

附件：桔贝合剂公示稿

桔贝合剂

Jubei Heji

【处方】 桔梗 177g 浙贝母 177g 苦杏仁 177g
 麦冬 177g 黄芩 118g 枇杷叶 118g
 甘草 59g

【制法】 以上七味，浙贝母照流浸膏剂与浸膏剂项下的渗漉法（通则 0189），用 70% 乙醇作溶剂，浸渍 24 小时后进行渗漉，漉液回收乙醇，浓缩至约 200ml；苦杏仁压去脂肪油后，加水蒸馏制取苦杏仁水 177ml。药渣与其余桔梗等五味加水煎煮三次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至约 800ml，与浓缩漉液合并，静置，滤过；取蔗糖 200g，加水煮沸，滤过，与上述滤液合并，浓缩至约 800ml，加入苯甲酸钠 3g，放冷，加入苦杏仁水，调整总量至 1000ml，搅匀，即得。

【性状】 本品为棕褐色的液体，久置有少量摇之易散的沉淀；气香，味甜、微苦。

【鉴别】（1）取本品 10ml 置试管中，在试管口悬挂一条三硝基苯酚试纸，密塞，置热水浴中，加热 10 分钟后，试纸显砖红色。

（2）取本品 10ml，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇提取液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取桔梗对照药材 0.5g，加甲醇 10ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2~5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸（16：8：1）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，显相同颜色的斑点。

（3）取本品 20ml，加浓氨试液 5ml，用三氯甲烷振摇提取 3 次，每次 25ml，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取浙贝母对照药材 1g，加浓氨试液 5ml 和三氯甲烷 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10~20 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液（17：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取黄芩对照药材 0.5g，加水 50ml，煎煮 1.5 小时，滤过，滤液浓缩至 10ml，按〔鉴别〕（2）项下的供试品溶液制备方法，自“用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取〔鉴别〕（2）项下的供试品溶液及上述对照药材溶液各 2~5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（10：7：3：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铁试液。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。

(5) 取本品 20ml, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 20ml, 弃去乙醚液, 水层用水饱和正丁醇振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 再用正丁醇饱和的氨试液洗涤 2 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 回收溶剂至干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。取枇杷叶对照药材 1g, 加水 50ml, 煎煮 1 小时, 滤过, 滤液浓缩至 20ml, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(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-水(13:7:2) 10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 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。

(6) 取本品 10ml, 用乙酸乙酯振摇提取 3 次, 每次 20ml, 合并乙酸乙酯液, 回收溶剂至干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取甘草对照药材 0.5g, 加水 50 ml, 煎煮 1 小时, 滤过, 滤液浓缩至约 10ml, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(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-甲酸-冰醋酸-水(15:1:1:1.5) 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, 显相同颜色的斑点; 置紫外光灯(365nm) 下检视, 显相同的黄绿色荧光斑点。

【检查】 相对密度 应不低于 1.10(通则 0601)

pH 值 应为 4.5~5.5(通则 0631)

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(通则 0181)。

【含量测定】 桔梗 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-水(25:75) 为流动相; 蒸发光散射检测器检测。理论板数按桔梗皂苷 D 峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取桔梗皂苷 D 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 20ml, 用水饱和正丁醇振摇提取 4 次, 每次 30ml, 合并正丁醇液, 再用正丁醇饱和的氨试液洗涤 2 次, 每次 40ml, 正丁醇液回收溶剂至干, 残渣加甲醇使溶解并转移置 5ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 5 μ l、15 μ l, 供试品溶液 5 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 以外标两点法对数方程计算, 即得。

本品每 1 ml 含桔梗以桔梗皂苷 D(C₅₇H₉₂O₂₈) 计, 不得少于 80.0 μ g。

浙贝母 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-0.1% 二乙胺溶液(65:35) 为流动相; 蒸发光散射检测器检测。理论板数按贝母素甲峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取贝母素甲对照品和贝母素乙对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含贝母素甲 0.2mg、贝母素乙 0.1mg 的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 20ml, 置具塞锥形瓶中, 加浓氨试液 1ml 和乙酸乙酯 50ml, 80 $^{\circ}$ C 水浴加热回流 1 小时, 分取乙酸乙酯层, 水层用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙酸乙酯液, 回收溶剂至干, 残渣加甲醇使溶解并转移置 5ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 5 μ l、15 μ l，供试品溶液 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程分别计算贝母素甲、贝母素乙的含量，即得。

本品每 1ml 含浙贝母以贝母素甲（C₂₇H₄₅NO₃）和贝母素乙（C₂₇H₄₃NO₃）的总量计，不得少于 37.0 μ g。

黄芩 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸溶液（47：53）为流动相；检测波长为 277nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 3000。

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，加甲醇适量，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）10 分钟，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1ml 含黄芩以黄芩苷（C₂₁H₁₈O₁₁）计，不得少于 2.4mg。

【功能与主治】 润肺止咳。用于肺热咳嗽，痰稠色黄，咯痰不爽。

【用法与用量】 口服。一次 10~15ml，一日 3 次。

【贮藏】 密封，置阴凉处。

桔贝合剂药品标准修订说明

1. 【性状】新增了“久置有少量摇之易散的沉淀”表述。
2. 【鉴别】新增了苦杏仁水的化学鉴别方法；新增了桔梗、浙贝母、黄芩、枇杷叶、甘草的薄层鉴别。
3. 【含量测定】新增了桔梗、浙贝母的HPLC含量测定项。