

国家食品药品监督管理总局

公 告

2017 年 第 98 号

关于发布柏子养心丸中 808 猩红检查项等 4 项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，《柏子养心丸中 808 猩红检查项补充检验方法》《菟丝子中柠檬黄检查项补充检验方法》《炎可宁片中黄柏植物组织检查项补充检验方法》《冠心丹参胶囊中丹参、降香植物组织及三七茎叶皂苷》等 4 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.柏子养心丸中 808 猩红检查项补充检验方法（BJY 201703）
- 2.菟丝子中柠檬黄检查项补充检验方法（BJY 201704）
- 3.炎可宁片中黄柏植物组织检查项补充检验方法（BJY 201705）
- 4.冠心丹参胶囊中丹参、降香植物组织及三七茎叶皂苷检查项补充检验方法（BJY 201706）



（公开属性：主动公开）

附件 1

柏子养心丸中 808 猩红检查项补充检验方法 (B J Y 201703)

【检查】 808 猩红 (1) 取本品水蜜丸 6g, 研碎; 或取小蜜丸或大蜜丸 9g, 剪碎, 加乙醇 50ml, 超声处理 45 分钟, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 5ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取 808 猩红对照试剂适量, 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, 吸取上述两种溶液各 5 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, 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, 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%甲酸溶液 (80:20) 为流动相; 检测波长为 500nm; 理论板数按 808 猩红色谱峰计算应不低于 2000。

对照试剂溶液的制备 取 808 猩红对照试剂适量, 加乙醇制

成每 1ml 含 20 μ g 的对照试剂溶液，即得。

供试品溶液的制备 取【检查】(1)项下供试品溶液 2.5ml，加乙醇稀释至 10ml，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 吸取对照试剂溶液 10 μ l，供试品溶液 10~20 μ l，注入液相色谱仪，测定并记录色谱图，即得。

结果判断 供试品色谱中，应不得出现与对照试剂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在 400~600nm 波长范围的紫外-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。建议采用乙腈-0.1%甲酸溶液（80：20）流动相系统。

起草单位：江西省药品检验检测研究院

复核单位：北京市药品检验所

附件 2

菟丝子中柠檬黄检查项补充检验方法 (BJY 201704)

【检查】 柠檬黄 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-0.05mol/L 醋酸铵的 0.5%冰醋酸溶液（5：95）为流动相；检测波长为 427nm。理论板数按柠檬黄峰计算应不低于 5000。

对照试剂溶液的制备 取柠檬黄对照试剂适量，精密称定，加 70%乙醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取菟丝子 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加 70%乙醇 10ml，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用 70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照试剂溶液和供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

结果判断 供试品色谱中，在与柠檬黄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（柠檬黄对照试剂色谱峰在 427nm 显示最大吸收）；若吸收光谱相同，则视为阳性检出。

备注：必要时，可采用高效液相色谱-质谱联用方法进行验证。

起草单位：广东省药品检验所

复核单位：江西省药品检验检测研究院

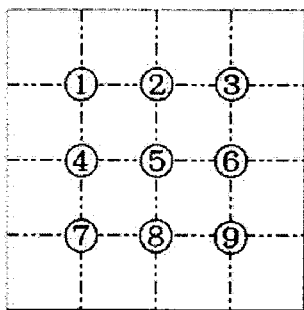
附件 3

炎可宁片中黄柏植物组织检查项补充检验方法 (BJY 201705)

【检查】 黄柏植物组织 本品为部分浸膏片，除黄连、大黄酒原药材组织外，不得检出黄柏植物组织。

取本品 2 片，除去包衣，研细，取适量置载玻片上，加水合氯醛 1 滴，加热透化，加稀甘油 1 滴，混匀，盖上盖玻片，置 100 倍以上的显微镜下观察，参照下图位置，选取 9 个检查点检视，视野中不得检出以下任一植物组织：纤维鲜黄色，成束，周围细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维；分枝状石细胞鲜黄色，枝端锐尖，壁厚，层纹明显。

如仅有 1 个检查点视野中检出上述植物组织，应依法制片复试，复试应不得检出。



图：盖玻片上检查点示意图

起草单位：重庆市食品药品检验检测研究院

复核单位：深圳市药品检验研究院

附件 4

冠心丹参胶囊中丹参、降香植物组织及 三七茎叶皂苷检查项补充检验方法 (BJY 201705)

【检查】 1.丹参、降香植物组织 取本品 2 粒的内容物，研细，取 0.1g，加水 10ml 使溶解，离心，弃去上清液，沉淀加水 2ml 使混悬，加水合氯醛试液 2ml，加热透化，摇匀，取混悬液 1 滴，置载玻片上，加稀甘油 1 滴，盖上盖玻片，置显微镜 100 倍下，参照下图位置，随机选取 9 个检查点检视。视野中除三七的植物组织外，不得检出以下植物组织：石细胞多单个散在或成对，近无色或淡黄色，呈类圆形、类三角形、类梭形、类长方形或不规则形，也有延长呈纤维状，边缘不平整，直径 20~65 μm ，长约至 257 μm ，壁厚 5~16 μm ，层纹少数可见，有的胞腔内含棕色物；木纤维多成束，呈长梭形，末端常尖或稍倾斜，直径 18~25 μm ，壁厚 2~4 μm ，纹孔斜裂缝状或十字状，孔沟较稀疏（丹参）。具缘纹孔导管巨大，多破碎，具缘纹孔大而清晰，管腔内含红棕色或黄棕色物；纤维成束，棕红色，直径 8~26 μm ，壁甚厚，有的纤维束周围细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维，含晶细胞的壁不均匀木化增厚；木射线宽 1~2 列