

附件 40：土荆皮配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

土荆皮配方颗粒

Tujingpi Peifangkeli

【来源】本品为金钱松 *Pseudolarix amabilis* (Nelson) Rehd. 的干燥根皮或近根树皮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】取土荆皮饮片 5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.1%~18.2%），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】本品为浅棕红色至棕褐色的颗粒；气微，味苦、微涩。

【鉴别】取本品 0.2g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取土荆皮对照药材 1g，加水 50ml，加热煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 10ml，同法制成对照药材溶液。再取土荆皮乙酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 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，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（8：4：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，置紫外灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。

【特征图谱】照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

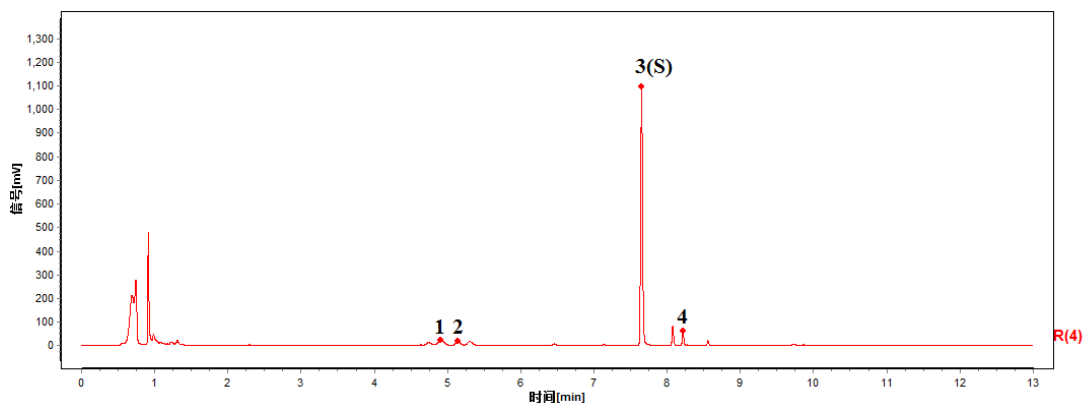
色谱条件与系统适用性试验 同【含量测定】项。

参照物溶液的制备 取土荆皮对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加入水 25ml，加热煎煮 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取土荆皮乙酸对照品、土荆皮甲酸对照品、土荆皮丙酸对照品和土荆皮乙酸-O- β -D-葡萄糖苷对照品适量，精密称定，分别加 70% 甲醇制成每 1ml 各含土荆皮乙酸 150 μ g、土荆皮甲酸 50 μ g、土荆皮丙酸 50 μ g、土荆皮乙酸-O- β -D-葡萄糖苷 50 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 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 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱峰的 4 个特征峰的保留时间相对应。其中 4 个峰应与对照品参照物峰的保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 1：土荆皮丙酸 峰 2：土荆皮乙酸-*O*- β -D-葡萄糖苷 峰 3（S）：土荆皮乙酸
峰 4：土荆皮甲酸

色谱柱：ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD，2.1mm $\times$ 100mm，1.8 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】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；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 40 $^{\circ}$ C；检测波长为 260nm。理论板数按土荆皮乙酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	25→32	75→68
1~4	32	68
4~5	32→40	68→60
5~8	40→100	60→0
8~13	100	0

对照品溶液的制备 取土荆皮乙酸对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成

每 1ml 含 150 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 70%甲醇 20ml，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 含土荆皮乙酸（C₂₃H₂₈O₈）应为 5.0mg~26.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.5。

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿