

附件：贞蓉丹合剂国家药品标准草案公示稿

贞蓉丹合剂

Zhenrongdan Heji

【处方】	熟地黄	90g	白芍	80g	当归	60g
	川芎	30g	牡丹皮	50g	丹参	50g
	鸡血藤	60g	肉苁蓉	80g	女贞子	60g
	淫羊藿	80g	续断	40g	黄柏	80g
	知母	80g	炒酸枣仁	40g	山茱萸	60g
	枸杞子	60g				

【制法】 以上十六味，加水煎煮三次，第一次加水 10 倍量煎煮 2 小时，第二次加水 8 倍量煎煮 1.5 小时，第三次加水 8 倍量煎煮 1 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至 1000ml，待冷至室温，加乙醇使含醇量达到 70%，充分搅匀，静置 24 小时，取上清液，回收乙醇，加甜菊苷适量、苯甲酸钠 3g 和水使成约 1000ml，煮沸 30 分钟，加水调整总量至 1000ml，静置，滤过，分装，即得。

【性状】 本品为棕褐色的液体；味微苦，久置有少量沉淀。

【鉴别】 (1) 取本品 10ml，加水 20ml，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，弃去乙醚液，水液用乙酸乙酯振摇提取 3 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，用水洗涤 2 次，每次 20ml，弃去水液，乙酸乙酯液蒸干，残渣加水适量使溶解，置于已处理好的聚酰胺柱（30~60 目，3g，柱内径 15mm，湿法装柱，30ml 甲醇及水 100ml 预洗脱）上，用水 100ml 洗脱，弃去洗脱液，再用 70%乙醇 30ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取淫羊藿苷对照品，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（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-三氯甲烷-甲醇-水（40：15：22：10）10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%三氯化铝乙醇溶液，在 110 $^{\circ}$ C 烘约 5 分钟，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。

(2) 取本品 30ml，加水 20ml，用盐酸调节 pH 值至 2，加乙醚振摇提取 3 次，每次 20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取原儿茶醛对照品，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（中国药典 2020 年版

通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-丙酮-甲酸 (8: 1: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 3%三氯化铁乙醇溶液, 日光下检视。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。

(3) 取本品 10ml, 加水 10ml, 加石油醚 (60~90 $^{\circ}$ C) 振摇提取 3 次, 每次 20ml, 弃去石油醚液, 水液再用三氯甲烷振摇提取 3 次, 每次 20ml, 合并三氯甲烷液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取枸杞子对照药材 1g, 加乙醇 3ml, 振摇 20 分钟, 放置过夜, 上清液作为对照药材溶液。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 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇 (30: 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, 显相同颜色的荧光斑点。

(4) 取本品 10ml, 加水 10ml, 用正丁醇振摇提取 3 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 置于中性氧化铝柱 (100~200 目, 5g, 内径 10mm, 湿法装柱) 上, 用甲醇 40ml 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取黄柏对照药材 0.1g, 加甲醇 5ml, 加热回流 15 分钟, 放冷, 滤过, 滤液补加甲醇至 5ml, 作为对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品, 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 (中国药典 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液与对照药材溶液各 5~10 μ l, 对照品溶液 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水 (7: 1: 2) 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, 显相同颜色的荧光主斑点; 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

(5) 取当归对照药材 0.1g, 加乙醚振摇提取 3 次, 每次 20ml, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加乙醇 1ml 使溶解, 作为对照药材溶液。照薄层色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取【鉴别】(2) 项下的供试品溶液 10 μ l、上述对照药材溶液 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯 (9: 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, 显相同颜色的荧光斑点。

(6) 取芍药苷对照品, 加乙醇制成每 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】(4) 项下的供试品溶液及上述对照品溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸 (40: 5: 10: 0.2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5%香草醛硫酸溶液, 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, 显相同的蓝紫色斑点。

(7) 取本品 10ml, 用正丙醇-浓氨水-二氯甲烷 (10: 0.5: 2) 的混合溶液振摇提取 3 次 (15ml, 10ml, 10ml), 合并提取液, 蒸干, 残渣加正丙醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取山茱萸对照药材 0.5g, 加水 15ml, 超声处理 40 分钟, 滤过, 滤液同法制成对照药材溶液。再取马钱苷对照品, 加正丙醇制成每 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, 吸取上述三种溶液各 3 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲酸乙酯-三氯甲烷-石油醚 (60~90 $^{\circ}$ C)-甲醇-冰乙酸 (18: 8: 8: 5: 5) 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。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。

【检查】pH 值 应为 4.4~6.0 (中国药典 2020 年版通则 0631)

相对密度 应不低于 1.03 (中国药典 2020 年版通则 0601)

其它 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】淫羊藿 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 (28: 72) 为流动相; 检测波长 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 25 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 5ml, 置 25ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 即得。

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

本品每 1ml 含淫羊藿以淫羊藿苷 ($C_{33}H_{40}O_{15}$) 计, 不得少于 0.08mg。

白芍、牡丹皮 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 (4.6 \times 250mm, 5 μ m); 以乙腈-甲醇-水-醋酸 (5: 15: 80: 2) 为流动相; 检测波长 230nm; 柱温: 35 $^{\circ}$ C。理论板数按芍药苷峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量, 精密称定, 加水制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 5ml, 置 25ml 量瓶中, 加水约 15ml, 超声处理 10 分钟, 放冷, 加水稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 即得。

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

本品每 1ml 含白芍、牡丹皮以芍药苷 ($C_{23}H_{28}O_{11}$) 计, 不得少于 0.2mg。

肉苁蓉 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 0.2%磷酸的 80%乙醇溶液-0.2%磷酸溶液（15：85）为流动相；检测波长为 330nm。理论板数按松果菊苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取松果菊苷对照品适量，精密称定，加 80%甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 5ml，置 100ml 量瓶中，加 80%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，即得。

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

本品每 1ml 含肉苁蓉以松果菊苷（C₃₅H₄₆O₂₀）计，不得少于 0.60mg。

【功能与主治】 养血，补益肝肾，滋阴安神。适用于中老年妇女因肝肾不足，气血不调所致的腰膝酸软，神疲乏力，烦躁易怒，失眠健忘，精神不振，头晕耳鸣。

【用法与用量】 口服，一次 20ml，一日 2 次。用前振摇。

【规格】 每瓶装 100ml（每 1ml 相当于饮片 1g）

【贮藏】 密封，置阴凉处。

起草单位：内蒙古自治区药品检验研究院

复核单位：浙江省食品药品检验研究院

主要起草人及联系方式：张建平，15754864135

贞蓉丹合剂标准草案起草说明

1. 【鉴别】项，拟修订鉴别（4）的结果判定描述，拟新增山茱萸的薄层鉴别方法。
2. 【含量测定】项，拟新增肉苁蓉中松果菊苷的HPLC方法。
3. 【规格】拟按照《中成药规格表述技术指导原则》进行规范。
4. 规范了标准中部分语言文字表述。

贞蓉丹合剂