**清肺抑火片中黄芩、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。

色谱条件及系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.2％磷酸溶液(53：47)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3000。

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30µg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，包衣片除去包衣，精密称定，研细，取粉末约0.5g，精密称定，置50ml容量瓶中，加入70%乙醇约30ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，加70%乙醇至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液2ml，置10ml量瓶中，加70%乙醇至刻度，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。

本品每片含黄芩以黄芩苷 (C21H18O11)计，[规格（1）、（3）、（4）]不得少于4.5mg；[规格（2）]不得少于2.3mg。

**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40µg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。

本品每片含栀子以栀子苷 (C17H24O10)计，[规格（1）、（3）、（4）]不得少于1.2mg；[规格（2）]不得少于0.60mg。

**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20片，包衣片除去包衣，精密称定，研细，取粉末约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，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、供试品溶液与阴性溶液各10µl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含大黄以大黄素 (C15H10O5)和大黄酚(C15H10O4)的总量计，[规格（1）、（3）、（4）]不得少于1.9mg；[规格（2）]不得少于1.0mg。

【规格】 （1）素片 每片重0.6g，（2）薄膜衣片 每片重0.3g，（3）薄膜衣片 每片重0.47g，（4）薄膜衣片 每片重0.61g