

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

萱草花（黄花菜）配方颗粒

Xuancaohua(Huanghuacai) Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物黄花菜*Hemerocallis citrina* Baroni的干燥花蕾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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《上海市中药饮片炮制规范》2018年版“萱草花”项下规定的方法炮制。

【制法】 取萱草花（黄花菜）饮片1700g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为31%~57%），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】 本品为棕黄色至黄棕色的颗粒；气微香，味微甜，微酸。

【鉴别】 取本品1g，研细，加水50ml，加热回流30分钟，离心，取上清液通过D101型大孔吸附树脂柱（内径为1.5cm，柱高为12cm），用水200ml洗脱，弃去水液，再用70%乙醇100ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取萱草花（黄花菜）对照药材2g，加水60ml，同法制成对照药材溶液。再取芦丁对照品，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5μl、对照药材溶液3μl、对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水（8：1：1：1）溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）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；以乙腈为流动相A，以0.2%乙酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为35℃；检测波长为360nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于5000。

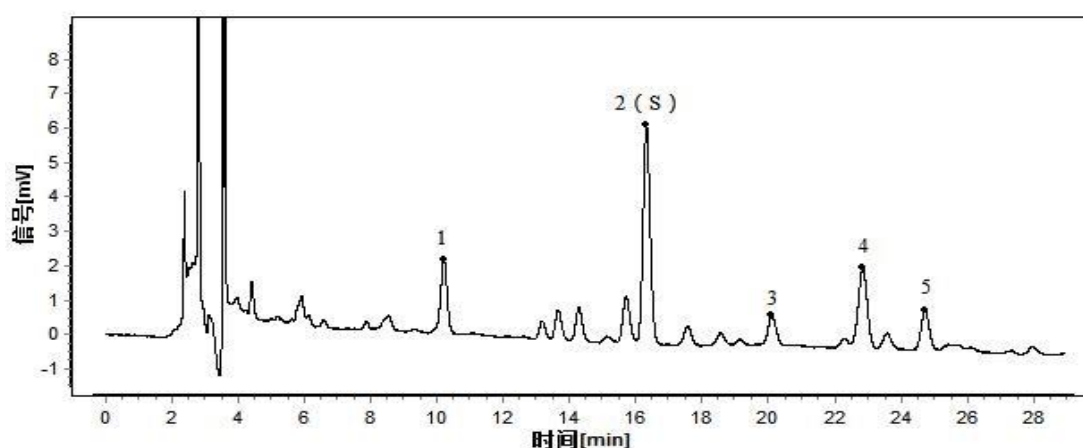
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~15	15→18	85→82
15~25	18→20	82→80
25~30	20→40	80→60

参照物溶液的制备 取萱草花（黄花菜）对照药材1g，加70%甲醇25ml，超声处理（功率300W，频率40kHz）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]项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同[含量测定]项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现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2应与对照品参照物峰保留时间相对应。与芦丁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±10%范围之内，规定值为：0.63（峰1）、1.23（峰3）、1.40（峰4）、1.51（峰5）。



对照特征图谱
峰2（S）：芦丁

参考色谱柱：Xselect HSS T3 C18，4.6mm×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】 取本品适量，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13.0%。

【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100mm，内径为2.1mm，粒径为1.8μm）；以乙腈-0.05%磷酸溶液（15：85）为流动相；流速为每分钟0.25ml；柱温为35℃；检测波长为360nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含10μg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，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，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1 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）应为0.15mg~0.85mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片1.7g。

【贮藏】 密封。