

河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HBYBZ-PFKLS-2022049

六神曲配方颗粒

Liushenqu Peifangkeli

【来源】 本品为辣蓼、青蒿、苍耳草、苦杏仁、赤小豆等与面粉混合，经发酵而成的加工品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】 取六神曲饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11%~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】 本品为灰白色至淡黄色颗粒；微有香气、味微苦酸。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加水 10ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取青蒿对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，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 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯（8：2）为展开剂，展开，取出，晾干，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 以十八烷基键合硅胶为填充剂（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以乙腈为流动相 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 0.4ml；柱温为 30℃；检测波长为 322nm；理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 10000。

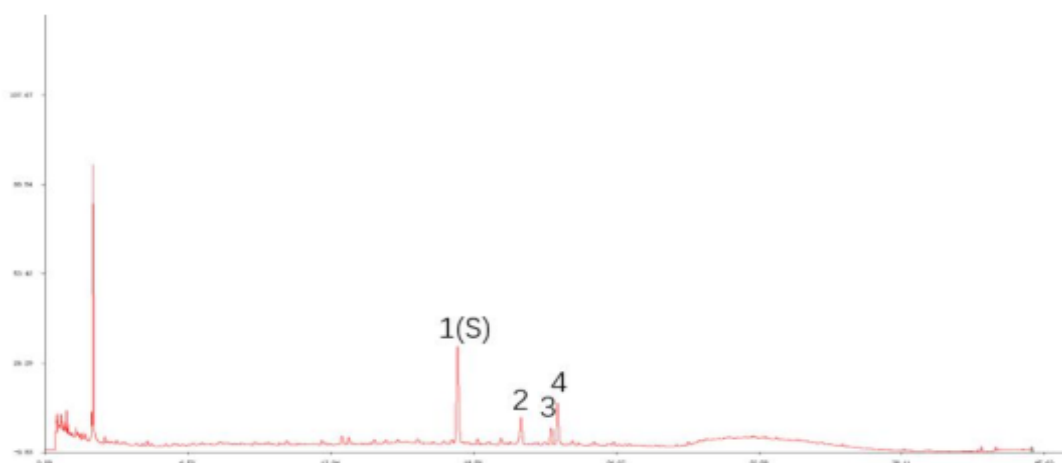
| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|---------|----------|----------|
| 0~1 | 0 | 100 |
| 1~28 | 0→15 | 100→85 |
| 28~39 | 15→40 | 85→60 |
| 39~41 | 40→90 | 60→10 |
| 41~42 | 90 | 10 |
| 42~42.1 | 90→0 | 10→100 |
| 42.1~45 | 0 | 100 |

参照物溶液的制备 取六神曲对照药材约 5g, 置锥形瓶中, 加水 40ml, 煎煮 50 分钟, 过滤, 滤液蒸干, 残渣加水 20ml 溶于锥形瓶中, 密塞, 超声处理(功率 700W, 频率 40kHz) 20 分钟, 放冷, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取阿魏酸对照品, 加 70% 甲醇制成每 1ml 含 0.02mg 的溶液, 摇匀, 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, 取约 2.0g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加水 25ml, 称定重量, 超声处理(功率 700W, 频率 40kHz) 20 分钟, 取出, 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 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 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, 并应与对照药材参照物色谱峰中的 4 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 1 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与阿魏酸对照品参照物相应的峰为 S 峰, 计算峰 2~4 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: 1.15 (峰 2)、1.22 (峰 3)、1.23 (峰 4)。



对照特征图谱

峰 1 (S): 阿魏酸

色谱柱: CORTECS® UPLC® C18, 100mm \times 2.1mm, 1.6 μ m

【检查】 应符合颗粒剂项下有关各项规定(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 12.0%。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封。