

福建省药品监督管理局 中药（配方颗粒）标准（试行）

标准号：FJYPBZ(PFKL)-2021045

豨莶草（腺梗豨莶）配方颗粒

Xixiancao (Xiangengxixian) Peifangkeli

【来源】本品为菊科植物腺梗豨莶 *Siegesbeckia pubescens* Makino 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（腺梗豨莶）饮片 5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.1%~15.2%），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】本品为棕色至棕褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】取本品适量，研细，取约 0.5g，加水 10ml 使溶解，用乙酸乙酯振荡提取 3 次，每次 10ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取豨莶草（腺梗豨莶）对照药材 1g，加水 50ml，加热煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 10ml，同法制成对照药材溶液。再取奇壬醇对照品，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，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和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 1.6 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 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℃；检测波长为 330nm。理论板数按 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸峰计算应不低于 5000。

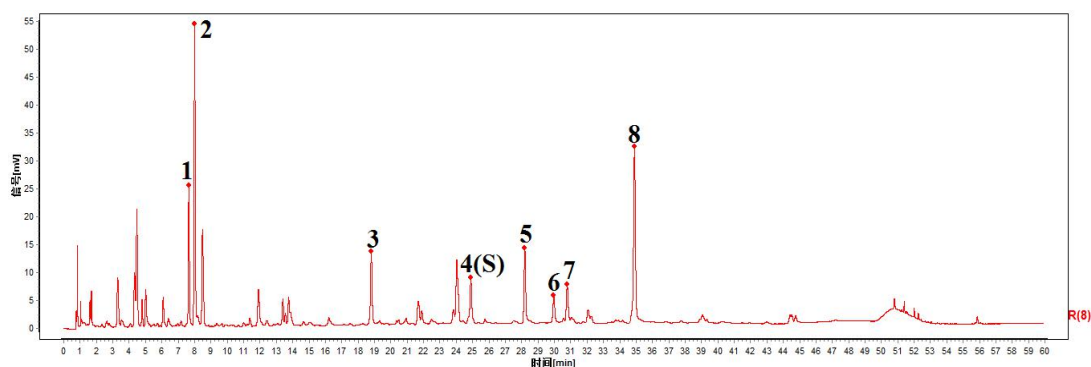
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~7	5→9	95→91
7~12	9→12	91→88
12~22	12→16	88→84
22~42	16→25	84→75
42~48	25→32	75→68
48~50	32→50	68→50
50~52	50→80	50→20
52~59	80→85	20→15

参照物溶液的制备 取豨莶草（腺梗豨莶）对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 1 小时，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、咖啡酸对照品、3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸对照品、4,5-二-*O*-咖啡酰基奎宁酸对照品，分别加 70%甲醇制成每 1ml 各含绿原酸 10μg、咖啡酸 20μg、3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸 10μg、4,5-二-*O*-咖啡酰基奎宁酸 10μg 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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应；其中 4 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与 3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸参照物相应的峰为 S 峰，计算峰 3、峰 6~8 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.76（峰 3）、1.20（峰 6）、1.24（峰 7）、1.40（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1: 绿原酸; 峰 2: 咖啡酸; 峰 4 (S): 3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸;

峰 5: 4,5-二-O-咖啡酰基奎宁酸

色谱柱 CORTECS T3, 2.1mm×100mm, 1.6μm

【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 15.0%。

【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 1.7μm);以乙腈-水(24:76)为流动相;检测波长为 215nm。理论板数按奇壬醇峰计算应不低于 5000。

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 0.15mg 的溶液,摇匀,即得。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 70%甲醇 25ml,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%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 1μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含奇壬醇($C_{20}H_{34}O_4$)应为 3.0mg~15.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.5g。

【贮藏】 密封。

