

附件 18: 凌霄花 (美洲凌霄) 配方颗粒新疆中药配方颗粒
标准制定草案公示稿

凌霄花 (美洲凌霄) 配方颗粒

Lingxiaohua (Meizhoulingxiao) Peifangkeli

【来源】本品为紫葳科植物美洲凌霄 *Campsis radicans* (L.) Seem. 的干燥花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】取凌霄花饮片 1500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏 (干浸膏出膏率为 33.4%~46.7%), 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】本品为棕黄色至棕色的颗粒; 气微, 味微苦。

【鉴别】取本品 0.3g, 研细, 加乙醇 20ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 0.5ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取凌霄花对照药材 1g, 加水 50ml, 加热煎煮 30 分钟, 滤过, 蒸干, 残渣加乙醇 20ml, 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 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇 (9 : 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 香草醛硫酸乙醇溶液 (1 \rightarrow 10), 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 应显相同颜色的斑点。

【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 1.8 μ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.1% 冰醋酸溶液为流动相 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 30 $^{\circ}$ C; 检测波长为 329nm。理论板数按毛蕊花糖苷峰计算应不低于 5000。

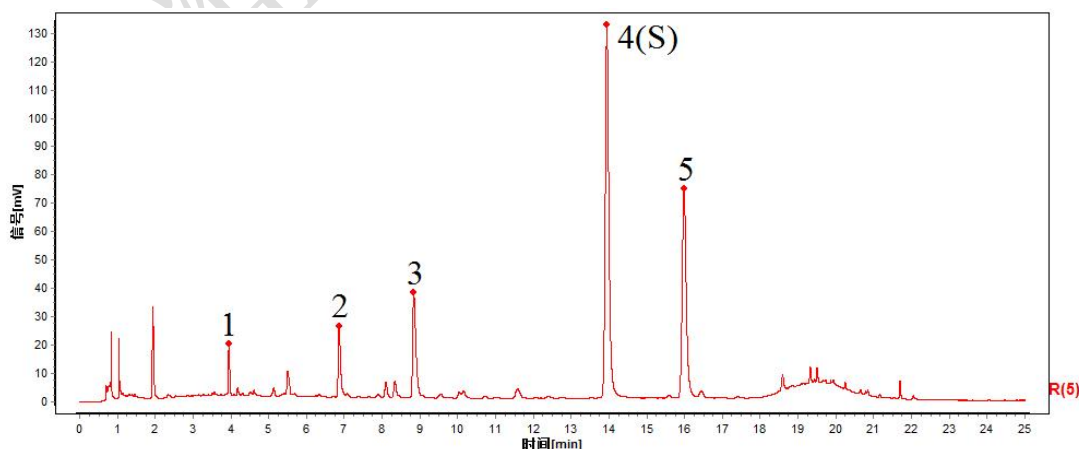
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0 ~ 2	5→11	95→89
2 ~ 4	11→13	89→87
4 ~ 16	13→18	87→82
16 ~ 21	18→40	82→60
21 ~ 24	40→60	60→40
24 ~ 25	60→5	40→95

对照品溶液的制备 取凌霄花对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入水 25ml，加热回流 60 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。再取肉苁蓉苷 F 对照品，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 30 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 1、峰 4、峰 5 的保留时间应分别与肉苁蓉苷 F 对照品、毛蕊花糖苷对照品、异毛蕊花糖苷对照品参照物峰的保留时间相一致。与毛蕊花糖苷参照物相应的峰为 S 峰，计算其他各特征峰与 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：0.49 (峰 2)、0.63 (峰 3)。



对照特征图谱

峰 1: 肉苁蓉苷 F 峰 4 (S): 毛蕊花糖苷 峰 5: 异毛蕊花糖苷

色谱柱: Eclipse Plus C18, 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 20.0%。

【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%冰醋酸溶液(16:84)为流动相;检测波长为 329nm。理论板数按毛蕊花糖苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备取毛蕊花糖苷对照品、异毛蕊花糖苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含毛蕊花糖苷 150 μ g、异毛蕊花糖苷 110 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 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 70%甲醇 25ml,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 含毛蕊花糖苷(C₂₉H₃₆O₁₅)、异毛蕊花糖苷(C₂₉H₃₆O₁₅)总量应为 5.0mg~25.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g。

【贮藏】密封。