

附件 6：天冬配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

天冬配方颗粒

TianDong Peifangkeli

【来源】本品为百合科植物天冬 *Asparagus cochinchinensis* Merr. 的干燥块根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】取天冬饮片 1200g，加水煎煮，滤过，浓缩，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 46%-63%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味甜、微苦。

【鉴别】取本品 1g，加水 40ml、盐酸 3ml，加热回流 1 小时，放冷，用乙醚振摇提取两次，每次 30ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取天冬对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 40ml 左右，加盐酸 3ml，同上法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2~4 μ l，分别点于同一硅胶 G 板上，以三氯甲烷-丙酮-冰醋酸（4：1：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 的硫酸乙醇溶液，在 105℃ 下加热数分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，与对照药材色谱相应的位置上，显示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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 100mm，柱内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 238nm；柱温 35℃；流速每分钟 0.3ml。理论板数按五羟甲基糠醛峰计算应均不低于 5000。

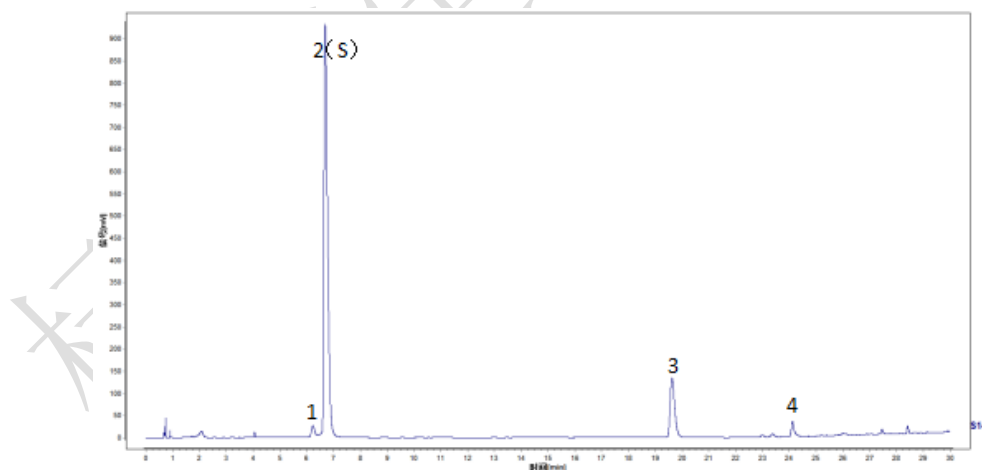
时间	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	1~4	99~96
6~12	4~11	96~89
12~20	11~18	89~82
20~30	18~65	82~35

参照溶液的制备 取天冬对照药材 1.0g，置 50ml 量瓶中，加入 20ml 水，煎煮提取 50 分钟，取出，放冷，滤过，旋干，加入水 40ml、盐酸 3ml，回流提取 2 小时，取出，放冷，滤过，取续滤液加乙酸乙酯振摇提取三次，每次 25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，加甲醇溶解并定容至 10ml 容量瓶中，作为对照药材参照物溶液。另取五羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 70 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 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入 40ml 水，盐酸 3ml，回流提取 2 小时，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，乙酸乙酯振摇提取三次，每次 25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，加甲醇溶解并定容至 10ml 容量瓶中，作为供试品溶液。

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。

供试品色图谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中五羟甲基糠醛参照物为 S 峰，计算峰 1、峰 3 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：0.93（峰 1）、2.94（峰 3）。



对照特征图谱

峰 2 (S)：五羟甲基糠醛

色谱柱：HSS T3，2.1 $\times$ 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 8.0%。

【含量测定】照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401）测定。

对照品溶液的制备 取已干燥至恒重的薯蓣皂苷元对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含薯蓣皂苷元 0.1mg 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取 0.1mg/ml 的薯蓣皂苷元对照品溶液 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8 ml 分别置于刻度试管中，水浴蒸干后，分别加 5%香草醛冰醋酸溶液 0.2ml，高氯酸 0.8ml 混匀密塞，水浴 60℃ 显色 15 分钟，立即冷却 5 分钟，加冰醋酸 5ml 稀释，摇匀，作为供试品溶液。以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），测定 456nm 波长处的吸光度。以薯蓣皂苷元浓度($\mu\text{g/ml}$)为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入蒸馏水 15ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，水饱和正丁醇萃取三次，每次 10ml，取正丁醇层蒸干，加甲醇溶解并定容至 10ml 容量瓶中，摇匀即得。精密量取 0.5ml 供试品溶液，置刻度试管中，水浴蒸干，照标准曲线制备项下的方法，自“加 5%香草醛冰醋酸溶液 0.2ml”起依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中含总皂苷的浓度($\mu\text{g/ml}$)，计算，即得。

本品每 1g 含总皂苷以薯蓣皂苷元 ($\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{O}_3$) 计，应为 2.4mg~6.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.2g。

【贮藏】密封。