或冰醋酸中微溶, 在乙醇中极易溶解, 在乙醚中几乎不溶。在稀盐酸中溶解。
比旋度 旋光度 (BP)	取本品, 精密称定, 加三氯化铝溶液 (取含 6 份结晶水的三氯化铝 65g, 加水至 100mL, 加活性炭 0.5g, 振摇 10 分钟, 滤过, 滤液用 1% 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 1.5) 溶解并定量稀释制成每 1mL 中含 44mg 的溶液, 依法测定, 比旋度为 -25° 至 -30° 。	-1.10° ~ -1.23° (44mg/mL 三氯化铝溶液)	-25° ~ -28° [44mg/mL 三氯化铝溶液 (2→3), 用活性炭处理后, 滤过, 用 0.25N 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 1.5]	-25° ~ -28° (50mg/mL 三氯化铝试液)
鉴别	(1) 取本品加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1mL 中含 0.04mg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法测定, 在 280nm 的波长处有最大吸收, 其吸光度约为 0.48。 (2) 取本品 10mg, 加茚三酮试液 3 滴, 放置后显深紫色。	可选做 A 或 B, C, D A. IR 法。供试品吸收图谱与对照图谱一致 B. 2mg/2mL 水溶液, 加三氯化铁溶液 0.2mL, 溶液呈绿色, 加乌洛托品 0.1g 呈蓝紫色 C. 5mg/10mL 盐酸-水 (1:1) 溶液, 加含 100g/L 钼酸铵的亚硝酸试液 0.1mL, 溶液呈黄色, 加浓氢氧化钠试液后变成红棕色 D. 5mg, 加水 1mL、吡啶 1mL 及硝基苯甲酰氯 5mg, 加热至沸, 边振摇边加入碳酸钠试液 0.2mL, 呈现橙色或琥珀色	A: IR 法。供试品吸收图谱与对照图谱一致 B: UV 法。40μg/mL 0.1N 盐酸溶液, 在 280nm 波长处有最大吸收 C: 10mg, 加茚三酮硫酸溶液 (1→250) 0.15mL, 在 5 到 10min 内呈暗紫色, 加水 0.15mL, 呈淡棕黄色	(1) 0.01g, 加茚三酮试液 3 滴, 加热 3min, 显紫色 (2) UV 法。 (1→25000) 0.1mol/L 盐酸溶液, 在 278 ~ 282nm 波长范围内有最大吸收 (3) IR 法。供试品吸收图谱与对照品图谱一致
溶液的颜色		1.0g, 用 0.1M 盐酸 25mL 溶解, 如显色, 不得深于 BY ₆ 或 B ₆ 标准溶液		
酸度	取本品 1.0g, 加新煮沸的冷水 100mL, 加甲基红指示液 1 滴, 如显红色, 加氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 0.5mL, 应显黄色。	1.0g/100mL 水溶液, 加甲基红指示液 0.1mL, 用 0.1M 氢氧化钠滴定液滴定至黄色, 消耗滴定液不得过 0.5mL。	1.0g, 用水加热溶解, 加 1 滴甲基红试液, 用 0.10N 氢氧化钠滴至黄色, 不得过 0.5mL。	1.0g, 加水 100mL 溶解, 加 0.1mol/L 氢氧化钠滴定液 0.20mL, 加甲基红试液 2 滴, 溶液呈黄色

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 121 页)	美国药典 (2000 年版 1027 页)	美国药典 (第 24 版 1080 页)	日本药局方 (第 13 版 S05 页)
吸收系数		40 μ g/mL 0.1M 盐酸溶液, 在 280nm 波长有最大吸收, 吸收系数为 122 ~ 137 (以无水物计)		
氯化物	取本品 0.25g, 依法检查, 与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较, 不得更深 (0.028%)。			0.5g, 不得比对照液深 (0.028%)
有关物质	取本品, 用甲醇制成每 1ml 中含 10mg 的溶液, 作为供试品溶液; 精密量取适量, 加甲醇稀释成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液, 作为对照溶液。照薄层色谱法试验, 吸取上述溶液各 20 μ l, 分别点于同一硅胶 HF_{254} 薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水 (65:15:25) 为展开剂, 展开, 晾干, 喷以对硝基苯胺溶液 [取对硝基苯胺 0.3g, 加盐酸溶液 (9 $\rightarrow$ 10) 100ml 和 5% 亚硝酸钠溶液的混合液 (9:1)], 晾干, 再喷以 25% 碳酸钠溶液使显色。供试品溶液如显杂质斑点, 与对照溶液的主斑点比较, 不得更深。	TLC 法。纤维素板, 冰醋酸-水-正丁醇 (15:25:65) 为展开剂, 供试品溶液浓度为 10mg/mL (4% 盐酸甲醇溶液), 点样 10 μ l; 对照溶液 (a) 0.05mg/mL 3-甲氧基甲基多巴甲醇溶液, 点样 10 μ l; 对照溶液 (b) 供试品溶液 1mL 和对照溶液 (a) 1mL 混合, 点样 20 μ l。喷以 50g/L 硝酸钠溶液-3g/L 硝基苯胺的盐酸溶液 (8 $\rightarrow$ 2) (5:45), 晾干, 再喷以 200g/L 碳酸钠溶液, 杂质斑点不得深于对照 (a) 斑点 (0.5%), 对照溶液 (b) 应出现两个清晰斑点	TLC 法。纤维素板, 冰醋酸-水-正丁醇 (15:25:65) 为展开剂, 供试品溶液浓度为 10mg/mL (甲醇), 点样 20 μ l; 对照品溶液 3-甲氧基甲基多巴 100 μ g/mL 甲醇溶液, 点样 10 μ l。喷以 0.3% 硝基苯胺的 10N 盐酸溶液-5% 硝酸钠溶液 (90:10), 晾干, 再喷以 25% 碳酸钠溶液, 杂质斑点不得深于对照斑点 (0.5%)。甲基多巴 R_f 值为 0.50, 3-甲氧基甲基多巴 R_f 值为 0.65	TLC 法。纤维素板, 正丁醇-水-冰醋酸 (13:5:3) 为展开剂, 供试品溶液浓度为 10mg/mL (甲醇), 对照品溶液 3-甲氧基甲基多巴 0.05mg/mL 甲醇溶液。点样 20 μ l。喷以对硝基苯胺硝酸钠试液, 晾干, 再喷以碳酸钠溶液 (1 $\rightarrow$ 4), 杂质斑点不得深于对照斑点 (0.5%)
干燥失重	取本品, 在 125 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重, 减失重量应为 10.0% ~ 13.0%。			
水分		应为 10.0% ~ 13.0%	应为 10.0% ~ 13.0%	应为 10.0% ~ 13.0% (0.2g)
炽灼残渣	取本品 1.0g, 依法检查, 遗留残渣不得过 0.1%。	不得过 0.1% (1.0g)	不得过 0.1%	不得过 0.10% (1g)
重金属	取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查, 含重金属不得过百万分之十。	20ppm (限度检查 C, 1.0g)	0.001% (方法 II)	10ppm (2.0g)
砷盐				2ppm (装置 B, 1.0g)
有机挥发物			二甲亚砷作溶剂 (方法 V)	

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 121 页)	美国药典 (2000 年版 1027 页)	美国药典 (第 24 版 1080 页)	日本药局方 (第 13 版 505 页)
含量测定	取本品约 0.15g, 精密称定, 加冰醋酸 20mL 溶解后, 加结晶紫指示液 1 滴, 用高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 滴定至溶液显蓝绿色, 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 21.12mg 的 $C_{10}H_{13}NO_4$ 。	非水滴定法。0.200g, 加无水甲酸 15mL 和醋酐 30mL, 结晶紫指示液 0.1mL, 用 0.1M 高氯酸滴定液滴定, 空白校正	非水滴定法。200mg, 加冰醋酸 25mL, 加热溶解, 加结晶紫指示液 0.1mL 和乙醇 50mL, 用 0.1N 高氯酸滴定液滴定, 空白校正	非水滴定法。0.3g/80mL 冰醋酸溶液, 加结晶紫指示液 2~3 滴, 用高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 滴定, 空白校正
制剂	甲基多巴片	片剂	片剂、口服混悬剂	片剂
评述	本标准中国药典与美国药典、日本药局方水平基本一致, 在检查项目中, 日本药局方有砷盐检查, 英国药典中有吸收系数检查, 有关物质检查惟中国药典采用硅胶 HF_{254} 板, 其他三国药典均采用纤维素板			

甲基多巴片 Methyldopa Tablets

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 122 页)	英国药典 (2000 年版 2091 页)	美国药典 (第 24 版 1081 页)	日本药局方 (第 13 版 506 页)
含量限度 (含 $C_{10}H_{13}NO_4$)	本品含甲基多巴应为标示量的 95.0% ~ 105.0%。	应为标示量的 95.0% ~ 105.0%	应为标示量的 90.0% ~ 110.0%	标示量的 90.0% ~ 110.0%
性状	本品为糖衣片, 除去包衣后显白色。	包衣片		
鉴别	(1) 取本品的细粉适量, 加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1mL 中含甲基多巴 0.04mg 的溶液, 滤过, 滤液照紫外-可见分光光度法测定, 在 280nm 的波长处有最大吸收。 (2) 取本品的细粉适量 (约相当于甲基多巴 10mg), 加茚三酮试液数滴, 加热渐显深紫色。	依法得残留物, 用水洗涤后, 在 50℃减压干燥 3h 后, 做以下鉴别试验 A. IR 法。供试品吸收图谱与对照图谱一致 B. TLC 法。微晶纤维素板, 展开剂为正丁醇-冰醋酸-水 (50:25:25), 供试液为取残留物, 用 1M 盐酸溶液配制成 1% (w/v); 对照溶液为取甲基多巴对照品同法配制 1% (w/v), 喷以 10% 三氯化铁六水合物溶液-5% 六氨基高铁酸钾溶液 (1:1), 供试液与对照溶液主斑点一致 C. 取 0.4% 残留物的 0.1M 盐酸溶液 5mL, 加三氯化铁试液 0.1mL, 溶液变成绿色, 取一半溶液中加入过量的 5M 氨水溶液, 显红紫色; 另一半溶液中加入过量的 5M 氢氧化钠溶液, 显红色	A: 取本品细粉 10mg, 加 3 滴茚三酮硫酸溶液 (1→250), 在 5 到 10min 内显暗紫色, 加 3 滴水, 溶液显浅棕色 B: 取本品细粉 10mg, 加 0.1N 硫酸溶液 2mL 和含量测定项下配制的酒石酸亚铁溶液 2mL, 再加入 6N 氢氧化铵溶液 0.25mL, 混匀, 立即显暗紫色	(1) 取含甲基多巴 0.1g 细粉, 加水 10mL, 振摇, 在水浴加热 5min, 离心, 取上清液 1 滴在滤纸上, 热风干燥后, 加茚三酮试液 1 滴, 在 100℃加热 5min, 显紫色 (2) 取上述 (1) 项下上清液 0.5mL, 加 0.05mol/L 硫酸溶液 2mL, 酒石酸亚铁试液 2mL 及氨试液 4 滴, 混匀, 显暗紫色 (3) UV 法。取上述 (1) 项下上清液 0.7mL, 用 0.1mol/L 盐酸稀释至 20mL, 吸取 10mL, 用相同溶剂稀释至 100mL, 在 277 ~ 283nm 波长范围内有最大吸收

标准项目	中国药典 (2005年版二部 122 页)	美国药典 (2000年版 2091 页)	美国药典 (第 24 版 1081 页)	日本药局方 (第 13 版 506 页)
旋光度		-0.98° ~ -1.09°。鉴别项下的残留物用高氯酸非水滴定量后,取残留物适量,用氯化铵溶液溶解并制成每 1mL 中含甲基多巴 39mg 溶液,在 25℃ 测定		
溶出度	取本品,照溶出度测定法,以盐酸溶液 (9→1000) 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 100 转,依法操作,经 45 分钟时,取溶液滤过,精密量取续滤液 2ml,置 10ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法,在 280nm 的波长处测定吸光度。另精密称取甲基多巴对照品适量,加盐酸溶液 (9→1000) 制成每 1ml 中约含 0.04mg 的溶液,同法测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的 70%,应符合规定。		浆法。0.1N 盐酸溶液 900ml, 50r/min, 20min, 限度为标示量的 80% (Q) (UV 法,与对照品比,在 280nm 波长处测定)	浆法。水 900mL, 50r/min, 60min, 限度为标示量的 75% (UV 法,与对照品比,在 280nm 波长处测定)
制剂单位			应符合规定	
均匀度 (USP)				
其他	应符合片剂项下有关的各项规定	应符合片剂项下的有关各项规定		
含量测定	取本品 10 片,除去包衣后,精密称定,研细,精密称取适量 (约相当于甲基多巴 0.1g),置 100ml 量瓶中,加 0.05mol/L 硫酸溶液适量,振摇使甲基多巴溶解,加 0.05mol/L 硫酸溶液至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml 置 100ml 量瓶中,加枸橼酸硫酸亚铁溶液 [取焦亚硫酸钠 1g,加水 200ml 溶解,再加盐酸滴定液 (1mol/L) 1ml,硫酸亚铁 1.5g 与枸橼酸钠 10g,混匀,即得。本液须新鲜配制] 2ml 与氨基醋酸盐缓冲液 (取碳酸氢钠 42g、磷酸氢钾 50g 与水 180ml 混合;另取氨基醋酸 37.5g、浓氨试液 15ml,加水至 180ml 溶解。将二液混合,并加水至 500ml) 8ml,用水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法,在 550nm 的波长处测定吸光度。另精密称取甲基多巴对照品 0.1g,置 100ml 量瓶中,加 0.05mol/L 硫酸溶液至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 100ml 量瓶中,按上述方法,自“加枸橼酸硫酸亚铁溶液”起,同法测定,计算,即得。	UV 比色法。与对照品比,在 545nm 波长处测定,显色剂为枸橼酸硫酸亚铁溶液,供试液浓度为 1mg/mL (0.05M 硫酸溶液)	UV 比色法。与对照品比,在 520nm 波长处测定,显色剂为枸橼酸硫酸亚铁溶液,供试液浓度为 1mg/mL (0.1N 硫酸溶液)	UV 比色法。与对照品比,在 520nm 波长处测定,显色剂为酒石酸亚铁溶液,供试液浓度为 1mg/mL (0.05mol/L 硫酸溶液)

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 122 页)	英国药典 (2000 年版 2091 页)	美国药典 (第 24 版 1081 页)	日本药局方 (第 13 版 506 页)
评述	本标准中国药典与美国药典、美国药典及日本药局方水平基本一致, 中国药典标准中所修订的各项指标要求均不低于其他药典中规定, 含量测定四国药典均采用的 UV 比色法			

甲硫氨酸 Methionine

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 126 页)	英国药典 (2000 年版 1020 页)	美国药典 (第 24 版 1067 页)
含量限度 (含 $C_5H_{11}NO_2S$)	按干燥品计算, 不得少于 98.5%。	按干燥品计算, 应为 99.0% ~ 101.0%	按干燥品计算, 应为 98.5% ~ 101.5%
性状	本品为白色结晶或结晶性粉末; 有特臭。	白色或类白色结晶粉末或无色结晶	
溶解度	本品在水中溶解, 在乙醇中极微溶解, 在乙醚中不溶; 在稀盐酸或氢氧化钠溶液中易溶。	在水中溶解, 在乙醇中极微溶解, 几乎不溶于乙醚	
比旋度	取本品, 精密称定, 加 6mol/L 盐酸溶液溶解并稀释成每 1ml 中约含 20mg 的溶液, 依法测定, 比旋度为 $+21.0^{\circ}$ 至 $+25.0^{\circ}$ 。	本品 1.0g, 加 25% (w/v) 盐酸溶液 50ml, 比旋度为 $+22.5^{\circ}$ ~ $+24.0^{\circ}$	本品加 6mol/L 盐酸配成浓度为 20mg/mL 的溶液, 比旋度为 $+22.4^{\circ}$ ~ $+24.7^{\circ}$
鉴别	本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱一致。	A. 比旋度应符合规定 B. 本品红外吸收图谱应与对照的图谱一致 C. TLC 法。供试品主斑点的位置、颜色、大小应与对照品一致 D. 化学显色反应呈正反应 以上鉴别首选 A、B, 次选 A、C、D	本品的红外吸收图谱应与对照品的图谱一致
酸度	取本品 0.5g, 加水 50ml 溶解后, 依法测定, pH 值应为 5.6 ~ 6.1。	2.5g, 加水 100ml, pH 值为 5.5 ~ 6.5	1.0g 加水 100ml, pH 值为 5.6 ~ 6.1
溶液的透光度	取本品 0.5g, 加水 20ml 溶解后, 照紫外-可见分光光度法, 在 430nm 的波长处测定透光率, 不得低于 98.0%。	溶液应澄清、无色	
氯化物	取本品 0.30g, 依法检查, 与标准氯化钠溶液 6.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓 (0.02%)。	0.02%	0.05%
硫酸盐	取本品 1.0g, 依法检查, 与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较, 不得更浓 (0.02%)。	0.03%	0.03%

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 126 页)	英国药典 (2000 年版 1020 页)	美国药典 (第 24 版 1067 页)
铁盐	取本品 0.10g, 依法检查, 与标准氯化铁溶液 2.0ml 制成的对照液比较, 不得更深 (0.02%)。	0.02%	
其他氨基酸	取本品, 加水制成每 1ml 中含 10mg 的溶液, 照薄层色谱法试验, 吸取上述溶液 5 μ l, 点于硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水 (4:1:5) 为展开剂, 展开后, 晾干, 在 90℃ 干燥 10 分钟, 喷以茚三酮的丙酮溶液 (0.5 $\rightarrow$ 100), 在 90℃ 加热至显色, 立即检视, 应只显一个紫色斑点。	TLC 法。供试品杂质斑点颜色与对照品主斑点比较, 不得更深 (0.5%)	
干燥失重	取本品, 在 105℃ 干燥 3 小时, 减失重量不得过 0.2%。	100 ~ 105℃, 不得过 0.5%	105℃ 干燥 3h, 不得过 0.3%
炽灼残渣	不得过 0.1%	不得过 0.1%	不得过 0.4%
铁盐	取本品 1.0g, 依法检查, 与标准铁溶液 1.5ml 制成的对照液比较, 不得更深 (0.0015%)	0.001%	0.003%
重金属	取本品 0.50g, 加水 23ml 溶解后, 加醋酸盐缓冲液 (pH 3.5) 2ml, 依法检查, 含重金属不得过百万分之十	百万分之十	百万分之十五
砷盐	取本品 2.0g, 加水 23ml 溶解后, 加盐酸 5ml, 依法检查, 应符合规定 (0.0001%)。		
有机溶剂残留量			应符合规定
热原			
含量测定	取本品约 0.13g, 精密称定, 加无水甲酸 3ml 与冰醋酸 50ml 溶解后, 照电位滴定法, 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 14.92mg 的 C ₉ H ₁₁ NO ₂ S	非水滴定法	电位滴定法
评述	在溶液的澄清度与颜色的检查上, 美国药典无此项检查; 中国药典和英国药典均采用 TLC 法检查其他氨基酸, 而美国药典无此项检查; 美国药典没有铁盐检查; 美国药典增加了有机溶剂残留量检查; 中国药典增加了砷盐及热原检查; 在炽灼残渣、铁盐、重金属检查项上, 中国药典和美国药典较美国药典严格; 中国、英国及美国药典均采用电位滴定法测定含量		

甲硫酸新斯的明注射液 Neostigmine Methylsulphate Injection→Neostigmine Injection (BP)

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 127 页)	英国药典 (2000 年版 2120 页)	美国药典 (第 24 版 1175 页)	日本药局方 (第 13 版 525 页)
含甲硫酸新斯的明 (含 $C_{13}H_{22}N_2O_6S$)	含甲硫酸新斯的明应为标示量的 90.0% ~ 110.0%。	标示量的 90.0% ~ 110.0%	标示量的 90.0% ~ 110.0%	标示量的 90% ~ 110%
性状	本品为无色的澄明液体			无色的澄明液体
鉴别	(1) 取本品 2ml, 照甲硫酸新斯的明项下的鉴别 (1) 项试验, 显相同的反应。 (2) 取本品 20ml, 蒸发至近干, 照甲硫酸新斯的明项下的鉴别 (3) 项试验, 显相同的反应。	A. UV 法。用乙醚提取后的水溶液, 在 260nm 与 266nm 处有最大吸收 B. TLC 法。硅胶 G 板, 0.05% 水溶液, 水-甲酸-甲醇-氨仿 (5:10:35:50) 为展开剂, 稀碘化铋钾溶液为显色剂, 供试品液主斑点位置应与对照品相同 C. 样品加 NaOH 溶液, 水浴蒸干, 250℃ 加热半分钟, 再加水溶解, 放冷, 加重氮苯磺酸溶液, 显橙红色	样品加 NaOH 溶液, 水浴蒸干, 250℃ 加热半分钟, 再加水溶解, 放冷, 加重氮苯磺酸试液, 显桃红色	(1) 样品加 NaOH 溶液, 火焰加热, 即产生异臭, 水浴蒸干, 250℃ 加热半分钟, 再加水溶解, 放冷, 加重氮苯磺酸试液, 显红色 (2) 依法处理后显硫酸盐的鉴别反应
pH 值	应为 5.0 ~ 7.0	4.5 ~ 6.5	5.0 ~ 6.5	5.0 ~ 6.5
(3-hydroxy) tris(methyl)lanilinium methyl sulphate		HPLC 法。不得过 1% 流动相为乙醇-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液 (15: 85), 含 0.0015mol/L 庚烷磺酸钠, 用磷酸调节 pH 值至 3.0, 检测波长为 215nm, 系统要求: 取供试品溶液 (0.5mol/L) 1mL, 加 5M 氢氧化钠溶液 0.05mL, 放置 5min, 加 5M 盐酸溶液 0.1mL, 立即测定, (3-Hydroxy) tri-methyl-laniliniummethyl sulphate 的相对保留时间为 0.5, 主峰相对保留时间为 6.8		
其他	应符合注射剂项下有关的各项规定	应符合注射剂项下的各项规定	应符合注射剂项下的各项规定	

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 127 页)	英国药典 (2000 年版 2120 页)	美国药典 (第 24 版 1175 页)	日本药局方 (第 13 版 525 页)
含量测定	精密量取本品适量 (约相当于甲硫咪唑新斯的明 10mg), 照氮测定法测定, 置半微量氮测定仪中, 加入 40% 氢氧化钠溶液 5ml, 缓缓加热蒸馏, 馏出液导入 2% 硼酸溶液 5ml 中, 至馏出液约达 70ml 停止蒸馏。馏出液加甲基红-溴甲酚绿混合指示液 6 滴, 用硫酸滴定液 (0.005mol/L) 滴定至溶液由蓝绿色变为灰紫色, 并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 硫酸滴定液 (0.005mol/L) 相当于 3.344mg 的 $C_{13}H_{12}N_2O_2S$ 。	UV 法。25mg/50mL 水溶液, 260nm 测吸光度, A (1%, 1cm) 为 14.35	依法加六硝基双苯胺的二氯甲烷溶液, 以二氯甲烷提取, 420nm 测吸光度, 与对照品对比计算含量	氮测定法。以 4% 硼酸液吸收, 用 0.005mol/L 硫酸滴定液滴定, 甲基红-溴甲酚绿混合指示液作指示剂, 滴定度为 3.3439mg

1. 鉴别项, 英国药典除采用化学反应鉴别外, 还进行 UV 和 TLC 鉴别, 其他三国药典基本相同

2. 仅英国药典对杂质 (3-hydroxy) tri methylaminiummethyl sulphate 进行了控制

3. pH 值, 中国药典的 pH 值限度范围较宽, 其他三国药典相同

4. 含量测定项中国药典与日本药局方采用氮测定法, 英国药典采用 UV 法, 美国药典采用比色法

评述

甲硫咪唑 Thiamazole→Methimazole (USP)

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 128)	美国药典 (第 24 版 1066 页)	日本药局方 (第 13 版 662 页)
含量限度 (含 $C_{13}H_{12}N_2S$)	按干燥品计算, 不得少于 98.5%。	按干燥品计算, 应为 98.0% ~ 101.0%	按干燥品计算, 不得少于 98.0%
性状	本品为白色至淡黄色结晶性粉末; 微有特臭。	白色或淡黄色结晶性粉末	白色或淡黄色结晶或结晶性粉末
溶解度	本品在水、乙醇或三氯甲烷中易溶, 在乙醚中微溶。	在水、乙醇或氯仿中易溶, 在乙醚中微溶	在水、乙醇或氯仿中易溶, 在乙醚中微溶
熔点	本品的熔点为 144 ~ 147℃	143 ~ 146℃	144 ~ 147℃
鉴别	(1) 取本品约 2mg, 加水 1ml 溶解后, 加氢氧化钠试液 1ml, 摇匀, 滴加亚硝基铁氰化钠试液 3 滴, 即显黄色; 数分钟后, 转为黄绿色或绿色; 再加醋酸 1ml, 即呈蓝色 (2) 取本品的水溶液 (1→200), 加二氯化汞试液, 即生成白色沉淀; 但加三硝基苯酚试液, 则不发生沉淀 (3) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱一致。	A: IR 法。供试品吸收图谱与对照品图谱一致 B: 取水溶液 (1→200), 加二氯化汞试液, 即生成白色沉淀; 加三硝基苯酚试液, 则不发生沉淀。磷相酸试液使溶液呈蓝色	(1) 5mg, 加水 1mL 溶解, 加氢氧化钠试液 1mL, 滴加亚硝基铁氰化钠试液 3 滴, 即显黄色; 数分钟后, 转为黄绿色或绿色; 再加醋酸 1L, 即呈蓝色 (2) 2mL (1→200) 溶液, 磷酸钠试液 1mL, 加稀 Folin 试液 (1→5) 溶液显深蓝色

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 128)	美国药典 (第 24 版 1066 页)	日本药局方 (第 13 版 662 页)
酸度	取本品 0.50g, 加水 25ml 使溶解, 依法测定, pH 值应为 5.0~7.0。		pH 值应为 5.0~7.0 (1→50)
硝		0.003% (200mg)	氧瓶燃烧法 (0.002%)
重金属	取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查, 含重金属不得过百万分之十。		20ppm (1.0g)
砷			2ppm (1.0g)
干燥失重	取本品, 在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得过 0.5%	不得过 0.5% (105℃ 干燥, 2h)	不得过 0.5% (1g, 105℃ 干燥, 2h)
炽灼残渣	取本品 1.0g, 依法检查, 遗留残渣不得过 0.1%	不得过 0.1%	不得过 0.1% (1.0g)
普通杂质		TLC 法。除另有规定外, 不得过 2.0%	
有机挥发 性杂质		方法 I, 应符合规定	
含量测定	取本品约 0.1g, 精密称定, 加水 35ml 溶解后, 先自滴定管中加入氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 4ml, 摇匀后, 滴加 0.1mol/L 硝酸银溶液 15ml, 随加随振荡, 再加溴麝香草酚蓝指示液 0.5ml, 继续用氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 滴定至溶液显蓝绿色。每 1ml 氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 相当于 11.42mg 的 $C_4H_6N_2S_2$ 。	容量法。取 0.25g, 加水 75ml 溶解, 先加 0.1mol/L 氢氧化钠滴定液 15ml, 滴加 0.1mol/L 硝酸银溶液 30ml, 加溴麝香草酚蓝指示液 1ml, 用 0.1mol/L 氢氧化钠滴定液滴定至蓝绿色	容量法。取 0.25g, 加水 75ml 溶解, 先加 0.1mol/L 氢氧化钠滴定液 15ml, 滴加 0.1mol/L 硝酸银溶液 30ml, 加溴麝香草酚蓝指示液 1ml, 用 0.1mol/L 氢氧化钠滴定液滴定至蓝绿色
制剂	甲硫咪唑片	片剂	片剂
评述	含量限度: 中国药典较严。熔点: 中国药典和日本药局方的初熔点高于美国药典 1℃。美国药典和日本药局方都规定了硝的检查, 限度不同。日本药局方规定了砷的检查, 美国药典要进行有机挥发性杂质的检查。其他项目测定方法及限度三国药典基本一致		

甲硫咪唑片 Thiamazole Tablets→Methilazole Tablets (USP)

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 128)	美国药典 (第 24 版 829 页)	日本药局方 (第 13 版 1668 页)
含量限度 (含 $C_4H_6N_2S_2$)	本品含甲硫咪唑应为标示量的 94.0%~106.0%。	标示量的 94.0%~106.0%	标示量的 94%~106%
性状	本品为白色片。		
鉴别	取本品 2 片, 研细, 加乙醇 10ml, 研磨 10 分钟, 滤过; 滤液置水浴上蒸干, 残渣照甲硫咪唑项下的鉴别 (1)、(2) 项试验, 显相同的反应。	片粉用热氯仿溶解后, 滤液蒸干, 残渣照原料药项下的鉴别试验	(1) 片粉用热乙醇溶解后, 滤液蒸干, 残渣照原料药项下的鉴别 (1) 试验 (2) 滤液照原料药项下的鉴别 (2) 试验

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 128)	美国药典 (第 24 版 829 页)	日本药局方 (第 13 版 1668 页)
含量均匀度	取本品 1 片, 研细, 置 100ml 量瓶中, 加水 50ml, 振摇 30 分钟, 加水稀释至刻度, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 50ml 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液; 另取甲硫咪唑对照品约 25mg, 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, 作为对照品溶液。取上述两种溶液, 照紫外-可见分光光度法, 在 252nm 的波长处测定吸光度, 并计算每片的含量, 应符合规定。	UV 法。在 252nm 波长处测定, 供试液及对 照品液均为 5 μ g/mL (水)	
溶出度		转篮法。水 500mL, 100r/min, UV 对照品法, 在 252nm 波长处测定, 30min 为标示量的 80%	
其他	应符合片剂项下有关的规定		
含量测定	取本品 50 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量 (约相当于 甲硫咪唑 0.12g), 置 100ml 量瓶中, 加水 80ml, 振摇 30 分 钟使甲硫咪唑溶解, 加水至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取 续滤液 50ml, 照甲硫咪唑项下的方法, 自“先自滴定管中 加入氢氧化钠滴定液”起, 依法测定。每 1ml 氢氧化钠滴 定液 (0.1mol/L) 相当于 11.42mg 的 $C_4H_6N_2S$ 。	容量法。片粉用水溶解后, 续滤液照原料药 项下的方法测定	容量法。片粉用水溶解后, 续滤液照原料药 项下的方法测定
评述	美国药典规定了溶出度检查并进行 UV 法鉴别, 其他项目三国药典基本一致		

甲醛溶液 Formaldehyde Solution

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 130)	英国药典 (2000 年版 725 页) 欧洲药典 (第 3 版 2001S 876 页)	美国药典 (第 24 版 753 页)
含量限度 (含 CH_2O)	本品含甲醛不得少于 36.0% (g/g)	含甲醛为 34.5% ~ 38.0% (w/w)	含甲醛为 37.0% (大包装); 36.5% (小包装)
性状	本品为无色或几乎无色的澄明液体, 有刺激性特臭、能刺 激鼻喉黏膜; 在冷处久置易发生浑浊	无色澄明液体	

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 130)	英国药典 (2000 年版 725 页) 欧洲药典 (第 3 版 2001S 876 页)	美国药典 (第 24 版 753 页)
鉴别	(1) 取本品 5 滴, 置试管中, 加水 1ml 稀释后, 加氨制硝酸银试液 3 滴, 即析出银, 成细微的灰色沉淀, 或在管壁生成光亮的银镜。 (2) 取本品少量, 加品红亚硫酸试液与稀盐酸数滴, 即显红色。	A. 0.05mL 水稀释液, 加 15g/L 对硝基苯偶氮变色酸钠溶液 1mL、硫酸 8mL, 5min 内紫蓝色或紫红色产生 B. 0.1mL, 加水 10mL, 加 10g/L 盐酸苯胍溶液 2mL、铁氰化钾溶液 1mL、盐酸 5mL, 鲜红色产生 C. 0.5mL, 加水 2mL, 加氨制硝酸银试液 2mL, 即析出银, 成细微的灰色沉淀	A: 2mL, 加水 10mL, 加氨制硝酸银试液 1mL, 即析出银, 成细微的灰色沉淀 B: 2 滴, 加 5mL 硫酸 (溶有 20mg 水杨酸), 温热, 深红色产生
酸度	取本品 5.0mL, 加水 5mL 与酚酞指示液 2 滴, 用氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 滴定至溶液显粉红色, 消耗氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 不得过 1.0mL	2mL, 加水 8mL, 耗氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 不得过 0.4mL, 酚酞作指示剂	20mL, 加水 20mL, 耗氢氧化钠滴定液 (0.1N) 不得过 10.0mL, 溴麝香草酚蓝作指示剂
炽灼残渣		不得过 0.1%	
甲醇		GC 法。载气为氮气, 以乙基乙烯苯基-二乙烯苯共聚物为固定相, 柱温 120℃, 乙醇为内标, 火焰离子检测器。限度为 9.0% ~ 15.0% (v/v)	
含量测定	取本品约 1.5mL, 精密称定, 置锥形瓶中, 加水 10mL、过氧化氢试液 25mL 与溴麝香草酚蓝指示液 2 滴, 滴加氢氧化钠滴定液 (1mol/L) 至溶液显蓝色; 再精密加氢氧化钠滴定液 (1mol/L) 25mL, 瓶口置一玻璃小漏斗, 置水浴上加热 15 分钟, 不时振摇, 放冷, 用水洗涤漏斗, 加溴麝香草酚蓝指示液 2 滴, 用盐酸滴定液 (1mol/L) 滴定至溶液显黄色, 并将滴定的结果用空白试验校正。每 1mL 氢氧化钠滴定液 (1mol/L) 相当于 30.03mg 的 CH_2O	碘量法。10mL (1g→100mL) 溶液, 加 0.05M 碘 30mL, 加稀氢氧化钠 10mL, 15min 后加稀硫酸 25mL, 用硫代硫酸钠滴定液 (0.1M) 滴定, 淀粉作指示剂	碘量法。取 3mL, 精密加入氢氧化钠滴定液 (1N) 50mL 和过氧化氢试液 50mL, 置水浴上加热 15min, 硫酸滴定液 (1N) 滴定, 溴麝香草酚蓝作指示剂
评述	三国药典含量测定方法有差异, 有用酸量法, 有用碘量法。英国药典用 GC 法控制甲醇量, 并检查炽灼残渣		

甲硝唑 Metronidazole

标准项目	中国药典 (2005年版二部 123 页)	英国药典 (2000年版 1049 页) 欧洲药典 (第3版 1196 页)	美国药典 (第24版 1104 页)	日本药局方 (第13版 514 页)
含量限度 (含 $C_4H_5N_3O_3$)	按干燥品计算, 不得少于 99.0%	按干燥品计算, 应为 99.0% ~ 101.0%	按干燥品计算, 应为 99.0% ~ 101.0%	按干燥品计算, 应为 99.0% ~ 101.0%
性状	本品为白色至微黄色的结晶性或结晶性粉末; 有微臭, 味苦而略咸	白色或淡黄色结晶性粉末	白色至淡黄色结晶性或结晶性粉末; 在空气中稳定, 见光颜色加深	白色至微黄白色结晶性或结晶性粉末; 无臭, 味微苦; 对光敏感
溶解度	本品在乙醇中略溶, 在水或三氯甲烷中微溶, 在乙醚中极微溶解	在水、丙酮、乙醇或二氯甲烷中微溶, 在乙醚中极微溶解	在水和乙醇中略溶, 在乙醚和氯仿中微溶	在冰醋酸中易溶, 在乙醇和丙酮中略溶, 在水中微溶, 在乙醚中极微溶解; 在稀盐酸中溶解
熔点	本品的熔点为 159 ~ 163℃	见鉴别 A	159 ~ 163℃	159 ~ 163℃
吸收系数	取本品, 精密称定, 加盐酸溶液 (9→1000) 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 13μg 的溶液, 照紫外-可见分光光度法, 在 277nm 的波长处测定吸光度, 吸收系数 ($E_{1\%}^{1cm}$) 为 365 ~ 389	见鉴别 B		
鉴别	(1) 取本品约 10mg, 加氢氧化钠试液 2ml 微温, 即得紫红色溶液; 滴加稀盐酸使成酸性即变成黄色, 再滴加过量氢氧化钠试液则变成橙红色 (2) 取本品约 0.1g, 加硫酸溶液 (3→100) 4ml, 应能溶解; 加三硝基苯酚试液 10ml, 放置后即生成黄色沉淀 (3) 取吸收系数项下的溶液, 照紫外-可见分光光度法测定, 在 277nm 的波长处有最大吸收, 在 241nm 的波长处有最小吸收 (4) 本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱一致。	A. 熔点 159 ~ 163℃ B. UV 法。供试品 20μg/mL 的 0.1M 盐酸溶液, 277nm 波长处有最大吸收, 240nm 波长处测得吸收系数为 365 ~ 395 C. IR 法。供试品吸收光谱与对照图谱一致 D. 10mg, 加锌粉 10mg、水 1mL 和稀盐酸 0.25mL, 水浴放置 5min, 溶液显芳香第一胺的鉴别反应 以上鉴别可做 A、C 或 A、B、D	A: IR 法。供试品吸收光谱与对照图谱一致 B: UV 法。供试品为 20μg/mL 的硫酸甲醇溶液 (1→350)	(1) UV 法。供试品 10μg/mL 的 0.1mol/L 盐酸溶液, 275 ~ 279nm 波长处有最大吸收 (2) IR 法。供试品吸收光谱与对照图谱一致

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 123 页)	英国药典 (2000 年版 1049 页) 欧洲药典 (第 3 版 1196 页)	美国药典 (第 24 版 1104 页)	日本药局方 (第 13 版 514 页)
2-甲基-5-硝基咪唑	精密称取本品约 100mg, 置 100ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取适量, 用流动相稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液, 作为供试品溶液; 另取 2-甲基-5-硝基咪唑对照品约 25mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取适量, 用流动相制成每 1ml 中含 1μg 的溶液, 作为对照品溶液。照高效液相色谱法测定, 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 以甲醇-水 (20:80) 为流动相, 检测波长为 300nm, 理论板数按甲硝唑峰计算不低于 2000。取对照品溶液 20μl 注入液相色谱仪, 调节检测灵敏度, 使主成分色谱峰高为满量程的 10%~30%。精密量取供试品溶液和对照品溶液各 20μl, 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。供试品溶液的色谱图中, 2-甲基-5-硝基咪唑不得大于 1.0%。	TLC 法。GF ₂₅₄ 板, 水-乙醇-二乙胺-氯仿 (1:10:10:80) 为展开剂, 供试品溶剂为丙酮, 浓度为 10mg/mL, 点样 20μL, 检视: 254nm 紫外光灯, 任何杂质斑点不得深于对照斑点 (0.3%)	TLC 法。硅胶 G 板, 氯仿-无水乙醇-二乙胺-水 (80:10:10:1) 为展开剂, 供试品溶剂为丙酮, 浓度为 10mg/mL, 点样 20μL。检视: 空气干燥后, 喷以 20% 三氯化钛溶液, 110℃ 加热至蓝灰色开始消失, 放冷, 喷以坚牢蓝盐 B 溶液 (1→100), 3min 后, 喷以乙醇-水-氢氧化铵 (50:30:20)。任何杂质斑点不得大于或深于对照斑点 (0.3%)	TLC 法。GF ₂₅₄ 板, 丙酮-水-醋酸乙酯 (8:1:1) 为展开剂, 供试品溶剂为丙酮, 浓度为 10mg/mL, 2-甲基-5-硝基咪唑杂质对照液浓度为 50μg/mL, 点样 20μL。检视: 254nm 紫外光灯, 相应杂质斑点不得深于对照斑点 (0.5%)
溶液的澄清度与颜色	取本品, 加乙醇溶解并稀释成每 1ml 中约含 5mg 的溶液, 溶液应澄清; 如显浑浊, 与 1 号浊度标准液比较, 不得更浓; 如显色, 与黄色或黄绿色 2 号标准比色液比较不得更深。	供试液浓度为 50.0mg/mL (1M 盐酸溶液), 如显浑浊, 不得比标准比色液 II 浓, 如显色, 不得比标准比色液 GY ₆ 深		
干燥失重	取本品, 在 105℃ 干燥至恒重, 减失重量不得过 0.5%	不得过 0.5% (100~105℃, 3h)	不得过 0.5% (105℃, 2h)	不得过 0.5% (1g, 减压, 硅胶, 24h)
炽灼残渣	取本品 1.0g, 依法检查, 遗留残渣不得过 0.1%	不得过 0.1% (1.0g)	不得过 0.1% (1.0g)	不得过 0.10% (1g)
重金属	取炽灼残渣项下遗留的残渣, 依法检查, 含重金属不得过百万分之十	20ppm (方法 C)	0.005% (方法 II)	20ppm (第 2 法)

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 123 页)	英国药典 (2000 年版 1049 页) 欧洲药典 (第 3 版 1196 页)	美国药典 (第 24 版 1104 页)	日本药局方 (第 13 版 514 页)
含量测定	取本品约 0.13g, 精密称定, 加冰醋酸 10mL 溶解后, 加苯酚苯甲醇指示液 2 滴, 用高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 滴定至溶液显绿色, 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 17.12mg 的 $C_6H_5N_3O_3$	容量法。0.150g, 加无水醋酸 50mL 使溶解, 用 0.1M 高氯酸滴定液滴定, 电位法指示终点	容量法。100mg, 加醋酐 20mL, 微热使溶解, 加孔雀绿指示剂 1 滴, 用 0.1N 高氯酸滴定液滴至黄绿色	容量法。0.2g, 加冰醋酸 30mL, α -萘酚苯甲醇指示液 0.5mL, 用 0.1mol/L 高氯酸滴定液滴至黄绿色
制剂	(1) 甲硝唑片 (2) 甲硝唑阴道泡腾片 (3) 甲硝唑注射液 (4) 甲硝唑栓 (5) 甲硝唑胶囊 (6) 甲硝唑葡萄糖注射液	凝胶剂、注射剂、栓剂、片剂	凝胶剂、注射剂、片剂	
评述	中国药典和日本药局方均检查 2-甲基-5-硝基咪唑, 中国药典虽采用 HPLC 法, 但未列出杂质对照, 项目名称与内容不符, 且限度较松, 其他药典均采用 TLC 法, 美国药典的检视方法较繁琐, 英国药典方法易操作, 限度也较严。美国药典的重金属限度较松; 日本药局方未收载制剂			

甲硝唑片 Metronidazole Tablets

标准项目	中国药典 (2005 年版二部 124 页)	英国药典 (2000 年版 2101 页)	美国药典 (第 24 版 1106 页)
含量限度 (含 $C_6H_5N_3O_3$)	本品含甲硝唑应为标示量的 93.0% ~ 107.0%	标示量的 95.0% ~ 105.0%	标示量的 90.0% ~ 110.0%
性状	本品为白色或类白色片	A. 用氯仿提取, 蒸干, 取残渣测定, IR 法。 供试品吸收光谱与对照图谱一致 B. 细粉加 0.5M 硫酸, 振摇, 滤过, 滤液加苦味酸试液, 生成沉淀, 沉淀经水洗、105℃ 干燥, 熔点约为 150℃ C. 含甲硝唑 10mg 的细粉, 加锌粉 10mg、水 1mL 和盐酸 0.25mL, 置水浴加热 5min, 冰浴冷却, 加亚硝酸钠溶液 0.5mL, 用氨基磺酸除去过量亚硝酸盐, 加 2-萘酚溶液 0.5mL 和 5M 氢氧化钠 2mL, 显橙红色	A: UV 法。用稀盐酸 (1→100) 制成 15mg/mL 的溶液, 照原料药项下的鉴别 B 试验 B: HPLC 法。含量测定项下的色谱图中, 供试品峰的保留时间与对照品一致
鉴别	(1) 取本品的细粉适量 (约相当于甲硝唑 10mg), 照甲硝唑项下的鉴别 (1) 项试验, 显相同的反应 (2) 取本品的细粉适量 (约相当于甲硝唑 0.2g), 加硫酸溶液 (3→100) 4mL, 振摇使甲硝唑溶解, 滤过, 滤液中加入三硝基苯酚试液 10mL, 放置后即生成黄色沉淀 (3) 取含量测定项下的溶液, 照紫外-可见分光光度法测定, 在 277nm 的波长处有最大吸收, 在 241nm 的波长处有最小吸收		