

# 国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2024005

## 瞿麦（瞿麦）配方颗粒

Qumai (Qumai) Peifangkeli

【来源】 本品为石竹科植物瞿麦 *Dianthus superbus* 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】 取瞿麦（瞿麦）饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11%~19%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.2g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取瞿麦（瞿麦）对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以正丁醇-丙酮-醋酸-水（2：2：1：16）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，热风吹干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【特征图谱】 （1）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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6μm）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%三氟乙酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱，流速为每分钟 0.25ml，柱温为 40℃；检测波长 254nm。理论板数按皂草苷峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	14	86
8~13	14→16	86→84
13~19	16→19	84→81
19~25	19	81
25~33	19→23	81→77

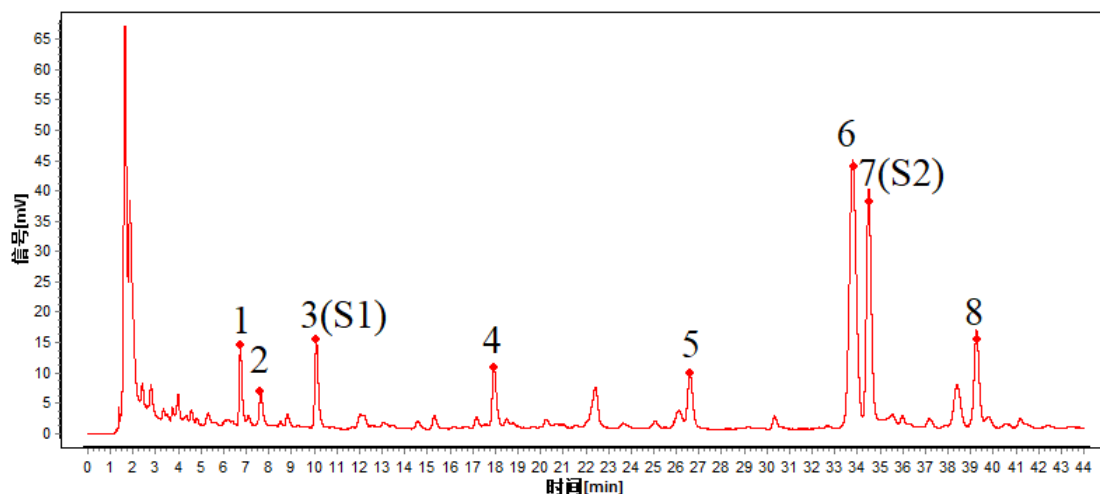
33~40	23→24	77→76
40~44	24	76

**参照物溶液的制备** 取瞿麦（瞿麦）对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 1 小时，放冷，离心，取上清液，用水饱和正丁醇振摇提取 2 次，每次 25ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加 70%甲醇适量使溶解，转移至 5ml 量瓶中，加 70%甲醇至刻度，摇匀，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。再取香草酸对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 25μg 的溶液，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 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，离心，取上清液，用水饱和正丁醇振摇提取 2 次，每次 25ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加 70%甲醇适量使溶解，转移至 5ml 量瓶中，加 70%甲醇至刻度，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 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 个特征峰的保留时间相对应；其中峰 3、峰 7 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与香草酸对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2 和峰 4 与 S1 峰的相对保留时间；与皂草苷对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 5、峰 6 和峰 8 与 S2 峰的相对保留时间。其相对保留时间均应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.67（峰 1）、0.75（峰 2）、1.76（峰 4）、0.79（峰 5）、0.98（峰 6）、1.14（峰 8）。计算峰 2 与 S1 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值范围之内，规定值为：不得大于 1.0（峰 2）。



对照特征图谱

峰 1：对羟基苯甲酸；峰 3(S1)：香草酸；峰 6：王不留行黄酮苷；峰 7 (S2)：皂草苷

色谱柱：CORTECS T3，2.1mm×150mm，1.6μm

(2) 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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.9μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.005mol/L 甲酸铵溶液（用甲酸调节 pH 值至 4.0）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 45℃；用电雾式检测器检测。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于 3000。

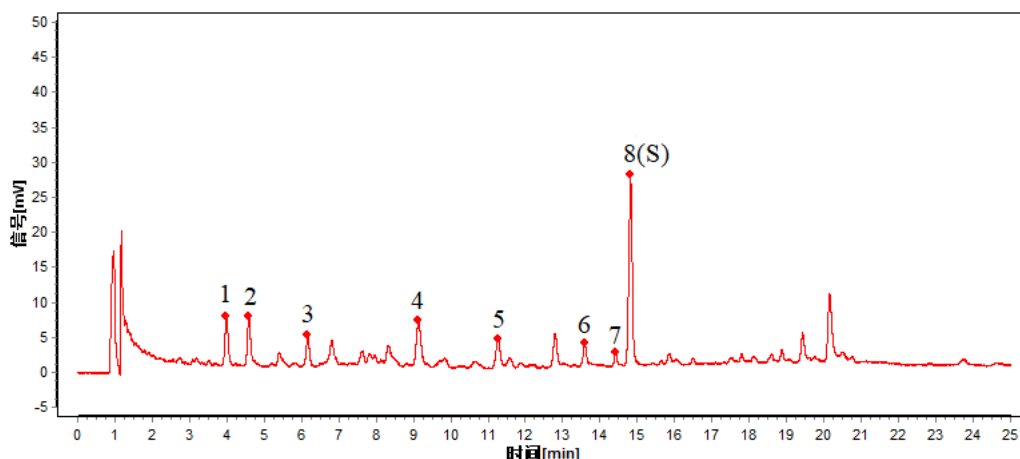
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	27→29	73→71
3~7	29	71
7~15	29→40	71→60
15~25	40	60

**参照物溶液的制备** 取瞿麦（瞿麦）对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 1 小时，放冷，离心，取上清液，用水饱和正丁醇振摇提取 2 次，每次 25ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤 2 次，每次 25ml，弃去氨试液，正丁醇液蒸干，残渣加 70%甲醇适量使溶解，转移至 5ml 量瓶中，加 70%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为内标对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取 1g，置于具塞锥形瓶中，加水 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，离心，自“取上清液”起，同对照药材参照物溶液制备法制成供试品溶液。

**测定法** 精密量取供试品溶液和内标对照品参照物溶液各 1ml，混匀，精密吸取 3μl，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 7 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 8 应与内标对照品参照物峰的保留时间相对应。与黄芪甲苷对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.27（峰 1）、0.31（峰 2）、0.42（峰 3）、0.62（峰 4）、0.76（峰 5）、0.92（峰 6）、0.97（峰 7）。



对照特征图谱

峰 8 (S): 黄芪甲苷

色谱柱: HPH C18, 2.1mm×150mm, 1.9μm

【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 25.0%。

【含量测定】 总黄酮 对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml，分别置 25ml 量瓶中，各加水至 6.0ml，加 5%亚硝酸钠溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟，加 10%硝酸铝溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟，加氢氧化钠试液 10ml，再加水至刻度，摇匀，放置 15 分钟，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 470nm 波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 4ml，置 25ml 量瓶中，加入 5%亚硝酸钠溶液 1ml，摇匀，再加氢氧化钠试液 10ml，加水至刻度，作为空白对照。另精密量取续滤液 4ml，置 25ml 量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加水至 6ml”起依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的浓度，计算，即得。

本品每 1g 含总黄酮以芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）计，应为 8.0mg～19.0mg。

皂草苷 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 1.8μm）；以甲醇-乙腈（7：3）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 40℃；检测波长为 270nm。理论板数按皂草苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	18	82
12~13	18→30	82→70
13~16	30	70

**对照品溶液的制备** 取皂草苷对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 30μg 的溶液，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 含皂草苷（C<sub>27</sub>H<sub>30</sub>O<sub>15</sub>）应为 1.0mg~5.0mg。

- 【注意】 孕妇慎用。
- 【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g
- 【贮藏】 密封。