

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021009

半枝莲配方颗粒

Banzhilian Peifangkeli

【来源】 本品为唇形科植物半枝莲 *Scutellaria barbata* D.Don 的干燥全草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】 取半枝莲饮片 4000g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 15%~24%),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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒;气微,味微苦。

【鉴别】 取本品 0.5g,研细,加水 20ml 使溶解,用乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 20ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取半枝莲对照药材 3g,加水 80ml,煮沸 30 分钟,滤过,滤液浓缩至约 20ml,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 4 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-丙酮-甲酸(10:2:2:0.4)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】 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 2.2 μ m);以甲醇为流动相 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 0.4ml;柱温为 30 $^{\circ}$ C;检测波长为 335nm。理论板数按野黄芩苷峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~3	25 \rightarrow 29	75 \rightarrow 71
3~10	29 \rightarrow 34	71 \rightarrow 66
10~16	34	66
16~20	34 \rightarrow 42	66 \rightarrow 58
20~28	42	58
28~35	42 \rightarrow 75	58 \rightarrow 25

参照物溶液的制备 取半枝莲对照药材 0.5g,置具塞锥形瓶中,加 70%乙醇 25ml,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(含量测定)项下的野黄芩苷对照品溶液,作为对照品参照物溶液。

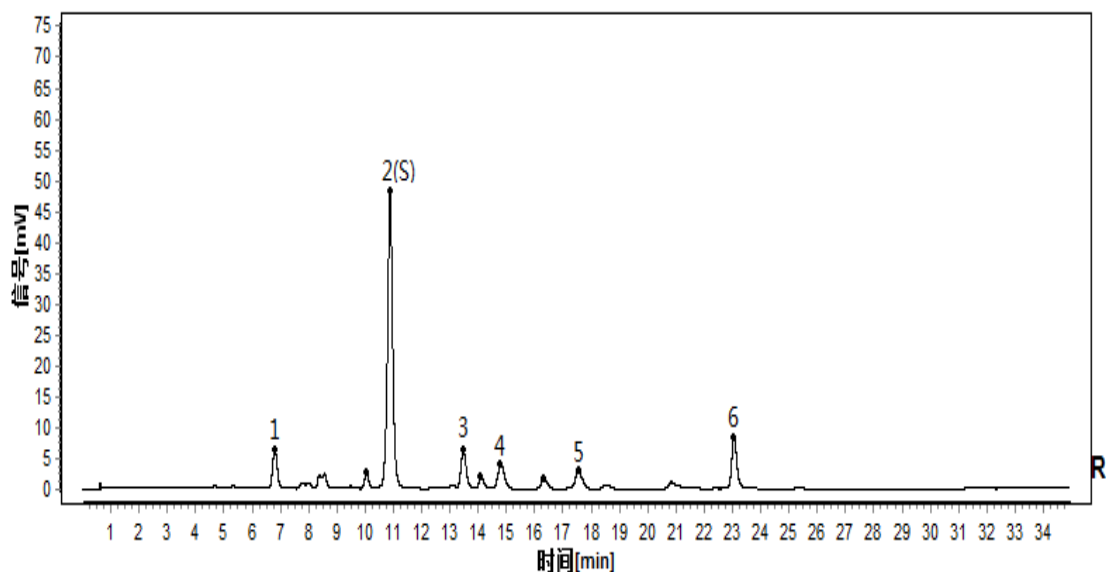
国家药品监督管理局 发布

国家药典委员会 审定

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，置具塞锥形瓶中，加 70%乙醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应。与野黄芩苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 3、峰 4、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%范围之内，规定值为：0.63（峰 1）、1.24（峰 3）、1.36（峰 4）、1.61（峰 5）。



对照特征图谱

峰 2(S)：野黄芩苷；峰 4：芹菜素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷

色谱柱：Acclaim C18，2.1mm \times 100mm，2.2 μ m

【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】 取本品研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，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，不得少于 18.0%。

【含量测定】 总黄酮 对照品溶液的制备 取野黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.5ml、1ml、2ml、3ml、4ml，分别置 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。以甲醇为空白，照紫外-分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 335nm 的波长处分别测定吸光度，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 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 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，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密吸取续滤液 1ml，置 25ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，照标准曲线制备项下方法，自“以甲醇为空白”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中野黄芩苷的浓度（ μ g/ml），计算，即得。

本品含总黄酮以野黄芩苷（C₂₁H₁₈O₁₂）计，每 1g 含总黄酮应为 35.0mg~131.0mg。

野黄芩苷 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；以甲醇-4%醋酸溶液(29：71)为流动相；检测波长为 335nm。理论板数按野黄芩苷峰计算应不低于 1500。

对照品溶液的制备 取野黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 20%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 20%乙醇补足减失的重量，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含野黄芩苷（C₂₁H₁₈O₁₂）应为 5.5mg~36.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。