

附件：金花消痤颗粒国家药品标准修订草案公示稿

金花消痤颗粒

Jinhua Xiaocuo Keli

【处方】	栀子（炒）	167g	金银花	167g	黄芩（炒）	167g
	大黄（酒炙）	167g	黄连	42g	桔梗	167g
	薄荷	167g	黄柏	42g	甘草	83g

【制法】 以上九味，栀子、大黄、黄连和黄柏照流浸膏剂与浸膏剂下的渗滤法（中国药典 2020 年版通则 0189），用 70%乙醇作溶剂，浸渍 24 小时后，缓缓渗漉，漉液备用。薄荷用蒸馏法提取挥发油，挥发油用倍他环糊精包含，药渣与其他金银花等四味，加水煎煮二次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度 1.10~1.15（40~45℃），放冷，加三倍量乙醇，静置，倾取上清液，滤过，滤液与上述漉液合并，回收乙醇，浓缩至相对密度为 1.30~1.35（50~55℃）的清膏，加入可溶性淀粉适量及甜菊素适量，干燥，粉碎成细粉，加入上述挥发油倍他环糊精包含物，混匀，加乙醇适量，制成颗粒，干燥，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕黄色的颗粒；味苦、微苦。

【鉴别】（1）取本品 2g，研细，加甲醇 50ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，滤过，滤液加乙醚提取 2 次，每次 20ml，弃去乙醚液。水溶液用水饱和的正丁醇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液，另取栀子苷对照品，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-丙酮-甲酸-水（5：5：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以硫酸乙醇（5 \rightarrow 10）溶液，在 110℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相对应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品 2g，研细，加在已经处理好的中性氧化铝柱（100~200 目，5g，内径 1.0cm，干法装柱）上，用无水乙醇 50ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液，另取黄连对照药材和黄柏对照药材各 50mg，分别加甲醇 5ml 超声处理 15 分钟，滤过，滤液加甲醇至 5ml，分别作为对照药材溶液。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，吸取上述四种溶液各 1~3 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-水（6：3：2：1.5：0.3）为展开剂，置氨蒸汽预饱和 15 分钟的层析缸内，展开，取出，晾干，置紫外光（365nm）下检视。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，显相同的黄色荧光斑点。

（3）取本品 2g，研细，加甲醇 50ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 30ml 使溶解，滤过，滤液加乙醚提取 2 次，每次 20ml，弃去乙醚液。水溶液用乙酸乙酯提取 4 次，每次 20ml。合并提取液，蒸干，残渣加乙醇 2ml 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 0.2mg 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 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（5：1：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的蓝色荧光斑点。

(4) 取本品 3g, 研细, 加甲醇 30ml, 超声处理 10 分钟, 滤过至圆底烧瓶中, 蒸干, 残渣加盐酸 2ml 和三氯甲烷 30ml, 置水浴上加热回流 30 分钟, 放冷, 用水洗两次, 每次 30ml, 弃去水液, 三氯甲烷液蒸干, 残渣加乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.3g, 同法制成对照药材溶液, 再取大黄素对照品、大黄酚对照品, 加三氯甲烷制成每 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, 以甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸(15:5:0.3) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 在紫外光(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应位置上, 显相同的荧光斑点; 置氨蒸汽中熏后, 斑点变为红色。

(5) 取本品 3g, 研细, 加甲醇 50ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 20ml 温热使溶解, 趁热过滤, 滤液用稀盐酸调 pH 值至 1~2, 水浴 80 $^{\circ}$ C 保温 30 分钟, 取出, 放冷, 离心(3500 转/分钟) 10 分钟, 弃去上清液, 残渣加甲醇 1ml 是溶解, 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(中国药典 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5:3:1:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 三氯化铁乙醇溶液, 供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的暗绿色斑点。

(6) 取本品 6g, 研细, 加冷水 30ml 超声 5 分钟, 放冷, 静置 30 分钟, 抽滤, 滤液加入 2ml 硫酸, 加热回流 3 小时, 放冷, 用三氯甲烷提取 2 次, 每次 45ml, 合并三氯甲烷液, 加水洗涤 2 次, 每次 30ml, 弃去洗液, 三氯甲烷液用无水硫酸钠脱水, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取桔梗对照药材粉末 1g, 加冷水 30ml, 自“加入 2ml 硫酸.....” 同法制成对照药材溶液。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 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-乙醚(2:1) 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, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的颜色的斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(中国药典 2020 年版通则 0104)。

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

色谱条件和系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-水(15:85) 为流动相; 检测波长 238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于 1500。

对照品溶液的制备 取栀子苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 30 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品, 研细(过 4 号筛), 取约 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 10 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每袋含栀子苷($C_{17}H_{24}O_{10}$) 计, 不得少于 18.0mg。

【功能主治】 清热泻火, 解毒消毒。用于肺胃热盛所致的痤疮(粉刺), 口舌生疮, 胃火牙痛, 咽喉肿痛, 目赤, 便秘, 尿黄赤等症。

【用法用量】 开水冲服。一次 6g, 一日 3 次。

【注意事项】 孕妇慎用。

【规格】 每袋装 6g(每 1g 相当于饮片 1.169g)

【贮藏】 密封。