

广东王不留行配方颗粒

Guangdongwangbuliuxing Peifangkeli

【来源】 本品为桑科植物薜荔 *Ficus pumila* L. 的干燥隐头花序托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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《广东省中药材标准》第三册“广东王不留行”项下规定的方法炮制。

【制法】 取广东王不留行饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12.5%~21.0%），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】 本品为浅棕色至红棕色的颗粒；气微，味淡、微涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 2g，加水 80ml，加热回流 30 分钟，趁热离心（转速为每分钟 4000 转）5 分钟，取上清液，通过 D101 型大孔吸附树脂柱（内径为 1.5cm，柱高为 12cm），用水 160ml 洗脱，弃去水液，再用 20%乙醇 120ml 洗脱，弃去洗脱液，继用 40%乙醇 160ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取广东王不留行对照药材 3g，加水 80ml，同法制成对照药材溶液。再取芦丁对照品，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，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水（8：1：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，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）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%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 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 300nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
|--------|---------|---------|
| 0~5 | 4→6 | 96→94 |
| 5~10 | 6 | 94 |
| 10~14 | 6→11 | 94→89 |
| 14~16 | 11→18 | 89→82 |
| 16~22 | 18 | 82 |
| 22~26 | 18→75 | 82→25 |

广东省中药配方颗粒质量标准

26~30

75→95

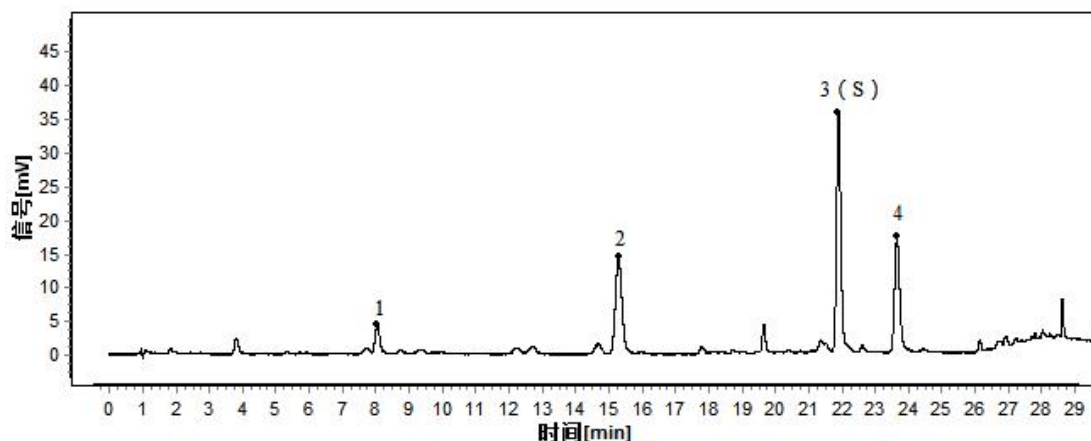
25→5

参照物溶液的制备 取广东王不留行对照药材 0.5g，加 70%甲醇 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含新绿原酸 0.1mg、绿原酸 15 μ g、隐绿原酸 0.1mg 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 0.2g，加 70%甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2~峰 4 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 S 峰，计算峰 1 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 0.35（峰 1）。



对照特征图谱

峰 2：新绿原酸；峰 3 (S)：绿原酸；峰 4：隐绿原酸

参考色谱柱：HSS T3 C18，2.1mm \times 100mm，1.8 μ m

【检查】 溶性 照颗粒剂溶性检查方法（中国药典 2020 年版通则 0104）检查，加热水 200ml，搅拌 5 分钟（必要时加热煮沸 5 分钟），立即观察，应全部溶化或轻微浑浊，不得有焦屑或异物。

其他 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）；以甲醇为流动相 A，以 1%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 0.8ml；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 340nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于 3000。

广东省中药配方颗粒质量标准

| 时间(分钟) | 流动相A(%) | 流动相B(%) |
|--------|---------|---------|
| 0~16 | 32 | 68 |
| 16~18 | 32→40 | 68→60 |
| 18~20 | 40→45 | 60→55 |
| 20~35 | 45 | 55 |

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、芦丁对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含绿原酸 50 μ g、芦丁 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 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用 50%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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）应为 2.5mg~10.5mg；含芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）应为 0.3mg~2.2mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。