

【一】品种说明

【来源】本品为菊科植物苍耳 *Xanthium sibiricum* Patr. 的干燥成熟带总苞的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】取炒苍耳子饮片 10000 g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6%~10%），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 1000 g，即得。

【性状】本品为灰黄色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【二】特征图谱

1、样品制备

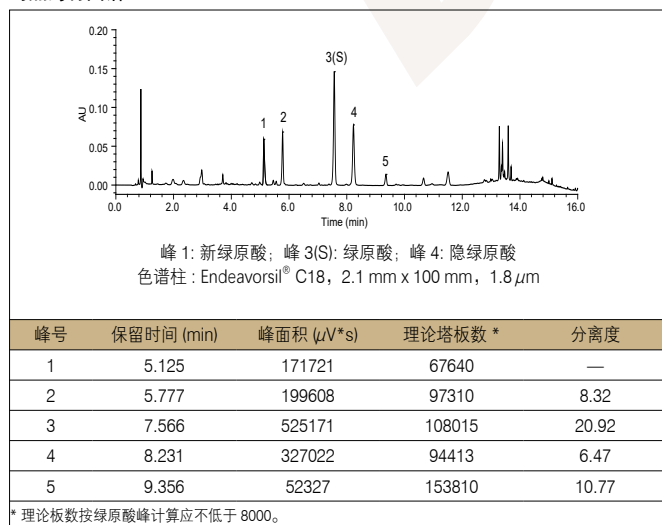
制备方法	参照物溶液 取苍耳子对照药材 1.25 g，加水 50 mL，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 50% 甲醇 25 mL，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.1 g，置具塞锥形瓶中，加 50% 甲醇 25 mL，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，离心，取上清液滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

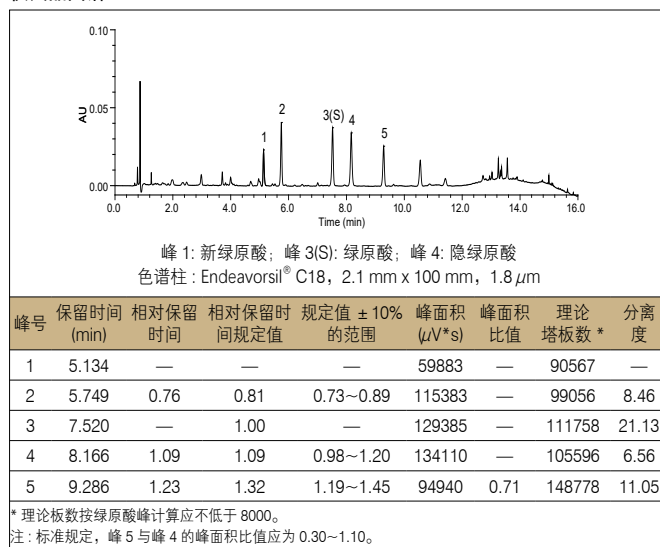
色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.2% 甲酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2	2 → 7	98 → 93
	2~10	7 → 15	93 → 85
	10~13	15 → 40	85 → 60
	13~14	40 → 100	60 → 0
	14~16	100	0
流速	0.3 mL/min		
进样量	1 μL		
柱温	40 °C		
检测波长	254 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

3、实验图谱

对照药材图谱



供试品图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003) 检测炒苍耳子配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 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; 计算峰 2、峰 4、峰 5 与 S 峰 (绿原酸峰) 的相对保留时间分别为 0.76 (峰 2)、1.09 (峰 4)、1.23 (峰 5), 在规定值的 ±10% 范围之内; 计算峰 5 与峰 4 的峰面积比值为 0.71, 符合方法要求。

【三】检查

羧基苍术苷

1、样品制备

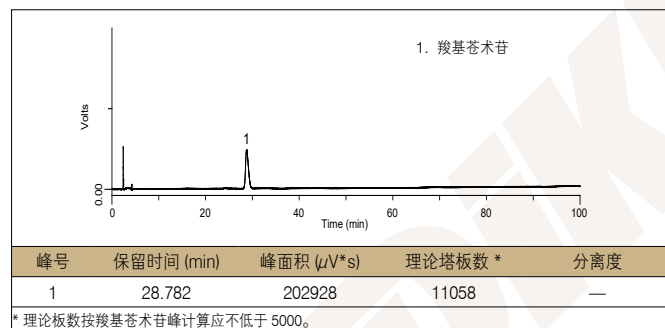
制备方法	对照品溶液 取羧基苍术苷三钾盐对照品适量，精密称定，加水制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液，即得 (羧基苍术苷重量 = 羧基苍术苷三钾盐重量 / 1.1482)。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加水 20 mL，称定重量，超声处理 40 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，离心，取上清液，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

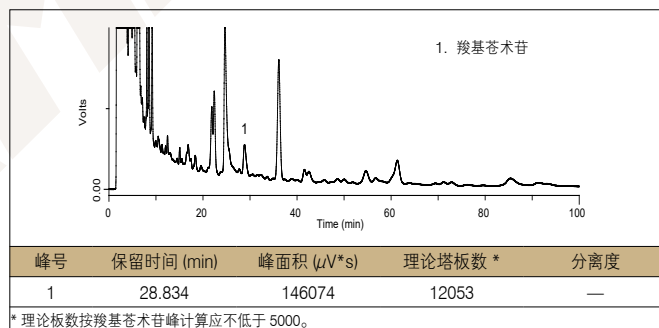
色谱柱	Inspire® phenyl, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 81806)
流动相	乙腈 : 0.01 mol/L 磷酸二氢钠溶液 (用 4% 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5.4) = 10 : 90
流速	1.0 mL/min
进样量	5 μL
柱温	25 °C
检测波长	203 nm
仪器	岛津 LC-2040C

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 含羧基苍术苷 (C₃₁H₄₆O₁₈S₂) 为 2.9 mg，在方法规定的范围内 (不得过 3.5 mg)。

【四】含量测定

1、样品制备

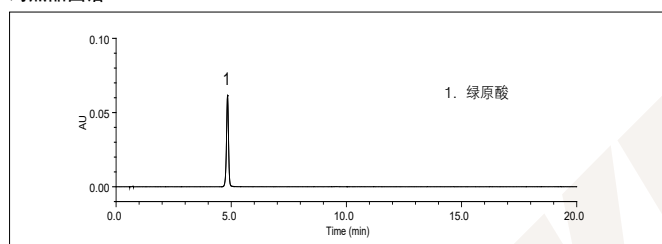
制备方法 **参照物溶液** 取绿原酸对照品适量，精密称定，置棕色瓶中，加 50% 甲醇制成每 1 mL 含 50 μg 的溶液，即得 (10 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存)。
供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.1 g，精密称定，置具塞锥形中，精密加入 5% 甲酸的 50% 甲醇溶液 25 mL，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用 5% 甲酸的 50% 甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液 (置棕色瓶中)，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil [®] C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003)
流动相	乙腈: 0.4% 磷酸溶液 = 8:92
流速	0.4 mL/min
进样量	1 μL
柱温	30 $^{\circ}\text{C}$
检测波长	327 nm
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC

3、实验图谱

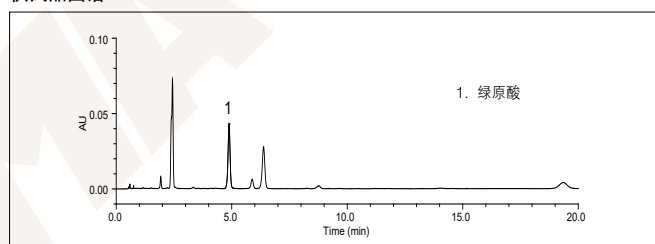
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$)	理论塔板数 *	分离度
1	4.839	377780	15094	—

* 理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$)	理论塔板数 *	分离度
1	4.885	269810	14588	—

* 理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

4、实验结果

经测定本品每 1 g 含绿原酸 ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_9$) 为 8.9 mg，在方法规定的范围内 (8.0 mg~25.0 mg)。