

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021115

生地黄配方颗粒

Shengdihuang Peifangkeli

【来源】 本品为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的干燥块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。

【制法】 取生地黄饮片 1400g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 40%~70%), 加辅料适量, 干燥(或干燥, 粉碎), 再加辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为灰棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味甜。

【鉴别】 (1) 取本品 0.5g, 研细, 加甲醇 20ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取梓醇对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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, 吸取上述两种溶液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-水(14:8:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以茴香醛试液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。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。

(2) 取本品 1g, 研细, 加水 10ml 使溶解, 用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次, 每次 10ml, 合并正丁醇液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取地黄(生地黄) 对照药材 1g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液浓缩至 10ml, 同法制成对照药材溶液。再取毛蕊花糖苷对照品, 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, 吸取供试品溶液和对照药材溶液各 2~5 μ l、对照品溶液 2 μ l, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以甲醇-冰醋酸-水(2:1:7) 为展开剂, 取出, 晾干, 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); 以乙腈为流动相 A, 以 0.1% 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 0.3ml; 柱温为 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 330nm。理论板数按毛蕊花糖苷峰计算应不低于 5000。

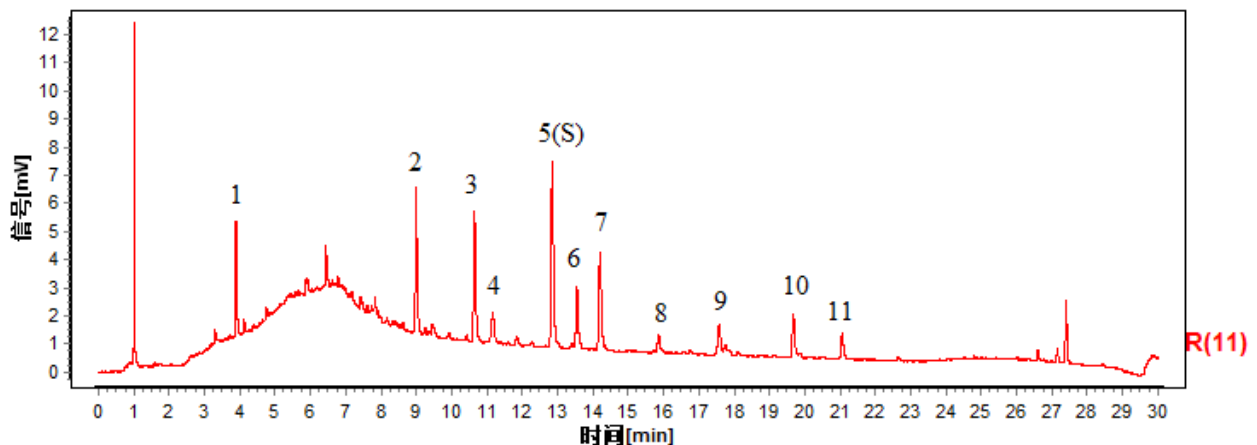
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	0 \rightarrow 14	100 \rightarrow 86
5~15	14 \rightarrow 22	86 \rightarrow 78
15~22	22 \rightarrow 30	78 \rightarrow 70
22~28	30 \rightarrow 100	70 \rightarrow 0
28~30	100 \rightarrow 0	0 \rightarrow 100

参照物溶液的制备 取地黄（生地黄）对照药材1g，置具塞锥形瓶中，加入甲醇100ml，加热回流1.5小时，放冷，摇匀，滤过，精密量取续滤液50ml，回收溶剂至近干，残渣用乙腈-0.1%醋酸溶液（16：84）混合溶液溶解，转移至5ml量瓶中，加乙腈-0.1%醋酸溶液（16：84）混合溶液至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取毛蕊花糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含10 μ g的溶液，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，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入30%甲醇20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）20分钟，放冷，再称定重量，用30%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液1 μ l与供试品溶液4 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现11个特征峰，应与对照药材参照物色谱中11个特征峰的保留时间相对应，其中峰5应与毛蕊花糖苷对照品参照物峰的保留时间相一致。与毛蕊花糖苷参照物峰相应的峰为S峰，计算峰2~峰11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：0.70（峰2）、0.83（峰3）、0.87（峰4）、1.05（峰6）、1.11（峰7）、1.23（峰8）、1.37（峰9）、1.53（峰10）、1.64（峰11）。



对照特征图谱

峰2：洋地黄叶苷 C；峰3：焦地黄苯乙醇苷 A1；峰5（S）：毛蕊花糖苷

峰6：焦地黄苯乙醇苷 B1；峰7：异毛蕊花糖苷

色谱柱：HSS T3 C18，2.1mm \times 100mm，1.8 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】 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，用乙醇作溶剂，不得少于12.0%。

【含量测定】 梓醇 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2.2 μ m）；以乙腈-0.1%磷酸溶液（1：99）为流动相；流速为每分钟0.4ml；检测波长为210nm。理论板数按梓醇峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取梓醇对照品适量，精密称定，加流动相制成每1ml含50 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇

25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，浓缩至近干，残渣用流动相溶解，转移至 10ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含梓醇（C₁₅H₂₂O₁₀）应为 6.0mg~48.0mg。

地黄苷 D 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；以甲醇-0.1%磷酸（5：95）为流动相；检测波长为 203nm。理论板数按地黄苷 D 峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取地黄苷 D 对照品适量，精密称定，加 25%甲醇制成每 1ml 含 70 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.7g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 25ml，密塞，称定重量，充分振摇 30 分钟，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 1 μ l 与供试品溶液 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含地黄苷 D（C₂₇H₄₂O₂₀）应为 1.30mg ~ 3.20mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.4g

【贮藏】 密封。