

# 国家药品监督管理局

## 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021065

### 黄芪（蒙古黄芪）配方颗粒

Huangqi (Mengguhuangqi) 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; 紫外光(365nm) 下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(蒙古黄芪) 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, 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】 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 $^{\circ}$ C; 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。

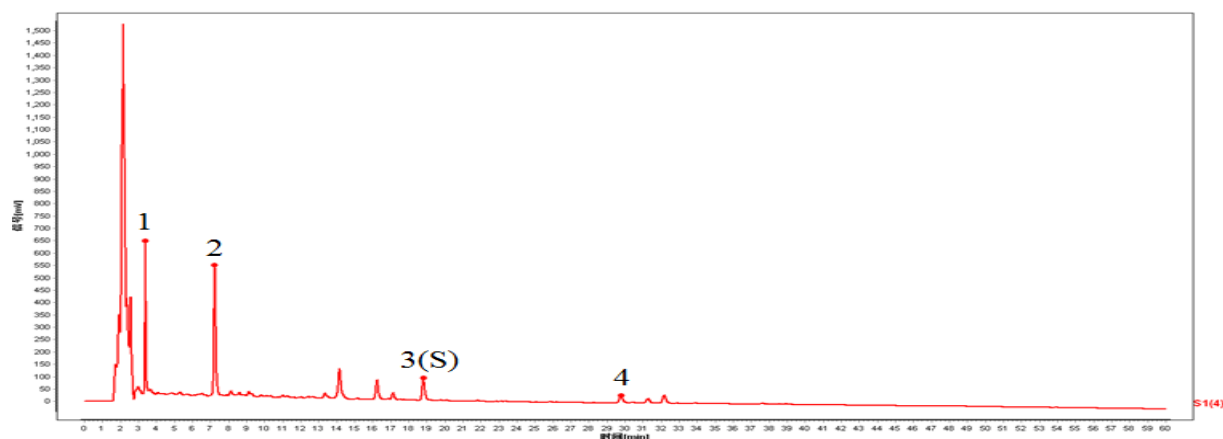
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~30	20→45	80→55
30~60	45→80	55→20

**参照物溶液的制备** 取黄芪（蒙古黄芪）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。另取毛蕊异黄酮对照品、毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品、黄芪皂苷 II 对照品、黄芪皂苷 I 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 50 $\mu$ g 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 10 $\mu$ l，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对照品、毛蕊异黄酮对照品参照物峰保留时间相对应。与毛蕊异黄酮对照品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 $\pm$ 10%范围之内。规定值为：0.18（峰 1）、1.58（峰 4）。

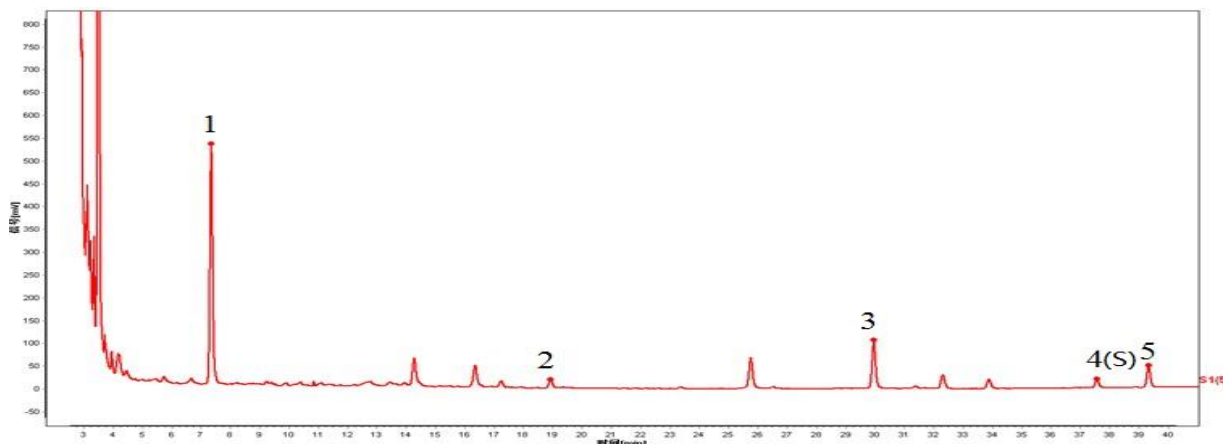


对照特征图谱（HPLC-DAD）

峰 2：毛蕊异黄酮葡萄糖苷；峰 3（S）：毛蕊异黄酮

色谱柱：Lichrospher C18，4.6mm $\times$ 250mm，5 $\mu$ m

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对照品、毛蕊异黄酮对照品、黄芪皂苷 II 对照品、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: Lichrospher C18, 4.6mm×250mm, 5μm

**【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。

**其他有机氯类农药残留量** 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法—第一法)测定。

含五氯硝基苯不得过 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 1.9μm); 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 25μg 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 1μl, 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<sub>22</sub>H<sub>22</sub>O<sub>10</sub>)应为 0.50mg~2.00mg。

**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。