

清咽滴丸

Qingyan Diwan

【处方】青黛	100g	甘草	100g	诃子	80g
薄荷脑	80g	冰片	20g	人工牛黄	12g

【制法】以上六味，取青黛，加4倍量18%盐酸溶液，充分起泡后，用沸水洗至中性，（喷雾）干燥，备用。甘草加水煎煮三次，每次2小时，合并煎液，浓缩至相对密度1.18~1.23（85℃），加乙醇至75%，静置，倾取上清液，加氨水调至pH8~8.5，回收乙醇至膏状，加相当于上清液量的水，缓缓加入盐酸适量，调至pH2~3，沉淀，滤过，冷水洗2~3次，自然挥干，备用。诃子分别加水煎煮二次（1.5小时、1小时），滤过，合并滤液，浓缩成膏，分别加8倍、5倍量乙醇，醇沉两次，取上清液，回收乙醇至稠膏状，备用。取聚乙二醇6000加热融化，加入上述青黛粉，充分搅拌，滤过，依次加入甘草膏、诃子膏、人工牛黄、冰片、薄荷脑，充分搅拌，混合均匀，过筛，在90~100℃保温滴于15~20℃的液体石蜡中冷却，制成约30000丸，擦干液体石蜡，包衣，即得。

【性状】本品为包衣滴丸，除去包衣后显棕褐色至黑褐色；气辛凉，味微苦涩。

【鉴别】（1）取本品0.5g，研细，加乙醇30ml，温热溶化，趁热滤过。取滤液10ml，加三氯化铁试液3滴，呈墨绿色沉淀。

（2）取本品1g，研细，加无水乙醇30ml，超声处理20分钟，冷冻30分钟，离心5分钟（2000转/分钟），上清液作为供试品溶液。另取冰片与薄荷脑对照品，分别加无水乙醇制成每1ml中含冰片1mg，薄荷脑3mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典2015年版通则0502）试验，吸取上述三种溶液各2~5 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（30~60℃）-乙酸乙酯-环己烷（9:1:2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。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。

（3）取【鉴别】（2）项下剩余的上清液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取胆酸、去氧胆酸对照品，加无水乙醇使溶解，制成每1ml中各含1mg的混合液，作为对照品溶液。再取青黛对照药材0.15g，加乙醇20ml，加热回流30分钟，滤过，滤液浓缩至2ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典2015年版通则0502）试验，吸取上述三种溶液各2~5 μ l分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-醋酸-甲醇（20:25:2:3）上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，立即检视。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；再喷以10%磷钼酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。

供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4) 取没食子酸对照品，加无水乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。取诃子对照药材 1g，加无水乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 2ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年版通则 0502) 试验，吸取【鉴别】(3) 项下的供试品溶液 2-5 μ l，对照品溶液和对照药材溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(6: 4: 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，在与对照品和对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5) 取本品 2g，研细，加甲醇 30ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加水 40ml 使溶解，用正丁醇提取三次，每次 20ml，合并正丁醇液，用水洗涤 2 次，每次 30ml，弃去水液，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。另取甘草对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 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。

【检查】 应符合丸剂项下滴丸剂有关的各项规定(中国药典 2015 年版通则 0108)

【含量测定】 胆红素 照高效液相色谱法(中国药典 2015 年版通则 0512)测定(避光操作)。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合相硅胶为填充剂；以乙腈-1%冰醋酸(95: 5)为流动相，检测波长为 450nm；理论板数按胆红素峰计应不低于 5000。

对照品溶液的制备 精密称取胆红素对照品适量，置棕色量瓶中，加二氯甲烷-冰醋酸(4: 1)溶液，制成每 1ml 含胆红素约 7 μ g 的溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品，研细，取约 2.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入二氯甲烷-冰醋酸(4: 1)溶液 25ml，称定重量，放入冰水浴超声处理(功率 60W，频率 40KHz) 20 分钟，取出，再称定重量，用上述二氯甲烷-冰醋酸(4: 1)溶液补足减失的重量，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 含人工牛黄以胆红素($C_{33}H_{36}N_4O_6$)计，不得少于 60 μ g。

冰片、薄荷脑 照气相色谱法(中国药典 2015 年版通则 0521)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以聚乙二醇 20000 (PEG-20M) 为固定相的毛细管柱(柱长

30m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.25 μm)。进样口温度 200℃, 柱温 130℃, 检测器温度 210℃, 载气流速:0.8ml/min。理论板数按龙脑峰计应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取龙脑、异龙脑、薄荷脑对照品适量, 精密称定, 加无水乙醇制成每 1ml 含龙脑 0.3mg、异龙脑 0.1mg、薄荷脑 1.5mg 的混合液, 摇匀, 即得。

供试品的溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.5g, 精密称定, 置 25ml 量瓶中, 加入无水乙醇适量, 超声处理 20 分钟 (功率 120W, 频率 40kHz), 取出放冷, 用无水乙醇稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

测定法 精密吸取各对照品溶液与供试品溶液各 1 μl, 注入气相色谱仪, 测定即得。

本品每 1g 含薄荷脑 (C₁₀H₂₀O) 不得少于 54.0mg; 含龙脑 (C₁₀H₁₈O) 不得少于 8.0mg; 含龙脑 (C₁₀H₁₈O) 与异龙脑 (C₁₀H₁₈O) 的总量不得少于 13.0mg。

【功能与主治】 疏风清热, 解毒利咽。用于风热喉痹, 咽痛, 咽干, 口渴; 或微恶风、发热, 咽部红肿, 舌边尖红, 苔薄白或薄黄, 脉浮数或滑数, 适于急性咽炎见上述症候者。

【用法与用量】 含服。一次 4-6 粒, 一日 3 次。

【注意】 孕妇慎服。

【规格】 每丸重 20mg。

【贮藏】 密封, 置阴凉干燥处。