

清热散结胶囊

Qingre Sanjie Jiaonang

【处方】 千里光 3000g

【制法】 取千里光，加水煎煮二次，每次 2 小时，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.18~1.19 (25℃) 的清膏，加入相当于清膏 1 倍量的乙醇，静置 12 小时，滤过，滤液回收乙醇，浓缩至相对密度为 1.28~1.32 (80℃) 的稠膏，真空干燥，粉碎成细粉，加入辅料适量，混匀，制粒，干燥，装入胶囊，制成 757 粒〔规格 (1)〕或 1000 粒〔规格 (2)〕，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为浅棕色至深棕色的颗粒及粉末；味微咸、略苦酸。

【鉴别】 取本品 5 粒的内容物，加 0.36% 盐酸无水乙醇溶液 50ml，放置 1 小时，加热回流 3 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 2% 盐酸溶液 25ml 使溶解，滤过，滤液用浓氨试液调节 pH 值至 10~11，用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 25ml，合并二氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加二氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取千里光对照药材 2g，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，以异丙醚-甲酸-水（90：7：3）为展开剂，薄层板置展开缸中预饱和 40 分钟，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，在与对照药材色谱相应位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **阿多尼弗林碱** 照高效液相色谱-质谱法（中国药典 2015 年版通则 0512 和通则 0431）测定。

色谱、质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；以乙腈为流动相 A，以 0.1% 甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；采用三重四级杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式下选择质谱多反应监测（MRM）进行检测，定量离子对 m/z（母离子/子离子）：阿多尼弗林碱 366.1/338.2，野百合碱（内标）326.1/237.2 或 326.1/194.1。理论板数按阿多尼弗

林碱峰计算应不低于8000。

流动相梯度洗脱程序

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~2.5	6	94
2.5~4	6→40	94→60
4~9	40	60

校正因子测定 取野百合碱对照品适量,精密称定,用0.5%甲酸溶液制成每1ml含0.2 μ g的溶液,作为内标溶液。取阿多尼弗林碱对照品适量,精密称定,用0.5%甲酸溶液制成每1ml含0.1 μ g的溶液,作为对照品溶液。精密量取对照品溶液1ml,置5ml量瓶中,精密加入内标溶液1ml,加0.5%甲酸溶液至刻度,摇匀,吸取2 μ l,注入液相色谱-质谱联用仪,计算校正因子。

测定法 取装量差异项下的本品内容物,混匀,取约0.25g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入0.5%甲酸溶液-甲醇(40:60)的混合溶液50ml,称定重量,超声处理(功率300W,频率25kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用0.5%甲酸溶液-甲醇(40:60)的混合溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置10ml量瓶中,精密加入内标溶液2ml,加0.5%甲酸溶液-甲醇(40:60)至刻度,摇匀,吸取2 μ l,注入液相色谱-质谱联用仪,测定,即得。

本品每粒含阿多尼弗林碱($C_{18}H_{23}NO_7$),规格(1)不得过67 μ g;规格(2)不得过50 μ g。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(中国药典2015年版通则0103)。

【含量测定】绿原酸 照高效液相色谱法(中国药典2015年版通则0512)。

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-2%冰醋酸溶液(10:90)为流动相;检测波长为328nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量,精密称定,用50%甲醇制成每1ml含42 μ g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0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入50%甲醇50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率100W,频率40kHz)30分钟,取出,放冷,再称定重量,用50%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和供试品溶液各10 μ l,注入液相色谱仪,

测定，即得。

本品每粒含千里光以绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）计，规格(1)不得少于 0.90mg；规格(2)不得少于 0.70mg。

【功能与主治】 消炎解毒，散结止痛。用于急性结膜炎，急性咽喉炎，急性扁桃腺炎，急性肠炎，急性菌痢，上呼吸道感染，急性支气管炎，淋巴结炎，疮疖疼痛，中耳炎，皮炎湿疹。

【用法与用量】 口服。一次 4~6 粒〔规格(1)〕或一次 5~8 粒〔规格(2)〕，一日 3 次。

【规格】 (1) 每粒装 0.33g (2) 每粒装 0.35g

【贮藏】 密封。

征求意见稿