

pH 值 应为 5.0~7.0(通则 0631)。

其他 应符合制剂项下有关的各项规定(通则 0181)。

【含量测定】 黄芩 照高效液相色谱法测定(通则 0512)。

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-水-磷酸(44:56:0.2)为流动相;检测波长为 280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 1ml,置 50ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀。精密量取 5ml,置 10ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

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

本品每 1ml 含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计,不得少于 6.0mg。

蒲公英 照高效液相色谱法测定(通则 0512)。

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;以乙腈-0.2%磷酸溶液(22:78)为流动相;检测波长为 326nm。理论板数按菊苣酸峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取菊苣酸对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 12 μ g 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 1ml,置 20ml 量瓶中,加 70%乙醇至刻度,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 含蒲公英以菊苣酸($C_{22}H_{18}O_{12}$)计,不得少于 0.12mg。

【功能与主治】 清热解毒,消肿利咽。用于疔肿、腮腺炎、咽炎、扁桃体炎。

【用法与用量】 口服。一次 10ml,一日 3 次,小儿酌减。如有沉淀,摇匀后服用。

【规格】 每支装 10ml

【贮藏】 密封。

槐角丸

Huajiao Wan

【处方】 槐角(清炒)200g 地榆炭 100g
黄芩 100g 麸炒枳壳 100g
当归 100g 防风 100g

【制法】 以上六味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每 100g 粉末用炼蜜 45~55g 加适量的水泛丸,干燥,制成水蜜丸;或加炼蜜 130~150g 制成小蜜丸或大蜜丸,即得。

【性状】 本品为黑褐色至黑色的水蜜丸、小蜜丸或大蜜

丸;味苦、涩。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:种皮栅状细胞 1 列,长 100~190 μ m(槐角)。韧皮纤维细长,稍弯曲,壁稍厚,非木化(地榆炭)。韧皮纤维淡黄色,梭形,壁厚,孔沟细(黄芩)。油管含金黄色分泌物,直径约 30 μ m(防风)。

(2)取本品水蜜丸 1.5g,研碎;或取小蜜丸或大蜜丸 2g,剪碎,加等量硅藻土,研匀。加石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)20ml,浸渍 2 小时,时时振摇,滤过,弃去石油醚液,药渣挥尽溶剂,加甲醇 20ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液回收溶剂至干。残渣加水 0.5ml 使溶解,通过聚酰胺柱(40 目,2g,内径为 0.8~1cm)上,用水 50ml 洗脱,弃去水液,再用乙醇 50ml 洗脱,收集洗脱液,回收溶剂至干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取芦丁对照品,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(通则 0502)试验,吸取供试品溶液 3 μ l、对照品溶液 2 μ l,分别点于同一高效硅胶 G 薄层板[用磷酸盐缓冲液(pH7.0)浸板]上,以乙酸乙酯-甲酸-水(8:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%三氯化铝乙醇溶液,加热至斑点显色清晰,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。

(3)取本品水蜜丸 5g,研碎,置圆底烧瓶中,加含 10%盐酸的 50%甲醇溶液 40ml;或取小蜜丸或大蜜丸 5g,剪碎,加含 10%盐酸的 50%甲醇溶液 40ml 分次研磨转移至圆底烧瓶中。加热回流 2 小时,放冷,滤过,滤液用乙醚振摇提取 3 次,每次 15ml,合并乙醚液,挥干,残渣用 10%乙醇 10ml 溶解,通过 D101 型大孔吸附树脂柱(内径为 1.5cm,柱高为 5cm,用水 30ml 预处理),收集流出液,回收溶剂至干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取地榆对照药材和槐角对照药材各 2g,加含 10%盐酸的 50%甲醇溶液 40ml,同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品,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(通则 0502)试验,吸取供试品溶液 20 μ l、对照药材溶液和对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯(用水饱和)-乙酸乙酯-甲酸(6:3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1%三氯化铁乙醇溶液,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱和对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取本品水蜜丸 5g,研碎;或取小蜜丸或大蜜丸 9g,剪碎,加等量硅藻土,研匀。加甲醇 30ml,超声处理 20 分钟,滤过,滤液回收溶剂至干,残渣加水 10ml 使溶解,再加浓氨试液 3 滴,滤过,滤液加盐酸 3 滴,离心,弃去上清液,沉淀加甲醇 2ml 使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品,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(通则 0502)试验,吸取供试品溶液 10 μ l、对照品溶液 5 μ l,分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上,以二氯甲烷-甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(6:6:4:4:4)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 2%三氯化铁乙醇溶液,在日光下检视。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。

(5)取本品水蜜丸 2.5g,研碎,置锥形瓶中,加乙醇 15ml;或取小蜜丸或大蜜丸 2.5g,置乳钵中,用乙醇 15ml 研磨,并转移至锥形瓶中,超声处理 15 分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。另取当归对照药材 0.2g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(通则 0502)试验,吸取供试品溶液 10 μ l、对照药材溶液 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】应符合丸剂项下有关的各项规定(通则 0108)。

【含量测定】照高效液相色谱法(通则 0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以键合苯基多孔硅胶微球为填充剂;以 2%冰醋酸溶液为流动相 A,以甲醇-乙腈(2:1)混合溶液为流动相 B,流速每分钟 1.2ml;按下表中的规定进行梯度洗脱;槐角苷检测波长为 260nm,柚皮苷和黄芩苷检测波长为 280nm;柱温:50 $^{\circ}$ C;理论板数按槐角苷峰计算应不低于 10 000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~23	89	11
23~50	89 \rightarrow 73	11 \rightarrow 27
51~57	10	90

对照品溶液的制备 取槐角苷对照品、柚皮苷对照品和黄芩苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含槐角苷 40 μ g、柚皮苷 20 μ g 和黄芩苷 48 μ g 的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取水蜜丸,研细;或取小蜜丸或重量差异项下的大蜜丸,剪碎,取约 0.25g,精密称定,置乳钵中,分别用 50%甲醇 40ml 分次研磨,转移至 50ml 量瓶中,超声处理(功率 250W,频率 33kHz)30 分钟,放冷,加 50%甲醇稀释至刻度,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 5 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品含槐角以槐角苷(C₂₁H₂₀O₁₀)计,水蜜丸每 1g 不得少于 6.6mg,小蜜丸每 1g 不得少于 4.1mg,大蜜丸每丸不得少于 37.0mg;含枳壳以柚皮苷(C₂₇H₃₂O₁₄)计,水蜜丸每 1g 不得少于 3.2mg,小蜜丸每 1g 不得少于 2.0mg,大蜜丸每丸不得少于 18.0mg;含黄芩以黄芩苷(C₂₁H₁₈O₁₁)计,水蜜丸每 1g 不得少于 7.3mg,小蜜丸每 1g 不得少于 4.5mg,大蜜丸每丸不得少于 40.5mg。

【功能与主治】 清肠疏风,凉血止血。用于血热所致的肠风便血、痔疮肿痛。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次 6g,小蜜丸一次 9g,大蜜丸一次 1 丸,一日 2 次。

【规格】 大蜜丸每丸重 9g

【贮藏】 密封。

感冒止咳颗粒

Ganmao Zhike Keli

【处方】 柴胡 100g 山银花 75g
葛根 100g 青蒿 75g
连翘 75g 黄芩 75g
桔梗 50g 苦杏仁 50g
薄荷脑 0.15g

【制法】 以上九味,除薄荷脑外,其余柴胡等八味,加水煎煮二次,每次 4 小时,煎液滤过,滤液合并,浓缩至适量,加入蔗糖和糊精,制成颗粒,干燥,薄荷脑加乙醇适量溶解后,喷入颗粒中,混匀,制成 1000g;或将浓缩液喷雾干燥成细粉,加糊精适量及薄荷脑(用倍他环糊精适量包结),混匀,干法制粒,制成 300g(无蔗糖),即得。

【性状】 本品为黄色至棕黄色颗粒;味甜、微苦,具清凉感,或味微苦,具清凉感(无蔗糖)。

【鉴别】 (1)取本品 10g 或 3g(无蔗糖),研细,加水 100ml,加热回流 30 分钟,放冷,滤过,滤液用盐酸溶液(1 \rightarrow 2)调节 pH 值至 2,用乙醚振摇提取 2 次,每次 30ml,合并乙醚提取液,挥干,残渣加乙醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取连翘对照药材 1g,加水 50ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(通则 0502)试验,吸取供试品溶液 10 μ l、对照药材溶液 5 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(20:0.5:0.5)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,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。

(2)取本品 10g 或 3g(无蔗糖),研细,加甲醇 30ml,超声处理 10 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 3ml 使溶解,作为供试品溶液。另取葛根素对照品,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(通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 2~4 μ l,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)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 10g 或 3g(无蔗糖),研细,加乙酸乙酯,超声处理 2 次,每次 5 分钟,每次 30ml,弃去乙酸乙酯液,残渣加 1mol/L 盐酸溶液 0.25ml,加乙酸乙酯,超声处理 2 次,每次 5 分钟,每次 20ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加乙醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取绿原酸对照品,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(通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 1~2 μ l,分别点于同一聚酰胺薄膜上,使成条带状,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(1:15:1:1:2)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,在与对照品色谱