

一清片

Yiqing Pian

【处方】 黄连 660g 大黄 2000g 黄芩 1000g

【制法】 以上三味，分别加水煎煮二次，第一次 1.5 小时，第二次 1 小时，合并煎液，滤过，滤液减压浓缩至相对密度约为 1.25 (70℃) 的稠膏，喷雾干燥成干浸膏粉；将上述三种浸膏粉合并，加入适量淀粉，混匀，制粒，干燥，压制成 1000 片〔规格 (1)〕；或压制成 1500 片〔规格 (2)〕；或加入 5% 羧甲淀粉钠，压制成 2000 片〔规格 (3)〕，包薄膜衣，即得。

【性状】 本品为薄膜衣片，除去包衣后显黄褐色至棕褐色；味苦。

【鉴别】 (1) 取本品，研细，取粉末约 0.5g〔规格 (1)〕、0.75g〔规格 (2)〕、1g〔规格 (3)〕，加甲醇 25ml，浸渍 2 小时，时时振摇，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加水 10ml 使溶解，再加盐酸 1ml，置水浴中加热 30 分钟，立即冷却，用三氯甲烷振摇提取 2 次，每次 10ml，合并三氯甲烷液，浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.1g，同法制成对照药材溶液。再取大黄素对照品，加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.5mg 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 5~10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-甲酸乙酯-甲酸（15:5:1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；置氨蒸汽中熏后，日光下检视，显相同的红色斑点。

(2) 取本品，研细，取粉末约 0.5g〔规格 (1)〕、0.75g〔规格 (2)〕、1g〔规格 (3)〕，加乙酸乙酯-甲醇（3:1）的混合溶液 30ml，加热回流 30min，放冷，滤过，回收溶剂至干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，取上清液作为供试品溶液。另取黄芩对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取黄芩素对照品，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（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5~10 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（10:3:1:2）为展开剂，预饱和 30 分钟，展开，取出，晾干，喷以 2% 三氯化铁乙醇溶液。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，显相同颜色的斑点。

(3) 取本品粉末 4g，加甲醇 25ml，浸渍 2 小时，时时振摇，滤过，滤液浓缩至 2ml，作为供试品溶液。另取黄连对照药材 50mg，加甲醇 5ml，加热回流 15 分钟，滤过，滤液加

甲醇使成 5ml，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 0.5mg 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 1~2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水（4：2：1：1：0.2）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，显相同的黄色荧光斑点。

【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】 黄芩 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；以甲醇-0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液（用磷酸调节 pH 值至 2.7）（42：58）为流动相；检测波长为 275nm。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 75%乙醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，研细，取约 0.15g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加 75%乙醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）10 分钟，放冷，加水稀释至刻度，摇匀，离心，取上清液，即得。

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

本品每片含黄芩以黄芩苷（C₂₁H₁₈O₁₁）计，规格（1）不得少于 10.5mg；规格（2）不得少于 7.0mg；规格（3）不得少于 5.3mg。

大黄 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；以甲醇-0.1%磷酸（80：20）为流动相；检测波长为 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取大黄素对照品、大黄酚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含大黄素 10 μ g、大黄酚 15 μ g 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 0.75g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，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 10ml，置烧瓶中，挥去溶剂，加 10%乙醇-盐酸（10：1）的混合溶液 10ml，超声处理 2 分钟，加三氯甲烷 10ml，水浴加热回流 1 小时，放冷，转移至分液漏斗中，用少量三氯甲烷洗涤容

器，并入分液漏斗中，分取三氯甲烷层，酸液再用三氯甲烷提取 4 次，每次 10ml，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10ml 量瓶中，并加甲醇至刻度，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含大黄以大黄素（C₁₅H₁₀O₅）和大黄酚（C₁₅H₁₀O₄）的总量计，规格（1）不得少于 0.70mg；规格（2）不得少于 0.46mg；规格（3）不得少于 0.35mg。

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-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液（45：55）（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 25 μ g 的溶液，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）的混合溶液 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）10 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇-盐酸（100：1）的混合溶液补足减失的重量，摇匀，离心，取上清液，即得。

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

本品每片含黄连以盐酸小檗碱（C₂₀H₁₇NO₄·HCl）计，规格（1）不得少于 4.2mg；规格（2）不得少于 2.9mg；规格（3）不得少于 2.1mg。

【功能与主治】 清热泻火解毒，化瘀凉血止血。用于火毒血热所致的身热烦躁、目赤口疮、咽喉牙龈肿痛、大便秘结、吐血、咯血、衄血、痔血；咽炎、扁桃体炎、牙龈炎见上述证候者。

【用法与用量】 口服。规格（1）：一次 2 片，一日 3~4 次。规格（2）：一次 3 片，一日 3~4 次。规格（3）：一次 4 片，一日 3~4 次。

【注意事项】 出现腹泻时，可酌情减量。

【规格】 （1）每片重 0.45g （2）每片重 0.40g （3）每片重 0.50g

【贮藏】 密封。

文件编号