

附件：清润丸国家药品标准草案公示稿

清润丸

Qingrun Wan

【处方】	大黄（制）	590g	黄芩	118g	肉桂	17.7g
	丁香	5.9g	硼砂	29.5g	甘草	59g
	冰片	17.7g	青果	118g	薄荷脑	17.7g
	儿茶	29.5g	青黛	50g		

【制法】 以上十一味，除青黛、儿茶外，冰片、薄荷脑分别粉碎成细粉；其余大黄等七味粉碎成细粉，过筛，混匀，再与上述细粉混匀，用儿茶煎汁制丸，低温干燥，用青黛包衣，打光，即得。

【性状】 本品为黑色的水丸；气芳香，味苦、凉。

【鉴别】 （1）取本品 1g，研细，加硫酸 2ml，混合，加甲醇 10ml，点火燃烧，即产生边缘带绿色的火焰。

（2）取本品 4g，研细，加甲醇 20ml，浸渍 1 小时，滤过，取滤液 5ml，蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，再加盐酸 1ml，加热回流 30 分钟，立即冷却，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.1g，加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。再取大黄酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各 10 μ l、对照品溶液 4 μ l，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 H 薄层板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-甲酸乙酯-甲酸（15:5:1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的五个橙黄色荧光斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同的橙黄色荧光斑点；置氨蒸汽中熏后，日光下检视，斑点变为红色。

（3）取本品 10g，研细，加乙酸乙酯 20ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液低温浓缩至干，残渣加乙醚 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1 μ l 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 10 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）

-乙酸乙酯(17:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以二硝基苯肼乙醇试液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的橙红色斑点。

(4) 取本品 2g, 研细, 加石油醚(30~60℃) 20ml, 超声处理 5 分钟, 滤过, 滤液挥干, 残渣加无水乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取冰片对照品、薄荷脑对照品, 加无水乙醇制成每 1ml 各含 2mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液和对照品溶液各 1~3 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以二氯甲烷-乙酸乙酯(15:0.5) 为展开剂, 展开, 展距约 16cm, 取出, 晾干, 喷以磷钼酸试液(临用新制), 在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

(5) 取本品 5g, 研细, 加甲醇 30ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 10 μ l, 分别点于同一以含 4% 醋酸钠的羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5:3:1:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 1% 三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

【检查】 重金属 取本品 1.0g, 依法检查(中国药典 2020 年版通则 0821 第二法), 含重金属不得过百万分之二十。

其他 应符合丸剂项下有关的各项规定(中国药典 2020 年版通则 0108)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 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; 以甲醇-0.1% 磷酸溶液(85:15) 为流动相; 检测波长 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取大黄素对照品、大黄酚对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含大黄素 4 μ g、大黄酚 9 μ g 的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品, 研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置 50ml 具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25ml, 称定重量, 加热回流 1 小时, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 50ml 圆底烧瓶中, 挥去甲醇, 加 2.5mol/L 硫酸溶液 10ml, 超声处理(功率 240W, 频率 45kHz) 5 分钟, 放冷, 再加三氯甲烷 10ml, 置 70℃ 水浴中加热回流 1 小时, 放冷, 移至分液漏斗中, 用少量三氯甲烷洗涤, 洗液并入分液漏斗中, 分取三氯甲烷层, 酸液加三氯甲烷振摇提取 3 次, 每次 8ml, 合并三氯甲烷液, 挥干, 残渣加甲醇适量使溶解, 并转移至 10ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀,

滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含大黄以大黄素(C₁₅H₁₀O₅)和大黄酚(C₁₅H₁₀O₄)的总量计，不得少于 3.2mg。

【功能与主治】 清热，润肠，通便，导滞。用于积热便秘。

【用法与用量】 口服。一次 1.5~3g，一日 1~2 次。

【不良反应】 偶有轻度腹泻、胃不适或呕吐，停药后症状可自行消失。

【注意】 孕妇禁服。

【规格】 每袋装 3g。

【贮藏】 密封。

起草单位：四川济生堂药业有限公司
复核单位：四川省药品检验研究院
主要起草人及联系方式：晁凌会 18811789887

清润丸标准草案起草说明

- 1.【鉴别】拟修订冰片与薄荷脑的薄层鉴别方法。

清润丸标准草案