

赖氨酸磷酸氢钙颗粒

Lai'ansuan Linsuanqinggai Keli
Lysine Hydrochloride and Calcium Hydrogen Phosphate Granules

本品含盐酸赖氨酸($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$)与磷酸氢钙($CaHPO_4 \cdot 2H_2O$)均应为标示量的90.0%~110.0%。

【处方】	盐酸赖氨酸	500g
	磷酸氢钙	500g
	辅料	适量
	制成	1000袋

【性状】本品为类白色至淡黄色颗粒，味甜。

【鉴别】(1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸赖氨酸50mg)，加水20ml，充分振摇，离心，取上清液1ml，加0.5%茚三酮乙醇溶液1ml，摇匀，加热，1~2分钟，应显蓝紫色。

(2)在盐酸赖氨酸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。

(3)取鉴别(1)项下离心后的沉淀加稀硝酸5ml和水20ml振摇使溶解，溶液显钙盐和磷酸盐的鉴别反应。

【检查】溶出度 照溶出度与释放度测定法(中国药典2020年版四部通则0931第二法)测定。

溶出条件 以0.1mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经30分钟时取样。

盐酸赖氨酸

供试品溶液 取溶出液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用水定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液。

对照品溶液、色谱条件与系统适用性要求 见含量测定盐酸赖氨酸项下。

测定法 见含量测定盐酸赖氨酸项下。计算每袋中盐酸赖氨酸的溶出量。

磷酸氢钙

供试品溶液 取溶出液适量，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，加5%钼溶液(取氧化钼6.6g，加盐酸10ml使溶解，用水稀释至100ml，摇匀)1ml，用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。

对照品溶液 取磷酸氢钙对照品25mg，精密称定，置50ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取4ml、5ml、6ml，分别置50ml量瓶中，各加5%钼溶液1ml，分别用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。

测定法 取供试品溶液与对照品溶液，照原子吸收分光光度法(中国药典2020年版四部通则0406第一法)，在422.7nm的波长处测定，计算每袋磷酸氢钙的溶出量。

限度 均为标示量的80%，均应符合规定。

干燥失重 取本品，在80℃减压干燥至恒重，减失重量不得过2.0%（中国药典2020年版四部通则0831）

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版四部通则 0104）。

【含量测定】盐酸赖氨酸 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

供试品溶液 取装量差异项下的内容物，混匀，研细，精密称取适量（约相当于盐酸赖氨酸10mg），置100ml量瓶中，加水适量，超声使盐酸赖氨酸溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取盐酸赖氨酸对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.05mol/L醋酸钠缓冲液（用稀醋酸调节pH值至6.8±0.05）（65：35）为流动相，检测波长360nm。

系统适用性要求 理论塔板数按赖氨酸峰计算不低于2000，赖氨酸峰与相邻峰的分离度应符合规定。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1ml，分别置 10ml 量瓶中，加入 0.5mol/L 碳酸氢钠溶液 1ml 和 2% 2,4-二硝基氟苯乙腈溶液（2→100）0.2 ml，摇匀，避光置 60℃ 水浴中加热 60 分钟，放冷至室温，用 pH 7.0 磷酸盐缓冲溶液（取磷酸二氢钾 0.68g，加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 29.1ml，用水稀释至 100ml）稀释至刻度，摇匀，精密量取 10μl 注入液相色谱仪中，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，即得。

磷酸氢钙 精密称取上述细粉适量（约相当于磷酸氢钙 0.1g），加稀盐酸 2ml，加水 20ml，振摇使溶解，精密加入乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）25ml，加氨试液 8ml 与铬黑 T 指示剂少许，用锌滴定液（0.05mol/L）滴定至溶液显紫红色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）相当于 8.605mg 的 $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

【类别】 补钙药。

【贮藏】 密封，在阴凉干燥处保存。

起草单位： 山东省食品药品检验研究院

复核单位： 河南省食品药品检验所