

附件：风湿马钱片公示稿

风湿马钱片（修订部分）

Fengshi Maqian Pian

【鉴别】（1）取本品3片，除去包衣，研细，加浓氨试液0.5ml及二氯甲烷5ml，密塞，超声处理20分钟，放冷，滤过，滤液作为供试品溶液。另取马钱子总生物碱对照提取物，加二氯甲烷制成每1ml含土的宁、马钱子碱各2mg的溶液，作为对照提取物溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一用0.2mol/L氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-环己烷-乙醇（3：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照提取物色谱相应的位置上，显相同颜色的两个斑点。

【含量测定】照高效液相色谱法（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；以甲醇-水-醋酸-三乙胺（65：200：2.4：0.3）为流动相；检测波长为254nm。理论板数按土的宁峰计算应不低于3000。

对照提取物溶液的制备 取马钱子总生物碱对照提取物（已标示土的宁含量）适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含土的宁24μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加浓氨试液2ml和三氯甲烷50ml，密塞，放置过夜，滤过，滤液置100ml量瓶中，用三氯甲烷分次洗涤容器和残渣，洗液滤入同一量瓶中，加三氯甲烷至刻度，摇匀。精密量取10ml，置水浴上蒸干，残渣用甲醇溶解，转移至10ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照提取物溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，对照提取物色谱中应出现两个色谱峰，从左到右依次为土的宁和马钱子碱。计算土的宁的含量，即得。

本品每片含马钱子以土的宁（ $C_{21}H_{22}N_2O_2$ ）计，应为0.8～1.1mg。

风湿马钱片药品标准修订说明

1. 【鉴别】修订了鉴别 1 项，将土的宁、马钱子碱对照品修订为马钱子总生物碱对照提取物。
2. 【含量测定】将含量测定项中土的宁对照品修订为马钱子总生物碱对照提取物。