

外感平安颗粒

Waigan Ping'an Keli

【处方】	金丝草	362g	连翘	362g	香薷	362g
	土荆芥	362g	山芝麻	362g	黄芩	362g
	布渣叶	362g	大腹皮	362g	土茯苓	362g
	广藿香	362g	水翁花	362g	菝葜	362g
	芒果核	362g	枳壳	362g	甘草	121g
	厚朴	241g	大头陈	362g	岗梅	362g
	葛根	362g	地胆草	362g	苦瓜	121g
	茵陈	362g				

【制法】以上二十二味，广藿香、土荆芥、枳壳、厚朴粉碎成粗粉，水蒸气蒸馏提取挥发油，收集挥发油另器保存；药渣与其余金丝草等十八味加水煎煮二次，每次 1.5 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.10~1.12(45~50℃)的清膏，放冷，加乙醇使含醇量达 45%，静置 8 小时，滤过，残渣用 45%乙醇洗涤，合并滤液，回收乙醇，浓缩至相对密度为 1.20~1.25(55~65℃)的清膏，加入适量的蔗糖，混匀，制粒，干燥，喷入上述挥发油，混匀，制成 4669g；或加入适量可溶性淀粉，混匀，制粒，干燥，喷入上述挥发油，混匀，制成 1000g(无蔗糖)，即得。

【性状】本品为棕褐色至褐色的颗粒，气香，味甜、微苦；或为黑棕色的颗粒，味微苦(无蔗糖)。

【鉴别】(1)取本品 15g 或 3g(无蔗糖)，加甲醇 100ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加水 60ml 使溶解，用水饱和正丁醇振摇提取 2 次，每次 60ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和水洗涤 2 次，每次 60ml，弃去水洗液，正丁醇液回收溶剂至干，残渣加 40%甲醇 5ml 使溶解，加置中性氧化铝柱(100~200 目，8g，柱内径为 2cm)上，用 40%甲醇 80ml 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。另取连翘对照药材 1g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，自“残渣加水 60ml 使溶解”起，同法制成对照药材溶液。再取连翘苷对照品，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 2015 年版通则 0502)试验，

吸取上述三种溶液各 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-无水甲酸-冰醋酸 (8:1:0.5:0.3) 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。

(2) 取本品 10g 或 2g (无蔗糖), 加水 120ml 使溶解, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 50ml, 合并乙酸乙酯提取液, 用水洗涤 2 次, 每次 50ml, 弃去水洗液, 乙酸乙酯液于 45 $^{\circ}$ C 水浴减压回收至干, 残渣加甲醇 0.5ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取汉黄芩素对照品, 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 2015 年版通则 0502)试验, 吸取上述两种溶液各 3 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-甲酸乙酯-甲酸(10:4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷 5%三氯化铁乙醇溶液。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) 取本品 15g 或 3g (无蔗糖), 加水 120ml 使溶解, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 50ml, 合并乙醚提取液, 备用; 水层用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 40ml, 合并乙酸乙酯提取液, 用水洗涤 2 次, 每次 50ml, 弃去水洗液, 乙酸乙酯液浓缩至 2ml, 加中性氧化铝 5g, 拌匀, 挥干溶剂, 加 70%乙醇 30ml, 冷浸 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加无水乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取枳壳对照药材 1g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液自“用乙醚振摇提取 2 次”起, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年版通则 0502)试验, 吸取上述两种溶液各 3 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-甲酸乙酯-甲酸 (10:6:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5%三氯化铝乙醇溶液, 热风吹干, 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。

(4) 取甘草对照药材 1g, 加甲醇 20ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液回收溶剂至干, 残渣加水 30ml 使溶解, 用水饱和正丁醇振摇提取 2 次, 每次 30ml, 合并正丁醇提取液, 用正丁醇饱和水洗涤 2 次, 每次 30ml, 弃去水洗液, 正丁醇液回收溶剂至干, 残渣加 40%甲醇 5ml 使溶解, 加置中性氧化铝柱(100~200 目, 8g, 柱内径为 2cm) 上, 用 40%甲醇 80ml 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 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] (1) 项下供试品溶液与上述对照药材溶液各 3 μ l, 分别点于同

一硅胶 G 薄层板上,以乙酸丁酯-甲酸-水(7:2.5:2.5)10℃以下放置过夜的上层溶液为展开剂,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,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](3)项下备用的乙醚液,用水 50ml 洗涤,乙醚液挥干,残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取厚朴对照药材 0.5g,加水 50ml,煎煮 30 分钟,滤过,滤液用乙醚振摇提取 2 次,每次 50ml,合并乙醚提取液,用水 50ml 洗涤,乙醚液挥干,残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解,作为对照药材溶液。再取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品,加乙醇制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液,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,吸取供试品溶液 6 μ l,对照药材溶液与对照品溶液各 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上使成条带状,以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(12:3:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5%香草醛硫酸溶液,在 110℃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。

(6) 取本品 10g 或 2g(无蔗糖),加甲醇 100ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液回收溶剂至干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取葛根对照药材 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。再取葛根素对照品,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 2015 年版通则 0502)试验,吸取上述三种溶液各 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(28:10:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏 15 分钟,取出,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】应符合颗粒剂项下有关的各项规定(中国药典 2015 年版通则 0104)。

【含量测定】连翘 照高效液相色谱法(中国药典 2015 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(25:75)为流动相;检测波长为 277nm。理论板数按连翘苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取连翘苷对照品适量,精密称定,加 50%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，研细，取约 5.0g 或 0.8g(无蔗糖)，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率 250W，频率 37kHz) 30 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，精密量取续滤液 25ml，回收溶剂至干，残渣用 70%乙醇 5ml 使溶解，加置中性氧化铝柱(100~200 目，8g，内径为 2cm) 上，用 70%乙醇 80ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣用 50%甲醇使溶解，转移至 5ml 量瓶中，加 50%甲醇稀释至刻度，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 含连翘以连翘苷($C_{27}H_{34}O_{11}$) 计，不得少于 0.07mg 或 0.35mg(无蔗糖)。

黄芩 照高效液相色谱法(中国药典 2015 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；以甲醇-0.4%磷酸(47:53) 为流动相；检测波长为 280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 3000。

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，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品，研细，取约 1.0g 或 0.2g(无蔗糖)，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%乙醇 25ml，密塞，称定重量，加热回流 30 分钟，取出，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 0.80mg 或 4.0mg(无蔗糖)。

【功能与主治】清热解表，化湿消滞。用于四时感冒，恶寒发热，周身骨痛，头重乏力，感冒挟湿，胸闷食滞等症。

【用法与用量】开水冲服。一次 7g 或一次 1.5g(无蔗糖)，一日 2~3 次。

【规格】(1)每袋装 3.5g (2) 每袋装 7g (3)每袋装 1.5g(无蔗糖)

【贮藏】密封。

征求意见稿