

大黄利胆胶囊

Dahuang Lidan Jiaonang

【处方】 大黄 100g 手参 100g 余甘子 100g

【制法】 以上三味，手参粉碎成细粉，备用；大黄、余甘子粉碎成粗粉，用 60%乙醇加热回流提取三次，第一次 2 小时，第二次 1 小时，第三次 0.5 小时，滤过，合并提取液，减压回收乙醇，浓缩至适量，加入上述细粉，干燥，粉碎，加入淀粉适量，混匀，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为棕褐色的颗粒或粉末；气微，味苦、涩。

【鉴别】 (1) 取本品，置显微镜下观察：草酸钙针晶束散在或存在于黏液细胞中，针晶长 8~65 μ m（手掌参）。

(2) 取本品内容物 1g，研细，加甲醇 15ml，超声处理 30 分钟，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，用乙醚分 2 次振摇提取，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 0.1g，同法制成对照药材溶液。再取大黄酸对照品，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（通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 6 μ l，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 H 薄层板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的五个橙黄色荧光主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同的橙黄色荧光斑点；置氨蒸气中熏后，日光下检视，斑点变为红色。

(3) 取本品内容物 3g，研细，加 70%乙醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 3ml，加水 5ml 使溶解，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，回收溶剂至干，残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取没食子酸对照品，加无水乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-甲酸（7:2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，置氨蒸气中熏后，在日光下检视。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】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（通则 0103）。

【含量测定】 大黄 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；甲醇-0.1%磷酸溶液（82:18）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 取芦荟大黄素对照品、大黄酸对照品、大黄素对照品、大黄酚对照品、大黄素甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每 1ml 含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各 80μg，大黄素甲醚 40μg 的溶液；分别精密量取上述对照品溶液各 2ml，混匀，即得（每 1ml 中含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各 16μg，含大黄素甲醚 8μg）

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取 0.6g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，称定重量，加热回流 1 小时，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 5ml，置烧瓶中，挥去溶剂，加 8%盐酸溶液 10ml，超声处理 2 分钟，再加三氯甲烷 10ml，加热回流 1 小时，放冷，置分液漏斗中，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三次，每次 10ml，合并三氯甲烷液，减压回收溶剂至干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10ml 量瓶中，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含大黄以芦荟大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）、大黄酸（ $C_{15}H_8O_6$ ）、大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）和大黄酚（ $C_{15}H_{10}O_4$ ）和大黄素甲醚（ $C_{16}H_{12}O_5$ ）的总量计，不得少于 0.80mg。

余甘子 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；甲醇 - 0.2%磷酸溶液（5:95）为流动相；检测波长为 273nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 精密称取没食子酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 40μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取 0.3g，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 50%甲醇 40ml，超声处理（功率 250W，频率 25kHz）30 分钟，放冷，加 50%甲醇稀释至刻度，摇匀，取上清液，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。

本品每粒含余甘子以没食子酸（ $C_7H_6O_5$ ）计，不得少于 1.1mg。

【功能与主治】 清热利湿，解毒退黄。用于肝胆湿热所致的胁痛，口苦，食欲不振等

症；胆囊炎，脂肪肝见上述证候者。

【用法与用量】 口服，一次 2 粒，一日 2~3 次。

【禁忌】 孕妇忌用。

【规格】 每粒装 0.3g

【贮藏】 密封。

国家基本药物目录