

# 湖南省药品监督管理局

## 中药配方颗粒标准

湘 PF2024009

### 缬草配方颗粒

Xiecao Peifangkeli

**【来源】** 本品为败酱科植物缬草 *Valeriana officinalis* L. 的干燥根和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】** 取缬草饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12.5%~23.0%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气特异，味微苦、辛。

**【鉴别】** 取本品 0.5g，研细，加水 20ml，振摇 10 分钟，加乙酸乙酯-乙醇（4：1）混合液 25ml 振摇提取，取上层溶液，蒸干，残渣加无水乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。取橙皮苷对照品，加 N-N-二甲基甲酰胺溶液制成每 1ml 含 1mg 的溶液，另取绿原酸对照品，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 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水（8：2.5：2.5）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2%三氯化铝乙醇溶液，105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）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。

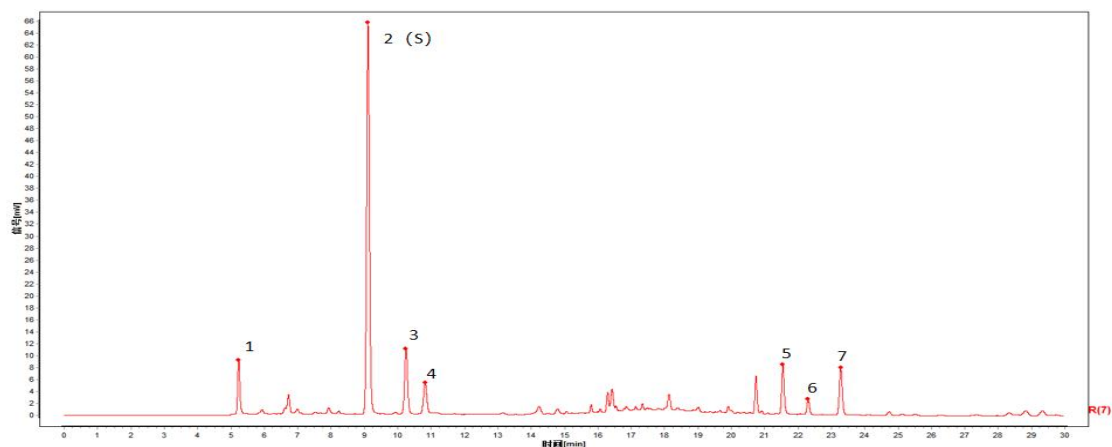
**色谱条件与系统适用性试验** 同【含量测定】项。

**参照物溶液的制备** 取缬草对照药材 0.5g，加 50%甲醇 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取【含量测定】项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 10 $\mu$ 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 1 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计其余各特征峰与 S 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：0.57（峰 1）、1.13（峰 3）、1.19（峰 4）、2.36（峰 5）、2.56（峰 7）。



对照特征图谱

峰 2（S）：绿原酸；峰 6：橙皮苷

色谱柱：ACQUITY HSS T3 C18, 2.1mm $\times$ 150mm, 1.8 $\mu$ 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 11.5%。

**【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（2.1mm $\times$ 150mm，1.8 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 326nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%）           | 流动相 B（%）            |
|--------|--------------------|---------------------|
| 0~12   | 8 $\rightarrow$ 12 | 92 $\rightarrow$ 88 |

|       |       |       |
|-------|-------|-------|
| 12~16 | 12→21 | 88→79 |
| 16~30 | 21→24 | 79→76 |

**对照品溶液的制备** 取绿原酸对照品适量，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** 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 50%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和供试品溶液各 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含绿原酸（C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>）应为 3.1mg~21.4mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

**【贮藏】** 密封。