

国家食品药品监督管理局

国家药品标准修订件

批件号：XGB2012-011

药品名称	药品通用名称：碳酸钙 D ₃ 片 汉语拼音名：Tansuangai D ₃ Pian 英文名：Calcium Carbonate and Vitamin D ₃ Tablets
实施规定	为保证临床应用安全有效、质量可控，现对碳酸钙 D ₃ 片的质量标准进行修订。修订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 -(X-002)-2008Z-2012
实施日期	2012 年 10 月 28 日
附件	碳酸钙 D ₃ 片药品标准
主送单位	各省、自治区、直辖市药监局及药检所
抄送单位	中国食品药品检定研究院，国家药典委员会，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-(X-002)-2008Z-2012

碳酸钙 D₃片

Tansuangai D₃ Pian

Calcium Carbonate and Vitamin D₃ Tablets

本品每片中含维生素 D₃ (C₂₇H₄₄O) 不得少于 112 单位; 含钙 (Ca) 不得少于 540mg。

【处方】	维生素 D ₃ 粉 (100000IU/g)	1.25g
	碳酸钙 (CaCO ₃)	1500g (约相当于 Ca 600g)
	制成	1000 片

【性状】 本品为薄膜衣片, 除去包衣后, 显白色或灰白色。

【鉴别】 (1) 在维生素 D₃ 含量测定项下记录的色谱图中, 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) 取本品细粉适量, 加水 20ml, 加稀盐酸, 即煮沸, 发生二氧化碳气体, 导入氢氧化钙试液中, 即生成白色沉淀。

(3) 取本品细粉适量显钙盐 (中国药典 2010 年版二部附录 III) 的鉴别反应。

【检查】 溶出度 取本品, 照溶出度测定法 (中国药典 2010 年版二部附录 X C 第二法), 以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质, 转速为每分钟 75 转, 依法操作, 经 30 分钟时, 取溶液适量, 滤过, 精密量取续滤液 50ml, 加水 100ml、氢氧化钠试液 10ml 与羟基萘酚蓝指示剂约 0.3g, 用乙二胺四醋酸二钠滴定液 (0.05mol/L) 滴定至溶液由粉红色转变为蓝色。每 1ml 的乙二胺四醋酸二钠滴定液 (0.05mol/L) 相当于 2.004mg 的 Ca, 计算出每片的溶出量。限度为标示量的 80%, 应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定 (中国药典 2010 年版二部附录 I A)

【含量测定】 维生素 D₃ 避光操作, 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 用硅胶为填充剂 (推荐色谱柱: Supelcosil-LC-SI, 4.6mm × 250mm, 5μm 或效能相当的色谱柱); 以含 0.45% (V/V) 异丙醇的正己烷溶液为流动相 A, 20% (V/V) 异丙醇的正己烷溶液为流动相 B, 按下表进行梯度洗脱:

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	100	0
25	100	0
26	0	100
30	0	100
31	100	0
37	100	0

国家食品药品监督管理局 发布

国家药典委员会 审定

检测波长为 265nm，流速为 1.0ml/min。维生素 D₃ 的拖尾因子不得大于 2.0，取对照品溶液重复进样 6 次，维生素 D₃ 峰面积的相对标准偏差应不大于 3.0%；另取对照品储备液 II 适量，在 55℃ 水浴中加热 1 小时，放冷，取该溶液 40μl 注入液相色谱仪，维生素 D₃ 前体峰与维生素 D₃ 峰之间的分离度应大于 3.0。

测定法 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于维生素 D₃ 250IU），置 50ml 离心管中，加入 75%二甲亚砷水溶液约 20ml，密塞摇匀。将离心管置于 45℃±5℃ 水浴超声 15 分钟，并不时振摇，放冷。精密加入用 75%二甲亚砷水溶液处理过的正己烷（75%二甲亚砷水溶液和正己烷按 1: 20 进行混合后，取正己烷层）15ml，振摇 90 分钟，3000rpm 离心 10 分钟，取上清液作为供试品溶液；另取维生素 D₃ 对照品（40000 IU/mg）约 25mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加上述 75%二甲亚砷水溶液处理过的正己烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品储备液 I。精密量取对照品储备液 I 5ml，置 100ml 量瓶中，加上述 75%二甲亚砷水溶液处理过的正己烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品储备液 II。再精密量取对照品储备液 II 5ml，置 100ml 量瓶中，加上述 75%二甲亚砷水溶液处理过的正己烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 40μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图；取上述 75%二甲亚砷水溶液处理过的正己烷作为空白溶液，同法进样，以消除对含量测定的干扰。按下式计算维生素 D₃ 的总量：

$$\begin{aligned} \text{维生素 D}_3 \text{ 总量} &= \text{维生素 D}_3 \text{ 含量} + \text{维生素 D}_3 \text{ 前体含量} = \text{维生素 D}_3 \text{ 含量} \times 1.09 \\ &= \text{Au} \times \text{Ws} \times 5.0 \times 5.0 \times 15.0 \times \text{ATW} / \text{As} / 100 / 100 / 100 / \text{Wu} \times 1.09 \end{aligned}$$

式中：

Au= 供试品溶液的维生素 D₃ 峰面积

As= 对照品溶液色谱图中维生素 D₃ 峰面积

Wu= 供试品取样量，g

Ws= 对照品取样量 mg × 40000IU/mg × 纯度

ATW= 平均片重，g

1.09= 维生素 D₃ 和维生素 D₃ 前体折算成按维生素 D₃ 计的校正因子

钙 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于钙 80mg），置 250ml 锥形瓶中，加 1mol/L 盐酸溶液 15ml，在蒸汽浴上加热 5-10 分钟至反应完全停止，放冷，加水 100ml、1mol/L 氢氧化钠试液 20ml 与羟基萘酚蓝指示液 0.3g，旋摇混匀，用乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）滴定至溶液由粉红色转变为蓝色。每 1ml 的乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）相当于 2.004mg 的 Ca。

【类别】 补钙药。

【贮藏】 遮光，密封，室温干燥保存。

曾用名：钙尔奇 D 片、钙尔奇 D600 片