

## 油松节（油松）配方颗粒

Yousongjie(Yousong) Peifangkeli

**【来源】** 本品为松科植物油松 *Pinus tabulaeformis* Carr. 的干燥瘤状节或分枝节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】** 取油松节（油松）饮片 20000g，加水煎煮，同时提取挥发油适量（以 $\beta$ -环糊精包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2.4%~4.6%），加入挥发油包合物，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】** 本品为棕黄色至棕色的颗粒；气特异，味微苦辛。

**【鉴别】** 取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 15ml 超声 30 分钟，过滤蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液；另取银松素单甲醚对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。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 7 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯-甲酸（6：2：0.3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以显色剂香草醛硫酸试液，晾干。供试品色谱中，在与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。

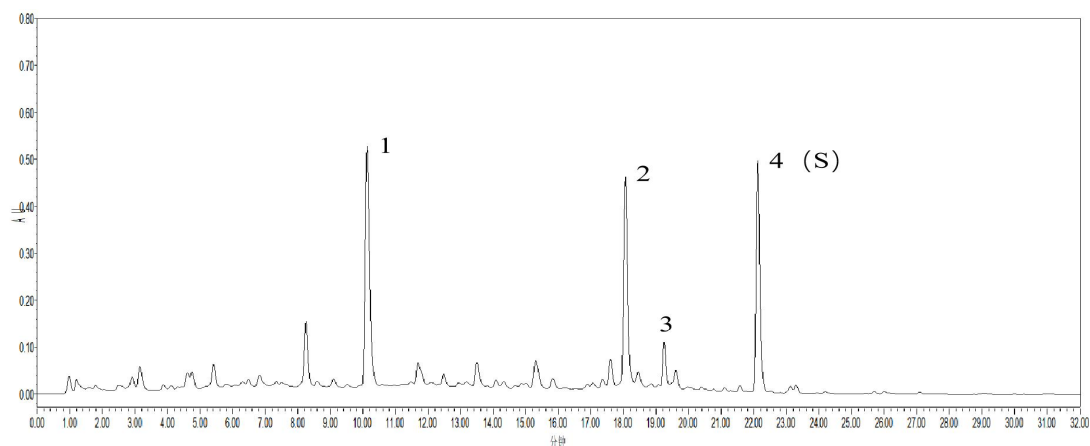
**色谱条件与系统适用性试验** 检测波长为 280nm，其余同〔含量测定〕项。

**参照物溶液的制备** 取油松节（油松）对照药材 0.5g，加 70%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取银松素单甲醚对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 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 2 $\mu$ 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 4 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与银松素单甲醚参照峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 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：0.47（峰 1）、0.82（峰 2）、0.87（峰 3）。

# 广东省中药配方颗粒质量标准



对照特征图谱

峰 4 (S): 银松素单甲醚

参考色谱柱: BEH C18, 2.1mm×100mm, 1.7μm

【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 50ml，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 30.0%。

【含量测定】 挥发油 照挥发油测定法（通则 2204）测定。

本品含挥发油含量应为 0.6%~1.7%（ml/g）。

【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 1.7μm）；以 0.1%甲酸为流动相 A，乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml；柱温 35℃；检测波长为 308nm。理论塔板数按银松素单甲醚峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~4	88→79	12→21
4~8	79→75	21→25
8~10	75→70	25→30
10~11	70	30
11~15	70→65	30→35
15~17	65→55	35→45
17~22	55→45	45→55
22~25	45→35	55→65
25~30	35	65

对照品溶液的制备 取银松素单甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加 70%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，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 2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

## 广东省中药配方颗粒质量标准

---

本品每 1g 含银松素单甲醚 ( $C_{15}H_{14}O_2$ ) 应为 3.0mg~7.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g

**【贮藏】** 密封。