

广西壮族自治区 中药配方颗粒质量标准

DYB45-PFKLxxxx-2024

龙葵配方颗粒（公示稿）

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。

【生产用饮片的炮制】 应按照国家药典 1977 年版一部“龙葵”项下规定的方法炮制。

【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 \rightarrow 20	94 \rightarrow 80
19~35	20 \rightarrow 30	80 \rightarrow 70
35~39	30 \rightarrow 60	70 \rightarrow 40
39~45	60	40

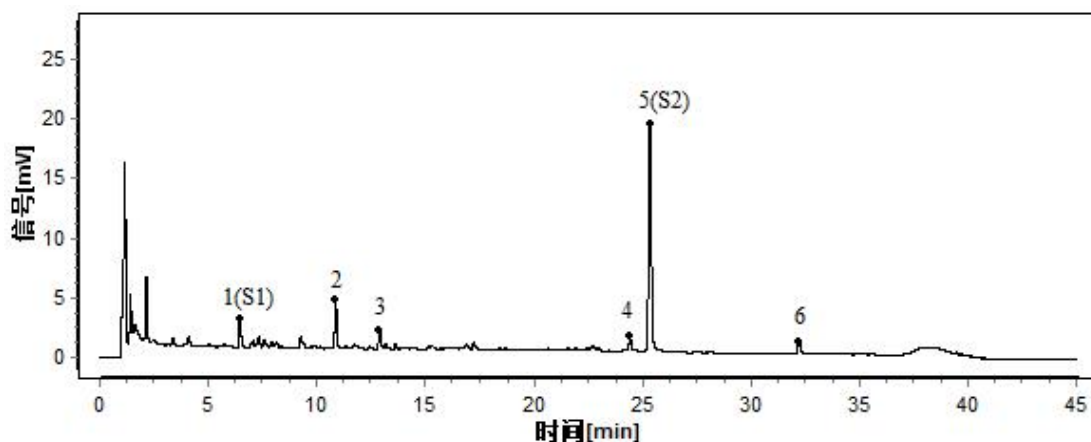
参照物溶液的制备 取龙葵对照药材 1g，加 80%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、咖啡酸乙酯对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 40 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

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。

广西壮族自治区中药配方颗粒质量标准

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰, 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 $^{\circ}$ C; 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 100 μ g 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 10 μ l, 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

广西壮族自治区中药配方颗粒质量标准

【贮藏】 密封。