

广东土牛膝配方颗粒

Guangdongtuniuxi Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物华泽兰 *Eupatorium chinense* L. 的干燥根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》（第一册）“广东土牛膝”项下规定的方法炮制。

【制法】 取广东土牛膝饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 32%~66%），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】 本品为浅黄棕色至灰褐色的颗粒；气微，味微辛、苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 4g，加甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取广东土牛膝对照药材 4g，加水 80ml，煎煮 30 分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣加甲醇 50ml，同法制成对照药材溶液。再取泽兰素对照品，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 10 μ l、对照药材溶液 20 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯（9：1）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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以乙腈为流动相 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 40 $^{\circ}$ C；检测波长为 240nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~16	12→38	88→62
16~17	38→93	62→7
17~22	93→96	7→4

内标溶液的制备 取槲皮素对照品适量，加 70%甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

参照物溶液的制备 取广东土牛膝对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤

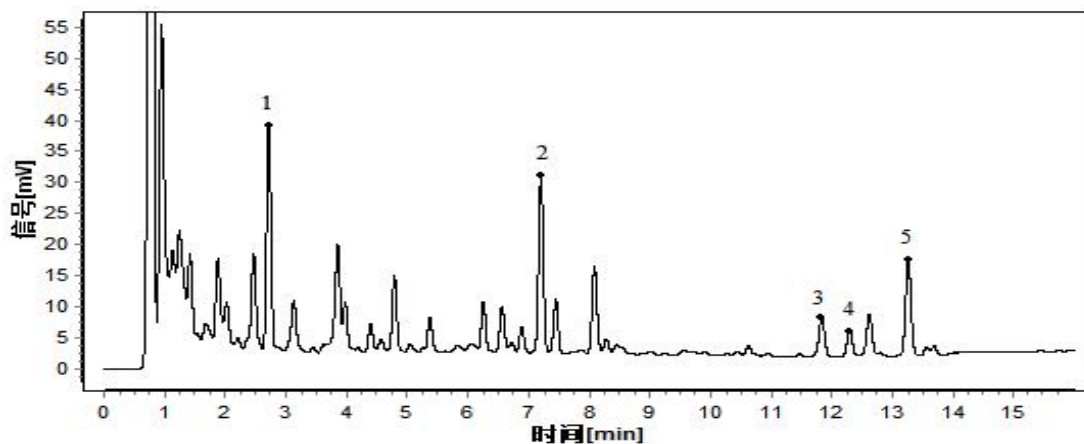
广东省中药配方颗粒质量标准

液蒸干，残渣加 70% 甲醇 10ml，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。另精密吸取内标溶液 1ml，置 5ml 量瓶中，用 70% 甲醇稀释至刻度，作为对照品参照物溶液。

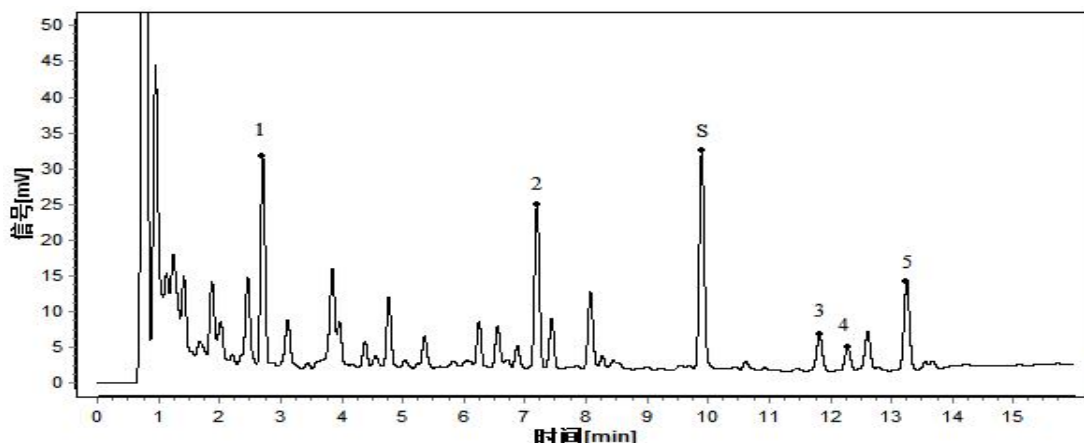
供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.5g，加 70% 甲醇 10ml，超声处理 30 分钟（功率 300W，频率 40kHz），放冷，摇匀，滤过，取续滤液，备用，再精密吸取内标溶液 1ml，置 5ml 量瓶中，用上述稀释至刻度，摇匀，即得。

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 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。与槲皮素参照物峰（内标）保留时间相对应的峰为 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：0.27（峰 1）、0.73（峰 2）、1.19（峰 3）、1.24（峰 4）、1.34（峰 5）。



对照特征图谱（无内标）



对照特征图谱（有内标）

峰 S: 槲皮素（内标）

参考色谱柱: CORTECS T3, 2.1mm \times 100mm, 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）。

【含量测定】 对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加 50% 乙醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，即得。

广东省中药配方颗粒质量标准

标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液 1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml，分别置 25ml 量瓶中，加水至 6ml，加 5%亚硝酸钠溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟，加 10%硝酸铝溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟，加 4%氢氧化钠溶液 10ml，加水至刻度，摇匀，放置 15 分钟。以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 510nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%乙醇 25ml，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 50%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密吸取续滤液 10ml，置 25ml 量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“5%亚硝酸钠溶液 1ml”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的浓度（ $\mu\text{g/ml}$ ），计算，即得。

本品每 1g 含总黄酮以芦丁（ $\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}$ ）计应为 3.0mg~16.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。