

附件：筋骨痛消丸公示稿

筋骨痛消丸 Jingu Tongxiao Wan

【处方】	丹参	188.7g	鸡血藤	258.8g	醋香附	107.8g
	乌药	64.7g	川牛膝	140.2g	桂枝	80.9g
	威灵仙	215.7g	秦艽	107.8g	白芍	188.7g
	地黄	129.4g	甘草	53.7g		

【制法】 以上十一味，取鸡血藤、乌药、威灵仙加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，滤过，合并滤液，浓缩至相对密度为1.01~1.04（80℃）；其余丹参等八味粉碎成细粉，过筛，混匀。用上述80%量的浓缩液制丸，干燥。干燥后的药丸用剩余浓缩液打光，干燥，即得。

【性状】 本品为棕褐色的浓缩丸；气微香，味微苦。

【鉴别】（1）取本品，置显微镜下观察：草酸钙簇晶存在于薄壁细胞中，常排列成行，或一个细胞中含数个簇晶（白芍）。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维（甘草）。

（2）取本品3g，研细，加乙醚30ml，振摇，放置1小时，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取丹参对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。再取丹参酮Ⅱ_A对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯（19：1）为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品10g，研细，置圆底烧瓶中，加水200ml与玻璃珠数粒，混匀，连接挥发油测定器，自测定器上端加水至刻度，并溢流入烧瓶时为止，再加石油醚（60~90℃）2ml，连接回流冷凝器，加热至沸，并保持微沸1小时，放冷，取石油醚层作为供试品溶液。另取香附对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取α-香附酮对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取供试品溶液、对照药材溶液各8μl及对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-冰醋酸（80：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；喷以二硝基苯肼试液，放置片刻，斑点渐变为橙红色。

（4）取桂皮醛对照品，加石油醚（60~90℃）制成每1ml含1μl的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取（鉴别）（3）项下的供试品溶液和上述对照品溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60~90℃）-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，显相同颜色的斑点。

(5) 取本品 3g, 研细, 加乙醇 30ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 放冷, 残渣加水 30ml, 搅拌, 滤过, 滤液用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 回收溶剂至干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取芍药苷对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液 5 μ l、对照品溶液 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水(15:6:2:0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛的 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 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。

(6) 取本品 3g, 研细, 加 75% 乙醇 40ml, 回流提取 1 小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 10ml 使溶解, 用乙醚 20ml 振摇提取, 乙醚液挥干, 残渣加无水乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取川牛膝对照药材 0.5g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 4 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-三氯甲烷-丙酮(8:4:1) 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, 显相同颜色的斑点。

(7) 取本品 1g, 研细, 加甲醇 20ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液回收溶剂至干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取龙胆苦苷对照品, 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(通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 2 μ l, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲醇-水(10:2:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254nm) 下检视。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。

(8) 取本品 4g, 研细, 加甲醇 30ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 滤液回收溶剂至干, 残渣加 5% 碳酸钠溶液 30ml 使溶解, 用乙酸乙酯洗涤 2 次, 每次 30ml, 弃去乙酸乙酯液, 水层用稀盐酸调节 pH 值至 2~3, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 30ml, 合并乙酸乙酯液, 回收溶剂至干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取甘草苷对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 1~2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(15:1:1:2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 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, 显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(通则 0108)。

【浸出物】 取本品粗粉约 3g, 称定重量, 照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法(通则 2201) 测定, 用乙醇做溶剂, 不得少于 17.0%。

【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; 以乙腈为流动相 A, 以 0.02% 磷酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 检测波长为 270nm。理论板数按丹参酮 II_A 峰计算应不低于 20000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~25	63	37

25~32

63→70

37→30

32~40

70→90

30→10

对照品溶液的制备 取隐丹参酮对照品、丹参酮 I 对照品和丹参酮 II_A 对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1ml 含隐丹参酮和丹参酮 II_A 各 10μg 及丹参酮 I 5μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50ml，密塞，称定重量，置 60℃ 水浴振荡器上振荡提取 1 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含丹参以隐丹参酮(C₁₉H₂₀O₃)、丹参酮 I (C₁₈H₁₂O₃) 和丹参酮 II_A (C₁₉H₁₈O₃) 的总量计，不得少于 0.50mg。

【规格】 每袋装 6g

【贮藏】 密闭，防潮。

筋骨痛消丸药品标准修订说明

1. **【处方】** 规范了药味表述。
2. **【鉴别】** 新增了甘草、白芍的显微鉴别；修订了香附、桂枝、白芍、川牛膝、秦艽的薄层鉴别；新增了甘草的薄层鉴别。
3. **【含量测定】** 修订了丹参的含量测定项。