

附件 6：穿山龙配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

穿山龙配方颗粒

Chuanshanlong Peifangkeli

【来源】 本品为薯蓣科植物穿龙薯蓣 *Dioscorea nipponica* Makino 的干燥根茎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】 取穿山龙饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~26%），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】 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦微涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加甲醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 3mol/L 盐酸溶液 20ml 使溶解，置水浴中加热水解 30 分钟，放冷，再加入三氯甲烷 30ml，加热回流 15 分钟，滤过，分取三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取穿山龙对照药材 3g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 30ml，同法制成对照药材溶液。再取薯蓣皂苷元对照品，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，吸取供试品溶液与对照药材溶液各 10 μ l、对照品溶液 8 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热 5 分钟。供试品色谱中，在与对照药材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。

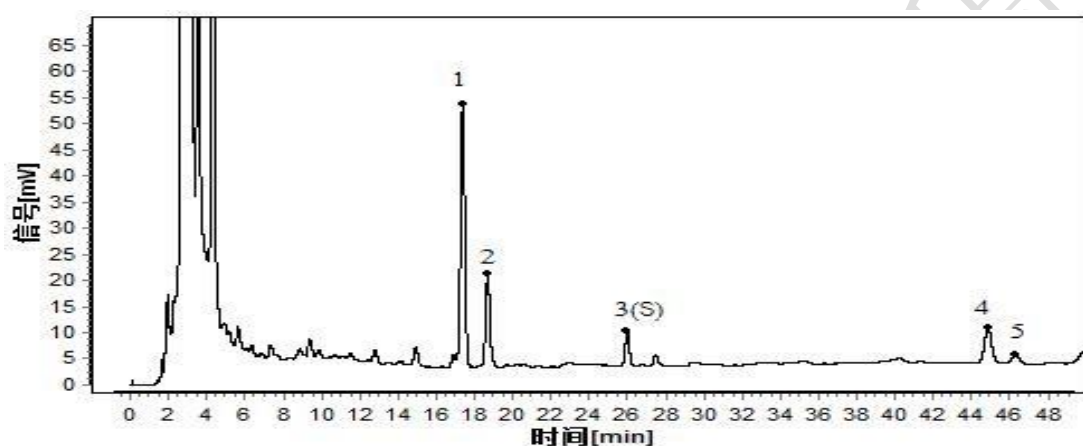
色谱条件与系统适用性试验 同【含量测定】项。

参照物溶液的制备 取穿山龙对照药材 1g，加水 20ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸至近干，加稀乙醇 10ml，超声处理（功率 200W，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【含量测定】项下对照品溶液，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。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应；其中峰 3、峰 4、峰 5 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与伪原薯蓣皂苷参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的 $\pm 10\%$ 之内，规定值为：0.66（峰 1）、0.71（峰 2）。



对照特征图谱

峰 1：原薯蓣皂苷；峰 2：原纤细薯蓣皂苷；峰 3（S）：伪原薯蓣皂苷；
峰 4：薯蓣皂苷；峰 5：纤细薯蓣皂苷

参考色谱柱：SB-Aq；4.6mm \times 250mm，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】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 12.0%。

【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，粒径为 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 203nm。理论板数按薯蓣皂苷峰计应不低于 5000。

时间（分钟）

流动相 A（%）

流动相 B（%）

0~10	22→27	78→73
10~35	27→40	73→60
35~45	40	60
45~50	40→80	60→20
50~51	80→95	20→5
51~57	95	5

对照品溶液的制备 取伪原薯蓣皂苷对照品、薯蓣皂苷对照品、纤细薯蓣皂苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1ml 含伪原薯蓣皂苷 9 μ g、薯蓣皂苷 36 μ g、纤细薯蓣皂苷 10 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 0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 200W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，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 含伪原薯蓣皂苷(C₅₁H₈₂O₂₁)、薯蓣皂苷(C₄₅H₇₂O₁₆)、纤细薯蓣皂苷(C₄₅H₇₂O₁₇)总量应为 1.5mg~7.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】 密封。