

## 附件 4：醋三棱配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

### 醋三棱配方颗粒

#### Cusanleng Peifangkeli

【来源】本品为黑三棱科植物黑三棱 *Sparganium stoloniferum* Buch.-Ham. 的干燥块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】取醋三棱饮片 9000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5.6%~9.1%），加辅料适量，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】本品为棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】取本品 1g，研细，加水 20ml，微热使溶解，冷却，用乙酸乙酯振摇提取二次，每次 20ml，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。另取三棱对照药材 5g，加水 50ml，加热煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 20ml，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，吸取供试品溶液 5 $\mu$ l、对照药材溶液 15 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(3:1.5:0.1)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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【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 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%冰醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 300nm。理论板数按 4-香豆酸峰计算应不低于 5000。

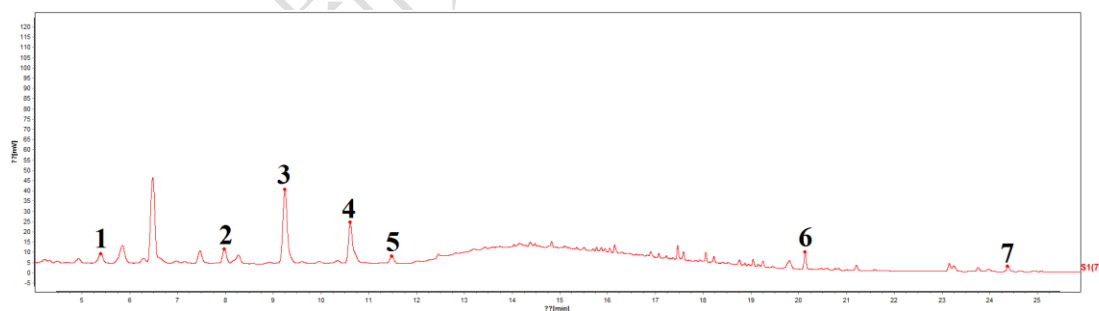
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	7	93
2~10	7→13	93→87
10~17	13→33	87→67
17~25	33~40	67~60

**参照物溶液的制备** 取三棱对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入水 20ml，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 4-香豆酸对照品、香草酸对照品、香草醛对照品适量，精密称定，分别加 70% 甲醇制成每 1ml 含 4-香豆酸 5 $\mu$ g、香草酸 100 $\mu$ g、香草醛 100 $\mu$ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。再取阿魏酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 100 $\mu$ 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，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 20ml，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% 甲醇补足减失重量，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 2 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱峰的保留时间相对应，其中 4 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与 4-香豆酸参照物峰相应的峰为 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：1.15（峰 4）、2.18（峰 6）、2.64（峰 7）。



对照特征图谱

峰 1：香草酸 峰 2：香草醛 峰 3 (S)：4-香豆酸 峰 5：阿魏酸

色谱柱：CORTECS T3, 2.1mm $\times$ 100mm, 1.6 $\mu$ 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】** 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，用乙醇作溶剂，不得少于 10.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%冰醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 300nm。理论板数按 4-香豆酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	7	93
2~10	7→13	93→87
10~17	13→33	87→67
17~25	33~40	67~60

**对照品溶液的制备** 取 4-香豆酸对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 5 $\mu$ g 的溶液，摇匀，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 20ml，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 2 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含 4-香豆酸（C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>）应为 0.10mg~0.70mg 之间。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 9g。

**【贮藏】** 密封。