

编号：浙 PF20240024

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%~24%），加辅料适量，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）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，吸取供试品溶液 2 μ l、对照品溶液 1 μ 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 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 μ m)；以 0.2%磷酸甲醇为流动相 A，以 0.2%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 0.8ml；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。

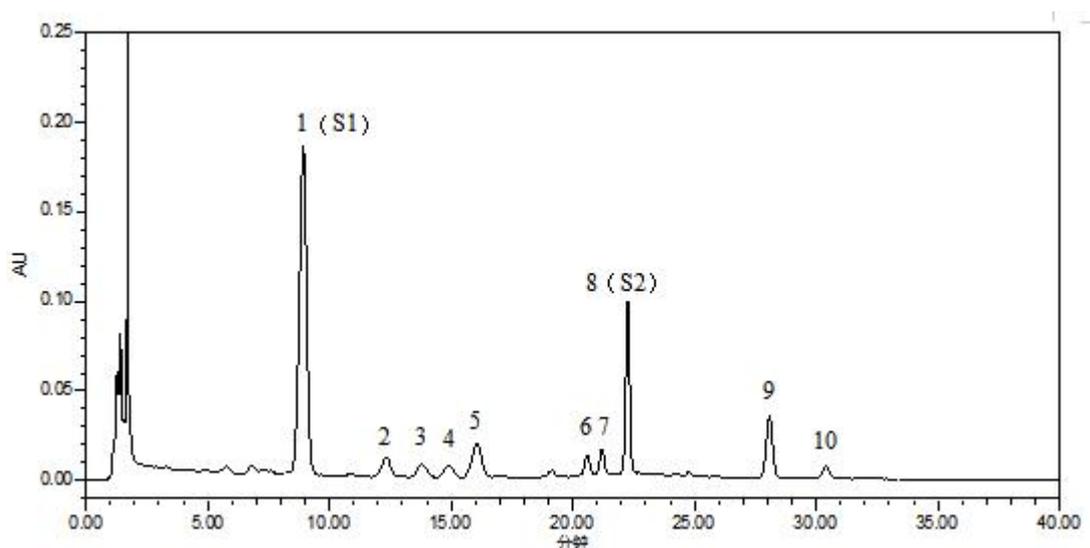
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~15	47	53
15~20	47→60	53→40
20~35	60	40

参照物溶液的制备 取黄芩素对照品、黄芩苷对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 0.1mg 的溶液，即得。

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 10 μ 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 个特征峰应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与黄芩苷对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 2~峰 5 与 S1 峰的相对保留时间；与黄芩素对照品参照物峰相对应的峰为 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

参考色谱柱: ES Epic C18 (4.6mm×100mm, 3μm)

【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 3μm);以 0.2%磷酸甲醇为流动相 A,以 0.2%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 0.8ml;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 (%)
0~13	47	53
13~15	47→80	53→20
15~20	80	20
20~20.1	80→47	20→53
20.1~25	47	53

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 60μg 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,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,取上清液,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 1g 含黄芩苷 ($C_{21}H_{18}O_{11}$) 应为 31mg~95mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.2g

【贮藏】 密封。

注：饮片执行标准为《浙江省中药炮制规范》2015 年版。