北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2021065

小茴香配方颗粒

Xiaohuixiang Peifangkeli

【来源】 本品为伞形科植物茴香 *Foeniculum vulgare* Mill.的干燥成熟果实经炮制并按标准汤剂主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取小茴香饮片 4500g，加水煎煮，同时提取挥发油适量（以β-环糊精适量包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11.1%~18.8%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，加入挥发油β-环糊精包合物，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至棕色的颗粒；气香，味甘、辛。

【鉴别】 取本品 4g，研细，加热水 40ml 使溶解，冷却，离心，取上清液，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加二氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取小茴香对照药材 2g，加乙醚 20ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加二氯甲烷 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取茴香醛对照品，加乙醇制成每 1ml 含 0.5μl 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，吸取供试品溶液 8μl、对照药材溶液 5μl、对照品溶液 1μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（17∶2.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以二硝基苯肼试液。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同的橙红色斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

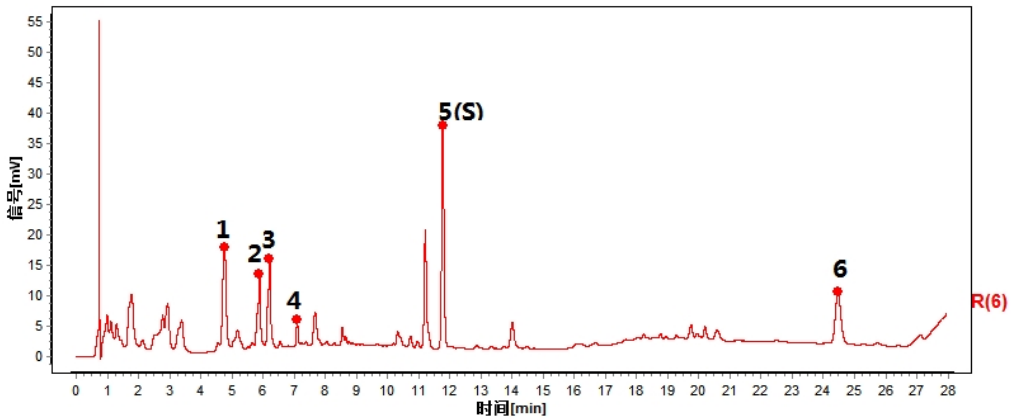
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取小茴香对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 50ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）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〔含量测定〕项下的对照品溶液，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 1~2μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应，其中峰 5、峰 6 应分别与紫丁香苷、槲皮素-3-*O*-葡萄糖醛酸苷对照品参照物峰保留时间相对应。与紫丁香苷参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，峰 1 的相对保留时间应在规定值的±15%范围之内，规定值为：0.41（峰 1）；峰 2、峰 3、峰 4 的相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.50（峰 2）、0.53（峰 3）、0.60（峰 4）。



对照特征图谱

峰 5（S）：紫丁香苷　峰 6：槲皮素-3-*O*-葡萄糖醛酸苷

色谱柱：Eclipse Plus C18，2.1mm×100mm，1.8μm

【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 12.0%。

【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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；以甲醇为流动相 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 0.35ml；柱温为 40℃；检测波长为 254nm。理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	2	98
2~7	2→15	98→85

7~15	15→19	85→81
15~16	19→26	81→74
16~25	26	74
25~26	26→38	74→62
26~27	38	62
27~28	38→2	62→98

对照品溶液的制备 取紫丁香苷对照品、槲皮素-3-*O*-葡萄糖醛酸苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含紫丁香苷 20μg、槲皮素-3-*O*-葡萄糖醛酸苷 10μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，密塞，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 1μl、供试品溶液 1~2μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含紫丁香苷（$C_{17}H_{24}O_9$）应为 1.0mg~6.2mg，含槲皮素-3-*O*-葡萄糖醛酸苷（$C_{21}H_{18}O_{13}$）应为 0.7mg~5.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封。