

附件 2：冬凌草配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

冬凌草配方颗粒

Donglingcao Peifangkeli

【来源】本品为唇形科植物碎米桠 *Rabdosia rubescens* (Hemsl.) Hara 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配方颗粒。

【制法】取冬凌草饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11%~20%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为黄色至棕褐色的颗粒；气微香，味苦、甘。

【鉴别】取本品 1g，研细，加甲醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取冬凌草对照药材 3g，加水 100 ml，煎煮 15 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣加甲醇 30ml，同法制成对照药材溶液。再取冬凌草甲素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 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，吸取上述三种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，使成条带状，以水饱和氯仿-甲醇（10：1）为展开剂，展开，取出，晾干，紫外光灯（254 nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

【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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 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；柱温为 30 $^{\circ}$ C，流速为每分钟 0.28ml，检测波长为 237nm。理论板数按冬凌草甲素峰计算应不低于 4000。

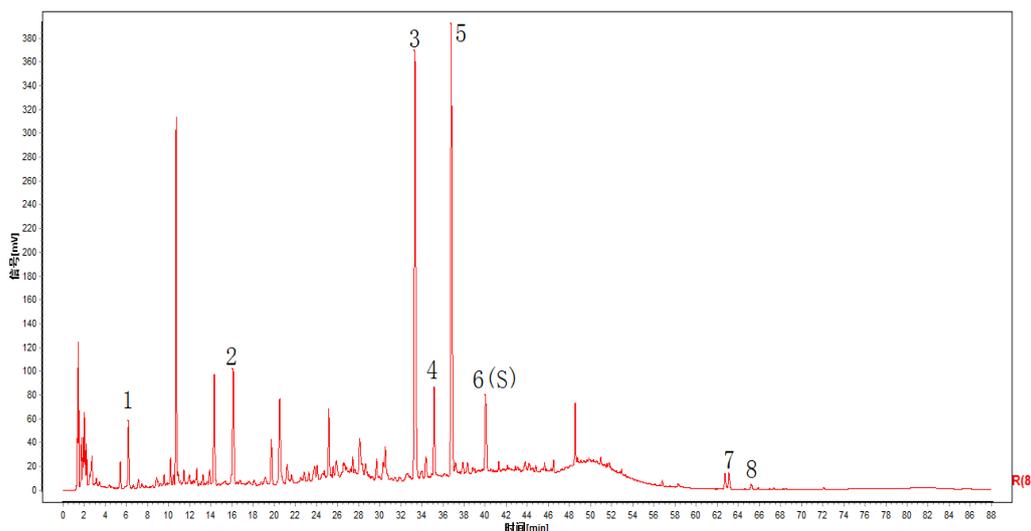
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	5	95
5~8	5→10	95→90
8~18	10→13	90→87
18~25	13→18	87→82
25~30	18	82
30~45	18→28	82→72
45~60	28→58	72→42
60~75	58→80	42→20
75~78	80	20

参照物溶液的制备 取冬凌草对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 25 ml，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取冬凌草甲素对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 60 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1.0g，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 25ml，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）45 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。

供试品特征图谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应。其中 1 个峰应与相应的参照物峰保留时间相同，与冬凌草甲素参照物相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其中峰 1 规定为 0.13~0.18，其它特征峰相对保留时间应在规定值的 \pm 10%之内。规定值为：0.40（峰 2）、0.83（峰 3）、0.87（峰 4）、0.91（峰 5）、1.56（峰 7）、1.61（峰 8）。



对照特征图谱

峰 6 (S): 冬凌草甲素

色谱柱 HSS T3 C18, 2.1mm×150mm, 1.8μm

【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;以甲醇-水(55:45)为流动相;检测波长为 239nm。理论板数按冬凌草甲素峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取冬凌草甲素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 60μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约 1.0g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 600W,频率 40kHz) 30 分钟,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 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含冬凌草甲素($C_{20}H_{28}O_6$)应为 0.90mg-7.00mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g。

【贮藏】密封。