

附件：复方夏天无公示稿

复方夏天无片（修订部分）

Fufang Futianwu Pian

【检查】乌头碱限量 取本品 40 片，除去包衣，研细，置具塞锥形瓶中，加乙醚 50ml 与氨试液 4ml，密塞，摇匀，放置 12 小时，滤过，药渣加乙醚 50ml，振摇 1 小时，滤过，药渣再用乙醚洗涤 3~4 次，每次 15ml，滤过，洗液与滤液合并，低温蒸干，残渣加三氯甲烷 2ml 使溶解，转移至分液漏斗中，用三氯甲烷 3ml 分次洗涤容器，洗液并入分液漏斗中，用 0.05mol/L 硫酸溶液振摇提取 3 次，每次 5ml，提取液分别用三氯甲烷 10ml 洗涤，合并提取液，用氨试液调节至 pH 9，再用三氯甲烷振摇提取 3 次，每次 10ml，三氯甲烷液分别用水 20ml 洗涤，合并三氯甲烷液，低温蒸干，残渣用适量无水乙醇溶解，转移至 5ml 量瓶中，用无水乙醇分次洗涤容器，洗液并入量瓶中，加无水乙醇至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取乌头双酯型生物碱对照提取物，加无水乙醇制成每 1ml 含乌头碱 1.0mg 的溶液，作为对照提取物溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取供试品溶液 10 μ l、对照提取物溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-二乙胺（4:3:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。对照提取物色谱中应呈现 3 个斑点，其中第二个斑点为乌头碱。供试品色谱中，在与对照提取物色谱中乌头碱相应位置上，出现的斑点应小于对照提取物中乌头碱斑点或不出现斑点。

土的宁限量 取马钱子总生物碱对照提取物，加无水乙醇制成每 1ml 含土的宁 1.0mg 的溶液，作为对照提取物溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取（检查）乌头碱限量项下的供试品溶液 5 μ l 及上述对照提取物溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-二乙胺（4:3:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。对照提取物色谱中应呈现两个斑点，自上而下第一个斑点为土的宁。供试品色谱中，在与对照提取物色谱中土的宁相应位置上，出现的斑点应小于对照提取物中土的宁斑点或不出现斑点。

【规格】（1）薄膜衣 每片重 0.32g（相当于饮片 0.39g，含夏天无总碱 2.25mg）

（2）糖衣片 片心重 0.3g（相当于饮片 0.39g，含夏天无总碱 2.25mg）

复方夏天无片药品标准修订说明

1. **【检查】**修订了乌头碱、士的宁限量检查项，将乌头碱、士的宁对照品修订为对照提取物；修订了展开剂等。
2. **【规格】**根据《中成药规格表述技术指导原则》，规范了规格项。