

国家食品药品监督管理总局

公 告

2017 年 第 159 号

关于发布沉香化气丸中松香酸检查项等 7 项药品补充检验方法的公告

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，《沉香化气丸中松香酸检查项补充检验方法》《接骨七厘散（丸）中苏丹红Ⅳ与松香酸检查项补充检验方法》《小金丸（胶囊、片）中松香酸检查项补充检验方法》《腰痛片中松香酸检查项补充检验方法》《少腹逐瘀丸中松香酸与金胺 O 检查项补充检验方法》《小儿化毒散（胶囊）中松香酸检查项补充检验方法》《礞石滚痰丸中松香酸检查项补充检验方法》7 项药品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.沉香化气丸中松香酸检查项补充检验方法（BJY 201710）
2.接骨七厘散（丸）中苏丹红IV与松香酸检查项补充检验方法（BJY 201711）
3.小金丸（胶囊、片）中松香酸检查项补充检验方法（BJY 201712）
4.腰痛片中松香酸检查项补充检验方法（BJY 201713）
5.少腹逐瘀丸中松香酸与金胺O检查项补充检验方法（BJY 201714）
6.小儿化毒散（胶囊）中松香酸检查项补充检验方法（BJY 201715）
7.礞石滚痰丸中松香酸检查项补充检验方法（BJY 201716）



（公开属性：主动公开）

附件 1

沉香化气丸中松香酸检查项补充检验方法

(BJY 201710)

【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(65:35)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 2000。

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 2■g 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 2■g 的溶液，作为参照溶液。

供试品溶液的制备 取本品，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 20■l，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-羧基- 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。

起草单位：广东省药品检验所

复核单位：浙江省食品药品检验研究院

附件 2

接骨七厘散（丸）中苏丹红 IV 与松香酸 检查项补充检验方法

（BJY 201711）

【检查】苏丹红 IV （1）取本品散剂 3g 或取丸剂，研细，取粉末 3g，加乙醇 10ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取苏丹红 IV 对照试剂，加乙醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照试剂溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 10 μ l，对照试剂溶液 2 μ l，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，置日光下检视。供试品色谱中，在与对照试剂色谱相应的位置上，不得显相同颜色的斑点。若出现相同颜色的斑点，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 醋酸铵溶液为流动相 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 ~ 25	15→75	85→25
25 ~ 26	75→85	25→15
26 ~ 35	85→95	15→5
35 ~ 45	95	5
45 ~ 46	95→5	5→95

对照试剂溶液的制备 取苏丹红 IV 对照试剂适量，加乙醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品散剂 2g 或取丸剂，研细，取粉末 2g，加乙醇 25ml，超声处理 15 分钟，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别吸取供试品溶液和对照试剂溶液各 10 μ l，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在 400—600nm 波长范围的紫外-可见吸收光谱，吸收光谱应不相同。苏丹红 IV 对照试剂色谱峰在 520 $\pm$ 2nm 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。

【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(82:18)为流动相；检测波长为 241nm。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，加乙醇制成每 1ml 含 2 μ g 的溶液，作为对照试剂溶液。另取 11-羧基- β -乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含 2 μ g 的溶液，作为参照溶液。

供试品溶液的制备 取本品，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 取供试品溶液、对照试剂溶液和参照溶液各 10 μ l，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，且该色谱峰面积大于 11-羧基- 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。

起草单位：新疆维吾尔自治区食品药品检验所

复核单位：黑龙江省食品药品检验检测所

附件 3

小金丸（胶囊、片）中松香酸检查项 补充检验方法

（BJY 201712）

【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（82:18）为流动相；检测波长为 241nm。理论板数按松香酸峰计算应不低于 2000。

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 2 μ g 的溶液，作为对照试剂溶液。另取 11-羧基- β -乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含 2 μ g 的溶液，作为参照溶液。

供试品溶液的制备 取本品，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 10 μ l，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-羧基- 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。

起草单位：海南省药品检验所

复核单位：北京市药品检验所

附件 4

腰痛片中松香酸检查项补充检验方法

(BJY 201713)

【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(82:18)为流动相；检测波长为 241nm。理论板数按松香酸峰计算应不低于 2000。

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 2 μ g 的溶液，作为对照试剂溶液。另取 11-羧基- β -乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含 2 μ g 的溶液，作为参照溶液。

供试品溶液的制备 取本品 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 20 μ l，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-羧基- 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。

起草单位：山西省食品药品检验所

复核单位：江苏省食品药品监督检验研究院

附件 5

少腹逐瘀丸中松香酸与金胺 O 检查项 补充检验方法

(BJY 201714)

【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(82:18)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 2000。

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 2 μ g 的溶液，作为对照试剂溶液。另取 11-羧基- β -乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含 2 μ g 的溶液，作为参照溶液。

供试品溶液的制备 取本品 9g，加半量硅藻土，研匀，取 0.3g，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 20 μ l，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】金胺 O （1）取本品 5g，加 70%乙醇 20ml，密塞，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取金胺 O 对照试剂适量，加 70%乙醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照试剂溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-氨水（4:5:1:1）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，立即置可见光下检视。供试品色谱中，在与对照试剂色谱相应的位置上，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 0.05mol/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 432nm。理论板数按金胺 O 峰计算应不低于 3000。

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0 ~ 12	10→45	90→55
12 ~ 20	45→70	55→30
20 ~ 40	70→80	30→20
40 ~ 41	80→10	20→90
41 ~ 46	10	90

对照试剂溶液的制备 取金胺 O 对照试剂适量, 加乙醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品 5g, 加 70%乙醇 20ml, 超声处理 30 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试剂溶液各 10 μ l, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。

结果判断 供试品色谱中, 在与金胺 O 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。

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: 山西省食品药品检验所

复核单位: 新疆维吾尔自治区食品药品检验所

小儿化毒散（胶囊）中松香酸检查项 补充检验方法

（BJY 201715）

【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（82:18）为流动相；检测波长为 241nm。理论板数按松香酸峰计算应不低于 2000。

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 2 μ g 的溶液，作为对照试剂溶液。另取 11-羧基- β -乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含 2 μ g 的溶液，作为参照溶液。

供试品溶液的制备 取小儿化毒散 0.2g；取小儿化毒胶囊内容物，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 10 μ l，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-羧基- 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。

起草单位：黑龙江省食品药品检验检测所

复核单位：山西省食品药品检验所

附件 7

礞石滚痰丸中松香酸检查项补充检验方法

(BJY 201716)

【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；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸水溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 241nm。理论板数按松香酸峰计算应不低于 6000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0 ~ 30	60	40
30 ~ 45	60 ~ 80	40 ~ 20
45 ~ 60	80	20

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 2mg 的溶液，作为对照试剂溶液。另取 11-羧基- β -乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为参照溶液。

供试品溶液的制备 取本品，研细，取 3.5g，精密称定，加入甲醇 20mL，超声 20 分钟，放冷，补足重量，滤过，精密量

取续滤液 1ml，置 15ml 量瓶中，加甲醇至刻度，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 10 μ l，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-羧基- 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。

起草单位：江苏省食品药品监督检验研究院

复核单位：上海市食品药品检验所

分送：各省、自治区、直辖市食品药品监督管理局，新疆生产建设兵团
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

2017年12月19日印发
