

附件：海龙蛤蚧口服液（无糖型）国家药品标准草案（修订草案）公示稿

海龙蛤蚧口服液（无糖型）

Hailong Gejie Koufuye

【处方】	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
	蛇床子 1.56g	花椒 0.31g	肉桂 1.56g
	韭菜子 1.56g	炙淫羊藿 1.56g	

【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，滤液加苯甲酸适量使溶解，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；味微苦。

【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 Rg₁ 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rf 对照品及人参皂苷 Rb₁ 对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 0.5μg 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⁻），进行多反应监测（MRM），人参皂苷 R_{g1} 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 R_e 选择 *m/z* 945.6→637.4 和 945.6→475.4 作为检测离子对；人参皂苷 R_f 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 R_{b1} 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 1μl，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 1μl，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 5~15μl、对照品溶液 2μl，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 5~20μl、对照品溶液 2μl，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 μ l、对照药材和对照品溶液各 1~2 μ 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 μ l、上述对照品溶液 5 μ 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℃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℃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 1.01（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 μ 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 μ l，供试品溶液 20 μ 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 μ 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。

国家基本药物