

附件 5：丁香配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

丁香配方颗粒

Dingxiang Peifangkeli

【来源】本品为桃金娘科植物丁香 *Eugenia caryophyllata* Thunb. 的干燥花蕾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】取丁香饮片 2100g，加水煎煮，收集挥发油适量（以 β -环糊精适量包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.4%~24.8%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，加入挥发油 β -环糊精包合物，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气芳香浓烈，味辛、微麻舌。

【鉴别】取本品 0.5g，加热水 20ml 使溶解，放冷，用乙酸乙酯振摇提取二次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取丁香对照药材 0.5g，加乙酸乙酯 5ml，振摇数分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取丁香酚对照品，加乙酸乙酯制成每 1ml 含 2mg 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，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 4 μ l，对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇(8：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2% 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 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 255nm。理论板数按槲皮素-3-O- β -D-吡喃葡萄糖醛苷峰计算应不低于 5000。

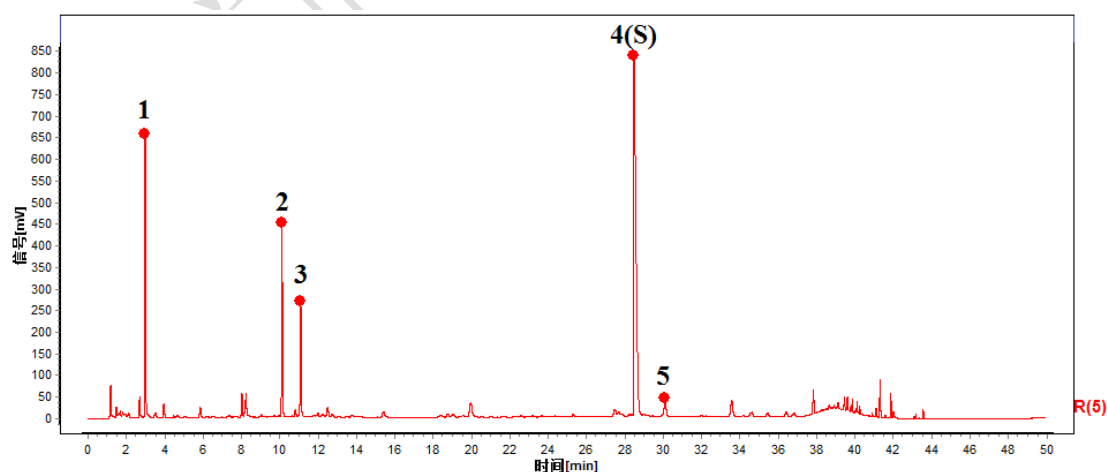
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	3→10	97→90
8~15	10	90
15~35	10→20	90→80
35~49	20→100	80→0
49~50	100→3	0→97

参照物溶液的制备 取丁香对照药材 0.3g，置具塞锥形瓶中，加入 70% 甲醇 25ml，加热回流 60 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取没食子酸对照品、鞣花酸对照品、槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷对照品适量，分别加甲醇制成每 1ml 含没食子酸 90 μ g、鞣花酸 90 μ g、槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷 20 μ g 的溶液，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 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 4、峰 5 应分别与没食子酸、鞣花酸、槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷对照品参照物峰的保留时间相对应。与鞣花酸参照物相应的峰为 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%之内。规定值为：0.36（峰 2）、0.39（峰 3）。



对照特征图谱

峰 1：没食子酸 峰 4（S）：鞣花酸 峰 5：槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷
 色谱柱：CORTECS T3，2.1 \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】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】挥发油 照挥发油测定法(中国药典 2020 年版通则 2204)测定。

本品含挥发油应在 1.0%~8.0% (ml/g) 之间。

槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷 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 0.01%的磷酸溶液为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为 255nm。理论板数按槲皮素-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 (%)
0~9	35	65
9~10	35→80	65→20
10~12	80	20

对照品溶液的制备 取槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 50 μ 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 0.4g,精密称定,精密加入 70% 甲醇 25ml,密塞,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 1 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含槲皮素-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖醛酸苷(C₂₁H₁₈O₁₃)应为 1.0mg~7.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.1g。

【贮藏】 密封。