

小蓟炭配方颗粒

XiaojitanPeifangkeli

【来源】 本品为菊科植物刺儿菜 *Cirsium setosum* (Willd.) MB.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】 取小蓟炭饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14%-22%），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，味苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加甲醇 5ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取小蓟对照药材 0.1g，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，吸取上述二种溶液各 1 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以乙酰丙酮-丁酮-乙醇-水（1:3:3:13）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 250mm，内径为 4.6mm，粒度为 5 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.0ml，柱温为 35 $^{\circ}$ C，检测波长为 270nm。理论板数按蒙花苷峰计算应不低于 1500。

时间/min	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~13	7	93
13~20	7 \rightarrow 15	93 \rightarrow 85
20~35	15 \rightarrow 30	85 \rightarrow 70
35~50	30 \rightarrow 35	70 \rightarrow 65
50~60	35 \rightarrow 60	65 \rightarrow 40
60~70	60 \rightarrow 80	40 \rightarrow 20
70~85	80	20

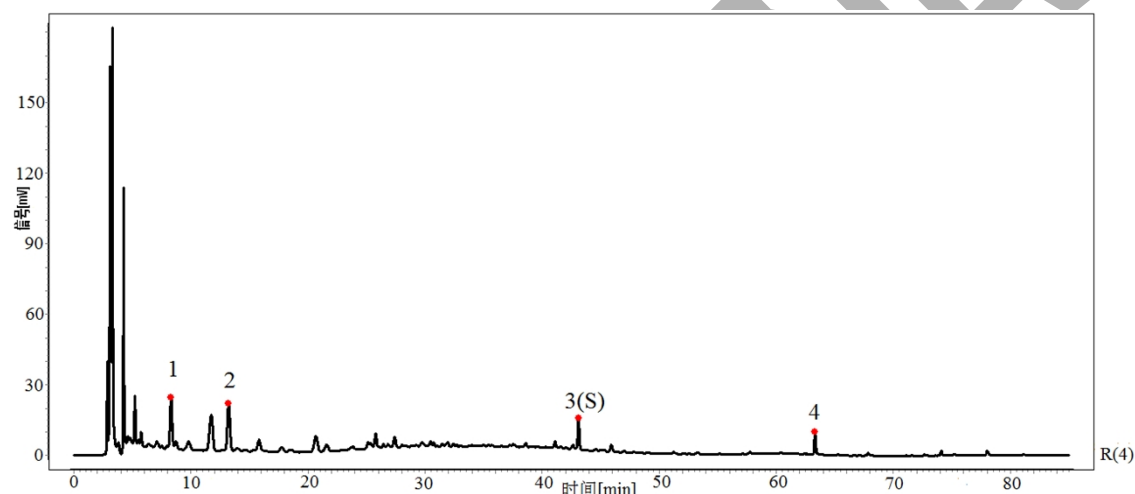
参照物溶液的制备 取小蓟对照药材 2g，置具塞锥形瓶中，加甲醇 25ml，超声处理（功率 600W，频率 25kHz）30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取

蒙花苷和 5-羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 40 μ g 的混合溶液，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，加甲醇 25ml，超声处理（功率 600W，频率 25kHz）30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，除峰 1、峰 2 之外，其余 2 个特征峰应与对照药材参照物色谱中的 2 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 3 应与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应，与蒙花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 \pm 10%范围之内，规定值为：0.31（峰 2）、1.47（峰 4）。



对照特征图谱

峰 1：5-羟甲基糠醛；峰 3（S）：蒙花苷

色谱柱：TC-C18 250 \times 4.6mm，5 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】** 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 15.0%。

【含量测定】 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 250mm，内径为 4.6mm，粒度为 5 μ m）；以甲醇-0.5%冰醋酸（55:45）为流动相；检测波长为 326nm。理论板数按蒙花苷峰计算应不低于 1500。

对照品溶液的制备 取蒙花苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 25kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50%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 含蒙花苷（C₂₈H₃₂O₁₄）应为 0.15mg-0.8mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封。