

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

广东土牛膝配方颗粒

Guangdongtuniuxi Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物华泽兰*Eupatorium chinense* 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《广东省中药材标准》（第一册）“广东土牛膝”项下规定的方法炮制。

【制法】 取广东土牛膝饮片1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为32%~66%），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】 本品为浅黄棕色至灰褐色的颗粒；气微，味微辛、苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取4g，加甲醇50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取广东土牛膝对照药材4g，加水80ml，煎煮30分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣加甲醇50ml，同法制成对照药材溶液。再取泽兰素对照品，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10μl、对照药材溶液20μl、对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯（9：1）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100mm，内径为2.1mm，粒径为1.6μm）；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0.3ml；柱温为40℃；检测波长为240nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~16	12→38	88→62
16~17	38→93	62→7
17~22	93→96	7→4

内标溶液的制备 取槲皮素对照品适量，加70%甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得。

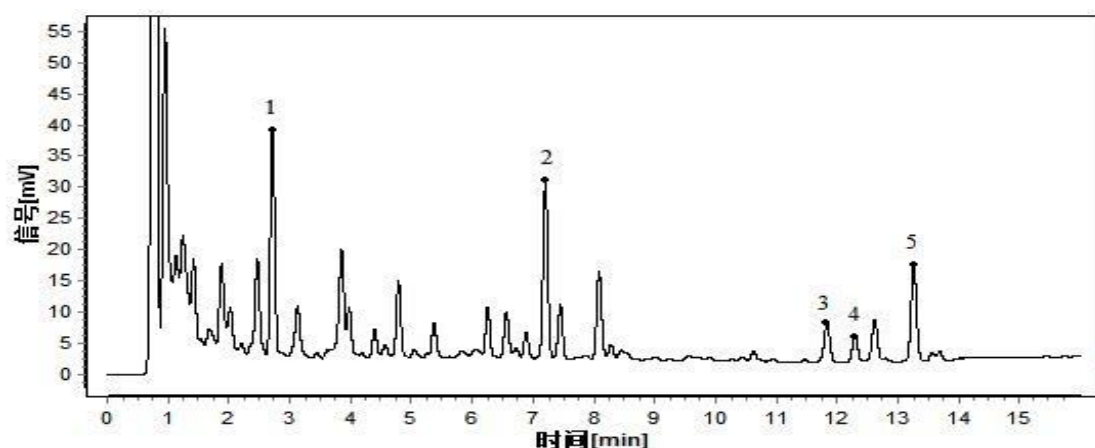
参照物溶液的制备 取广东土牛膝对照药材1g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液

蒸干，残渣加70%甲醇10ml，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。另精密吸取内标溶液1ml，置5ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，作为对照品参照物溶液。

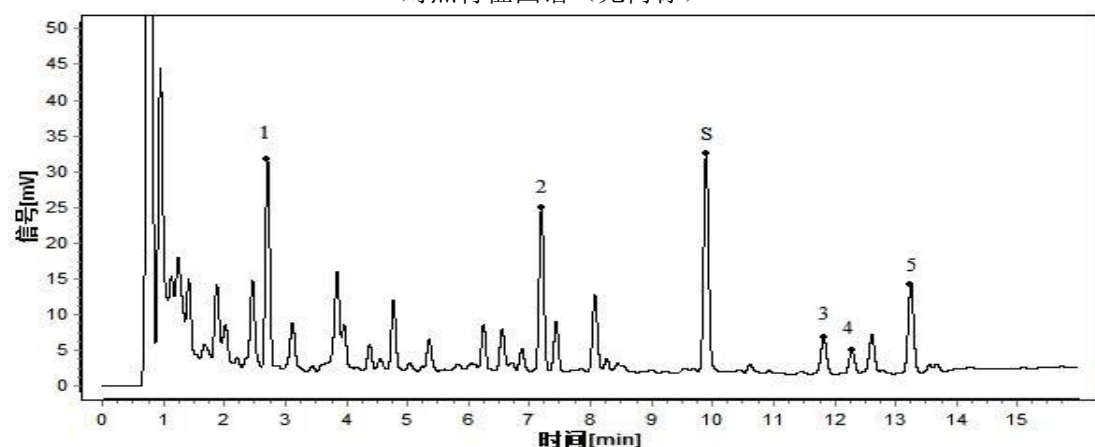
供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取0.5g，加70%甲醇10ml，超声处理30分钟（功率300W，频率40kHz），放冷，摇匀，滤过，取续滤液，备用，再精密吸取内标溶液1ml，置5ml量瓶中，用上述稀释至刻度，摇匀，即得。

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。与槲皮素参照物峰（内标）保留时间相对应的峰为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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.27（峰1）、0.73（峰2）、1.19（峰3）、1.24（峰4）、1.34（峰5）。



对照特征图谱（无内标）



对照特征图谱（有内标）

峰S：槲皮素（内标）

参考色谱柱：CORTECS T3，2.1mm \times 100mm，1.6 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）。

【含量测定】 对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加50%乙醇制成每

1ml含0.2mg的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml，分别置25ml量瓶中，加水至6ml，加5%亚硝酸钠溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加10%硝酸铝溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加4%氢氧化钠溶液10ml，加水至刻度，摇匀，放置15分钟。以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典2020年版通则0401），在510nm的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 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%乙醇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50%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密吸取续滤液10ml，置25ml量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“5%亚硝酸钠溶液1ml”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的浓度（ $\mu\text{g/ml}$ ），计算，即得。

本品每1g含总黄酮以芦丁（ $\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}$ ）计应为3.0mg~16.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片1.5g。

【贮藏】 密封。