

附件：双黄消炎片质量标准草案公示稿

双黄消炎片

Shuanghuang Xiaoyan Pian

【处方】三颗针 1286g 黄芩 429g

【制法】以上二味，取黄芩 257g 粉碎成细粉；剩余黄芩加水煎煮三次，第一次 3 小时，第二次 1 小时，第三次 0.5 小时，合并煎液，滤过。三颗针用 45%乙醇加热回流提取二次，合并提取液，滤过，滤液回收乙醇，与上述滤液合并，浓缩至相对密度为 1.35~1.40 (50℃) 的清膏，与上述黄芩细粉混匀，干燥，粉碎成细粉，加入辅料适量，制成颗粒，干燥，压制 成 1000 片，或包薄膜衣，即得。

【性状】本品为黄棕色至黄褐色的片；或为薄膜衣片，薄膜衣片除去包衣后显黄棕色至黄褐色；气微，味苦。

【鉴别】(1) 取本品，置显微镜下观察：纤维淡黄色，梭形，壁厚，孔沟细（黄芩）。

(2) 取本品1片，研细，加甲醇25 ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱对照品、盐酸巴马汀对照品、盐酸药根碱对照品，加甲醇制成每1ml各含0.1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取供试品溶液与对照品溶液各1~2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨水（12:6:7:3:1）为展开剂，展开缸中加入与展开剂同等体积的浓氨试液，饱和30 分钟，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3) 取本品1片，研细，加甲醇5ml，加热回流10分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。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（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，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，预饱和30分钟，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁乙醇溶液，日光下检视。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】 应符合片剂项下有关的各项规定（中国药典2020年版通则0101）。

【含量测定】三颗针 照高效液相色谱法(中国药典 2020 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；乙腈-0.2%磷酸溶液(26:74)为流动相；检测波长 265nm。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 取盐酸巴马汀对照品、盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 40μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 10 片，精密称定总重量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入盐酸-甲醇溶液（1:100）25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 500W，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，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 5 μ l 与供试品溶液 2~5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含三颗针以盐酸巴马汀（ $C_{21}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ ）和盐酸小檗碱（ $C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$ ）的总量计，不得少于 3.60mg。

黄芩 照高效液相色谱法(中国药典2020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-0.05%磷酸溶液（45：55）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 5000。

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 70 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 10 片，精密称定总重量，研细，取约 0.4g，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，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 1ml，置 10ml 量瓶中，加 70%乙醇至刻度，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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，不得少于 24.0mg。

【功能与主治】消炎。用于咽喉疼、腹泻、痢疾、慢性痢疾。

【用法与用量】口服，一次 3 片，一日 3 次。

【规格】(1) 素片 每片重 0.4g（相当于饮片 1.715g）

(2) 薄膜衣片 每片重 0.4g（相当于饮片 1.715g）

每片重 0.41g（相当于饮片 1.715g）

每片重 0.42g（相当于饮片 1.715g）

【贮藏】密封。

起草单位：吉林省药品检验所

复核单位：黑龙江省药品检验研究中心