北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2021039

炒芥子（芥）配方颗粒

Chaojiezi (Jie) Peifangkeli

【来源】 本品为十字花科植物芥 *Brassica juncea* (L.) Czern. et Coss.的干燥成熟种子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】 取炒芥子（芥）饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~18%），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 1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至棕黄色的颗粒；气特异，味苦。

【鉴别】 取本品 0.2g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芥子（黄芥子）对照药材 1g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取芥子碱硫氰酸盐对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 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，吸取供试品溶液与对照药材溶液各 5μl、对照品溶液 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（3.5∶5∶1∶0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，在日光下检视。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，显相同颜色的斑点。

【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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6μm）；以甲醇为流动相 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 0.25ml；柱温为 30℃；检测波长为 278nm。理论板数按芥子碱硫氰酸盐峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 **B（%）**
0~13	0→3	100→97
13~14	3→15	97→85
14~23	15	85
23~34	15→24	85→76
34~44	24→45	76→55

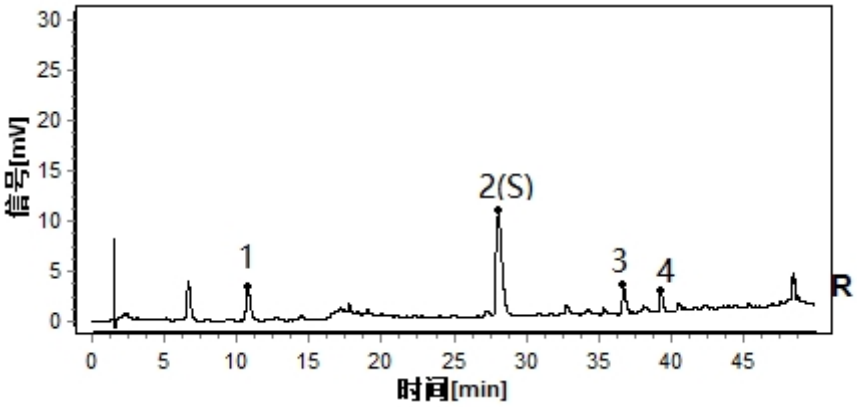
44~50	45→85	55→15

参照物溶液的制备 取芥子（黄芥子）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 14ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇溶解，转移至 50ml 量瓶中，加 50%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 100μg 的溶液，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 2μl，注入超高效液相色谱仪，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中的 4 个特征峰保留时间相对应。与芥子碱硫氰酸盐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，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为 0.41（峰 1）、1.32（峰 3）、1.42（峰 4）。



对照特征图谱

峰 2(S)：芥子碱硫氰酸盐

色谱柱：CORTECS T3；2.1mm×150mm，1.6μm

【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 16.0%。

【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；以乙腈-0.08mol/L 磷酸二氢钾溶液（10∶90）为流动相；检测波长为 326nm。理论板数按芥子碱硫氰酸盐峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，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 50%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）30 分钟，取出，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与供试品溶液各 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含芥子碱以芥子碱硫氰酸盐（$C_{16}H_{24}NO_5$•SCN）计，应为 12.0mg~23.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.0g

【贮藏】 密封。