

黄连解毒微粉

Huanglian Jiedu Weifen

【处方】 黄连 30g 黄芩 60g 黄柏 60g 栀子 45g

【制法】 以上 4 味，粉碎成粗粉，混合，烘干，超微粉碎，过筛，混匀，即得。

【性状】 本品为黄褐色的粉末；味苦。

【鉴别】 (1) 取本品 1.3g，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取黄连对照药材 0.2g，同法制成对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品，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（附录 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，以环己烷-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水-三乙胺（3：3.5：1：1.5：0.5：1）为展开剂，置用浓氨试液预饱和 20 分钟的展开缸内，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，显相同颜色的荧光斑点。

(2) 取本品 3g，加乙酸乙酯-甲醇（3：1）的混合溶液 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，取上清液作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，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（附录 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5 μ l，点于同一聚酰胺薄膜上，以乙酸乙酯-甲酸（6：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%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 0.7g，加 1%醋酸甲醇 40ml，于 60 $^{\circ}$ C 超声处理 20 分钟，滤过，滤液浓缩至 2ml，作为供试品溶液。另取盐酸黄柏碱对照品，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（附录 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，以三氯甲烷-甲醇-水（30：15：4）的下层溶液为展开剂，置氨蒸气饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。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。

(4) 取本品 1g，加 50%甲醇 10ml，超声处理 40 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取栀子苷对照品，加乙醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录 0502）试验，吸取供试品溶液 10 μ l，对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（5：5：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 110 $^{\circ}$ C 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。

【检查】 粒度 (1) 取本品 5mg，精密加入甘油醋酸试液 10ml，超声处理 10 分钟，取出，摇匀，立即取一滴置载玻片上，覆以盖玻片（22mm \times 22mm），同法制备 5 片。在 100 倍

显微镜下，检视测量粒子直径（长径），每片随机检视 5 个视野，共计 25 个视野，平均每个视野直径（长径）大于 48 μm 的粒子个数不得超过 6 个，并不得检出长径大于 700 μm 的粒子。

（2）取本品适量，采用粒度分析仪依法测定（一部附录 0982 第三法，干法测定），小于 48 μm 的颗粒应不得少于 95%，大于 75 μm 的颗粒不得过 1.0%。

以上（1）、（2）两项可选做一项。

水分 照水分测定法（附录 0832 第一法）测定，不得过 9.0%。

其他 应符合散剂项下有关的各项规定（附录 0101）。

【含量测定】 黄连、黄柏 照高效液相色谱法（附录 0512）测定。

色谱条件与系统适应性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液（50：50）（每 100ml 中加十二烷基硫酸钠 0.4g，再以磷酸调节 pH 值为 4.0）为流动相；检测波长为 345nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 90 μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 1.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-盐酸（100：1）的混合溶液 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，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 2ml，置 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，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 μl ，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含黄连、黄柏以盐酸小檗碱（ $\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{NO}_4 \cdot \text{HCl}$ ）计，不得少于 16.0mg。

黄芩 照高效液相色谱法（附录 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-水-磷酸（47：53：0.2）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 2500。

对照品溶液的制备 取在 60 $^{\circ}\text{C}$ 减压干燥 4 小时的黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 70 μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 1g，精密称定，加 70% 乙醇 40ml，加热回流 3 小时，放冷，滤过，滤液置 100ml 量瓶中，用少量 70% 乙醇分次洗涤容器和残渣，洗液滤入同一量瓶中，加 70% 乙醇至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μl ，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含黄芩以黄芩苷（ $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_{11}$ ）计，不得少于 24.0mg。

【贮藏】 密闭，防潮。