

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021136

盐杜仲配方颗粒

Yanduzhong Peifangkeli

【来源】 本品为杜仲科植物杜仲 *Eucommia ulmoides* Oliv. 的干燥树皮的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】 取盐杜仲饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~20%），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】 本品为灰褐色至深棕褐色的颗粒；气微，味微咸、微苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加 2mol/L 盐酸溶液 30ml，加热回流 30 分钟，立即冷却，用乙醚振摇提取 3 次，每次 10ml，合并乙醚液，挥干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取杜仲对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 2mol/L 盐酸溶液 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 10 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（9：2：0.2）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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

【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 1.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2% 甲酸溶液为流动相 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 254nm。理论板数按松脂醇二葡萄糖苷峰计算应不低于 10000。

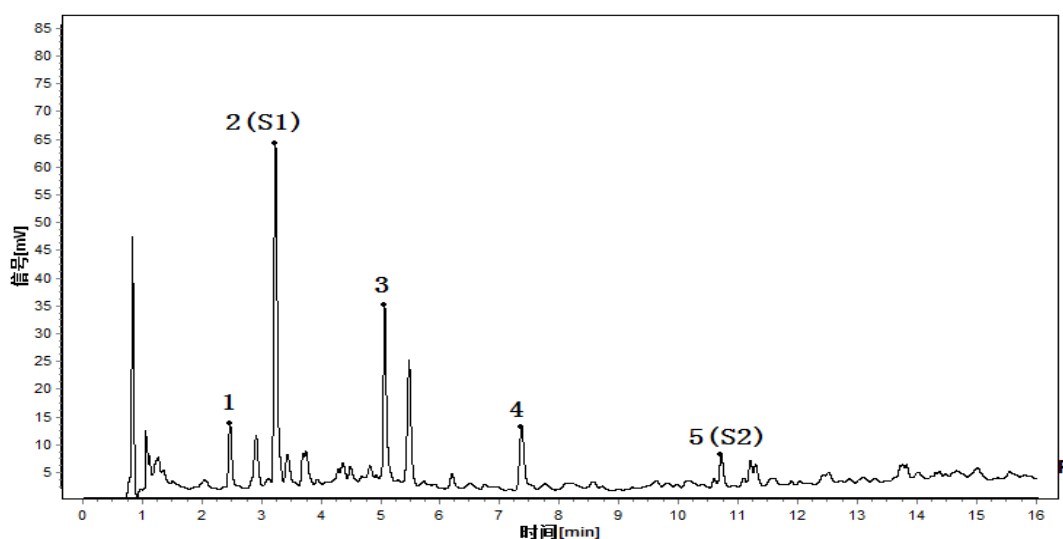
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	3 \rightarrow 10	97 \rightarrow 90
3~6	10	90
6~15	10 \rightarrow 20	90 \rightarrow 80
15~17	20 \rightarrow 55	80 \rightarrow 45
17.01~20	3	97

参照物溶液的制备 取杜仲对照药材 1.0g，置具塞锥形瓶中，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。另取京尼平苷酸对照品、松脂醇二葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 100 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同（含量测定）项下。

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 4 个特征峰保留时间相对应，其中 2 个峰应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应。与京尼平苷酸参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1 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：0.79（峰 1）；与松脂醇二葡萄糖苷参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 3、峰 4 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：0.49（峰 3）、0.69（峰 4）；计算峰 1、峰 2、峰 3 与 S2 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定范围内，规定范围为：0.6~15.7（峰 1）、5.7~46.7（峰 2）、2.4~10.0（峰 3）。



对照特征图谱

峰 2 (S1)：京尼平苷酸；峰 3：绿原酸；峰 5 (S2)：松脂醇二葡萄糖苷
色谱柱：Acquity BEH C18, 2.1mm \times 100mm, 1.7 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 30.0%。

【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 50mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 40 $^{\circ}$ C；检测波长为 277nm。理论板数按松脂醇二葡萄糖苷峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1.5	15 \rightarrow 24	85 \rightarrow 76
1.5~2	24 \rightarrow 25	76 \rightarrow 75
2~6.5	25	75
6.5~8	25 \rightarrow 40	75 \rightarrow 60
8~10	40	60

对照品溶液的制备 取松脂醇二葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.25mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.6g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 50ml，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含松脂醇二葡萄糖苷（ $C_{32}H_{42}O_{16}$ ）应为 6.0mg~13.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。