

附件 2： 龙葵配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

龙葵配方颗粒

Longkui Peifangkeli

【来源】 本品为茄科植物龙葵 *Solanum nigrum* L. 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】 取龙葵饮片5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为11%~18%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取0.2g，加乙醇30ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取龙葵对照药材2g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇30ml，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，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-氨水（6：3：1.5：1.5：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，置紫外光灯（365nm）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0.01%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0.3ml；柱温为40 $^{\circ}$ C；检测波长为325nm。理论板数按绿原酸峰计应不少于5000。

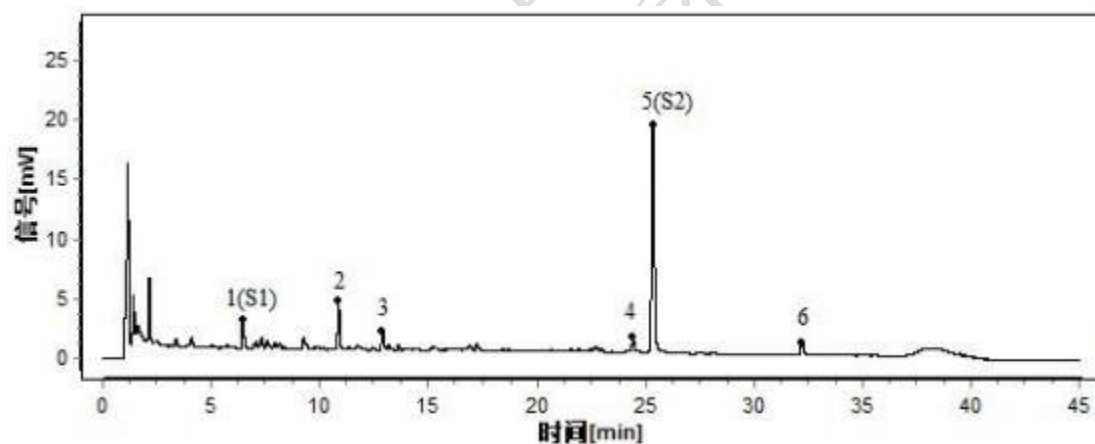
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~19	6→20	94→80
19~35	20→30	80→70
35~39	30→60	70→40
39~45	60	40

参照物溶液的制备 取龙葵对照药材1g，加80%甲醇25ml，超声处理（功率250W，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。另取绿原酸对照品、咖啡酸乙酯对照品适量，加甲醇制成每1ml各含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6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应。其中峰1、峰5应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为S1峰，计算峰2、峰3与S1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1.64（峰2）、1.94（峰3）。与咖啡酸乙酯参照物峰相对应的峰为S2峰，计算峰4、峰6与S2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0.97（峰4）、1.27（峰6）。



对照特征图谱

峰1（S1）：绿原酸；峰5（S2）：咖啡酸乙酯

参考色谱柱：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】 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27.0%。

【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 以苯基键合亚乙基桥杂化颗粒或苯基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-1mmol/L磷酸氢二钠溶液（38：62）为流动相；流速为每分钟0.8ml；柱温为25℃；检测波长为203nm。理论板数按澳洲茄碱峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取澳洲茄碱对照品、澳洲茄边碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含100μg的溶液，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80%甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用80%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1g含澳洲茄碱（ $C_{45}H_{73}NO_{16}$ ）和澳洲茄边碱（ $C_{45}H_{73}NO_{15}$ ）的总量应为10.0mg~38.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片5.5g

【贮藏】 密封。