

附件：咳特灵片国家药品标准草案（修订部分）公示稿

咳特灵片

Keteling Pian

【浸出物】 取本品 20 片，除去包衣，研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法（通则 2201）测定，不得少于 23.0%。

【含量测定】 小叶榕干浸膏 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；以甲醇为流动相 A，0.05% 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 335nm。理论板数按牡荆苷峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~55	25→35	75→65
55~56	35→25	65→75
56~65	25	75

对照品溶液的制备 取牡荆苷对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 20 片，除去包衣，精密称定，研细，取约 1.5g，精密称定，置具锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 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。以牡荆苷对照品为参照，以其相应的峰为 S 峰，计算异牡荆苷的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 范围之内。相对保留时间及相对校正因子见下表：

待测成分(峰)	相对保留时间	相对校正因子
异牡荆苷	1.3	0.90
牡荆苷	1.0	1.00

以牡荆苷对照品为对照，分别乘以相对校正因子，计算牡荆苷和异牡荆苷的含量。

本品每片含小叶榕干浸膏以牡荆苷（C₂₁H₂₀O₁₀）和异牡荆苷（C₂₁H₂₀O₁₀）的总量计，不得少于 0.14mg。

马来酸氯苯那敏 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-0.05mol/L 磷酸二氢钾（每 100ml 加入 0.5ml 的三乙胺，用磷酸调节 pH 值为 3.6）（39：61）为流动相；柱温为 40 $^{\circ}$ C，检测波长为 262nm。理论板数按氯苯那敏峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取马来酸氯苯那敏对照品适量,精密称定,加甲醇成每 1ml 含 80 μ g 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品 20 片,除去包衣,精密称定,研细,取适量(约相当于马来酸氯苯那敏 2.1mg),精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入盐酸-甲醇(1:100) 25ml,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 50kHz) 20 分钟,放冷,再称定重量,用盐酸-甲醇(1:100)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。

本品每片含马来酸氯苯那敏($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)应为标示量的 85.0%~115.0%。

附:小叶榕干浸膏质量标准

小叶榕干浸膏

本品为桑科植物细叶榕 *Ficus microcarpa* L. f. 的干燥叶(小叶榕)的提取物。

【性状】 本品为棕红色至棕褐色的粉末;味涩、微苦。

【浸出物】 取本品 4g,照醇溶性浸出物测定法(通则 2201)项下的热浸法测定。用 80%乙醇作溶剂,不得少于 56.0%。

【指纹图谱】 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,以甲醇为流动相 A,以 0.05%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 270nm;柱温为 35 $^{\circ}$ C。理论板数按异荛草苷峰计算应不低于 5000。

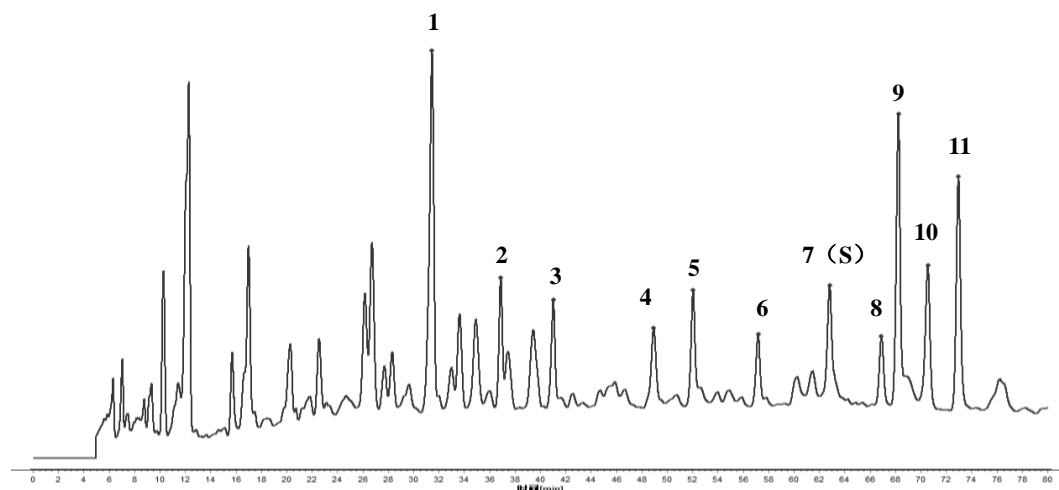
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~20	5→15	95→85
20~80	15→35	85→65
80~100	35→60	65→40

参照物溶液的制备 取异荛草苷对照品适量,加甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液,摇匀,即得。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细(过四号筛),取约 0.8g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25ml,称定重量,加热回流 30 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 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l,注入液相色谱仪,测定,记录 80 分钟内的色谱图,即得。

供试品指纹图谱中应呈现与参照物色谱峰保留时间相一致的色谱峰。按中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算,供试品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度应不得低于 0.90。



对照指纹图谱

11 个共有峰中 峰 2: 阿夫儿茶精 峰 3: 表儿茶素 峰 4: 对香豆酸 峰 5: 表阿夫儿茶精 峰 7 (S): 异荭草苷 峰 8: 牡荆苷 峰 11: 异牡荆苷

(参考色谱柱: AkzoNobel Kromasil 100-5-C₁₈, 柱长为 25cm, 内径为 4.6 mm, 粒径为 5 μm)

【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、对照品溶液的制备 同咳特灵片 (含量测定) 小叶榕干浸膏项。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细 (过四号筛), 取约 1.0g, 精密称定, 同咳特灵片 (含量测定) 小叶榕干浸膏项下方法制成供试品溶液。

测定法 同咳特灵片 (含量测定) 小叶榕干浸膏项

本品按干燥品计算, 含牡荆苷 (C₂₁H₂₀O₁₀) 和异牡荆苷 (C₂₁H₂₀O₁₀) 的总量不得少于 0.090%。

起草单位：广东省药品检验所；广东罗浮山国药股份有限公司

复核单位：广西壮族自治区食品药品检验所

主要起草人：乔莉；黄炜忠

联系电话和邮箱：13450296948，164091516@qq.com；18933237516，18933237516@163.com。