

附件：复方大青叶栓公示稿

复方大青叶栓

Fufang Daqingye Shuan

【处方】 大青叶 1600g 金银花 800g 羌活 400g
 大黄 400g 拳参 400g

【制法】以上五味，取羌活用水蒸气蒸馏法提取挥发油，药渣与其余大青叶等四味加水煎煮三次，每次 1 小时，合并煎液，静置沉淀，滤过，滤液浓缩至适量，加乙醇至含醇量为 60%，静置 12 小时，滤过，滤液减压回收乙醇至适量，加乙醇至含醇量为 85%，冷冻，滤过，滤液减压回收乙醇并浓缩至稠膏状，测含量。加入司盘 80 适量，加入脂肪酸基质和羌活挥发油，混合均匀，灌注，冷却，制成 1000 粒〔规格（1）〕或 1667 粒〔规格（2）〕，即得。

【性状】 本品为棕褐色或棕红色鱼雷形的栓剂。

【鉴别】（1）取本品 4 粒〔规格（1）〕或 6 粒〔规格（2）〕，剪碎，加 70% 乙醇 80ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液浓缩至约 10ml，加水 20ml，混匀，放冷，滤过，滤液加三氯甲烷提取 2 次，每次 20ml，合并三氯甲烷液，浓缩至约 0.5ml，作为供试品溶液。另取靛玉红对照品，加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.1mg 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，吸取对照品溶液 5 μ l，供试品溶液 20 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-丙酮（5:4:1）为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品 2 粒〔规格（1）〕或 3 粒〔规格（2）〕，剪碎，加水 30ml，50 $^{\circ}$ C 水浴使溶化，放冷，滤过，滤液加在聚酰胺柱（30~60 目，3g，内径为 0.9cm）上，用水 50ml 洗脱，弃去洗脱液，再用稀乙醇 50ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 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 0.5mg 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 2 μ l, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以三氯甲烷-甲醇-甲酸 (20:6:0.8) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯 (365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

(3) 取本品 2 粒 (规格 (1)) 或 3 粒 (规格 (2)), 剪碎, 加水 50ml, 50 $^{\circ}$ C 水浴使溶化, 放冷, 滤过, 滤液加盐酸 1ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.5g, 加甲醇 10ml, 浸渍 1 小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 10ml 使溶解, 加盐酸 1ml, 同法制成对照药材溶液。再取大黄素、大黄酚对照品, 加乙酸乙酯制成每 1ml 各含 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, 吸取上述四种溶液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯-甲酸 (30:10:0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 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, 显相同的橙黄色荧光斑点; 置氨气中熏后, 斑点变为红色。

(4) 取本品 2 粒 (规格 (1)) 或 3 粒 (规格 (2)), 剪碎, 加水 30ml, 50 $^{\circ}$ C 水浴使溶化, 放冷, 滤过, 取滤液 10ml, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 10ml, 合并乙酸乙酯液, 蒸干, 残渣加乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取羌活对照药材 1g, 加乙醇 30ml, 浸渍 1 小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 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-甲醇-水 (10:2:3) 的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 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。

【检查】 应符合栓剂项下有关的各项规定 (中国药典 2020 年版通则 0107)。

【含量测定】 金银花和拳参 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-0.4%磷酸溶液 (9:91) 为流动相; 检测波长为 327nm。理论板数按绿原酸峰计

算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的供试品，剪碎，混匀，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，称定重量，温热使完全溶化，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，置-20℃冷冻 10 分钟，取出，迅速滤过，取续滤液，放至室温，即得。

测定 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。

本品每粒含金银花和拳参以绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）计，〔规格（1）〕不得少于 2.4mg，〔规格（2）〕不得少于 1.4mg。

大黄 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；甲醇-0.1%磷酸溶液（75:25）为流动相；检测波长为 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取大黄素对照品、大黄酚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含大黄素 5 μ g、大黄酚 10 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，剪碎，混匀，取约 1.5g，精密称定，置圆底烧瓶中，精密加入甲醇 50ml，称定重量，水浴回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，置-20℃冷冻 20 分钟，取出，迅速滤过，滤液放至室温，精密量取 25ml，蒸干，残渣加水 20ml、盐酸 5ml、三氯甲烷 20ml 加热回流 1 小时，放冷，分取三氯甲烷液，水液用三氯甲烷振摇提取 3 次，每次 20ml，合并三氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定 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。

本品每粒含大黄以大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）与大黄酚（ $C_{15}H_{10}O_4$ ）的总量计，〔规格（1）〕不得少于 0.21mg，〔规格（2）〕不得少于 0.13mg。

【功能与主治】 清瘟解毒，解表散风。用于小儿风热感冒及流感，流行性腮腺炎见以上证候者。

【用法与用量】 直肠给药，一次1粒，一日2~3次，二岁以上小儿用规格（1），二岁以内小儿用规格（2），或遵医嘱。

【规格】（1）每粒重1.5g（相当于饮片3.6g）

（2）每粒重1g（相当于饮片2.16g）

【贮藏】 密闭，置阴凉处。

起草单位：山东省食品药品检验研究院

联系人：刘洪超 殷洁

联系电话：0531-81216523