

含量測定：

移動相溶媒、層析裝置及層析條件檢測液——按照長葉毛地黃苷(第 787 頁) 含量測定項下規定製備。

標準品溶液——取長葉毛地黃苷對照標準品(注意—使用前於 105° 真空乾燥一小時) 適量，精確稱定，溶於稀乙醇，並用超音波促溶，使成每 mL 含約 250µg 之標準品溶液。如有必要時，可再作定量稀釋，使其濃度與本品濃度大致相同。

測定法——取本品及標準品溶液同量(約 10µL) 分別注入層析裝置層析之，記錄其層析圖譜，測計其主波峯值。按照下列公式計算所取檢品每 mL 所含 C₄₁H₆₄O₁₄ 之 µg 數：

$$C(r_U/r_S)$$

C：標準品溶液每 mL 所含長葉毛地黃苷對照標準品之 µg 數。

r_U 及 r_S：分別為本品及標準品溶液主成分之波峯值。

貯藏法：本品應置單劑量容器中，應避免過熱處貯之。

用途分類：見長葉毛地黃苷。

長葉毛地黃苷錠
Digoxin Tablets

本品所含 C₄₁H₆₄O₁₄ 應為標誌含量之 90.0~105.0%。

鑑別：

- (1)取相當於長葉毛地黃苷約 0.5mg 之本品粉末，置 10-mL 離心管中，加無水乙醇 2mL，超音波振盪十至十五分鐘後離心分離之。取上澄液為檢品溶液。另取長葉毛地黃苷對照標準品(注意—使用前於 105° 乾燥一小時) 適量，加無水乙醇溶成每 mL 含 0.25mg 之標準品溶液。取檢品溶液及標準品溶液各 10µL，按薄層層析法(通則 1010.3) 分別點注於以十八矽烷鍵結之層析用矽膠混合物為吸著劑之薄層上，以甲醇：水(7：3) 混液為展開溶媒層析之，展開並取出層析板風乾後，噴以氨胺 T 三氯乙酸試劑(取新鮮配製之氨胺 T(3→100) 溶液 10mL 與三氯乙酸無水乙醇溶液(1→4) 40mL 混勻，即得)，並於 110° 加熱十分鐘，於長波紫外光(360nm) 下檢視之：檢品溶液與標準品溶液所呈現主斑點之 R_f 值相若。
- (2)按含量測定項操作所得層析圖譜，檢品溶液與標準品溶液主波峯之滯留時間相同。

一般檢查及其他規定：

(1)溶離度——按照通則 3015 方法測定。

溶媒：0.1N 鹽酸；500mL

裝置 I：120rpm

時程：60 分鐘

測定法——全部試驗過程應採用同一批次之溶媒(注意—下列測定過程中，須使用極為潔淨之玻璃器皿，此等器皿須先經鹽酸、水及乙醇充分潤洗，並小心乾燥；應注意避免螢光物質及源自金屬及橡皮表面之污染。)

標準品溶液——取長葉毛地黃苷對照標準品約 25mg，精確稱定，置 500-mL 容量瓶中，以最少量之乙醇使溶後，再加稀乙醇(4→5) 至容量，混勻。取此液 10mL，再以稀乙醇(4→5) 稀釋至 100mL，混勻。臨用時，取此溶液五份各適量，分別加溶離溶媒稀釋至 50mL，使所成溶液之濃度分別相當於本品標誌所含長葉毛地黃苷之量溶於 500mL 所成濃度之 20%、40%、60%、80% 及 100%，作為標準品溶液。

抗壞血酸甲醇溶液——取抗壞血酸適量，加甲醇溶成每 mL 含抗壞血酸 2mg 之溶液。

過氧化氫甲醇溶液——使用當日，取新經測定其含量之過氧化氫液(30%) 2.0mL，用甲醇稀釋成 100mL，貯冰箱中。使用時，取此溶液 2.0mL 以甲醇稀釋至 100mL。

測定法——取本試驗所得溶液之一部份，立即以孔徑不大於 0.8-µm 之微孔濾膜過濾，棄去初濾液 10mL，其後所得濾液用為檢品溶液，依下法測定其螢光：取檢品溶液 1.0mL 二份，各標準品溶液及供空白對照用之溶媒各 1.0mL 一份，分置有玻塞之錐形瓶中。由標準品溶液開始，將各瓶依序排列，使自加試劑至測定螢光之時程均能相同。每次添加後均予旋搖：1) 抗壞血酸甲醇溶液 1.0mL。2) 鹽酸 5.0mL。3) 過氧化氫甲醇溶液 1.0mL；加塞，放置二小時，於波長約 485nm 處測定其螢光，激發波長約 372nm。為校正螢光計之穩定度，以 1 個或多個處理後之標準品溶液重行測定。各測定之螢光度值經空白對照校正後，據以繪製螢光度與溶離百分率對照標準曲線。由檢品溶液所得螢光度值，自標準曲線求取溶液中長葉毛地黃苷之溶離百分率。

容許範圍——於六十分鐘時程內溶離之 C₄₁H₆₄O₁₄ 不得少於標誌含量之 80%(Q)。如檢驗之各錠符合下列合格範圍表之規定範圍，即屬符合規定。

合格範圍表

檢次	檢品檢測數	合格範圍
S ₁	6	每一檢品含量均不少於Q+5%
S ₂	6	十二檢品平均(S ₁ +S ₂)等於或大於Q，但無檢品少於Q-5%

(2)單位劑量均一度——應符合規定(通則 3016)。

含量測定：

移動相溶媒——取水：乙腈(37：13)混液，過濾並予脫氣處理。必要時其混合比例可予調整。

標準品溶液——取長葉毛地黃苷對照標準品適量，精確稱定，藉超音波振盪之助溶於稀乙醇，並續作次第定量稀釋成每 mL 含 40μg 之標準品溶液。

檢品溶液——取本品二十錠以上，稱量後研成細粉，取相當於長葉毛地黃苷約 1mg 之細粉，精確稱定，置一有玻塞之 50-mL 錐形瓶中，於旋搖下加稀乙醇 25mL，超音波振盪三十分鐘，冷卻後，以孔徑不大於 0.8-μm 之濾膜過濾，棄去初濾液 10mL，取濾液供為檢品溶液。

層析條件檢測液——取長葉毛地黃苷對照標準品及長葉毛地黃配質—雙毛地黃毒苷醣苷各適量，加稀乙醇溶成每 mL 含二者各 40μg 之溶液。

層析裝置——液相層析裝置，具波長 218-nm 檢測器，4.2-mm×25-cm 層析管，充填直徑 5~10μm 十八矽烷鍵結之矽石或陶瓷微粒，移動相溶媒流速每分鐘約 3.0mL。取層析條件檢測液依下述測定法層析之，記錄其波峯值；其重複注入之相對標準差，不得大於 2.0%，長葉毛地黃苷波峯之曳尾因數不得大於 2.0，所含二成分之分離率 R 不得小於 2.0。

測定法——取檢品溶液及標準品溶液各 50μL，分別注入層析裝置層析之，記錄其層析圖譜，測計各主波峯值，按照下列公式計算所取檢品含 C₄₁H₆₄O₁₄ 之 mg 數：

$$25C(r_U/r_S)$$

C：標準品溶液每 mL 中所含長葉毛地黃苷對照標準品之 mg 數。

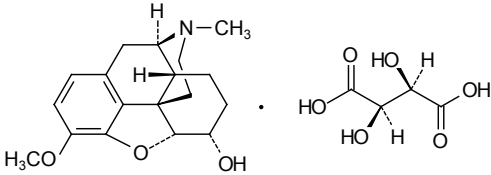
r_U 及 r_S：分別為檢品溶液及標準品溶液主成分之波峯值。

貯藏法：本品應置於密蓋容器中貯之。

用途分類：見長葉毛地黃苷。

重酒石酸二氫可待因

Dihydrocodeine Bitartrate



C₁₈H₂₃NO₃ · C₄H₆O₆ 分子量：451.47

本品所含 C₁₈H₂₃NO₃ · C₄H₆O₆ 按乾品計算應為 98.5~100.5%。

性 狀：

- (1)一般性狀——本品為白色結晶或白色結晶性粉末，無臭或幾無臭。
- (2)溶解度——本品易溶於水，微溶於乙醇，殆不溶於乙醚。
- (3)旋光度——本品溶液(1→100)，按旋光度測定法(通則 1007)測定之，其比旋光度為 -72°~-75°。
- (4)熔融溫度——本品之熔融溫度為 186~190°，但自開始至完全熔融之溫度範圍不得超過 2.5°。

鑑 別：

- (1)按含量測定項操作所得層析圖譜，檢品溶液與標準品溶液主波峯之滯留時間相同。
- (2)本品溶液呈酒石酸鹽之各種特殊反應(通則 2001)。
- (3)取本品 20mg，置試管中加硫酸 5mL 使溶後，加氯化鐵試液 1 滴，於沸水鍋中放置二分鐘，色雖變暗，但不顯藍色(與嗎啡及可待因之區別)。

雜質檢查及其他規定：

- (1) pH 值——本品溶液(1→10)之 pH 值應為 3.2~4.2(通則 1009)。
- (2)乾燥減重——本品經 105° 乾燥四小時，減失重量不得超過 0.5%。
- (3)熾灼殘渣——本品經熾灼後，遺留殘渣不得超過 0.1%。
- (4)氫鹽——取本品約 100mg，置試管中，加 1N 氫氧化鈉液 5mL，於汽鍋上熱之，不得有臭氣。
- (5)一般雜質——按通則 3033 方法檢查之，應符合規定。

檢品溶液及標準品溶液：均用水為溶劑

展開溶媒：二氯甲烷：甲醇：濃氨水(90：10：

1) 混液

檢視定位法：(17) 於短波紫外光下檢視之

含量測定：

移動相溶媒——取乙腈：水：二乙胺(800：4：1)混液，與甲醇(55：45)混合之，過濾並予脫氣處