

## 黄芪（蒙古黄芪）配方颗粒

### Huangqi Peifangkeli

**【来源】** 本品为豆科植物蒙古黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. var. *mongholicus* (Bge.) Hsiao 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】** 取黄芪饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率范围为 22%~40%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为灰黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微甜、微苦。

**【鉴别】** （1）取本品 1g，研细，加水 30ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤 2 次，每次 20ml，弃去氨试液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 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 $\mu$ l，对照品溶液 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13：7：2）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，日光下显相同的棕褐色斑点；在紫外光（365nm）下检视，显相同的橙黄色荧光斑点。

（2）取本品 1g，研细，加乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 0.3%氢氧化钠溶液 15ml 使溶解，滤过，滤液用稀盐酸调节 pH 值至 5~6，用乙酸乙酯 15ml 振摇提取，分取乙酸乙酯液，用铺有适量无水硫酸钠的滤纸滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黄芪对照药材 2g，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 10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（10：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置氨蒸气中熏后，在紫外光（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】** 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；以乙腈为流动相 A，以 0.02%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 1ml；柱温为 30℃；分别用紫外检测器和蒸发光散射检测器检测，紫外检测器检测波长为 230nm。理论板数按毛蕊异黄酮葡萄糖苷峰计算应不低于 3000。

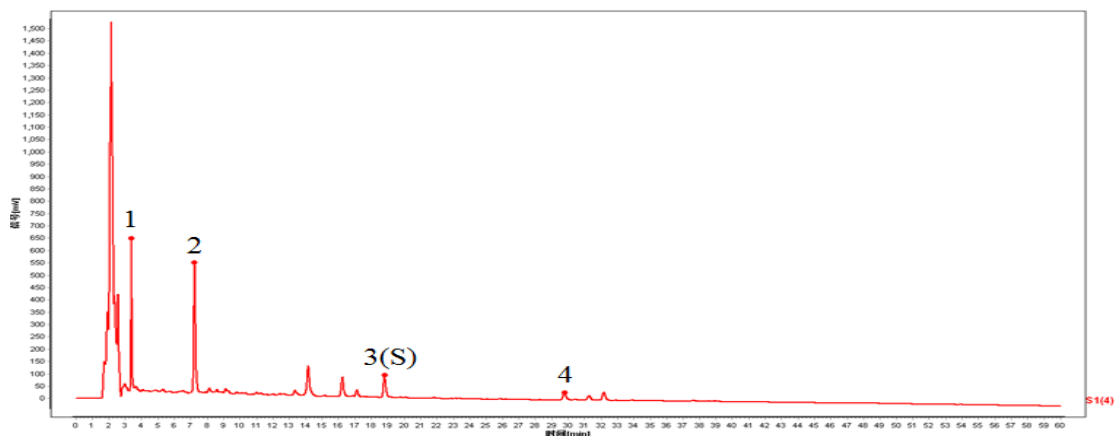
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~30	20→45	80→55
30~60	45→80	55→20

**参照物溶液的制备** 取黄芪对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入 30%甲醇 10ml，密塞，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取毛蕊异黄酮、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪皂苷 II、黄芪皂苷 I 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 50μg 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，取约 1g，同“对照药材参照物溶液”制备方法制成供试品溶液。

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

供试品色谱（紫外检测）中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 3 应分别与毛蕊异黄酮葡萄糖苷、毛蕊异黄酮对照品参照物峰保留时间相对应。与毛蕊异黄酮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±10%范围之内。规定值为：0.18（峰 1）、1.58（峰 4）。

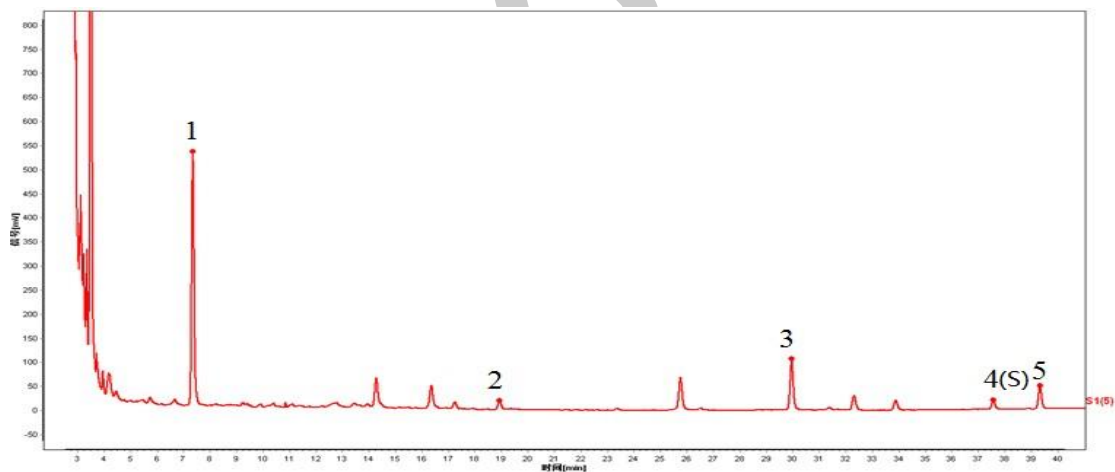


对照特征图谱 (HPLC-DAD)

峰 2: 毛蕊异黄酮葡萄糖苷; 峰 3 (S): 毛蕊异黄酮

色谱柱 Hanbon C18

供试品色谱 (蒸发光散射检测) 中应呈现 5 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 1、峰 2、峰 3、峰 4 应分别与毛蕊异黄酮葡萄糖苷、毛蕊异黄酮、黄芪皂苷 II、黄芪皂苷 I 对照品参照物峰保留时间相对应。与黄芪皂苷 I 参照物峰相应的峰为 S 峰, 计算特征峰 5 与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的  $\pm 10\%$  之内。规定值为: 1.05 (峰 5)。



对照特征图谱 (HPLC-ELSD)

峰 1: 毛蕊异黄酮葡萄糖苷 峰 2: 毛蕊异黄酮 峰 3: 黄芪皂苷 II 峰 4(S): 黄芪皂苷 I

色谱柱 Hanbon C18

**【检查】重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版通则 2321 电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过 5mg/kg；镉不得过 1mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

**有机氯农药残留量** 照农药残留量测定法（中国药典 2020 年版通则 2341 有机氯类农药残留量测定一第一法）测定。含总六六六（ $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC、 $\delta$ -BHC 之和）不得过 0.2mg/kg，总滴滴涕（pp'-DDE、pp'-DDD、op'-DDT、pp'-DDT 之和）不得过 0.2mg/kg，五氯硝基苯不得过 0.1mg/kg。

**其他** 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 18.0%。

**【含量测定】毛蕊异黄酮葡萄糖苷** 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 1.9 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2%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 0.4ml，柱温为 30℃，检测波长为 260nm。理论板数按毛蕊异黄酮葡萄糖苷峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2.5	16	84
2.5~4	16→40	84→60
4~6.5	40	60

**对照品溶液的制备** 取毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 25 $\mu$ g 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，加热回流 1 小时，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 1 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含毛蕊异黄酮葡萄糖苷 ( $C_{22}H_{22}O_{10}$ ) 应为 0.50mg~2.0mg。

**黄芪甲苷** 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; 以乙腈-水 (32 : 68) 为流动相; 蒸发光散射检测器检测。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于 4000。

**对照品溶液的制备** 取黄芪甲苷对照品适量, 精密称定, 加 80% 甲醇制成每 1ml 含 0.6mg 的溶液, 即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量, 研细, 取约 1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入含 4% 浓氨试液的 80% 甲醇溶液 (取浓氨试液 4ml, 加 80% 甲醇至 100ml, 摇匀) 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, 用含 4% 浓氨试液的 80% 甲醇溶液补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 25ml, 蒸干, 残渣用 80% 甲醇溶解, 转移至 5ml 量瓶中, 加 80% 甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液 2 $\mu$ l (或 5 $\mu$ l)、10 $\mu$ l, 供试品溶液 10~20 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 用外标两点法对数方程计算, 即得。

本品每 1g 含黄芪甲苷 ( $C_{41}H_{68}O_{14}$ ) 应为 1.20mg~3.50mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g。

**【贮藏】** 密封。