

附件 28：芥子（芥）配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案 公示稿

芥子（芥）配方颗粒

Jiezi(Jie) Peifangkeli

【来源】本品为十字花科植物芥 *Brassica juncea* (L.) Czern. et Coss. 的干燥成熟种子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】取芥子（芥）饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~19%），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】本品为浅黄色至黄棕色的颗粒；气特异，味苦。

【鉴别】取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 20ml，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。另取芥子（芥）对照药材 1g，加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。再取芥子碱硫氰酸盐对照品，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，吸取上述三种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水(3.5：5：1：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱和对照药材色谱相应的位置上，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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以甲醇为流动相 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 0.25ml；柱温为 30℃；检测波长为 278nm。理论板数按芥子碱硫氰酸盐峰计算应不低于 10000。

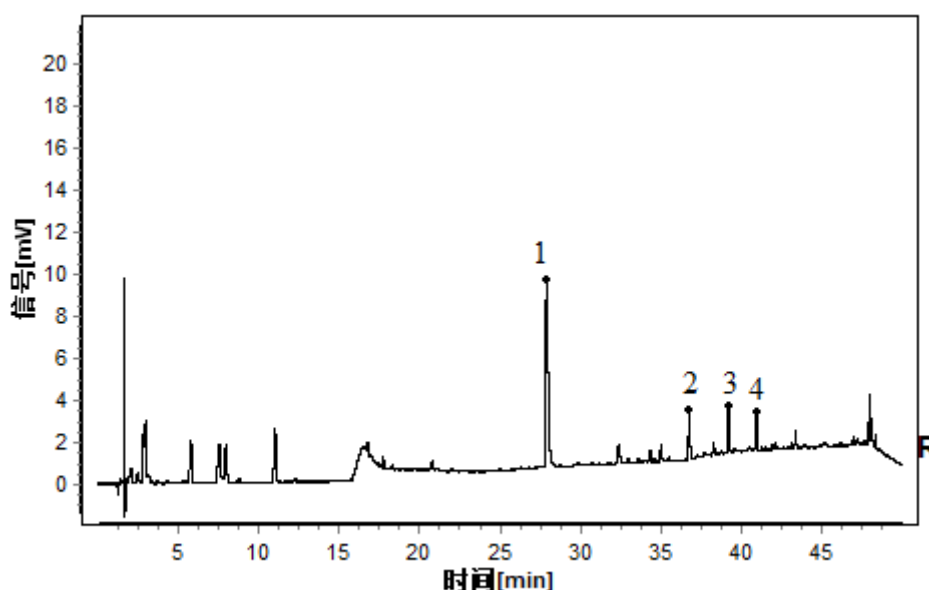
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~13	0→3	100→97
13~14	3→15	97→85
14~23	15	85
23~34	15→24	85→76
34~44	24→45	76→55
44~50	45→85	55→15

参照物溶液的制备 取芥子（芥）对照药材 0.5g，加水 14ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇使溶解，并转移至 50ml 量瓶中，加 50%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取芥子碱硫氰酸盐对照品、芥子酸对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含芥子碱硫氰酸盐 0.1mg、芥子酸 20μg 的混合溶液，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 2μl，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，并与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 4 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与芥子碱硫氰酸盐参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 3 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：1.32（峰 2）、1.42（峰 3）。



对照特征图谱

峰 1：芥子碱硫氰酸盐；峰 4：芥子酸

色谱柱：CORTECS T3 C18, 2.1mm×150mm, 1.6μm

【检查】溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法（中国药典 2020 年版通则 0104）检查，加热水 200ml，搅拌 5 分钟（必要时加热煮沸 5 分钟），立即观察，应全部溶化或轻微浑浊，不得有异物和焦屑。

其他 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 16.0%。

【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；以乙腈-0.08mol/L 磷酸二氢钾溶液（10：90）为流动相；检测波长为 326nm。理论板数按芥子碱硫氰酸盐峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，加流动相制成每 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 50%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含芥子碱以芥子碱硫氰酸盐（ $C_{16}H_{24}NO_5 \cdot SCN$ ）计应为 13.0mg~24.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿