

附件：四季感冒胶囊质量标准草案公示稿

四季感冒胶囊

Siji Ganmao Jiaonang

【处方】 桔梗 167g 紫苏叶 250g 陈皮 167g
荆芥 125g 大青叶 167g 连翘 167g
炙甘草 83g 醋香附 167g 防风 125g

【制法】以上九味，桔梗粉碎成细粉，备用；紫苏叶、陈皮、荆芥提取挥发油，备用或用倍他环糊精包结成包结物备用，蒸馏后的水溶液，另器收集；大青叶、连翘、炙甘草加水煎煮二次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液与上述蒸馏后的水溶液合并，浓缩成相对密度为 1.32~1.36（60~65℃）的清膏；醋香附、防风用 60%乙醇提取二次，第一次 2 小时，第二次 1.5 小时，合并提取液，滤过，滤液回收乙醇至无醇味，并浓缩成相对密度为 1.32~1.36（60~65℃）的清膏，合并上述清膏，加入桔梗细粉混匀，干燥，粉碎，制粒，喷入用乙醇溶解的挥发油，混匀，密闭 2 小时，装入胶囊，制成 1000 粒，即得〔规格（1）〕；或合并上述清膏，加入桔梗细粉、辅料和挥发油倍他环糊精包结物，混匀，一步制粒，装入胶囊，制成 1000 粒，即得〔规格（2）〕。

【性状】本品为硬胶囊，内容物为棕色至褐色颗粒或粉末，有的伴有白色至淡黄色粉末；味微苦、涩。

【鉴别】（1）取本品内容物 4g，研细，加甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，药渣备用，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液备用，水液用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液备用，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，用浓氨试液 40ml 洗涤，弃去浓氨试液，正丁醇液回收溶剂至干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取桔梗对照药材 1g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，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（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℃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。

(2) 取(鉴别)(1)项下的乙酸乙酯液, 蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取陈皮对照药材 0.3g, 加甲醇 25ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为对照药材溶液。再取橙皮苷对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 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, 吸取上述三种溶液各 3 μ l, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以三氯甲烷-丙酮-甲醇(4:1:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以三氯化铝试液, 置紫外光灯(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, 显相同颜色的荧光斑点。

(3) 取连翘对照药材 0.5g, 加甲醇 25ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为对照药材溶液。另取连翘苷对照品, 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(鉴别)(2) 项下的供试品溶液 5 μ l、上述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, 以三氯甲烷-甲醇(4:1) 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, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

(4) 取本品内容物 2g, 研细, 加甲醇 25ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 15ml 使溶解, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙酸乙酯液, 用 0.5mol/L 盐酸 40ml 洗涤, 弃去酸液, 乙酸乙酯液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取甘草对照药材 0.2g, 加甲醇 10ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液作为对照药材溶液。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 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(15:1:1:2) 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, 置紫外光灯(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。

(5) 取(鉴别)(1)项下的乙醚液, 挥干, 残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取香附对照药材 1g, 加乙醚 20ml, 超声处理 15 分钟, 滤过, 滤液挥干, 残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解, 作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液 10~20 μ l、对照药材溶液 5 μ l, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯(9:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

(6) 取(鉴别)(1)项下的药渣, 加丙酮 20ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干,

残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取防风对照药材 0.5g，加丙酮 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取 5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品，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，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，置紫外光灯（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，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】应符合胶囊剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0103）。

【含量测定】连翘 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 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（20：80）为流动相；检测波长为 205nm。理论板数按连翘苷峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取连翘苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.15mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，研细，取约 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（功率 300W，频率 40kHz）45 分钟，取出，防冷，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 5 μ l 与供试品溶液 5~10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含连翘以连翘苷（ $C_{27}H_{34}O_{11}$ ）计，不得少于 0.15mg。

防风 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 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（13：87）为流动相；检测波长为 254nm。理论板数按 5-O-甲基维斯阿米醇苷峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取 5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品适量，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 取装量差异项下的的本品内容物，研细，取约 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（功率 300W，频率 40kHz）45 分钟，取出，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 10 μ l 与供试品溶液 10~20 μ l，注入液相色谱仪，测

定，即得。

本品每粒含防风以 5-O-甲基维斯阿米醇苷 ($C_{22}H_{28}O_{10}$) 计，不得少于 0.10mg。

【功能与主治】 清热解表。用于四季风寒感冒引起的发热头痛，鼻流清涕，咳嗽口干，咽喉疼痛，恶心厌食。

【用法与用量】 口服。一次 3~5 粒，一日 3 次。

【规格】 (1) 每粒装 0.35g (相当于饮片 1.418g)

(2) 每粒装 0.48g (相当于饮片 1.418g)

【贮藏】 密封。

起草单位：山东省食品药品检验研究院

复核单位：湖北省药品监督检验研究院