

胡黄连配方颗粒

Huhuanglian Peifangkeli

【来源】 本品为玄参科植物胡黄连 *Picrorhiza scrophulariiflora* Pennell 的干燥根茎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】 取胡黄连饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 30%~40%），干燥（或干燥，粉碎），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，味极苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取胡黄连对照药材 0.5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 20ml”起，同法制成对照药材溶液。再取香草酸、肉桂酸对照品，分别加甲醇制成每 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 2 μ l，对照药材溶液 4 μ l，对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以正己烷-乙醚-冰醋酸（5: 10: 0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。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%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 0.3 ml，柱温为 30℃；检测波长为 295nm。理论板数按胡黄连苷 I 计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~6 | 6→10 | 94→90 |
| 6~8 | 10→11 | 90→89 |
| 8~13 | 11→14 | 89→86 |
| 13~19 | 14 | 86 |
| 19~26 | 14→18 | 86→82 |
| 26~30 | 18→30 | 82→70 |
| 30~32 | 30→35 | 70→65 |

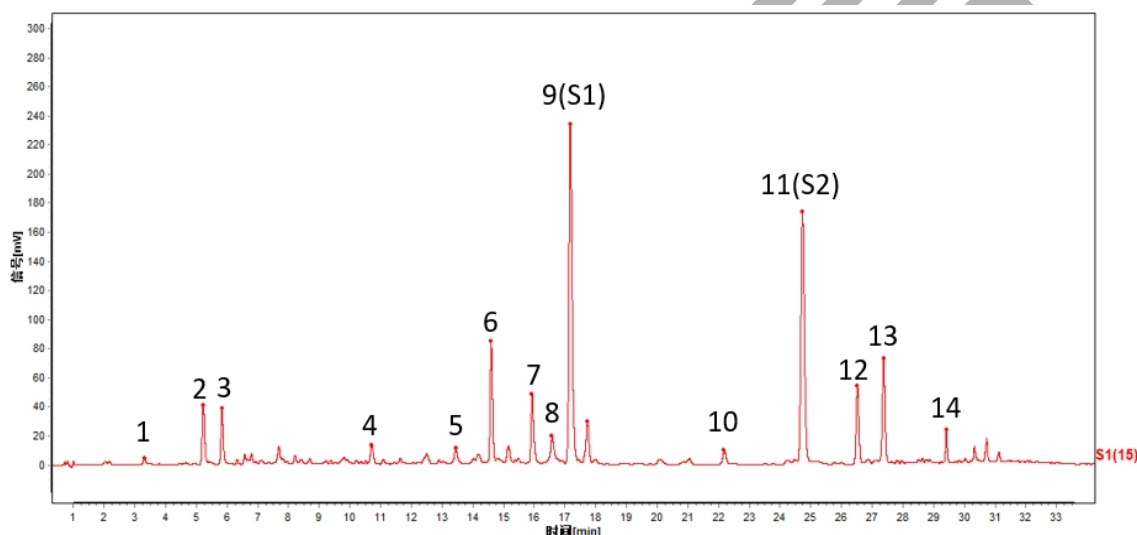
参照物溶液的制备 取胡黄连对照药材 0.25g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟（功率 250W，频率 53kHz），取出，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取胡黄连苷 I、胡黄连苷 II 对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每 1ml 含胡黄连苷 I 0.3mg、胡黄连苷 II 0.7mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 本品适量，研细，取 0.1g，置具塞锥形瓶中，加甲醇 25ml，超声处理 30 分

钟（功率 250W，频率 53kHz），取出，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 14 个特征峰，应与对照药材参照物色谱中的 14 个特征峰保留时间相对应，其中峰 9、峰 11 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应，与胡黄连苷 II 对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1~10 与 S1 峰的相对保留时间，与胡黄连苷 I 对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 12~14 与 S2 峰的相对保留时间。其相对保留时间均应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：0.20（峰 1）、0.31（峰 2）、0.34（峰 3）、0.63（峰 4）、0.78（峰 5）、0.84（峰 6）、0.92（峰 7）、0.97（峰 8）、1.32（峰 10）、1.07（峰 12）、1.10（峰 13）、1.19（峰 14）。分别计算峰 2 与 S2 峰的相对峰面积，峰 6 与峰 7 的相对峰面积，其相对峰面积均应在规定值的范围之内，规定值为：不得小于 0.10（峰 2）、1.0（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1：云杉苷；峰 2：草夹竹桃苷；峰 3：香草酸；峰 4：香草乙酮；峰 6：胡黄连苷 IV；峰 7：胡黄连苷 III；峰 9（S1）：胡黄连苷 II；峰 11（S2）：胡黄连苷 I；峰 12：6-阿魏酰梓醇

色谱柱：CORTECS T3，2.1mm \times 100mm，1.6 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 51.0%。

【含量测定】 胡黄连苷 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（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径 5 μ m）为填充剂；以甲醇-水-磷酸（35:65:0.1）为流动相；检测波长为 275nm。理论板数按胡黄连苷 II 峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取胡黄连苷 I 对照品、胡黄连苷 II 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 40 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.05g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 100ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 53kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含胡黄连苷 I (C₂₄H₂₈O₁₁) 与胡黄连苷 II (C₂₃H₂₈O₁₃) 的总量应为 125mg~255mg。

草夹竹桃苷 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0521）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 1.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，0.5%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.2ml，柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 265nm。理论板数按草夹竹桃苷计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
|--------|---------|---------|
| 0~7 | 7→8 | 93→92 |
| 7~20 | 8→9 | 92→91 |

对照品溶液的制备 取草夹竹桃苷对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 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，精密加入甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 53kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含草夹竹桃苷 (C₁₅H₂₀O₈) 应为 1.8mg~3.3mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【贮藏】 密封。