国家食品药品监督管理总局

公告

总局关于发布牛黄清心丸（局方）和朱砂安神丸中808猩红检查项补充检验方法的公告（2016年第131号）

　　按照《中华人民共和国药品管理法》及其实施条例的有关规定，《牛黄清心丸（局方）中808猩红检查项补充检验方法》和《朱砂安神丸中808猩红检查项补充检验方法》经国家食品药品监督管理总局批准，现予发布。

　　特此公告。

　　附件：1.牛黄清心丸（局方）中808猩红检查项补充检验方法

　　　　　2.朱砂安神丸中808猩红检查项补充检验方法

食品药品监管总局

2016年8月1日

（公开属性：主动公开）

附件1

牛黄清心丸（局方）中808猩红检查项

补充检验方法

【**检查**】**808猩红**（1）取大蜜丸1g，加硅藻土1.7g，研匀(或取水蜜丸粉末1g),加乙醇10ml，超声处理5分钟，静置，取上清液作为供试品溶液。另取808猩红对照品，加乙醇制成每1ml含0.05mg溶液作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各10µl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（9: 1）为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的斑点；若出现相同颜色的斑点，则用下列高效液相色谱法验证。

（2）照高效液相色谱法(中国药典2015年版四部通则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-0.02mol/L醋酸铵（80: 20）为流动相，检测波长为518nm。理论板数按808猩红峰计算应不低于2500。

**对照品溶液的制备** 取808猩红对照品适量，加乙醇制成每1ml含0.01mg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取[检查](1)项下的供试品溶液，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 取上述两种溶液各10µl，注入液相色谱仪,测定，即得。

**结果判断**供试品色谱中，应不得出现与对照品色谱保留时间一致的色谱峰。若出现保留时间一致的色谱峰，则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，吸收光谱应不相同。808猩红对照品色谱峰在518±1nm处显示最大吸收。

**备注：**必要时可采用高效液相色谱-质谱联用方法验证。色谱系统参照[检查](2)。

附件2

朱砂安神丸中808猩红检查项补充检验方法

【检查】**808猩红**（1）取本品4g，加适量硅藻土研细，加乙醇20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取808猩红对照品适量，加乙醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正已烷-乙酸乙酯（9:1）为展开剂，展开，取出，晾干，日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的斑点；若出现相同颜色的斑点，或相同位置有干扰不能判断时，则采用下列高效液相色谱法验证。

（2）照高效液相色谱法（中国药典2015年版四部通则0512）测定。

**色谱条件与系统适应性试验**以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%甲酸溶液（85:15）为流动相；检测波长为518nm。理论板数按808猩红峰计算应不低于2000。

**对照品溶液的制备**取808猩红对照品适量，精密称定，加乙醇制成每1ml含60µg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备**取【检查】（1）项下的供试品溶液，滤过，取续滤液，即得。

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

**结果判断**供试品色谱中，应不得出现与对照品色谱保留时间相同的色谱峰。若出现保留时间相同的色谱峰，则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，吸收光谱应不相同。808猩红对照品在518+1nm处显示最大吸收。

**备注：**必要时可采用高效液相色谱-质谱联用方法验证。建议采用乙腈-0.1%甲酸溶液（80:20）流动相系统。

分送：各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局，中检院、药典委、

药审中心、核查中心、评价中心。

国家食品药品监督管理总局办公厅2016年8月1日印发