

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021064

黄连（黄连）配方颗粒

Huanglian (Huanglian) Peifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch. 的干燥根茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取黄连饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~22%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至深棕色的颗粒；气微，味极苦。

【鉴别】 取本品 0.1g，研细，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取黄连（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 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 2 μ l，对照品溶液 1 μ l，分别点于同一高效硅胶 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，在与对照药材色谱相应的位置上，显 4 个以上相同颜色的荧光斑点；对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【特征图谱】 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；以乙腈为流动相 A，以 25mmol/L 乙酸铵和 8mmol/L 十二烷基硫酸钠溶液（氨水调 pH 值至 9.3）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 345nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 5000。

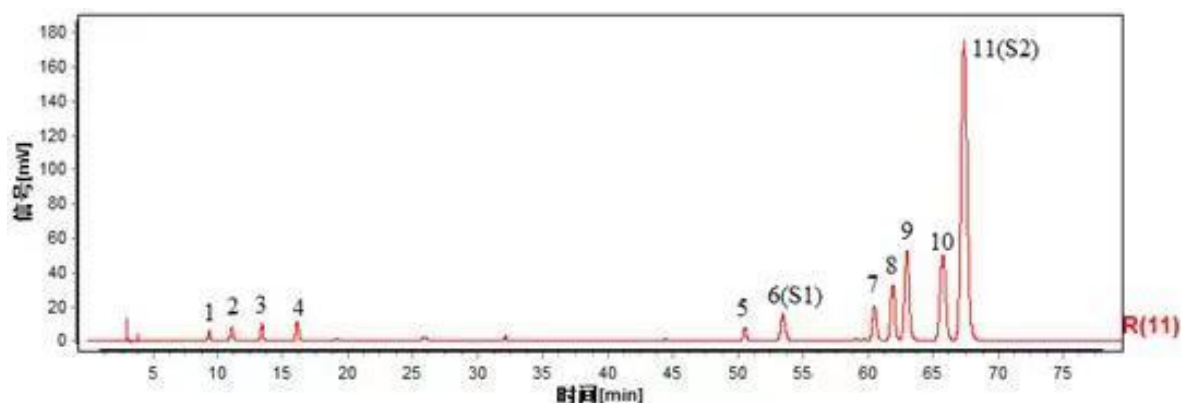
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	10 \rightarrow 25	90 \rightarrow 75
15~25	25 \rightarrow 30	75 \rightarrow 70
25~45	30 \rightarrow 50	70 \rightarrow 50
45~75	50	50

参照物溶液的制备 取黄连（黄连）对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加入甲醇-盐酸（100：1）的混合溶液 50ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液 1ml，置 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取木兰花碱对照品、盐酸药根碱对照品、盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每 1ml 含木兰花碱 50 μ g、盐酸药根碱 50 μ g、盐酸小檗碱 90 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同（含量测定）项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 20 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 11 个特征峰，应与对照药材参照物色谱中的 11 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 6、峰 11 的保留时间应与木兰花碱对照品、盐酸药根碱对照品、盐酸小檗碱对照品参照物峰保留时间相一致。与盐酸药根碱参照物相应的峰为 S1 峰，计算峰 5 与 S1 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.94（峰 5）。与盐酸小檗碱参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算峰 7、峰 8、峰 9、峰 10 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.91（峰 7）、0.93（峰 8）、0.94（峰 9）、0.98（峰 10）。



对照特征图谱

峰 1：木兰花碱；峰 6（S1）：盐酸药根碱；峰 7：非洲防己碱；峰 8：表小檗碱；

峰 9：盐酸黄连碱；峰 10：盐酸巴马汀；峰 11（S2）：盐酸小檗碱

色谱柱：Megres C18, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 43.0%。

【含量测定】 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-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液（50：50）（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 80 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，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 50ml，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 1ml，置 10ml 容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，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，以盐酸小檗碱对照品的峰面积为对照，分别计算小檗碱、表小檗碱、黄连碱和巴马汀的含量，用待测成分色谱峰与盐酸小檗碱色谱峰的相对保留时间确定。

表小檗碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱的峰位，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 范围之内，即得。相对保留时间见下表：

待测成分（峰）	相对保留时间
表小檗碱	0.71
黄连碱	0.78
巴马汀	0.91
小檗碱	1.00

本品以盐酸小檗碱（ $C_{20}H_{18}ClNO_4$ ）计，每 1g 含小檗碱（ $C_{20}H_{17}NO_4$ ）应为 110.0mg~210.0mg，含表小檗碱（ $C_{20}H_{17}NO_4$ ）、黄连碱（ $C_{19}H_{13}NO_4$ ）和巴马汀（ $C_{21}H_{21}NO_4$ ）的总量应为 78.0mg~160.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封。