连参通淋片

Lianshen Tonglin Pian

【处方】

黄连	360g	苦参	270g	瞿麦	270g	川木通	270g
萹蓄	270g	栀子	180g	大黄	240g	丹参	240g
绵萆薢	240g	茯苓	270g	白术	210g	石菖蒲	90g
甘草	90g						

【制法】 以上十三味，白术、石菖蒲提取挥发油，蒸馏后水溶液另器收集，挥发油以β-环糊精包合，备用。黄连加80%乙醇回流提取三次，每次1.5小时，合并煎液，滤过，减压浓缩至相对密度为1.32～1.35（60℃热测）的清膏，低温干燥，粉碎成细粉，备用。其余丹参等十味加水煎煮二次，每次1.5小时，合并煎液，滤过，与白术等的水溶液合并，减压浓缩至相对密度为1.12~1.15（60℃热测）的清膏，加乙醇使含醇量达60%，搅匀，冷藏24小时，滤过，滤液减压回收乙醇至相对密度为 1.32～1.35（60℃热测）的稠膏，低温干燥，粉碎成细粉。加入黄连提取物细粉、挥发油包合物及适量淀粉，压制成1000片，包薄膜衣，即得。

【性状】 本品为薄膜衣片，除去包衣后显棕黄色至棕褐色；味苦。

【鉴别】 （1）取本品1片，研细，加乙醇30ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取黄连对照药材0.3g，同法制成对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品，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1～2μl，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，置浓氨试液预饱和20分钟的层析缸内，展开，取出，晾干，在紫外光（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4个相同颜色的荧光斑点；在与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5片，研细，加三氯甲烷40ml，浓氨试液1ml，摇匀，放置过夜，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加乙醇 3ml 使溶解，作为供试品溶液。另取苦参对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取苦参碱对照品，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2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-丙酮-浓氨试液（2:1:3:0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应

的位置上，分别显相同颜色的斑点。

（3）取本品 6 片，研细，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加水 20 ml 使溶解，再加盐酸 1ml，加热回流 1 小时，立即冷却，用乙醚振摇提取二次，每次 20ml，合并乙醚液，回收溶剂至干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.3g，同法制成对照药材溶液，再取大黄素对照品，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，吸取供试品溶液及对照药材溶液各 10μl、对照品溶液 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸（14:5:3）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。置氨蒸气中熏后，斑点变为红色。

（4）取本品 5 片，研细，加乙醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，回收溶剂至干，残渣加乙醇 3ml 使溶解，作为供试品溶液。另取栀子对照药材 0.8g，同法制成对照药材溶液，再取栀子苷对照品，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（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液 5～10μl、对照品溶液 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-冰醋酸（3:2:1）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。供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（5）取本品 5 片，研细，加甲醇 40ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加水 20ml 使溶解，加盐酸调 pH 值至 2～3，用乙酸乙酯振摇提取二次，每次 25ml，合并乙酸乙酯液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 25ml 使溶解，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取丹参素钠对照品、原儿茶醛对照品、丹酚酸 B 对照品，加甲醇制成每 1ml 含丹参素钠 0.5mg、原儿茶醛 0.1 mg 和丹酚酸 B 0.1mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版通则 0512）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；0~65 分钟，乙腈 2%→30%，0.05% 三氟乙酸 98%→70%，梯度洗脱；检测波长为 288nm；流速为每分钟 0.8ml；柱温为 40℃。理论板数按丹酚酸 B 计算应不低于 5000。分别吸取供试品溶液和混合对照品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，供试品色谱中，应呈现与丹参素钠、原儿茶醛、丹酚酸 B 对照品保留时间相对应的色谱峰。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版通则 0101）。

【含量测定】

黄连　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-0.1%磷酸溶液（加三乙胺调节 pH 值为 3）（30:70）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　取盐酸药根碱对照品、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 含盐酸药根碱 10μg、盐酸巴马汀 15μg、盐酸小檗碱 50μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备　取重量差异项下的本品，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-盐酸（100:1）50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 400W，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，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

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

本品每片含黄连以盐酸小檗碱（$C_{20}H_{18}ClNO_4$）、盐酸巴马汀（$C_{21}H_{22}ClNO_4$）和盐酸药根碱（$C_{20}H_{20}ClNO_4$）的总量计，不少于 15.0mg。

苦参　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；以乙腈为流动相 A，0.2%磷酸溶液为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；检测波长为 210nm，柱温为 25℃。理论板数按苦参碱峰计算应不得低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～10	5→10	95→90

对照品溶液的制备　取苦参碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含苦参碱 0.75mg 的溶液。精密吸取上述对照品溶液 1ml，置 10ml 量瓶中，加甲醇-浓氨试液（93:7）混合溶液稀释至刻度，摇匀，即得。（每 1 ml 含苦参碱 75μg）

供试品溶液的制备　取重量差异项下的本品，研细，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 0.1mol/L 盐酸溶液 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 400W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 0.1mol/L 盐酸溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25ml，加在固相萃取柱（以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂，500mg。用甲醇、水各 10ml 预洗）上，依次用 0.1mol/L 盐酸溶液、甲醇各 10ml 洗脱，弃去洗脱液，继用新鲜配制的甲醇-浓氨试液（93:7）混合溶液 10ml 洗脱，收集洗脱液于 10ml 量瓶中，

加上述混合溶液稀释至刻度，摇匀，即得。

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

本品每片含苦参以苦参碱（$C_{15}H_{24}N_2O$）计，不得少于 0.40mg。

【功能与主治】 清热祛湿，利水通淋。用于非淋菌性尿道炎的辅助治疗，中医辨证属于湿热下注者，症见尿频、尿急，尿痛，尿道红肿刺痒，尿道口有分泌物，舌红苔黄腻，脉濡数。

【用法与用量】 口服。一次 4 片，一日 3 次。疗程为 2 周。

【规格】 每片重 0.8g

【贮藏】 密封。

起草单位： **河北省药品检验研究院**

复核单位： **天津市药品检验研究院**

公示稿