

双黄败毒颗粒

Shuanghuang Baidu Keli

【处方】 黄连316g 黄芩316g 黄芪916g 茯苓468g 茵陈468g 蛇床子468g 黄精468g 连翘468g 五倍子396g 栀子316g 莪术200g 三棱200g

【制法】 以上12味，煎煮提取3次，同时收集挥发油，煎液合并，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.10~1.15（80℃）的清膏，等分成两份，一份喷雾干燥成浸膏粉，作为制粒的母核，其余作为黏合剂，制粒，喷入挥发油，混匀，制成1000g，即得。

【性状】 本品为棕色至棕褐色的颗粒；气香，味甘、苦。

【鉴别】 （1）取本品研细的粉末5g，~~加2%氢氧化钾甲醇溶液50ml，置水浴上回流1小时，放冷，离心，取上清液蒸干，残渣加水30ml使溶解，用水饱和的正丁醇提取2次，每次25ml，合并正丁醇提取液，用0.05mol/L硫酸溶液50ml洗涤，弃去酸液，再用正丁醇饱和的水洗涤二次（50ml、50ml、25ml），弃去水液，继用3倍量3%氨溶液洗涤，弃去氨溶液，分取正丁醇液，蒸干，加乙酸乙酯50ml，超声处理45分钟，滤过，弃去滤液，药渣加甲醇50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水25ml，加氨水1ml，加水饱和的正丁醇振荡提取3次，每次15ml，合并正丁醇液，用氨试液振荡提取3次，每次15ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品，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，吸取上述供试品溶液5μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以~~三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15:40:20:10）10℃以下放置分层的下层溶液~~三氯甲烷-甲醇-水（13:7:2）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，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。~~

（2）取本品研细的粉末2g，加乙醇20ml，超声处理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。另取蛇床子对照药材0.3g，加乙醇5ml，超声处理5分钟，放置，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以~~苯-乙酸乙酯（30:1）~~甲苯-乙酸乙酯（30:1）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，显至少2个相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品研细的粉末1g，加盐酸-甲醇（1:100）10ml，超声处理30分钟，离心，取上清液，作为供试品溶液。另取没食子酸对照品，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1~2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以~~甲苯-乙酸乙酯-甲酸（6:3:1）~~乙酸乙酯-丁酮-甲酸（10:1:0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以~~2%三氯化铁溶液和2%铁氰化钾溶液（1:1）的混合液~~2%三氯化铁溶液，供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的深蓝色斑点。

（4）取本品研细的粉末1g，加甲醇5ml，超声处理30分钟，离心，取上清液作为供试品溶液。另取栀子苷对照品，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（附录0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（3:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以硫酸乙醇（5→10）溶液，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。

（5）取（鉴别）（3）项下的供试品溶液，作为供试品溶液。另取黄连对照药材0.1g，加盐酸-甲醇（1:100）混合溶液10ml，超声处理15分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.25mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层

色谱法（附录0502）试验，吸取上述供试品溶液5 μ l、对照药材溶液和对照品溶液各1 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以~~苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液（6:3:1.5:1.5:0.5）~~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，置氨蒸气预饱和的展开缸内，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。

（6）取本品研细的粉末1g，加甲醇20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用正丁醇20ml提取，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录0502）试验，吸取上述两种溶液各2 μ l，分别点于同一以含4%醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水（5:3:1:1）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。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录0106）。

【含量测定】 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，乙腈-1.36%磷酸二氢钾溶液-0.68%十二烷基硫酸钠溶液（100:50:50）为流动相，检测波长346nm，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 精密称取盐酸小檗碱对照品适量，加甲醇制成每1ml含盐酸小檗碱30 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品研细的粉末0.2g，精密称定，置25ml量瓶中，加甲醇-盐酸（100:1）混合溶液20ml，超声处理20分钟，放冷，加甲醇-盐酸（100:1）混合溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。本品每1g含黄连以盐酸小檗碱（ $C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$ ）计，不得少于2.5mg。

【功能】 清热解毒，益气固本，燥湿利胆。

【主治】 热毒壅盛所致的发热，神昏，咳喘，腹泻等症。

【用法与用量】 混饮，一次量，每1kg体重，鸡0.5g，连用3~5日。

【规格】 每100g相当于原生药500g。

【贮藏】 密封。