

# 炙黄芪（蒙古黄芪）配方颗粒

Zhihuangqi (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】** 取炙黄芪（蒙古黄芪）饮片 1600g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 32%~47%），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】** 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味甜。

**【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，分别在日光和紫外光灯（365nm）下检视。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，用氨蒸气熏后，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（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 $\mu$ m）；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；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。

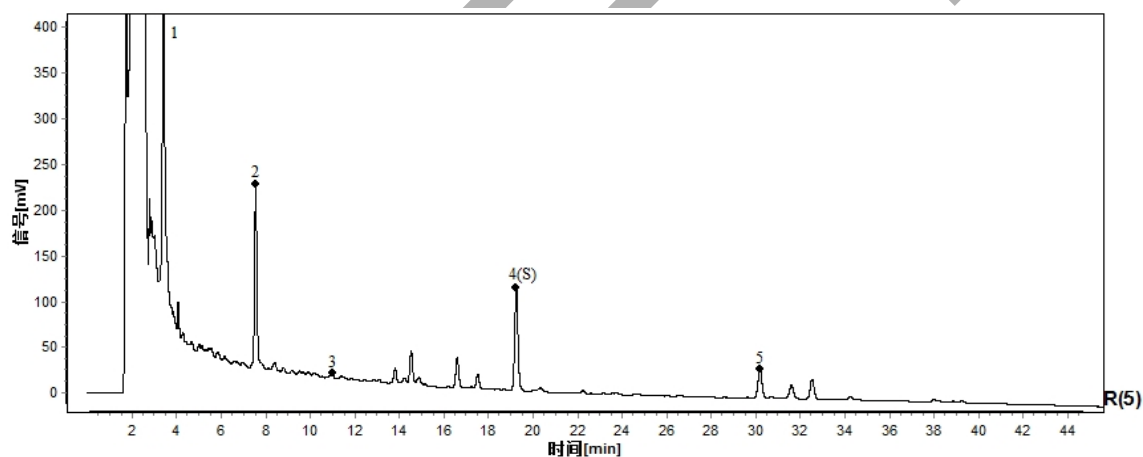
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~30	20→45	80→55
30~60	45→80	55→20

**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 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 1g, 置具塞锥形瓶中, 加 30%甲醇 10ml, 密塞, 加热回流 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 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 5 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰的保留时间相对应, 其中峰 2、峰 4 应与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与毛蕊异黄酮对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算其它各特征峰与 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)、0.56(峰 3)、1.57(峰 5)。

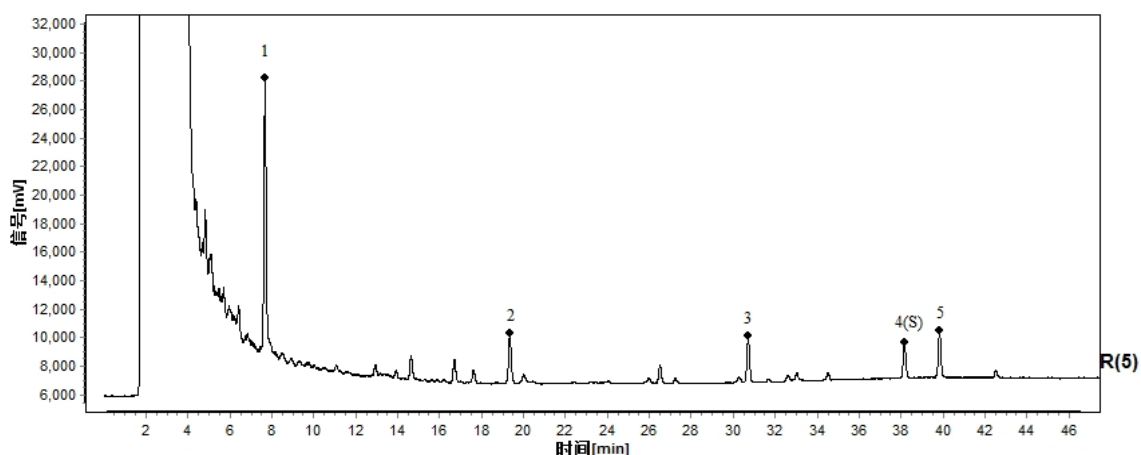


HPLC-UV 对照特征图谱

峰 2: 毛蕊异黄酮葡萄糖苷; 峰 4(S): 毛蕊异黄酮

色谱柱: Hedera ODS-2, 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, 应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰的保留时间相对应, 其中峰 1~4 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与黄芪皂苷 I 对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算峰 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: 1.05(峰 5)。



HPLC-ELSD 对照特征图谱

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: Hedera ODS-2, 4.6mm×250mm,5μm

【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 28.0%。

【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 1.8μm);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 1g,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% 甲醇补足缺失的重量,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 ( $C_{22}H_{22}O_{10}$ ) 应为 0.20mg~0.80mg。

**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 1.5g, 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 0.60mg~1.80mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.6g

**【贮藏】** 密封。