

附件：小儿解感颗粒公示稿

小儿解感颗粒

Xiao'er Jiegan Keli

【处方】 大青叶 664g 柴胡 332g 黄芩 332g
 荆芥 332g 桔梗 200g 甘草 132g

【制法】 以上六味，取桔梗 100g 粉碎成细粉；柴胡加 6 倍量水，蒸馏提取挥发油 3 小时，蒸馏后的水溶液备用；挥发油用倍他环糊精包合（饱和水溶液法，挥发油-倍他环糊精（1ml：8g），40℃±2℃ 搅拌 3 小时）成包合物，冷藏 24 小时（4~9℃），吸除上清液，取包合物备用；柴胡提取后的药渣与大青叶、黄芩、荆芥、甘草及其余的桔梗混合，加水煎煮二次，每次加 6 倍量水，分别煎煮 3 小时、2 小时，合并煎液及蒸馏后的水溶液，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.20~1.25（60~65℃）的清膏，加乙醇使含醇量为 70%，充分搅拌，静置 24 小时；取上清液，减压回收乙醇并浓缩至相对密度为 1.17~1.20（60~65℃）的清膏，加入柴胡挥发油包合物，再加入全部的桔梗细粉、蔗糖适量、糊精适量，混匀，沸腾制粒，制成 1000g；或以上六味，取桔梗 100g 粉碎成细粉，柴胡加水 6 倍量蒸馏提取挥发油，蒸馏后的挥发油与水溶液另器收集，药渣与大青叶、黄芩、荆芥、甘草及剩余桔梗混合，加水 6 倍量煎煮二次（依次为 3、2 小时），合并煎液及蒸馏后的水溶液，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.20~1.25（60~80℃），加乙醇使含醇量为 70%，充分搅匀，静置 24 小时，取上清液回收乙醇，并浓缩至相对密度为 1.30~1.35（80℃），加桔梗细粉和适量蔗糖与糊精，混匀，制粒，干燥，喷入挥发油，混匀，制成 1000g，分装成 400 袋，即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；味苦、微甜。

【鉴别】 （1）取本品 10g，研细，加水 100ml，加热使保持微沸 30 分钟，放冷，离心，上清液用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大青叶对照药材 1g，加三氯甲烷 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液回收溶剂至 1ml，作为对照药材溶液。再取靛玉红对照品，加三氯甲烷制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 10~20μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-三氯甲烷-丙酮（5：4：1）为展开剂，展开，取出，晾干。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，显相同颜色的斑点。

（2）取本品 1.25g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取黄芩对照药材 0.5g，加甲醇 5ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。再取黄芩苷对照品，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，吸取上述三种溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-二甲基甲酰胺-冰醋酸-水（25：10：1.1：1.5：5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%三氯化铁乙醇溶液。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，

显相同颜色的斑点。

(3) 取本品 4g, 研细, 加甲醇 50ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 20ml 使溶解, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 20ml, 弃去乙醚液, 水液用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20ml, 弃去乙酸乙酯液, 水液再用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 用浓氨试液 40ml 洗涤, 弃去浓氨试液, 正丁醇液回收溶剂干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液; 另取桔梗皂苷 D 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 5~10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-甲醇-冰醋酸-水 (7:0.5:1:2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显示清晰。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。

(4) 取本品 10g, 研细, 加甲醇 50ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 30ml, 温热使溶解, 滤过, 滤液用乙醚振摇提取 2 次, 每次 30ml, 弃去乙醚液, 水液用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 用水洗涤 2 次, 每次 30ml, 正丁醇液回收溶剂至干, 残渣加甲醇 5ml 使溶解, 加于已处理好的中性氧化铝柱 (100~200 目, 15g, 内径为 10~15mm) 上, 用 40% 甲醇 150ml 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 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, 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 5 μ l、对照药材溶液 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水 (15:1:1:2) 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, 在紫外光灯 (365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

【检查】应符合颗粒剂项下有关的各项规定 (通则 0104)。

【含量测定】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-0.35% 磷酸溶液 (43:57) 为流动相; 检测波长为 278nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 3500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量, 精密称定, 加 70% 乙醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品, 研细, 取约 0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 乙醇 50ml, 称定重量, 加热回流 40 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 70% 乙醇补足减失的重量, 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 1g 含黄芩以黄芩苷 ($C_{21}H_{18}O_{11}$) 计, 不得少于 10.6mg。

甘草 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-0.2mol/L 乙酸铵溶液 (用冰醋酸调节 pH 值至 4.2) (58:42) 为流动相; 检测波长为 250nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取甘草酸铵对照品适量, 精密称定, 加 70% 乙醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液, 即得 (甘草酸重量=甘草酸铵重量/1.0207)。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，研细，取约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%乙醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 70%乙醇补足减失的重量，离心（转速为每分钟 500 转）5 分钟，取上清液，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 1g 含甘草以甘草酸（C₄₂H₆₂O₁₆）计，不得少于 0.30mg。

【功能与主治】 清热解表，消炎止咳。用于感冒发烧，头痛鼻塞，咳嗽喷嚏，咽喉肿痛。

【用法与用量】 开水冲服。一至三岁小儿，一次 1.25g；四至六岁，一次 2.5g；九至十四岁，一次 3.75g；一日 3 次，或遵医嘱。

【规格】 每 1g 相当于饮片 1.992g

【贮藏】 密封，防潮。

小儿解表颗粒标准修订起草说明

1. **【制法】** 合并了 2 个标准的制法。
2. **【性状】** 修订了颜色范围。
3. **【鉴别】** 增修订了大青叶、黄芩、桔梗、甘草的薄层鉴别。删除了柴胡的薄层鉴别。
4. **【含量测定】** 增修订黄芩、甘草的含量测定。
5. **【用法与用量】** 规范了用法与用量项，将服用量以“袋”计算，规范为以“g”计算。
6. **【规格】** 根据《中成药规格表述技术指导原则》，规范了规格表述。

起草单位：山东省食品药品检验研究院

复核单位：青岛市食品药品检验研究院、广东省药品检验所