

附件：海龙蛤蚧口服液国家药品标准草案（修订草案）公示稿

海龙蛤蚧口服液

Hailong Gejie Koufuye

|            |           |           |
|------------|-----------|-----------|
| 海龙 39.1g   | 蛤蚧 0.73g  | 人参 4.68g  |
| 羊鞭 4.68g   | 羊外肾 4.68g | 黄芩 4.68g  |
| 熟地黄 3.1g   | 菟丝子 3.1g  | 何首乌 3.1g  |
| 地黄 3.1g    | 陈皮 3.1g   | 当归 1.56g  |
| 黄芪 4.68g   | 阳起石 1.56g | 莲须 1.56g  |
| 甘草 1.56g   | 川芎 1.56g  | 泽泻 1.56g  |
| 锁阳 1.56g   | 豆蔻 1.56g  | 沉香 1.56g  |
| 鹿茸 1.56g   | 枸杞子 1.56g | 肉苁蓉 0.78g |
| 炙淫羊藿 1.56g | 肉桂 1.56g  | 韭菜子 1.56g |
| 蛇床子 1.56g  | 花椒 0.31g  |           |

【制法】以上二十九味，加水煎煮二次，每次 2 小时，合并煎液，浓缩至相对密度为 1.04~1.06（80℃）的清膏，加乙醇二倍量，冷藏 12 小时，滤过，浓缩，加水，冷藏，滤过；取蔗糖 300g 加水溶解与上述滤液合并，混匀，加苯甲酸 1.9g 使溶解，用氢氧化钠调 pH 值 4.6~4.8，调整总量至 1000ml，滤过，分装，灭菌，即得。

【性状】本品为淡棕色至红棕色的液体；味甜。

【鉴别】（1）取本品 100ml，加乙醚 80ml，振摇提取，放置，弃去乙醚液，水层用水饱和正丁醇提取 3 次，每次 50ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤 2 次（第一次洗涤放置过夜），每次 50ml，合并氨试液，用水饱和正丁醇提取 2 次，每次 25ml，与上述正丁醇液合并，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，通过 D101 型大孔吸附树脂柱（内径为 1.5cm，柱高为 12cm），先后用水 50ml、20% 乙醇 50ml 和 80% 乙醇 80ml 洗脱，收集 80% 乙醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rf 对照品及人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 0.5 μg 的混合溶液，作为混合对照品溶液。照高效液相色谱-质谱法（中国药典 2020 年版通则 0512 和通则 0431）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（色谱柱内径 2.1mm）；以乙腈为流动相 A，水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 40℃；流

速为每分钟 0.3 ml。采用三重四级杆质谱检测器，电喷雾负离子模式（ESI<sup>-</sup>），进行多反应监测（MRM），人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 选择质荷比（*m/z*）799.5→637.4 和 799.5→475.4 作为检测离子对；人参皂苷 Re 选择 *m/z* 945.6→637.4 和 945.6→475.4 作为检测离子对；人参皂苷 Rf 选择 *m/z* 799.5→637.4 和 799.5→475.4 作为检测离子对及人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 选择 *m/z* 1107.6→945.5 和 1107.6→179.0 作为检测离子对。取混合对照品溶液，进样 1 $\mu$ l，按上述检测离子对测定的 MRM 色谱峰的信噪比均应大于 3:1。

| 时间(分钟) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|--------|-----------|-----------|
| 0~12   | 19        | 81        |
| 12~15  | 19→25     | 81→75     |
| 15~35  | 25→80     | 75→20     |

分别吸取混合对照品溶液与供试品溶液各 1 $\mu$ l，注入液相色谱-质谱联用仪，测定。以质荷比（*m/z*）799.5→637.4 和 799.5→475.4 离子对、*m/z* 945.6→637.4 和 945.6→475.4 离子对、*m/z* 799.5→637.4 和 799.5→475.4 离子对、*m/z* 1107.6→945.5 和 1107.6→179.0 离子对提取的供试品离子流色谱中，应同时呈现与对照品色谱保留时间一致的色谱峰。

(2) 取本品 20ml，加盐酸调节 pH 值至 3~4，加乙酸乙酯提取 3 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 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 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，吸取上述供试品溶液 5~15 $\mu$ l、对照品溶液 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水（5:5:1:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 3%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。

(3) 取本品 20ml，加乙酸乙酯提取 3 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品，加甲醇制成饱和溶液，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，吸取上述供试品溶液 5~20 $\mu$ l、对照品溶液 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（100:17:13）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，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。

(4) 取本品 50ml，加盐酸 3ml，加乙酸乙酯提取 3 次，每次 30ml，合并乙

酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取何首乌对照药材 0.2g，加盐酸 0.5ml、乙酸乙酯 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。取大黄素对照品，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，吸取上述供试品溶液 10~20 $\mu$ l、对照药材和对照品溶液各 1~2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（15:2:1）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，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（5）取黄芪甲苷对照品，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〔鉴别〕（1）项下的供试品溶液 10~15 $\mu$ l、上述对照品溶液 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13:7:2）10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液为展开剂，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，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点和荧光斑点。

**【检查】相对密度** 应不低于 1.08（中国药典 2020 年版通则 0601）。

**pH 值** 应为 4.0~5.0（中国药典 2020 年版通则 0631）。

**其他** 应符合合剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0181）。

**【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；以乙腈-水（25:75）为流动相；检测波长为 270nm。理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 2000。

**对照品溶液的制备** 取淫羊藿苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 5 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 精密量取本品 15ml，置 25ml 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 10 $\mu$ l，供试品溶液 20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1ml 含炙淫羊藿以淫羊藿苷（ $C_{33}H_{40}O_{15}$ ）计，不得少于 2.8  $\mu$ g。

**【功能与主治】**温肾壮阳、补益精血。用于腰足酸软、面色㿔白，阳萎遗精，

---

宫冷不孕，头目眩晕。

**【用法与用量】** 口服。一次 10ml，一日 2 次。

**【注意】** 伤风、感冒、发烧、咽喉痛时忌服。

**【规格】** 每 1ml 相当于饮片 0.10322g

**【贮藏】** 密封，置阴凉处。

华润三九

---

谷本 裕司