

附件 10：地锦草（地锦）配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定
草案公示稿

地锦草（地锦）配方颗粒

Dijincao (Dijin) Peifangkeli

【来源】本品为大戟科植物地锦 *Euphorbia humifusa* Willd 的干燥全草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】取地锦草饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15%~28%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为浅棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味微涩。

【鉴别】取本品适量，研细，取约 1g，加甲醇 50ml，超声处理 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 溶解，作为供试品溶液。另取槲皮素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 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，吸取对照品溶液 2 μ l，供试品溶液 3 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲酸-水（5:6:1:1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 3%三氯化铝乙醇试液，105℃加热 5~10 分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与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 年版四部通则 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 250mm，内径为 4.6mm，粒度为 5 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.4%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 260nm。理论板数按鞣花酸峰计算应不低于 3000。

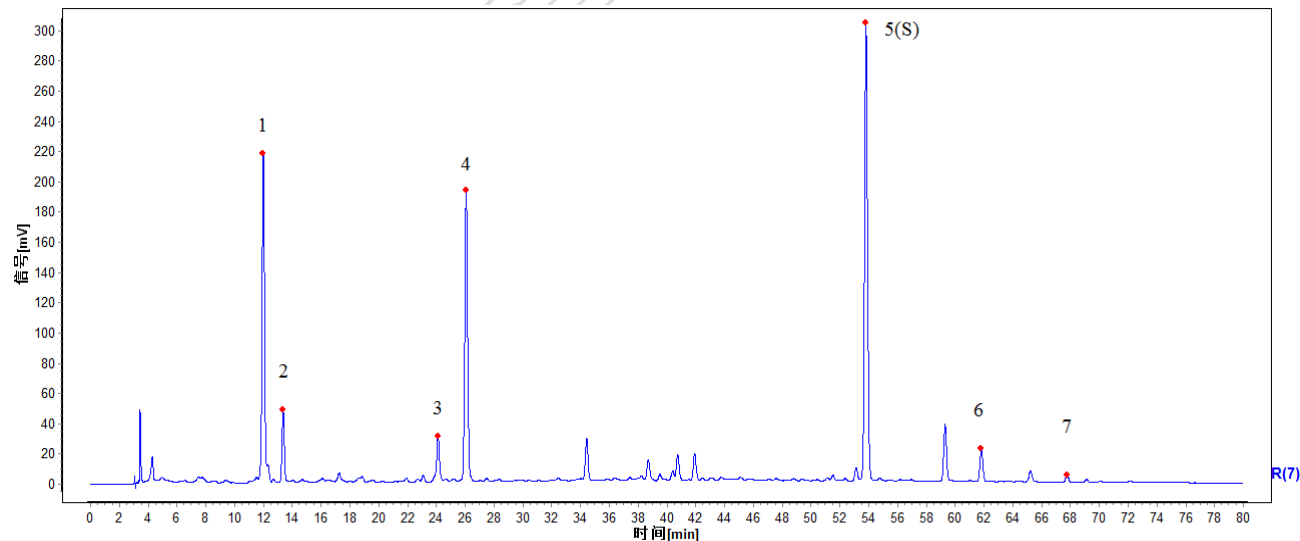
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~70	5→66	95→34
70~80	66	34

参照物溶液的制备 取地锦草对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，分别加入 80% 甲醇 50ml，25%盐酸 15ml，回流提取 60 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取鞣花酸对照品适量，精密称定，加 80%甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品粉末约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别精密加入 80%甲醇 50ml，25%盐酸 15ml，密塞，称定重量，回流处理 60 分钟，放冷，再称定重量，用 80%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ 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，并与对照药材参照物色谱峰中的 7 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 5 应与对照品参照物峰保留时间相对应，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 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.223（峰 1）、0.248（峰 2）、0.448（峰 3）、0.484（峰 4）、1.149（峰 6）、1.259（峰 7）。



地锦草颗粒对照特征图谱

峰 1：没食子酸，峰 4：没食子酸甲酯，峰 5（S）：鞣花酸，峰 6：槲皮素，峰 7：山柰素
色谱柱：5-TC C18，4.6mm $\times$ 250mm，5 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 14.0%。

【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 250mm, 内径为 4.6mm, 粒度为 5 μ m); 以甲醇-0.4%磷酸(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 2500。

对照品溶液的制备 取槲皮素对照品适量, 精密称定, 加 80%甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 80%甲醇 50ml 及 25%盐酸 15ml, 称定重量, 在水浴温度 75~95℃ 时, 回流提取 1 小时, 放冷, 再称定重量, 用 80%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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含槲皮素($C_{15}H_{10}O_7$)应为 1.3mg-6.4mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】密封。