

附件 1: 肉苁蓉 (肉苁蓉) 配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定
草案公示稿

肉苁蓉 (肉苁蓉) 配方颗粒

Roucongrong Peifangkeli

【来源】 本品为列当科植物肉苁蓉 *Cistanche desertico* La Y.C.Ma 的干燥带鳞叶的肉质茎并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取肉苁蓉 (肉苁蓉) 饮片 1500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏 (干浸膏出膏率为 34~47%), 加入辅料适量, 混匀, 干燥 (或干燥, 粉碎), 加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为浅灰色至棕褐色的颗粒; 气微, 味微甜、微苦。

【鉴别】 取本品 2g, 研细, 加甲醇 20ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液浓缩至近干, 残渣加甲醇 10ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取肉苁蓉 (肉苁蓉) 对照药材 1g, 加水 50ml, 煎煮 45 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 20ml, 同法制成对照药材溶液。再取松果菊苷对照品, 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 3 μ l, 对照药材溶液和对照品溶液各 2 μ l, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以甲醇-乙酸-水 (2:1:7) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯 (365nm) 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。

色谱条件与系统适应性试验 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 0.1%醋酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温 25 $^{\circ}$ C, 流速为每分钟 1.0ml, 检测波长为 330nm。理论板数按毛蕊花糖苷峰计算应不低于 2000。

时间 (分钟)	流动性 A (%)	流动性 B (%)
0~15	7.5 \rightarrow 9	92.5 \rightarrow 91

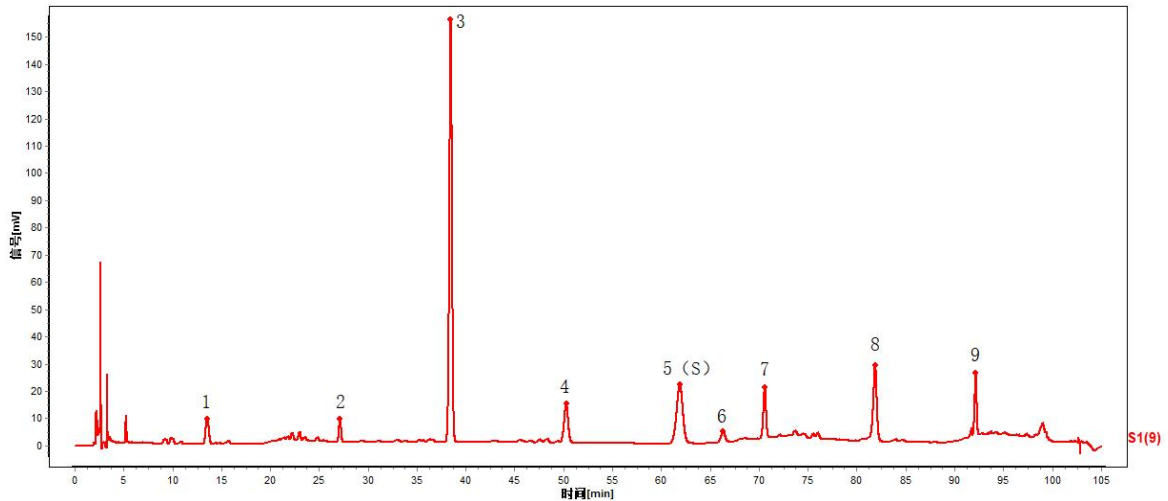
15~17	9→12	91→88
17~25	12→13	88→87
25~40	13→15	87→85
40~60	15	85
60~70	15→20	85→80
70~85	20	80
85~95	20→30	80→70
95~100	30→90	70→10
100~100.1	90→7.5	10→92.5
100.1~105	7.5	92.5

参照物溶液的制备 取肉苁蓉（肉苁蓉）对照药材 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入水 50ml，加热回流 45 分钟，取出，放冷，滤过，滤液蒸干，加入 50%甲醇 50ml，密塞，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。取松果菊苷、毛蕊花糖苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇溶液分别制成每 1ml 各含 0.2mg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.75g，置具塞锥形瓶中，加入 50%甲醇 50ml，密塞，摇匀，超声处理（功率 300W，频率 35kHz）30 分钟，放冷，摇匀，静置，取上清液，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液 10 μ l 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 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中 9 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 3、5 应与松果菊苷、毛蕊花糖苷对照品参照物峰的保留时间相对应，与毛蕊花糖苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为 0.22（峰 1）、0.44（峰 2）、0.81（峰 4）、1.07（峰 6）、1.14（峰 7）、1.32（峰 8）、1.49（峰 9）。与毛蕊花糖苷对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 4、8 与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定范围之内，规定值为：不低于 0.15（峰 4）、0.26（峰 8）。



对照特征图谱

峰 3: 松果菊苷; 峰 5 (S): 毛蕊花糖苷

色谱柱: ZORBAX Eclipse Plus C18, 4.6mm×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 17.0%。

【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; 以甲醇为流动相 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; 检测波长为 330nm。理论板数按松果菊苷峰计算应不低于 3000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~17	26.5	73.5
17~20	26.5→29.5	73.5→70.5
20~40	29.5	70.5
40~45	29.5→90	70.5→10
45~45.1	90→26.5	10→73.5
45.1~50	26.5	73.5

对照品溶液的制备 取松果菊苷对照品、毛蕊花糖苷对照品适量, 精密称定, 加 50%甲醇制成每 1ml 含松果菊苷 80 μ g、毛蕊花糖苷 20 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 50%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，加 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，静置，取上清液，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 含松果菊苷（C₃₅H₄₆O₂₀）和毛蕊花糖苷（C₂₉H₃₆O₁₅）的总量为 2.8 mg~19.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿