

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

杠板归配方颗粒

Gangbangui Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物杠板归 *Polygonum perfoliatum* L.的干燥地上部分经炮制并按标准汤剂主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取杠板归饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8.5%~14.5%），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】 本品为棕黄色至棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加热水 25ml 使溶解，加稀盐酸 1 滴，摇匀，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 30ml，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。另取杠板归对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 1 小时，滤过，滤液浓缩至约 25ml，同法制成对照药材溶液。再取咖啡酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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、对照药材溶液各 2~5 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5：3：1）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 1.8 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%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 0.5ml；柱温为 50℃；检测波长为 300nm。论板数按槲皮素-3-O- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷峰计算应不低于 5000。

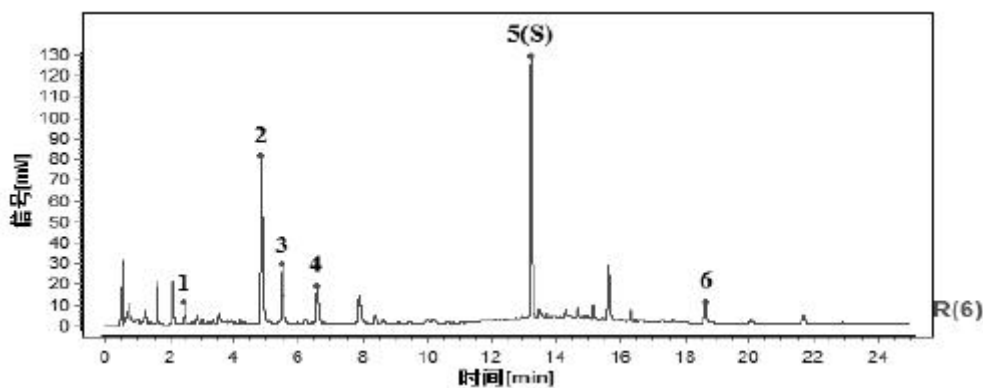
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	4→11	96→89
2~9	11→20	89→80
9~13	20→41	80→59
13~24	41→60	59→40

参照物溶液的制备 取杠板归对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25ml，密塞，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。另取原儿茶酸对照品、槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷对照品，分别加 50%甲醇制成每 1ml 含原儿茶酸 20 μ g、槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷 0.1mg 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，取约 0.3g，置具塞锥形瓶中，加入 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 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 5 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷参照物相对应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 3、峰 4、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：0.37（峰 2）、0.42（峰 3）、0.50（峰 4）、1.41（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1：原儿茶酸；峰 5（S）：槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷

参考色谱柱：ZORBAX Eclipse Plus RRHD C18；100 \times 2.1mm，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 10.0%。

【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 1.8 μ m）；以甲醇-0.4%磷酸溶液（50：50）为流动相；检测波长为 360nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取槲皮素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入精密加甲醇-盐酸（4：1）混合溶液 100ml，称定重量，置 90℃水浴中加热回流 2.5 小时，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含槲皮素（C₁₅H₁₀O₇）应为 3.0mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.0g。

【贮藏】 密封。

