

黄荆子（牡荆）配方颗粒

Huangjingzi (Mujing) Peifangkeli

【来源】 本品为马鞭草科牡荆属植物牡荆 *Vitex negundo* L.var.*Cannabifolia* (Sieb.et Zucc.) Hand.-Mazz.的干燥成熟果实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】 取黄荆子（牡荆）饮片 9000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.0%~11.1%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅褐色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦、涩。

【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 使其溶解，作为供试品溶液。另取黄荆子（牡荆）对照药材 3g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，离心，取上清液蒸干，残渣自“加甲醇 20ml”起，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，吸取供试品溶液 2 μ l、对照药材溶液 8 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以乙酸丁酯-甲醇-水（6：1：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

【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 4.6 mm，粒径为 4 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%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 1.0ml；柱温为 25℃；检测波长为 254nm。理论板数按对羟基苯甲酸峰计算应不低于 5000。

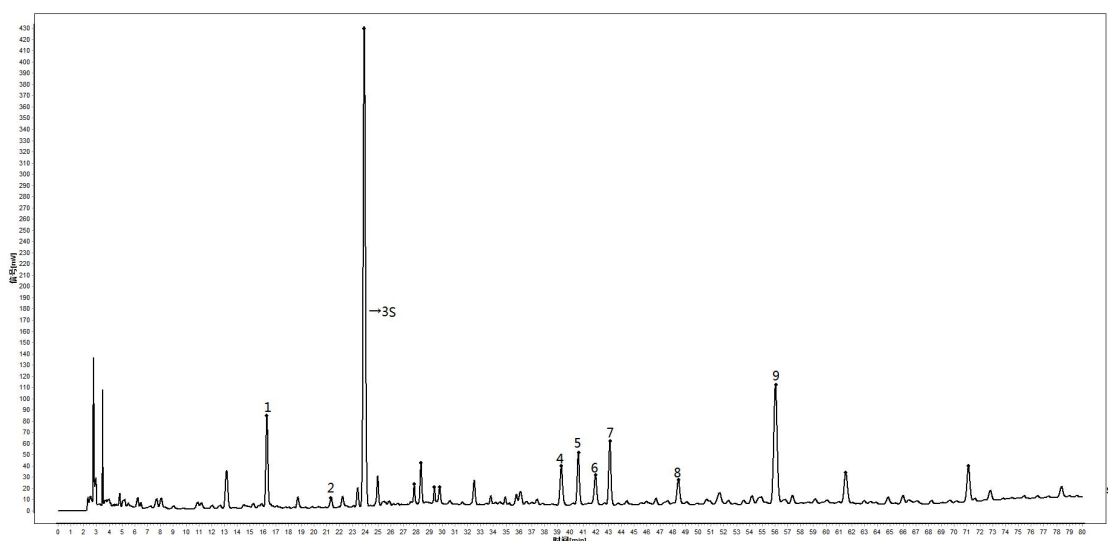
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~6	3	97
6~12.5	3→6	97→94
12.5~15	6	94
15~18	6→7	94→93
18~25	7→12	93→88
25~30	12→13	88→87
30~65	13→20	87→80
65~80	20→27	80→73

参照物溶液的制备 取黄荆子(牡荆)对照药材 1g, 置具塞锥形瓶中, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 50%甲醇 5ml, 超声使其充分溶解, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取原儿茶酸对照品、对羟基苯甲酸对照品适量, 精密称定, 加 50%甲醇制成每 1ml 含原儿茶酸 30 μ g、对羟基苯甲酸 20 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 0.3g, 置具塞锥形瓶中, 加入 50%甲醇 25ml, 密塞, 超声处理 (功率为 600W, 频率为 40kHz) 30 分钟, 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 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰的保留时间相对应, 其中峰 1、峰 3 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应, 与对羟基苯甲酸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: 0.89 (峰 2)、1.64 (峰 4)、1.70 (峰 5)、1.75 (峰 6)、1.80 (峰 7)、2.02 (峰 8)、2.34 (峰 9)。



对照特征图谱

峰 1：原儿茶酸；峰 2：新绿原酸；峰 3 (S)：对羟基苯甲酸；峰 5：异荭草苷；
峰 6：荭草苷；峰 9：6-羟基-4-(4-羟基-3-甲氧基苯基)-3-羟基甲基-7-甲氧基-3,4-二氢-2-萘甲醛

色谱柱：Poroshell 120 EC-C18，4.6mm×250mm，4μm

【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 19.0%。

【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，粒径为 5μm)；以乙腈为流动相 A，以 0.1%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 0.8ml；柱温为 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按对羟基苯甲酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	5→8	95→92
15~35	8	92

对照品溶液的制备 取原儿茶酸对照品、对羟基苯甲酸对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含原儿茶酸含 5 μ g、对羟基苯甲酸 30 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 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）15 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，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 含原儿茶酸($C_7H_6O_4$)和对羟基苯甲酸($C_7H_6O_3$)的总量应为 3.0mg~17.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 9g

【贮藏】 密封。