

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

大蓟炭配方颗粒

Dajitan Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物蓟*Cirsium japonicum* Fisch.ex DC.的干燥地上部分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】 取大蓟炭饮片4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为11.1%~22.0%），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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取0.5g，加水30ml使溶解，加盐酸2ml，加热回流40分钟，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取大蓟对照药材2g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液浓缩至30ml，加盐酸2ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶GF254薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲酸（5：4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，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100mm，内径为2.1mm，粒径为1.7μm~1.8μm）；以乙腈为流动相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0.35ml，柱温为35℃，检测波长为330nm。理论板数按柳穿鱼叶苷峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~2	8	92
2~10	8→11	92→89
10~12	11→14	89→86
12~25	14→18	86→82
25~30	18→21	82→79
30~40	21→25	79→75
40~60	25→55	75→45

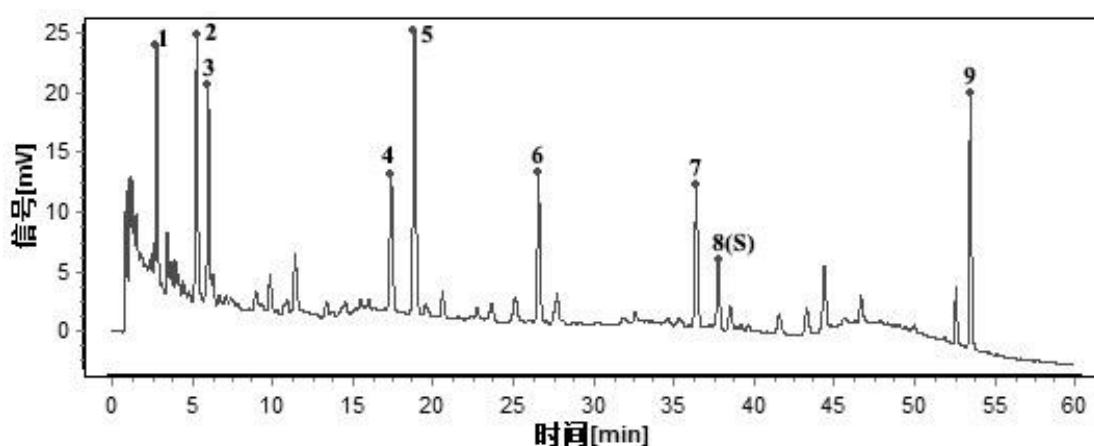
参照物溶液的制备 取大蓟对照药材1g，加水25ml，加热回流30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加70%甲醇25ml，加热回流30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品、蒙花苷对照品、柳穿鱼黄素对照品、柳穿鱼叶苷对照品适量，加70%甲醇制成每1ml含新绿原酸

20 μ g、绿原酸20 μ g、隐绿原酸20 μ g、蒙花苷40 μ g、柳穿鱼黄素10 μ g、柳穿鱼叶苷70 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9个特征峰，除峰4、峰5外，其余7个特征峰应与对照药材参照物色谱中的7个特征峰保留时间相对应，其中峰1、峰2、峰3、峰7、峰8、峰9应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与柳穿鱼叶苷参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰4、峰5、峰6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0.46（峰4）、0.50（峰5）、0.70（峰6）。



对照特征图谱

峰1：新绿原酸；峰2：绿原酸；峰3：隐绿原酸；峰7：蒙花苷；

峰8（S）：柳穿鱼叶苷；峰9：柳穿鱼黄素

参考色谱柱：HSS T3，2.1mm \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。

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8.0%。

【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-0.1%磷酸溶液（21：79）为流动相；检测波长为330nm。理论板数按柳穿鱼叶苷峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取柳穿鱼叶苷对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每1ml含15 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用70%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含柳穿鱼叶苷（ $C_{29}H_{34}O_{15}$ ）应为0.10mg~1.80mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片4.5g。

【贮藏】 密封。