附件4

风湿二十五味丸中松香酸检查项

补充检验方法

**（**BJY 202004**）**

**【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。

**起草单位：**连云港市食品药品检验检测中心

**复核单位：**海南省药品检验所

四川省食品药品检验检测院