

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

土大黄（巴天酸模）配方颗粒

Tudahuang(Batiansuanmo) Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物巴天酸模*Rumex patientia* L.的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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《北京市中药材标准》1998年版“土大黄”项下规定的方法炮制。

【制法】 取土大黄（巴天酸模）饮片3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为15.0%~28.6%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦、涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取0.2g，加甲醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，再加盐酸1ml，水浴回流30分钟，放冷，用乙醚振摇提取3次，每次10ml，合并乙醚液，挥干，残渣加乙酸乙酯2ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄素对照品，加甲醇制成每1ml含0.2mg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2μl、对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶H薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯-甲酸（17：3：0.4）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与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1.6~1.8μm）；以甲醇为流动相A，以0.05%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0.3ml；柱温为30℃；检测波长为260nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于3000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	47	53
5~7	47→53	53→47
7~8	53→78	47→22
8~17	78→80	22→20
17~20	80→100	20→0

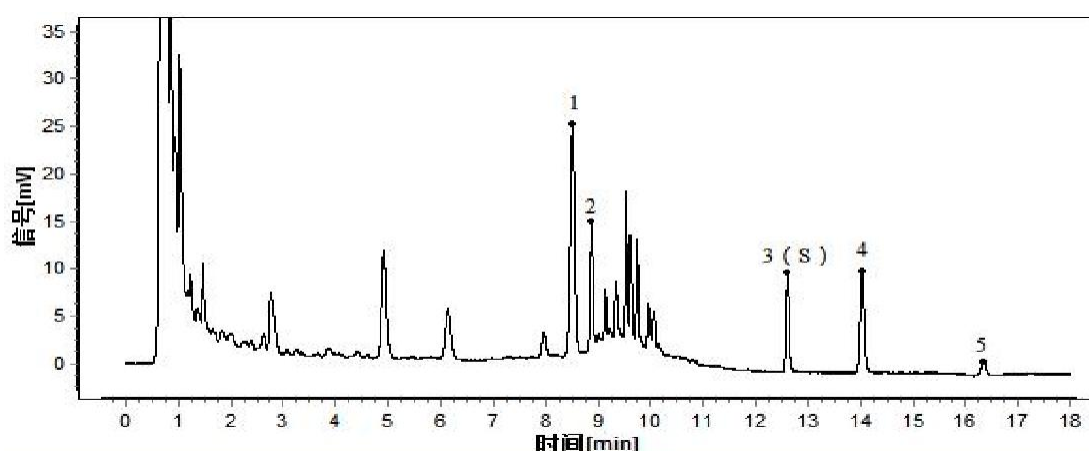
参照物溶液的制备 取土大黄（巴天酸模）对照药材0.5g，加70%甲醇50ml，加热回流30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取[含量测定]项下

的对照品溶液作为对照品参照物溶液。再取大黄酚对照品、大黄素甲醚对照品适量，加甲醇制成每1ml各含20 μ g的混合溶液，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现5个特征峰，并应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3、峰4、峰5应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与大黄素参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1、峰2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：0.67（峰1）、0.70（峰2）。



对照特征图谱

峰3（S）：大黄素；峰4：大黄酚；峰5：大黄素甲醚
参考色谱柱：ZORBAX SB C18，2.1mm \times 100mm，1.8 μ m

【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】 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19.0%。

【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1.7~1.9 μ m）；以甲醇为流动相A，以0.05%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0.4ml；柱温为30 $^{\circ}$ C；检测波长为222nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于3000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	75	25
5~8	75 \rightarrow 100	25 \rightarrow 0

对照品溶液的制备 取大黄素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含5 μ g的溶液，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，精密加入甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用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1 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）应为0.10mg~0.75mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片3.5g。

【贮藏】 密封。