

# 内蒙古自治区药品监督管理局

## 中药配方颗粒标准

NMG-PFKL-2022039

### 豨莶草（豨莶）配方颗粒

#### Xixiancao (xixian) Peifangkeli

**【来源】** 本品为菊科植物豨莶 *Siegesbeckia orientalis* L. 的干燥地上部分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】** 取豨莶草饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~20%），加入辅料适量，干燥，再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味苦。

**【鉴别】** 取本品 0.3g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 15 分钟，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。另取奇壬醇对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 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，吸取上述供试品溶液 5~10 $\mu$ l、对照品溶液 3 $\mu$ l 分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（5:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2% 香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰，置日光下检视。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。

**【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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2% 磷酸为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.20ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长 0~34 分钟为 320nm，34.01~60 分钟检测波长为 215nm；理论板数按奇壬醇峰计算应均不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	6 $\rightarrow$ 7	94 $\rightarrow$ 93
2~13	7 $\rightarrow$ 16	93 $\rightarrow$ 84
13~20	16 $\rightarrow$ 18	84 $\rightarrow$ 82
20~30	18 $\rightarrow$ 22	82 $\rightarrow$ 78
30~55	22 $\rightarrow$ 35	78 $\rightarrow$ 65
55~56	35 $\rightarrow$ 100	65 $\rightarrow$ 0

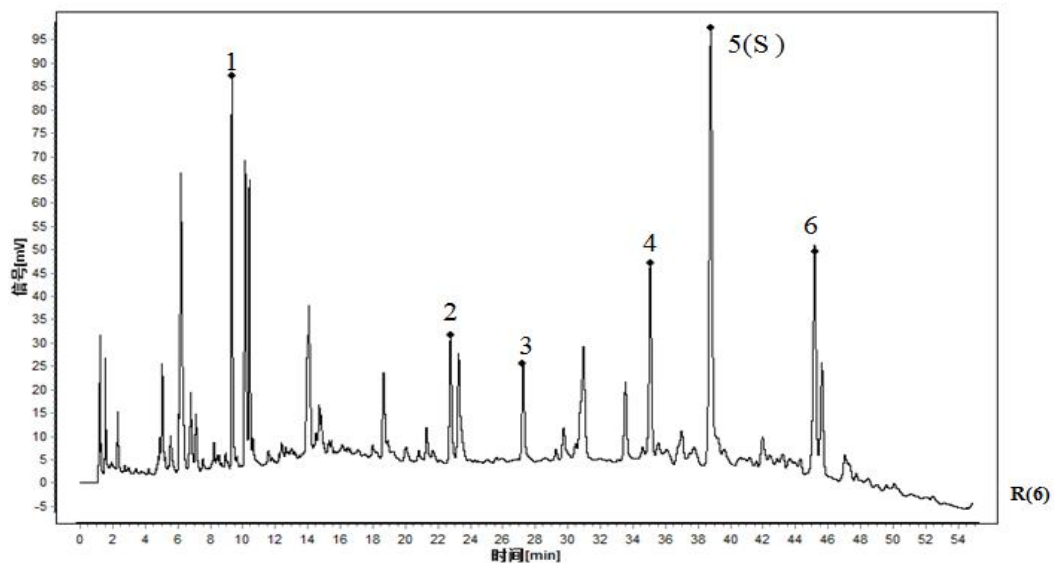
56~58	100	0
58~60	100→6	0→94

**参照溶液的制备** 取豨莶草对照药材约2.0g,置具塞锥形瓶中,精密加入10%甲醇30ml,密塞,超声处理(功率250W,频率40kHz)1小时,滤过,取续滤液,即得。另取(含量测定)项下对照品溶液,作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 取本品适量,研细,取约0.4g,置具塞锥形瓶中,精密加入10%甲醇30ml,密塞,称定重量,超声处理(功率250W,频率40kHz)1小时,放冷,再称定重量,用10%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参照物溶液2 $\mu$ l、对照药材参照物溶液3 $\mu$ l及供试品溶液3 $\mu$ l,注入超高压液相色谱仪,测定,即得。

供试品色谱中应呈现6个特征峰,并应与对照药材参照物色谱峰中的6个特征峰保留时间相对应,以奇壬醇参照物峰相应的峰为S峰,计算各特征峰与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:测定值为:0.24(峰1)、0.59(峰2)、0.70(峰3)、0.91(峰4)、1.17(峰6)。



对照特征图谱

峰1: 绿原酸; 峰5(S): 奇壬醇

色谱柱: ACQUITY UPLC® BEH C18, 2.1 $\times$ 100mm, 1.7 $\mu$ 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13.0%。

**【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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.20ml；柱温为 30℃；检测波长为 215nm；理论板数按奇壬醇峰计算应均不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~4	7→24	93→76
4~16	24	76
16~17	24→7	76→93
17~20	7	93

**对照品溶液的制备** 取奇壬醇对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，约 0.4g，研细，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 30ml，称定重量，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）2 小时，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 2 $\mu$ l、3 $\mu$ l，注入超高压液相色谱仪，测定，即得

本品每 1g 含奇壬醇（C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>）应为 3.2mg~15.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

**【贮藏】** 密封。