附件2

金鸡片中毛两面针素检查项补充检验方法

**（**BJY 202002**）**

【**检查**】**毛两面针素**

（1）取本品适量，除去包衣，研细，取约5g，置锥形瓶中，加乙醇40ml，超声处理40分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。取毛两面针素对照品适量，加乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。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10μl、对照溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液（20︰5︰3︰1︰0.18）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，应不得显相同颜色的荧光斑点；若出现相同颜色的荧光斑点，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－0.1%磷酸溶液（21∶79）为流动相；检测波长为330nm。理论塔板数按毛两面针素峰计算，应不低于3000。

**对照品溶液的制备** 取毛两面针素对照品适量，精密称定，加乙醇制成每1ml中含30μg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，除去包衣，研细，取2.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇20ml，密塞，称定重量，超声处理40分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足失重，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与上述供试品溶液各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相同的色谱峰。若出现保留时间相同的色谱峰，则采用二级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。

**备注：**必要时，可采用高效液相色谱-质谱联用方法验证。建议使用乙腈-0.01mol/L乙酸铵溶液流动相系统。

**起草单位：**湖南省药品检验研究院（湖南药用辅料检验检测中心）

**复核单位：**山东省食品药品检验研究院

湖北省药品监督检验研究院