

附件 3：大蓟炭配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

大蓟炭配方颗粒

Dajitan PeifangKeli

【来源】 本品为菊科植物蓟 *Cirsium japonicum* Fisch. ex DC. 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】 取大蓟炭饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11.1%~22.0%），加入辅料适量，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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加水 30ml 使溶解，加盐酸 2ml，加热回流 40 分钟，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大蓟对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 30ml，加盐酸 2ml，同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 5 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲酸（5：4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m~1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，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 0.35ml，柱温为 35 $^{\circ}$ C，检测波长为 330nm。理论板数按柳穿鱼叶苷峰计算应不低于 5000。

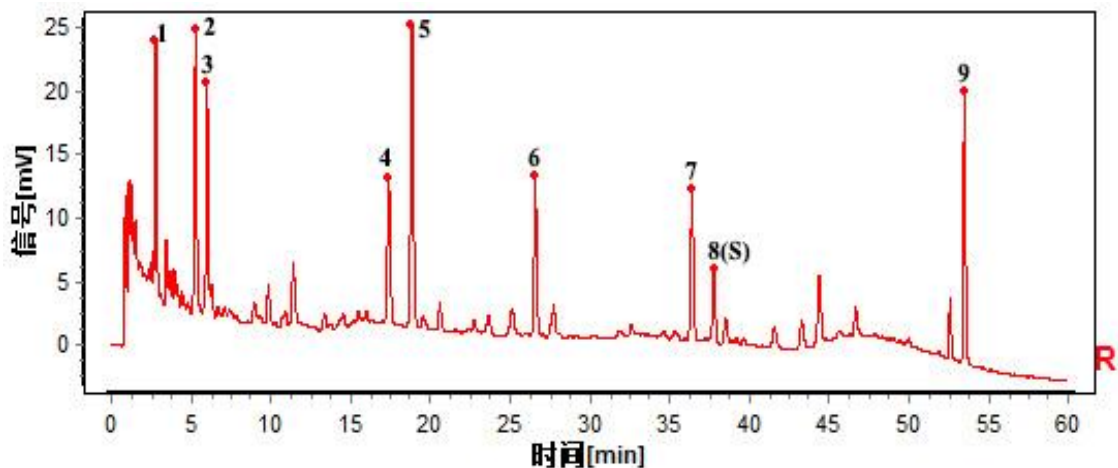
时间/min	流动相A(%)	流动相B(%)
0~2	8	92
2~10	8→11	92→89
10~12	11→14	89→86
12~25	14→18	86→82
25~30	18→21	82→79
30~40	21→25	79→75
40~60	25→55	75→45

参照物溶液的制备 取大蓟对照药材 1.0g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品、蒙花苷对照品、柳穿鱼黄素对照品、柳穿鱼叶苷对照品适量，加 70%甲醇制成每 1ml 含新绿原酸 20 μ g、绿原酸 20 μ g、隐绿原酸 20 μ g、蒙花苷 40 μ g、柳穿鱼黄素 10 μ g、柳穿鱼叶苷 70 μ g 的混合对照品溶液，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。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，除峰 4、峰 5 外，其他 7 个特征峰应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应；其中峰 1、峰 2、峰 3、峰 7、峰 8、峰 9 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与柳穿鱼叶苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 4、峰 5、峰 6 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 0.46（峰 4）、0.5（峰 5）、0.70（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1: 新绿原酸; 峰 2: 绿原酸; 峰 3: 隐绿原酸; 峰 7: 蒙花苷;

峰 8 (S): 柳穿鱼叶苷; 峰 9: 柳穿鱼黄素

参考色谱柱: HSS T3, 2.1mm×100mm, 1.8μm

【检查】 溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法(中国药典 2020 年版通则 0104)检查, 加热水 200ml, 搅拌 5 分钟(必要时加热煮沸 5 分钟), 立即观察, 应全部溶化或轻微浑浊, 不得有焦屑。

其他 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】 取本品适量, 研细, 取约 2g, 精密称定, 精密加入乙醇 100ml, 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, 不得少于 8.0%

【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; 以乙腈-0.1%磷酸溶液(21: 79)为流动相, 检测波长为 330nm。理论板数按柳穿鱼叶苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取柳穿鱼叶苷对照品适量, 精密称定, 加 70%乙醇制成每 1ml 含 15μg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70%甲醇 25ml, 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 10μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1 克含柳穿鱼叶苷 ($C_{29}H_{34}O_{15}$) 应为 0.10mg~1.80mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿