

附件 11：柿蒂配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案

公示稿

柿蒂配方颗粒

Shidi Peifangkeli

【来源】本品为柿树科植物柿 *Diospyros kaki* Thunb 的干燥宿萼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】取柿蒂饮片 8000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.3%~12.4%），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】本品为棕色至棕褐色的颗粒；气微，味涩。

【鉴别】取本品 0.25g，研细，加水 20ml 使溶解，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。另取柿蒂对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 20ml，同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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、对照药材溶液各 10 μ l，对照品溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯（用水饱和）-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 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 1.6 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 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 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 5000。

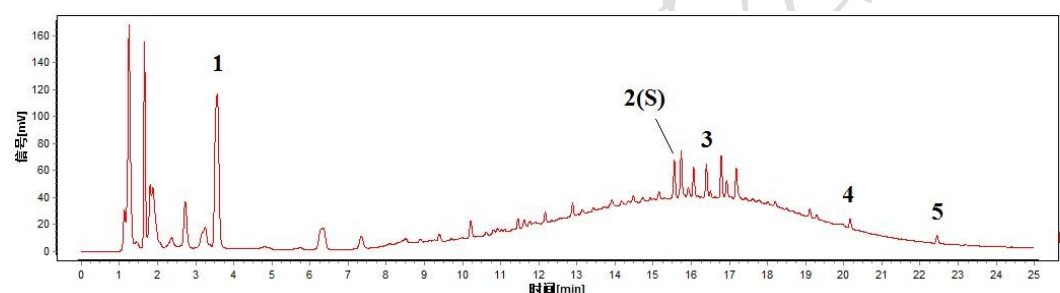
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	3	97
5~25	3→45	97→55

参照物溶液的制备 取柿蒂对照药材 1g, 置具塞锥形瓶中, 加 30% 甲醇 15ml, 加热回流 45 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另没食子酸对照品、金丝桃苷对照品、槲皮素对照品、山柰酚对照品适量, 精密称定, 分别加甲醇制成每 1ml 含没食子酸 26 μ g、金丝桃苷 50 μ g、槲皮素 40 μ g、山柰酚 40 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 2 μ l、供试品溶液 4 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 个特征峰的保留时间相对应, 其中 4 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与金丝桃苷对照物相应的峰为 S 峰, 计算峰 3 与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围内, 规定值为: 1.05 (峰 3)



对照特征图谱

峰 1: 没食子酸 峰 2: 金丝桃苷 峰 4: 槲皮素 峰 5: 山柰酚

色谱柱: CORTECS T3, 2.1mm \times 150mm, 1.6 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-0.1%磷酸溶液(2:98)为流动相; 检测波长为 271nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量, 精密称定, 加流动相制成每 1ml 含 30 μ g 的溶液, 摇匀, 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 30%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）15 分钟，放冷，再称定重量，用 30%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 含没食子酸（C₇H₆O₅）应为 1.5mg~5.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8 g。

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿