

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，混匀，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 25~100 μ m (手参)。

(2)取本品内容物 1g，研细，加甲醇 15ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，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，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，蒸干，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(中国药典 2015 年版通则 0502)试验，吸取上述三种溶液各 6 μ l，分别点于同一硅胶 G 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，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，在日光下检视，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，蒸干，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(中国药典 2015 年版通则 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(中国药典 2015 年版通则 0103)。

【含量测定】 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%磷酸溶液(85:15)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 1500。

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 4 μ g、大黄酚 8 μ g 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 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率 250W，频率 25kHz) 30 分钟，放冷，再称定重量，用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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含大黄以大黄素($C_{15}H_{10}O_5$)和大黄酚($C_{15}H_6O_4$)的总量计,不得少于 0.35mg。

余甘子 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 - 0.2% 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 取没食子酸对照品适量,精密称定,加 50% 甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 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 10 μ l,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 1.1 mg。

【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。