

【一】品种说明

【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】取黄芪饮片 2500 g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成膏膏(干浸膏出膏率范围为 22%~40%), 加辅料适量, 干燥(或干燥, 粉碎), 再加辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000 g, 即得。

【性状】本品为灰黄色至棕黄色的颗粒; 气微, 味微甜、微苦。

【二】特征图谱

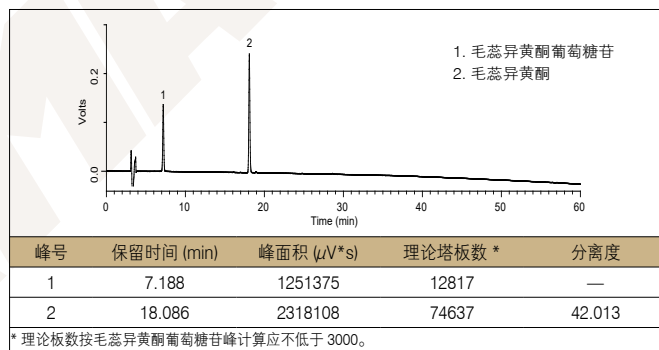
1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取黄芪(蒙古黄芪)对照药材 1 g, 置具塞锥形瓶中, 加入 30% 甲醇 10 mL, 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 1 mL 各含 50 μg 的溶液, 作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量, 研细, 取约 1 g, 同“对照药材参照物溶液”制备方法制成供试品溶液。

2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99403)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.02% 甲酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~30	20 → 45	80 → 55
	30~60	45 → 80	55 → 20
流速	1.0 mL/min		
进样量	10 μL		
柱温	30 °C		
检测器	紫外检测器, 检测波长 230 nm; 蒸发光散射检测器 (漂移管温度 50 °C, 气压 4.0 bar, gain 6)		
仪器	LC-20A; 蒸发光散射检测器 SEDEX 85		

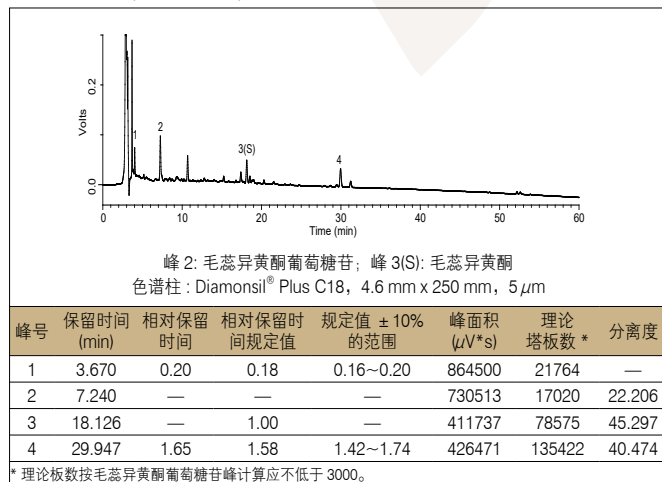
对照品图谱



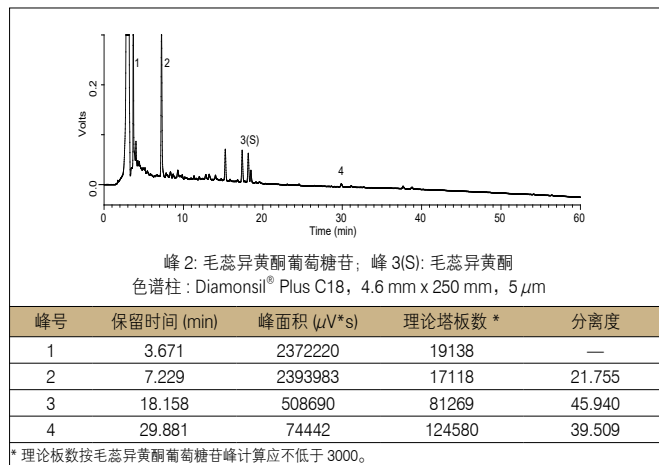
3、实验图谱

3.1 紫外检测

对照药材图谱 (HPLC-DAD)

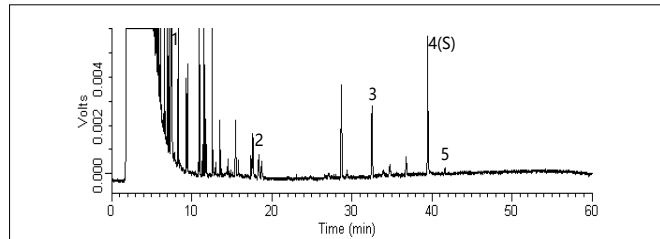


供试品图谱



3.2 蒸发光散射检测

对照药材图谱 (HPLC-ELSD)

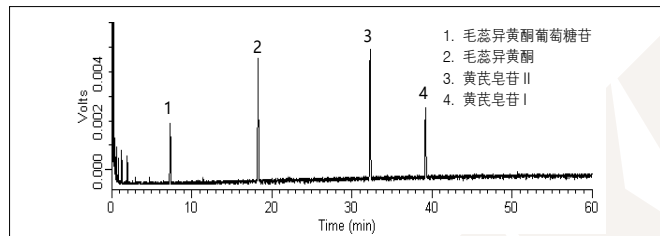


峰 1: 毛蕊异黄酮葡萄糖苷; 峰 2: 毛蕊异黄酮; 峰 3: 黄芪皂苷 II; 峰 4(S): 黄芪皂苷 I
色谱柱: Diamonsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	7.439	162453	25749	—
2	18.369	9974	75106	48.198
3	32.514	19500	413232	60.140
4	39.444	25417	966742	38.205
5	41.635	2166	574356	11.526

* 理论板数按毛蕊异黄酮葡萄糖苷峰计算应不低于 3000。

对照品图谱

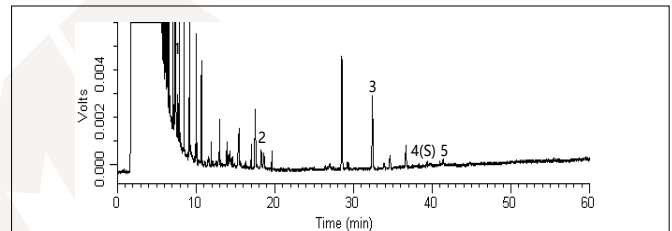


1. 毛蕊异黄酮葡萄糖苷
2. 毛蕊异黄酮
3. 黄芪皂苷 II
4. 黄芪皂苷 I

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	7.327	16723	24475	—
2	18.282	31987	145062	57.759
3	32.279	34858	453653	72.961
4	39.209	19559	626686	35.554

* 理论板数按毛蕊异黄酮葡萄糖苷峰计算应不低于 3000。

供试品图谱



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: Diamonsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm

峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值	规定值 ± 10% 的范围	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	7.348	—	—	—	86773	24392	—
2	18.277	—	—	—	5635	110459	53.554
3	32.403	—	—	—	22041	384846	65.875
4	39.368	—	1.00	—	1339	550104	33.067
5	41.418	1.05	1.05	0.94~1.16	1549	821992	10.378

* 理论板数按毛蕊异黄酮葡萄糖苷峰计算应不低于 3000。

4、实验结果

使用色谱柱 Diamonsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99403) 检测黄芪 (蒙古黄芪) 配方颗粒, 供试品色谱 (紫外检测) 中呈现 4 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 2、峰 3 分别与毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品、毛蕊异黄酮对照品参照物峰保留时间相对应; 计算峰 1、峰 4 与 S 峰 (毛蕊异黄酮峰) 的相对保留时间分别为 0.20 (峰 1)、1.65 (峰 4), 均在 规定值 ± 10% 范围内, 符合方法要求。

供试品色谱 (蒸发光散射检测) 中呈现 5 个特征峰, 并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 1、峰 2、峰 3、峰 4 分别与毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品、毛蕊异黄酮对照品、黄芪皂苷 II 对照品、黄芪皂苷 I 对照品参照物峰保留时间相对应; 计算特征峰 5 与 S 峰 (黄芪皂苷 I 峰) 的相对保留时间为 1.05, 在 规定值的 ± 10% 范围内, 符合方法要求。

【三】含量测定 毛蕊异黄酮葡萄糖苷

1、样品制备

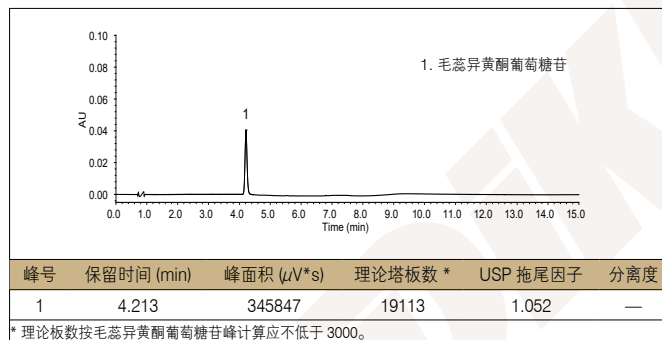
制备方法	对照品溶液	取毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 25 μg 的溶液，即得。
	供试品溶液	取本品适量，研细，取约 0.5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25 mL，密塞，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

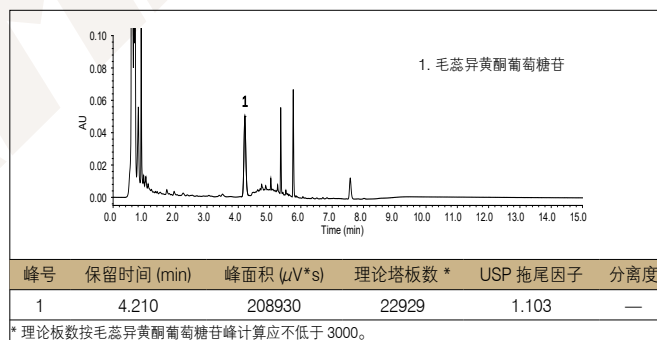
色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.2% 甲酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2.5	16	84
	2.5~4	16 → 40	84 → 60
	4~6.5	40	60
流速	0.4 mL/min		
进样量	1 μL		
柱温	30 $^{\circ}\text{C}$		
检测波长	260 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

3、实验图谱

对照品图谱



供试品图谱



4、实验结果

经测定本品每 1 g 含毛蕊异黄酮葡萄糖苷 ($\text{C}_{22}\text{H}_{22}\text{O}_{10}$) 的含量为 0.76 mg，在方法规定的范围内 (0.50 mg~2.00 mg)。

【三】含量测定

黄芪甲苷

1、样品制备

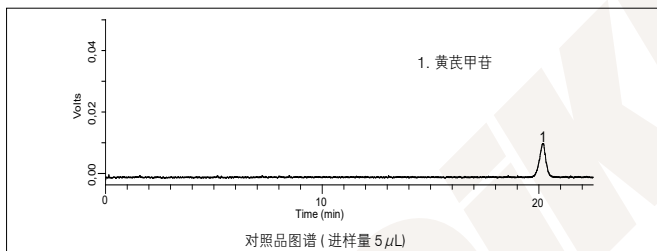
制备方法	对照品溶液 取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，加 80% 甲醇制成每 1 mL 含 0.6 mg 的溶液，即得。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入含 4% 浓氨试液的 80% 甲醇溶液（取浓氨试液 4 mL，加 80% 甲醇至 100 mL，摇匀 150 mL，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用含 4% 浓氨试液的 80% 甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25 mL，蒸干，残渣用 80% 甲醇溶解，转移至 5 mL 量瓶中，加 80% 甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99403)
流动相	乙腈 : 水 = 32 : 68
流速	1.0 mL/min
进样量	对照品溶液 5 μL、10 μL; 供试品溶液 10 μL
柱温	25 °C
检测条件	蒸发光散射检测器
仪器	LC-20A

3、实验图谱

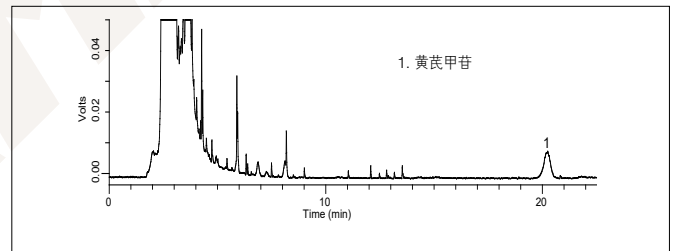
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	20.171	196240	26167	0.937

* 理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于 4000。

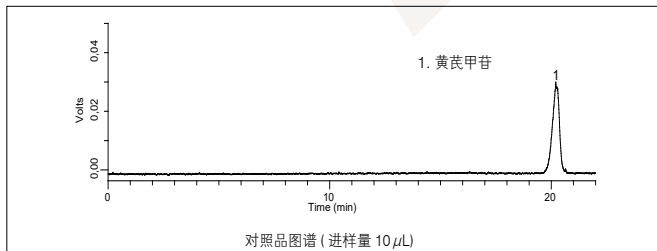
供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	20.240	198294	23375	0.912

* 理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于 4000。

对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	20.197	639458	19825	0.928

* 理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于 4000。

4、实验结果

经测定本品每 1g 含黄芪甲苷 (C₄₁H₆₆O₁₄) 的含量为 3.02 mg，在方法规定的范围内 (1.20 mg~3.50 mg)。