

附件 11：独一味配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

独一味配方颗粒

Duyiwei Peifangkeli

【来源】本品为唇形科植物独一味 *Lamiophlomis rotata* (Benth.) Kudo 的干燥地上部分经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的颗粒。

【制法】取独一味饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 18%~33%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为棕黄色至棕色的颗粒，气微，味微涩、苦。

【鉴别】取本品 1.0g，加乙醇 10ml，超声 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。取独一味对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 10ml，同法制成对照药材溶液。再取山梔苷甲酯对照品、8-*O*-乙酰山梔苷甲酯对照品，加乙醇制成每 1ml 各含 0.5mg 的混合溶液，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 10 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以磷钼酸试液，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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m），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；检测波长为 235nm。理论板数按 8-*O*-乙酰山梔苷甲酯峰计算应不低于 3000。

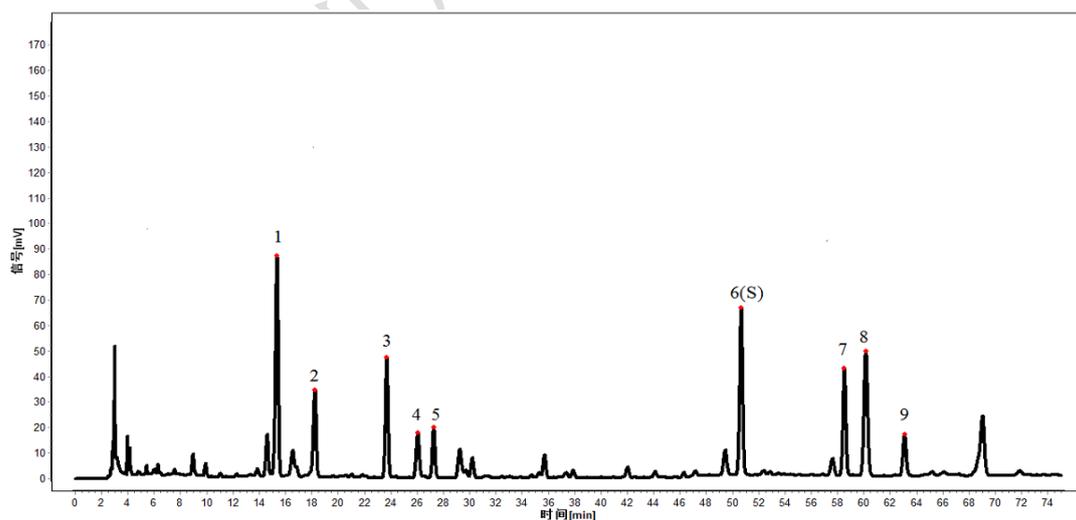
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~19	5→9	95→91
19~46	9~15	91~85
46~75	15→20	85→80

参照物溶液的制备 取对照药材约 0.4g, 置具塞锥形瓶中, 加入 70% 甲醇 25ml, 超声处理（功率 600W, 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 8-*O*-乙酰山栀苷甲酯, 精密称定, 加 70% 甲醇制成每 1ml 含 30 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和供试品溶液各 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品特征图谱中应呈现 9 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应, 与 8-*O*-乙酰山栀苷甲酯参照物相应的峰为 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: 0.303 (峰 1)、0.360 (峰 2)、0.468 (峰 3)、0.514 (峰 4)、0.538 (峰 5)、1.155 (峰 7)、1.186 (峰 8)、1.245 (峰 9)。



独一味配方颗粒特征图谱

峰 3: 山栀苷甲酯; 峰 4: 绿原酸; 峰 6 (S): 8-*O*-乙酰山栀苷甲酯;

峰 7: 连翘酯苷 B; 峰 8: 木犀草苷; 峰 9: 毛蕊花糖苷

色谱柱: 5HC-C18 (2), 250 mm \times 4.6mm, 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 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);以乙腈为流动相 A,以水为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;流速为每分钟 0.8ml;检测波长为 235nm。理论板数按山梔苷甲酯计算应不低于 3000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~11	9	91
11~35	9→18	91→82
35~45	18	82

对照品溶液的制备 取山梔苷甲酯对照品、8-O-乙酰山梔苷甲酯对照品适量,精密称定,加 70%甲醇制成每 1ml 各含 70 μ g 的混合溶液,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 70%甲醇 25ml,称定重量,密塞,超声处理(功率 600W,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 10 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含山梔苷甲酯(C₁₇H₂₆O₁₁)和 8-O-乙酰山梔苷甲酯(C₁₉H₂₈O₁₂)的总量应为 18.0 mg-37.0mg。

【规格】每 1g 独一味配方颗粒相当于 3.0g 饮片。

【贮藏】密封。