

# 国家药品监督管理局

## 国家药品标准修订件

批件号：XGB2019-027

药品名称	药品通用名称：盐酸曲普利啶 汉语拼音名：Yansuan Qupuliding 英文名：Triprolidine Hydrochloride
剂 型	原料药
实施规定	根据《药品管理法》及其有关规定，修订盐酸曲普利啶国家药品标准。 本标准自实施之日起执行，同品种原标准同时停止使用，实施日期前生产的药品可按原标准检验。其他有关事宜参照原国家食品药品监督管理局总局“关于实施《中华人民共和国药典》2015年版有关事宜的公告（2015年第105号）”执行。
标准编号	WS <sub>1</sub> -(X-099)-2006Z-2019
实施日期	2019年11月08日
附 件	盐酸曲普利啶药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市（食品）药品监督管理局，中央军委后勤保障部卫生局
抄送单位	各省、自治区、直辖市（食品）药品检验院（所），中国人民解放军联勤保障部队药品仪器监督检验总站，中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，国家药品监督管理局药品审评中心，国家药品监督管理局药品审核查验中心，国家药品监督管理局药品评价中心，国家药品监督管理局信息中心，国家药品监督管理局药品注册管理司，国家药品监督管理局药品监督管理司。
备 注	请各省、自治区、直辖市（食品）药品监督管理局及时通知辖区内有关药品生产企业，自实施之日起执行本标准。



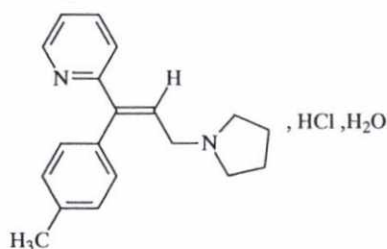
# 国家药品监督管理局 国家药品标准

WS<sub>1</sub>-(X-099)-2006Z-2019

## 盐酸曲普利啶

Yansuan Qupuliding

Tripolidine Hydrochloride



$C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$  332.88

本品为(E)-2-[1-(4-甲基)-3-(1-吡咯烷基)-1-丙烯]吡啶盐酸盐一水合物。按无水物计算,含  $C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl$  不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,味苦。

本品在水、甲醇、乙醇或三氯甲烷中易溶。

【鉴别】 (1)在有关物质检查项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与系统适用性溶液中盐酸曲普利啶对照品峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,照紫外-可见分光光度法(中国药典 2015 年版四部通则 0401)测定,在 290nm 的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(中国药典 2015 年版四部通则 0402)。

(4)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(中国药典 2015 年版四部通则 0301)。

【检查】 溶液的澄清度与颜色 取本品,用水制成每 1ml 中约含 0.10g 的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(中国药典 2015 年版四部通则 0902 第一法)比较,不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 2 号标准比色液(中国药典 2015 年版四部通则 0901 第一法)比较,不得更深。

有关物质 避光操作。取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;另取盐酸曲普利啶顺式异构体对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 20 $\mu$ g 的溶液,作为杂质对照品溶液。取盐酸曲普利啶对照品和盐酸曲普利啶顺式异构体对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲普利啶 1mg 和盐酸曲普利啶顺式异构体 20 $\mu$ g 的混合溶液,作为系统适用性溶液;取对照溶液与杂质对照品



溶液适量，置同一量瓶中，用流动相稀释制成每 1ml 中分别含盐酸曲普利啉和盐酸曲普利啉顺式异构体各约 1 $\mu$ g 的溶液，作为灵敏度溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版四部通则 0512），用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-醋酸铵溶液（取 0.4% 醋酸铵溶液 600ml，加三乙胺 2ml，用冰醋酸调节 pH 值至 7.0）（65：35）为流动相，检测波长为 260nm。取系统适用性溶液 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，记录色谱图，盐酸曲普利啉顺式异构体峰与盐酸曲普利啉峰的分度度应符合要求；取灵敏度溶液 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，盐酸曲普利啉峰与盐酸曲普利啉顺式异构体峰的信噪比均应大于 10。精密量取供试品溶液、对照溶液与杂质对照品溶液各 10 $\mu$ 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 3 倍。供试品溶液的色谱图中如有与盐酸曲普利啉顺式异构体保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过 1.0%；其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（1.0%）。

**残留溶剂** 取本品约 0.2g，精密称定，置顶空瓶中，精密加水 5ml 使溶解，密封，作为供试品溶液；分别精密称取甲醇与乙酸乙酯各适量，用水稀释制成每 1ml 中约含甲醇 0.12mg 与乙酸乙酯 0.2mg 的混合溶液，精密量取 5ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0861 第二法）测定，以 6% 氰丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度 100℃，维持 5 分钟，再以每分钟 60℃ 的速率升温至 220℃，维持 2 分钟；检测器为氢火焰离子化检测器（FID），检测器温度为 250℃；进样口温度为 200℃。顶空瓶平衡温度为 80℃，平衡时间为 30 分钟。取对照品溶液顶空进样，记录色谱图，按甲醇与乙酸乙酯顺序出峰，两峰之间的分度度应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，甲醇与乙酸乙酯的残留量应符合规定。

**水分** 取本品，照水分测定法（中国药典 2015 年版四部通则 0832 第一法 1）测定，含水分应为 4.0%~6.0%。

**炽灼残渣** 取本品 1.0g，依法检查（中国药典 2015 年版四部通则 0841），遗留残渣不得过 0.1%。

**重金属** 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（中国药典 2015 年版四部通则 0821 第二法），含重金属不得过百万分之二十。

**【含量测定】** 取本品约 0.26g，精密称定，加乙醇 50ml 与 0.01mol/L 盐酸溶液 5.0ml，振摇使溶解。照电位滴定法（中国药典 2015 年版四部通则 0701），用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定，记录两个突跃点消耗滴定液的体积差。每 1ml 氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于 31.48mg 的  $C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl$ 。

**【类别】** 抗组胺药。

**【贮藏】** 密封，在凉暗干燥处保存。

**【制剂】** （1）盐酸曲普利啉片 （2）盐酸曲普利啉胶囊

注：

氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）的标定：取经五氧化二磷减压干燥至恒重的苯甲酸基准品约 0.1g，精密称定，加乙醇 50ml 与 0.01mol/L 盐酸溶液 5.0ml，振摇使溶解，照电位滴定法（中国药典 2015 年版四部通则 0701），在不断搅拌下用本液滴定，记录两个突跃点消耗滴定液的体积差。根据两个突跃点消耗滴定液的体积差与苯甲酸的取用量，算出本滴定液的浓度，即得。

每 1ml 氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L) 相当于 12.21mg 的  $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$ 。