附件5

参三七伤药胶囊（片）中松香酸与苏丹红IV检查项补充检验方法

**（**BJY 202005**）**

**【检查】松香酸** 照高效液相色谱法（中国药典2015年版通则0512）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%甲酸（75:25）为流动相；检测波长为241 nm。理论板数按松香酸峰计算应不低于3000。

**对照溶液的制备（临用新制）** 取松香酸对照试剂适量，精密称定，加乙醇制成每1ml含2µg的溶液，作为对照试剂溶液。另取11-羰基-*β*-乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加乙醇制成每1ml含2µg的溶液，作为参照溶液。

**供试品溶液的制备** 取参三七伤药胶囊内容物；取参三七伤药片10片，除去包衣，研细，取0.2g，精密称定，精密加入乙醇20ml，称定重量，超声处理20分钟，放冷，再称定重量，用乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取供试品溶液、对照试剂溶液与参照溶液各10µl，注入液相色谱仪，记录色谱图。

**结果判断**  供试品色谱中，在与松香酸对照试剂溶液色谱峰保留时间相应的位置上不得出现相同的色谱峰。若出现保留时间相同的色谱峰，采用二极管阵列检测器比较相应色谱峰的紫外-可见吸收光谱，吸收光谱应不同（松香酸对照试剂色谱峰在241nm显示最大吸收）；若吸收光谱相同，且该色谱峰的峰面积大于11-羰基-*β*-乙酰乳香酸参照溶液色谱峰的峰面积值，则视为阳性检出。

**备注：**必要时，可采用高效液相色谱-质谱联用方法验证。

**【检查】苏丹红IV** 照高效液相色谱法（中国药典2015年版通则0512）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以0.02mol/L乙酸铵溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为520nm。理论板数按苏丹红IV峰计算应不低于2000。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（min） | 流动相A% | 流动相B% |
| 0～20 | 20→80 | 80→20 |
| 20～21 | 80→85 | 20→15 |
| 21～30 | 85→95 | 15→5 |
| 30～42 | 95 | 5 |
| 42～43 | 95→20 | 5→80 |

**对照品溶液的制备** 取苏丹红IV对照品适量，加乙醇制成每1ml含10μg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取参三七伤药胶囊内容物；取参三七伤药片10片，除去包衣，研细，取粉末2g，加乙醇20ml，超声处理20分钟，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取供试品溶液与对照品溶液各10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。

**结果判断** 供试品色谱中，在与苏丹红IV对照品溶液色谱峰保留时间相应的位置上不得出现相同的色谱峰。若出现保留时间相同的色谱峰，采用二极管阵列检测器比较相应色谱峰在400nm—600nm波长范围内的紫外-可见吸收光谱，吸收光谱应不相同。

**备注：**必要时，可采用高效液相色谱-质谱联用方法验证。

**起草单位：**连云港市食品药品检验检测中心

**复核单位：**湖南省药品检验研究院（湖南药用辅料检验检测

中心）

 重庆市食品药品检验检测院