

附件：酸痛喷雾剂国家药品标准草案公示稿

酸痛喷雾剂

Suantong Penwuji

【处方】生草乌 6.6g 生川乌 6.6g 独活 6.6g 羌活 6.6g
路路通 6.6g 木瓜 6.6g 花椒 6.6g 生天南星 6.6g
生半夏 6.6g 苏木 5.0g 蒲黄 5.0g 赤芍 3.3g
红花 3.3g 栀子 6.6g 大黄 6.6g 樟脑 6.6g
香樟木 5.0g

【制法】以上十七味，除樟脑外，其余生草乌等十六味粉碎成粗粉，混合，加入 60%乙醇 400ml，置密闭容器中，1 小时后转入渗漉器，用 60%乙醇作溶剂，浸渍 40 小时，以每分钟 1~3ml 的速度缓缓渗漉，收集初漉液 850ml，另器保存；继续渗漉至溶液颜色浅，收集续漉液，浓缩至 100ml，与初漉液合并；樟脑加入 60%乙醇 50ml 溶解，与上述渗漉液合并，调整至 1000ml，混匀，灌装，即得。

【性状】本品为喷雾剂，内容物为棕红色的液体。

【鉴别】（1）取本品 150ml，蒸干，残渣加乙酸乙酯 10ml 使溶解，浓缩至 5ml，加中性氧化铝 2g，拌匀，干燥，加于中性氧化铝柱（100~120 目，2g，内径 1~1.5cm）上，用石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯（1:4）100ml 洗脱，收集洗脱液，回收溶剂至干，残渣加乙酸乙酯 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取蛇床子素对照品和异欧前胡素对照品，分别加乙酸乙酯制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙醚（3:2）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（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 150ml，蒸干，残渣加乙醇 10ml 使溶解，浓缩至 5ml，加中性氧化铝 2g，拌匀，干燥，加于中性氧化铝柱（100~120 目，2g，内径 1~1.5cm）上，用 70%乙醇 100ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加无水乙醇 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品和栀子苷对照品，分别加无水乙醇制成每 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，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 H 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（20:2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，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。

（3）取本品 150ml，蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，加盐酸 0.5ml，置水浴中加热 30 分钟，立即冷却，用乙醚振摇提取二次，每次 15ml，合并乙醚液，回收溶剂至干，残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.1g，加甲醇 20ml 浸渍 1 小时，

滤过，取滤液 5ml，自“蒸干，残渣加水 20ml 使溶解”起，同供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。再取大黄酸对照品，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（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（30~60℃）-甲酸乙酯-甲酸（15：5：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置氨蒸气中熏至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，显相同的红色斑点。

【检查】 双酯型生物碱限量 取本品 100ml，加氨试液 6ml，用乙醚振摇提取三次，每次 80ml，合并乙醚液，低温蒸干，残渣加三氯甲烷 10ml 使溶解，作为供试品溶液。另取乌头双酯型生物碱对照提取物，加异丙醇-三氯甲烷（1：1）混合液制成每 1ml 含乌头碱 1mg 的溶液，作为对照提取物溶液。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，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（6.4：3.6：1）为展开剂，置氨蒸气预饱和 20 分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，置日光下检视。对照提取物色谱中应呈现 3 个斑点，其中第二个斑点为乌头碱。供试品色谱中，在与对照提取物色谱中乌头碱相应的位置上，出现的斑点应小于对照提取物中乌头碱斑点或不出现斑点。

乙醇量 应为 53%~63%（中国药典 2020 年版通则 0711）。

总固体 精密量取本品 20ml，置已干燥至恒重的蒸发皿中，水浴蒸干，在 105℃干燥 3 小时，移至干燥器中，冷却 30 分钟，迅速精密称定重量，本品每 1ml 含总固体不得少于 9.0mg。

喷射试验 取供试品 4 瓶，除去帽盖，分别揞压试喷数次后，擦净，精密称定，揞压喷射 5 次，擦净，分别精密称定，按上法重复操作 3 次，计算每瓶每揞平均喷射量应为每次喷出量（0.17g）的 $\pm$ 30%。

其他 应符合喷雾剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0112）

【含量测定】 蛇床子素 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适应性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液（68:32）为流动相；检测波长为 320nm。理论板数按蛇床子素峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取蛇床子素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 50ml，置分液漏斗中，加水 30ml，摇匀，用乙醚振摇提取五次，每次 15ml，合并乙醚液，低温蒸干，残渣加甲醇使溶解，移至 25ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，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 1ml 含独活以蛇床子素（C₁₅H₁₆O₃）计，不得少于 15 μ g。

樟脑 照气相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0521）测定。

色谱条件与系统适用性试验 聚乙二醇 20000（PEG-20M）毛细管柱（柱长为 30m，内径为 0.53mm，涂膜厚度为 1.00 μ m）；柱温为 180℃，进样口温度为 250℃，检测器温度为 280℃。理论板数按樟脑峰计算应不低于 10000。

校正因子测定 取水杨酸甲酯适量,精密称定,加无水乙醇制成每 1ml 含 20mg 的溶液,作为内标溶液。另取樟脑对照品约 15mg,精密称定,置 25ml 量瓶中,精密加入内标溶液 1ml,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,取 1 μ l,注入气相色谱仪,计算校正因子。

测定法 精密量取本品 2ml,置 25ml 量瓶中,精密加入内标溶液 1ml,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,取 1 μ l,注入气相色谱仪,计算,即得。

本品每 1ml 含樟脑 ($C_{10}H_{16}O$),应为 5.3mg~7.9mg。

【功能与主治】舒筋活络,祛风定痛。用于扭伤,劳累损伤,筋骨酸痛等症。

【用法与用量】外用。一日 3 次,七日为一疗程。

【注意】(1) 孕妇、儿童禁用;

(2) 皮肤破损处禁止使用;

(3) 外用药,不可内服;严防接触眼、鼻、口腔等粘膜处;

(4) 皮肤过敏者慎用;

(5) 请勿超时使用及包扎药垫睡眠;

(6) 外用本品局部发生过敏者,应立即停药。

【规格】每 1ml 相当于饮片 0.10g

【贮藏】密闭,置阴凉干燥处。

酸痛喷雾剂国家药品标准草案修订说明

一、将乌头碱限量检查中的对照物质由乌头碱对照品修订为乌头双酯型生物碱对照提取物。

二、按照《中成药规格表述指导原则》，对规格表述进行规范。