

# 宁夏回族自治区药品监督管理局

## 中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230140

### 黄芩炭配方颗粒

Huangqintan Peifangkeli

**【来源】** 本品为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根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】** 取黄芩炭饮片 4200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15.0%~24.0%），干燥，加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦。

**【鉴别】** 取本品 1g，加乙酸乙酯-甲醇（3:1）的混合溶液 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，取上清液作为供试品溶液。另取黄芩素对照品、汉黄芩素对照品，加甲醇分别制成每 1ml 各含 0.5mg 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 2  $\mu$ l-8  $\mu$ l 及上述两种对照品溶液各 1  $\mu$ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（10:3:1:2）为展开剂，预平衡 30 分钟，展开，取出，晾干，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，显相同的暗色斑点。

**【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 4.6mm，粒径为 3  $\mu$ m）；以 0.2%磷酸水为流动相 A，以 0.2%磷酸甲醇为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.8ml；柱温为 30℃；检测波长为 280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2500。

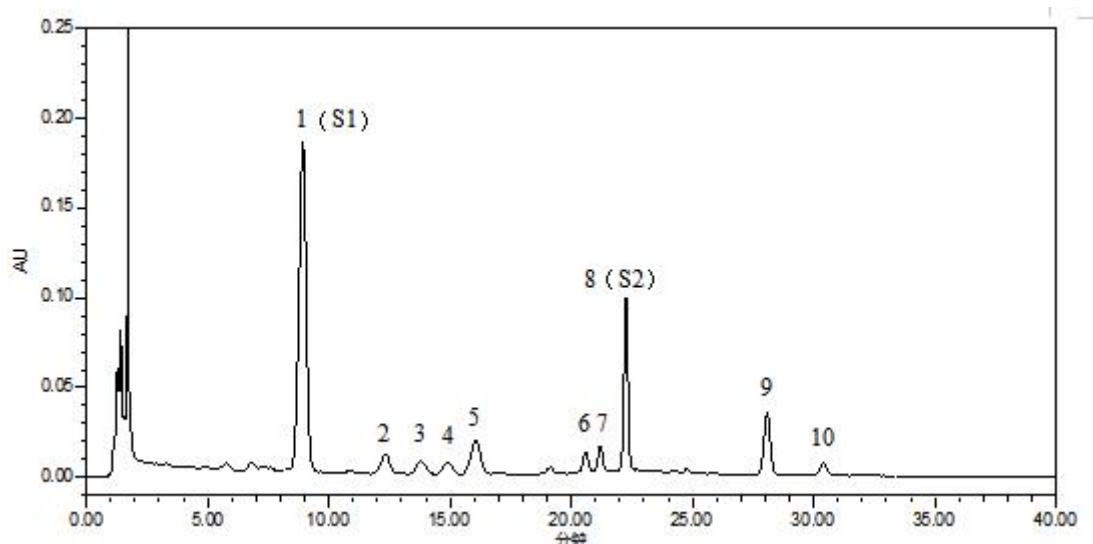
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	53	47
15~20	53→40	47→60
20~35	40	60

**参照物溶液的制备** 取黄芩素对照品、黄芩苷对照品适量，加甲醇分别制成每 1ml 各含 0.1mg 的对照品溶液，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 0.1g，置具塞锥形瓶中，加入 70%乙醇 50ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10  $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰，其中 2 个特征峰应分别与对照品参照物保留时间相对应，与黄芩苷对照品参照物相应的峰为 S1 峰，计算峰 2~峰 5 与 S1 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的  $\pm$ 10%之内。与黄芩素对照品参照物相应的峰为 S2 峰，计算峰 6~峰 7、峰 9~峰 10 与 S2 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：1.39（峰 2）、1.58（峰 3）、1.69（峰 4）、1.77（峰 5）、0.93（峰 6）、0.95（峰 7）、1.26（峰 9）、1.37（峰 10）。



对照特征图谱

峰 1 (S1): 黄芩苷; 峰 8 (S2): 黄芩素; 峰 9: 汉黄芩素

色谱柱: ES Epic C18 (4.6mm $\times$ 100mm, 3  $\mu$ 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 14.0%。

**【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 4.6mm，粒径为 3  $\mu$ m）；以 0.2%磷酸水为流动相 A，以 0.2%磷酸甲醇为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.8ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 280nm；理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2500。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~13	53	47
13~15	53→20	47→80
15~20	20	80
20~20.1	20→53	80→47
20.1~25	53	47

**对照品溶液的制备** 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 60 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 75mg，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%乙醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70%乙醇补足减失的重量，摇匀，离心，过滤，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  $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含黄芩苷（C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>O<sub>11</sub>）应为 31.0mg~95.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.2g

**【贮藏】** 密封。