

附件：消石片质量标准草案公示稿

消 石 片

Xiaoshi Pian

【处方】 威灵仙 550g 核桃 550g 红穿破石 500g 水河剑 350g
半边莲 160g 铁线草 350g 猪苓 55g 郁金 350g
琥珀 30g 乌药 160g

【制法】 以上十味，核桃破碎，取郁金 214g 与琥珀粉碎成细粉，剩余的郁金与核桃等九味加水煎三次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.10~1.20 (80~85℃)，冷却至 40℃左右，加三倍量乙醇，充分搅拌，静置 24 小时。取上清液，浓缩至稠膏状，加入郁金、琥珀细粉，制成颗粒，压制成 1000 片，包衣，即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显棕色至棕褐色；味微苦。

【鉴别】 (1) 取本品 1 片，除去包衣，研细，加水 10ml 使溶解，离心，取沉淀物置显微镜下观察：不规则碎块淡黄绿色或棕黄色，透明或半透明（琥珀）。含糊化淀粉的薄壁细胞类圆形，单个或数个相集，无色透明或半透明；偶见网纹或螺旋导管（郁金）。

(2) 取本品 10 片，除去包衣，研细，加甲醇 30ml，微温浸渍 20 分钟，时时振摇，滤过，取滤液 5ml，浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取红穿破石对照药材 0.2g、半边莲对照药材 1g，分别加甲醇 20ml，微温浸渍 20 分钟，时时振摇，放冷，滤过，滤液浓缩至 1ml，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，吸取上述三种溶液各 10~20μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-三氯甲烷-乙醚-乙酸乙酯-甲酸（8:2:1:1:0.1）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，分别显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0101）

【含量测定】 异阿魏酸 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；以乙腈为流动相 A，0.1%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 324nm。理论板数按异阿魏酸峰计算应不低于 80000。

时间 (min)	流动相A (%)	流动相B (%)
0~10	5→15	95→85
10~30	15→30	75→70
35~50	30→45	70→55
50~51	45→5	55→95

对照品溶液的制备 取异阿魏酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，糖衣片除去糖衣，精密称定，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，称定重量，加热回流1.5小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液25ml，减压浓缩至干，残渣加95%甲醇适量溶解，转移至10ml量瓶中，加95%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与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含威灵仙以异阿魏酸（ $C_{10}H_{10}O_4$ ）计，不得少于 90μg。

齐墩果酸 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 - 0.1%磷酸溶液（70: 30）为流动相；检测波长为 206nm。理论板数按齐墩果酸峰计算应不低于 10000。

对照品溶液的制备 取齐墩果酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含齐墩果酸 0.20mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 20 片，糖衣片除去糖衣，精密称定，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50ml，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25ml，蒸干，残渣加 5%盐酸溶液 25ml 使溶解，置 90℃ 以上水浴水解 4 小时，立即冷却，移至分液漏斗中，用乙酸乙酯振摇提取 5 次（30ml、25ml、25ml、25ml、25ml），合并乙酸乙酯液，用水 50ml 洗涤 1 次，取乙酸乙酯液回收溶剂至干，残渣用甲醇溶解并转移至 10ml 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与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含威灵仙以齐墩果酸（ $C_{30}H_{48}O_3$ ）计，不得少于 0.65mg。

【功能与主治】 清热通淋，止痛排石。用于肾结石、尿道结石、膀胱结石、输尿管结

石属热淋证者。

【用法与用量】 口服。一次 4~6 片，一日 3 次。

【注意】 结石部位远端出现输尿管畸形、狭窄、梗塞及手术疤痕粘连者、发现结石嵌顿者禁用。

【规格】 (1) 薄膜衣片 每片重 0.32g (相当于饮片 3.055g)

(2) 糖衣片 (每片相当于饮片 3.055g)

【贮藏】 密封。

起草单位：广西壮族自治区食品药品检验所
复核单位：贵州省食品药品检验所