

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

千年健配方颗粒

Qiannianjian Peifangkeli

【来源】 本品为天南星科植物千年健 *Homalomena occulta* （Lour.） Schott 的干燥根茎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】 取千年健饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~17%），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】 本品为浅棕黄色至深棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取千年健对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（10：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。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 150mm，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 35℃；检测波长为 290nm。理论板数按 5-羟甲基糠醛峰计算应不低于 3000。

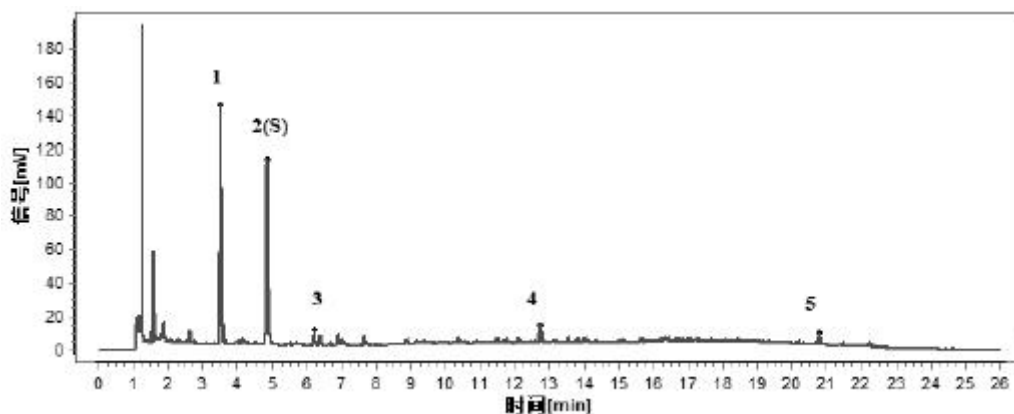
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	2→5	98→95
5~13	5→15	95→85
13~20	15→28	85→72
20~25	28	72

参照物溶液的制备 取千年健对照药材 2g，加 50%甲醇 20ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）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 5-羟甲基糠醛对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 15 μ g 的溶液，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 0.5g，加 50%甲醇 15ml，超声处理（功率 250W，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和供试品溶液各 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 2 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与 5-羟甲基糠醛参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 3 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：0.73（峰 1）、1.28（峰 3）。



对照特征图谱

峰 2（S）：5-羟甲基糠醛

参考色谱柱：CORTECS T3，2.1mm \times 150mm，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）。

【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 25.0%。

【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 以两性离子亲水作用固定相为填充剂；以乙腈-0.005mol/L 甲酸铵溶液（89：11）为流动相；柱温为 20 $^{\circ}$ C；电雾式检测器检测。理论板数按蔗糖峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取蔗糖对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 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

加入水 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）15 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 0.2μl、1μl，供试品溶液 1μl，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含蔗糖（ $C_{12}H_{24}O_{12}$ ）应为 4.0mg~50.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.0g。

【贮藏】 密封。

