

附件：清热化毒丸国家药品标准草案公示稿

清热化毒丸

Qingre Huadu Wan

【处方】	连翘	300g	青黛	150g	黄连	30g
	黄芩	150g	大黄	75g	菊花	300g
	龙胆	150g	天花粉	150g	玄参	150g
	茯苓	300g	桔梗	300g	甘草	150g
	朱砂	45g	冰片	4.5g	水牛角浓缩粉	9g

【制法】 以上十五味，除水牛角浓缩粉外，朱砂水飞成极细粉，冰片研细；其余连翘等十二味粉碎成细粉，过筛，混匀；与上述水牛角浓缩粉等三味细粉配研，过筛，混匀；每100g粉末加炼蜜130~140g制成大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黑色的大蜜丸；味甜，微苦。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：不规则分枝状团块无色，遇水合氯醛试液渐溶化，菌丝无色或淡棕色，直径4~6μm（茯苓）。内果皮纤维上下层纵横交错，纤维短梭形（连翘）。韧皮纤维淡黄色，梭形，壁厚，孔沟细（黄芩）。草酸钙簇晶大，直径60~140μm（大黄）。花粉粒类球形，直径24~34μm，外壁有刺，长3~5μm，具3个萌发孔（菊花）。石细胞黄棕色或无色，类长方形、类圆形或形状不规则，直径约至93μm（玄参）。联结乳管直径14~25μm，含淡黄色颗粒状物（桔梗）。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维（甘草）。不规则细小颗粒暗棕红色，有光泽，边缘暗黑色（朱砂）。

（2）取本品3丸，剪碎，加乙醇20ml，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0.25g，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2020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。

（3）取本品1丸，剪碎，加三氯甲烷10ml，超声处理30分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取青黛对照药材50mg，加三氯甲烷5ml，充分搅拌，滤过，滤液作为对照药材溶液。再取靛蓝对照品、靛玉红对照品，加三氯甲烷分别制成每1ml含1mg、0.5mg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，分别吸取上述四种溶液各 8 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-三氯甲烷-丙酮(5：4：1)为展开剂，展开，取出，晾干。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。

(4) 取本品 3 丸，剪碎，加石油醚(30~60℃)20ml，超声处理 10 分钟，弃去石油醚液，药渣挥干，加稀盐酸 1ml 与乙酸乙酯 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取菊花对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取绿原酸对照品，加乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 0.5 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(1:15:1:1:2)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。

(5) 取本品 3 丸，剪碎，加甲醇 25ml，浸泡 1 小时，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 25ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 30ml，合并正丁醇液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取玄参对照药材 2g，同法制成对照药材溶液。再取哈巴俄苷对照品，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，吸取上述三种溶液各 4 μ l，分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(12:4:1)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，置用展开剂预饱和 15 分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，热风吹至斑点显色清晰。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。

【检查】 土大黄苷 取土大黄苷对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液（临用新制）。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取[鉴别]（2）项下的供试品溶液 5 μ l 及上述对照品溶液 3 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲苯-甲酸乙酯-丙酮-甲醇-甲酸 (30：5：5：20：0.1)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，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同的亮蓝色荧光斑点。

其他 应符合丸剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0108）。

【含量测定】 连翘 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；以乙腈-0.4%冰醋酸

溶液(14：86)为流动相；检测波长为 330nm。理论板数按连翘酯苷 A 峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取连翘酯苷 A 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 50μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%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 70%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与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每丸含连翘以连翘酯苷 A ($C_{29}H_{36}O_{15}$) 计，不得少于 4.2mg。

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-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 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 50μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 0.5g，精密称定，精密加入 70%乙醇 50ml，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用 70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每丸含黄芩以黄芩苷 ($C_{21}H_{18}O_{11}$) 计，不得少于 4.7mg。

【功能与主治】 清火化毒，消肿止痛。用于小儿身热烦躁，咽喉肿痛，口舌生疮，皮肤疮疖，口臭便秘，疹后余毒未尽。

【用法与用量】 口服，一次 1 丸，一日 2～3 次。

【规格】 每丸重 3g。

【贮藏】 密封。

起草单位：大连市药品检验所

复核单位：青岛市食品药品检验研究院

主要起草人及联系方式：薛恒跃 胡景莲 0411-84252333