

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

广东王不留行配方颗粒

Guangdongwangbuliuxing Peifangkeli

【来源】 本品为桑科植物薜荔*Ficus pumila* L.的干燥隐头花序托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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《海南省中药材标准》（第一册）“广东王不留行”项下规定的方法炮制。

【制法】 取广东王不留行饮片4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为12.5%~21.0%），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】 本品为浅棕色至红棕色的颗粒；气微，味淡、微涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取2g，加水80ml，加热回流30分钟，趁热离心（转速为每分钟4000转）5分钟，取上清液，通过D101型大孔吸附树脂柱（内径为1.5cm，柱高为12cm），用水160ml洗脱，弃去水液，再用20%乙醇120ml洗脱，弃去洗脱液，继用40%乙醇160ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取广东王不留行对照药材3g，加水80ml，同法制成对照药材溶液。再取芦丁对照品，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，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水（8：1：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）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%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0.3ml；柱温为30℃；检测波长为300nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于3000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	4→6	96→94
5~10	6	94
10~14	6→11	94→89
14~16	11→18	89→82
16~22	18	82

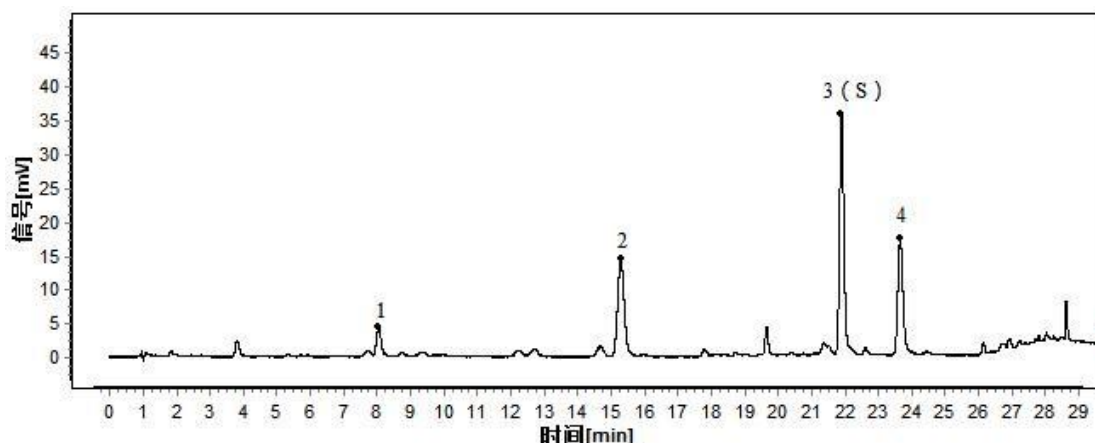
22~26	18→75	82→25
26~30	75→95	25→5

参照物溶液的制备 取广东王不留行对照药材0.5g，加70%甲醇25ml，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。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品适量，加甲醇制成每1ml含新绿原酸0.1mg、绿原酸15 μ g、隐绿原酸0.1mg的混合溶液，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0.2g，加70%甲醇25ml，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，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1 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中的4个特征峰保留时间相对应，其中峰2~峰4应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1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0.35（峰1）。



对照特征图谱

峰2：新绿原酸；峰3（S）：绿原酸；峰4：隐绿原酸
参考色谱柱：HSS T3 C18，2.1mm \times 100mm，1.8 μ m

【检查】 溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法（中国药典2020年版通则0104）检查，加热水200ml，搅拌5分钟（必要时加热煮沸5分钟），立即观察，应全部溶化或轻微浑浊，不得有焦屑或异物。

其他 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】 取本品适量，研细，取约2g，精密称定，精密加入乙醇100ml，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，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250mm，内径为4.6mm，粒径为5 μ m）；以甲醇为流动相A，以1%醋酸溶液为流动相B，按下表中的

规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.8ml；柱温为25℃；检测波长为340nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于3000。

时间（分钟）	流动相A(%)	流动相B(%)
0~16	32	68
16~18	32→40	68→60
18~20	40→45	60→55
20~35	45	55

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、芦丁对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含绿原酸50μg、芦丁10μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）40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与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）应为2.5mg~10.5mg；含芦丁（C₂₇H₃₀O₁₆）应为0.3mg~2.2mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片4.0g。

【贮藏】 密封。