

国家食品药品监督管理局

国家药品标准制订件

批件号: XGB2011-143

| | |
|------|--|
| 药品名称 | 药品通用名称: 左氧氟沙星滴眼液 汉语拼音名: Zuoyangfushaxing Diyanye 英文名: Levofloxacin Eye Drops |
| 实施规定 | 为保证临床应用安全有效、质量可控, 现制订左氧氟沙星滴眼液的质量标准。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-032-2011 |
| 实施日期 | 2012年2月29日 |
| 附件 | 左氧氟沙星滴眼液药品标准 |
| 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-032-2011

左氧氟沙星滴眼液

Zuoyangfushaxing Diyanye

Levofloxacin Eye Drops

本品含左氧氟沙星(C₁₈H₂₀FN₃O₄)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为微黄色至淡黄色或淡黄绿色的澄明液体。

【鉴别】 (1) 取本品适量,用0.1mol/L盐酸溶液稀释制成每1ml中含左氧氟沙星5μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(中国药典2010年版二部附录IV A)测定,在226nm和294nm的波长处有最大吸收。

(2) 取本品适量,用0.1mol/L盐酸溶液稀释制成每1ml中约含左氧氟沙星0.1mg的溶液,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每1ml中含左氧氟沙星0.02mg的溶液,作为供试品溶液;另取氧氟沙星对照品适量,用0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每1ml中含氧氟沙星0.04mg的溶液,作为对照品溶液。照高效液相色谱法(中国药典2010年版二部附录V D)测定。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以硫酸铜D-苯丙氨酸溶液(取D-苯丙氨酸1.32g与硫酸铜1g,加水1000ml使溶解后,用氢氧化钠试液调节pH值至3.5)-甲醇(82:18)为流动相;柱温为40℃;检测波长为293nm。取供试品溶液与对照品溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,右氧氟沙星与左氧氟沙星依次流出,右、左旋异构体峰间的分离度应符合要求。供试品溶液主峰的保留时间应与氧氟沙星对照品中左氧氟沙星峰(后)的保留时间一致。

【检查】 pH值 应为6.0~7.0(中国药典2010年版二部附录VI H)。

有关物质 精密量取本品适量,用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含1.2mg的溶液,作为供试品溶液,精密量取适量,用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中含2.4μg的溶液,作为对照溶液。另精密称取杂质A对照品约18mg,置100ml量瓶中,加6mol/L氨溶液1ml与水适量使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取2ml,置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为杂质A对照品溶液。照高效液相色谱法(中国药典2010年版二部附录V D)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵高氯酸钠溶液(取醋酸铵4.0g和高氯酸钠7.0g,加水1300ml使溶解,用磷酸调节pH值至2.2)-乙腈(85:15)为流动相A,乙腈为流动相B;按下表进行线性梯度洗脱,柱温为40℃;流速为1.0ml/min。称取左氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质E对照品各适量,加0.1mol/L盐酸溶液溶

国家食品药品监督管理局 发布

国家药典委员会 审定

解并稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星 1.2mg、环丙沙星和杂质 E 各 6 μ g 的混合溶液, 取 10 μ l 注入液相色谱仪, 以 294nm 为检测波长, 记录色谱图, 左氧氟沙星峰的保留时间约为 15 分钟。左氧氟沙星峰与杂质 E 峰和左氧氟沙星峰与环丙沙星峰的分离度应分别大于 2.0 与 2.5。取对照溶液 10 μ l 注入液相色谱仪, 以 294nm 为检测波长, 调节检测灵敏度, 使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%。精密量取供试品溶液、对照溶液和杂质 A 对照品溶液各 10 μ l, 分别注入液相色谱仪, 以 294nm 和 238nm 为检测波长, 记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 杂质 A (238nm 检测) 按外标法以峰面积计算, 不得过 0.3%, 其他单个杂质 (294nm 检测) 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍 (0.3%), 其它各杂质峰面积的和 (294nm 检测) 不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍 (0.7%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的杂质峰忽略不计。

| 时间 (分钟) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|---------|-----------|-----------|
| 0 | 100 | 0 |
| 18 | 100 | 0 |
| 25 | 70 | 30 |
| 39 | 70 | 30 |
| 40 | 100 | 0 |
| 50 | 100 | 0 |

苯扎溴铵 照高效液相色谱法 (中国药典 2010 年版二部附录 V D) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-三乙胺磷酸溶液 (取三乙胺 4ml 和磷酸 7ml, 用水稀释至 1000ml) (65 : 35) 为流动相; 检测波长为 214nm。

测定法 取本品适量, 用水定量稀释制成每 1ml 中约含苯扎溴铵 5 μ g 的溶液, 精密量取 20 μ l 注入液相色谱仪, 记录色谱图; 另取苯扎溴铵对照品适量, 同法测定。供试品如含苯扎溴铵, 按外标法以峰面积计算, 应为标示量的 80.0%~120.0%。

渗透压摩尔浓度 渗透压摩尔浓度比应为 0.9~1.1 (中国药典 2010 年版二部附录 IX G)。

其他 应符合滴眼剂项下有关的各项规定 (中国药典 2010 年版二部附录 I G)。

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

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以醋酸铵高氯酸钠溶液 (醋酸铵 4.0g 和高氯酸钠 7.0g, 加水 1300ml 使溶解, 用磷酸调节 pH 值至 2.2) -乙腈 (85 : 15) 为流动相; 检测波长为 294nm。称取左氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质 E 对照品各适量, 加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含左氧氟沙星 0.12mg、环丙沙星和杂质 E 各 6 μ g 的混合溶液, 取 10 μ l 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 左氧氟沙星峰的保留时间约为 15 分钟。左氧氟沙星峰与杂质 E 峰和左氧氟沙星峰与环丙沙星峰的分离度应分别大于 2.0 与 2.5。

测定法 精密量取本品适量, 用 0.1mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 0.12mg 的溶液, 精密量取 10 μ l 注入液相色谱仪, 记录色谱图; 另取左氧氟沙星对照品适量, 同法测定。按外标法以峰面积计算, 即得。

【类别】 喹诺酮类抗菌药。

【规格】 5ml : 24.4mg

【贮藏】 遮光, 密封保存。

附:

杂质 A: (一)9,10-二氟-3-甲基-7-氧化-2,3-二氢-7H-吡啶并[1,2,3-*de*]-1,4-苯并噁嗪-6-羧酸

杂质 E: (一)9-氟-3-甲基-7-氧代-10-(1-哌嗪基)-2,3-二氢-7H-吡啶并[1,2,3-*de*]-1,4-苯并噁嗪-6-羧酸