**清肺抑火丸中黄芩、栀子、大黄的含量测定方法**

【**含量测定**】 **黄芩** 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-磷酸(38：62：0.3)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2000。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加70％乙醇制成每1ml含20µg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品水丸，研细，取约0.5g，精密称定；或取重量差异项下的大蜜丸剪碎，取约0.5g，精密称定，加硅藻土适量，研匀。转移至250ml圆底烧瓶中，精密加入70％乙醇100ml，称定重量，加热回流3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。

本品含黄芩以黄芩苷 (C21H18O11)计，水丸每1g不得少于11.2 mg，大蜜丸每丸不得少于50.0mg。

**栀子** 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（15:85) 为流动相；检测波长为 238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取栀子苷对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每lml含20µg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取[含量测定]黄芩苷项下的供试品溶液作为供试品溶液。

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。

本品含栀子以栀子苷 (C17H24O10)计，水丸每1g不得少于1.3mg，大蜜丸每丸不得少于5.0mg。

**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 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、大黄酚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每lml含大黄素5µg、大黄酚15µg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品水丸，研细，取约0.5g ，精密称定；或取重量差异项下的大蜜丸剪碎，取约0.5g ，精密称定，加硅藻土适量，研匀。转移至具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-盐酸（10:1）混合溶液25ml，称定重量，80℃水浴回流30min，取出，迅速冷却，用甲醇-盐酸（10:1）混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml置10ml量瓶中，加2%氢氧化钠溶液2ml，加甲醇定容至刻度，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10µl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含大黄以大黄素 (C15H10O5)和大黄酚(C15H10O4)的总量计，水丸每1g不得少于2.2mg，大蜜丸每丸不得少于6.0mg。