

木贼配方颗粒

Muzei Peifangkeli

【来源】 本品为木贼科植物木贼 *Equisetum hyemale* 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。

【制法】 取木贼饮片 5500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 10%~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】 本品为浅黄棕色至黄棕色的颗粒; 气微, 味苦。

【鉴别】 (1) 取本品 1g, 研细, 加 80%甲醇 50ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 20ml 使溶解, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 20ml, 弃去乙醚液, 水液加盐酸 5ml, 加热回流 1 小时, 取出, 立即冷却, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙醚液, 用水 10ml 洗涤, 弃去水液, 乙醚液用铺有适量无水硫酸钠的滤纸滤过, 滤液挥干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取木贼对照药材 2g, 加水 100ml, 煮沸 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 80%甲醇 50ml, 同法制成对照药材溶液。再取山柰酚对照品, 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, 吸取上述三种溶液各 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(8:7:0.4) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 3%三氯化铝乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 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, 显相同颜色的荧光主斑点。

(2) 取本品 0.3g, 研细, 加 75%乙醇 25ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取木贼对照药材 3g, 加水 100ml, 煮沸 60 分钟, 离心, 取上清液蒸干, 残渣加 75%乙醇 25ml, 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 8~10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(6:6:2:0.3) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5%三氯化铝乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 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 1.8 μ m), 检测波长为 295nm; 其余同(含量测定)山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷项。

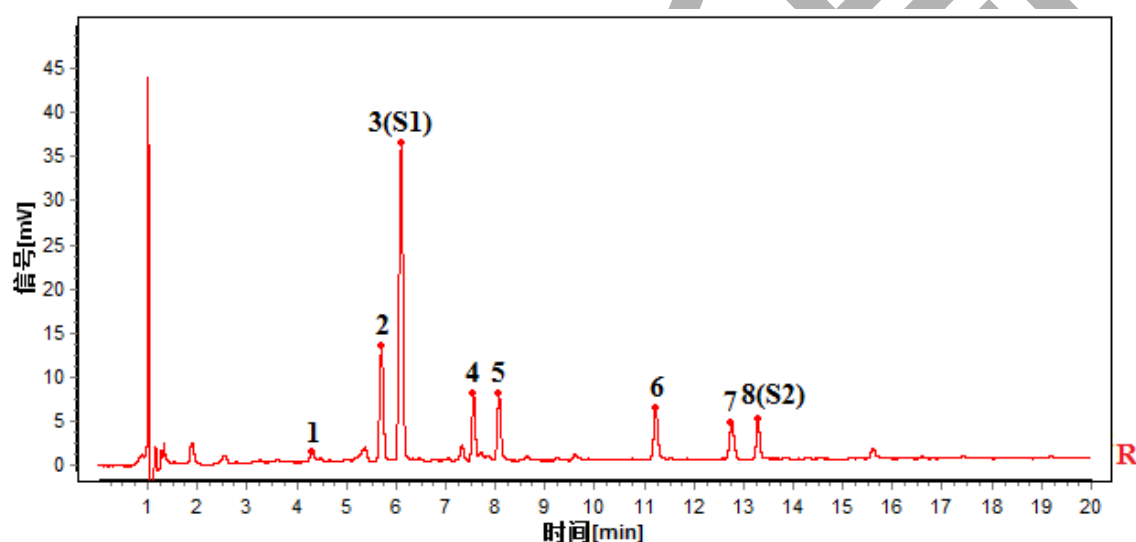
参照物溶液的制备 取木贼对照药材约 0.75g, 置具塞锥形瓶中, 加 50%乙醇 100ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 摇匀, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取山柰酚-3-*O*-槐二

糖-7-*O*-葡萄糖苷对照品、山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 80 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〕山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷项。

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。

供试品色谱中应呈现8个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的8个特征峰保留时间相对应，其中峰3、峰8应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应；与山柰酚-3-*O*-槐二糖-7-*O*-葡萄糖苷对照品参照物峰相对应的峰为S1峰，计算峰1~2、峰4~5与S1峰的相对保留时间；与山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷对照品参照物峰相对应的峰为S2峰，计算峰6、峰7与S2峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.71（峰1）、0.93（峰2）、1.24（峰4）、1.31（峰5）、0.84（峰6）、0.96（峰7）；计算峰3与S2峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：不得小于3.0（峰3）。



对照特征图谱

峰 2: (*E*)-阿魏酸-4-*O*-葡萄糖苷；峰 3 (S1): 山柰酚-3-*O*-槐二糖-7-*O*-葡萄糖苷；

峰 8 (S2): 山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷

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】 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 23.0%。

【含量测定】山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷 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 0.1%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 0.30ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 265nm。理论板数按山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷峰计算应不低于 6000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~20	7→25	93→75

对照品溶液的制备 取山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷对照品适量,精密称定,加 10%甲醇制成每 1ml 含 10 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 75%乙醇 50ml,称定重量,加热回流 60 分钟,放冷,再称定重量,用 75%乙醇补足减失的重量,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 含山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷(C₂₇H₃₀O₁₆)应为 2.0mg~6.0mg。

山柰酚 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%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 0.30ml;柱温为 30 $^{\circ}$ C;检测波长为 365nm。理论板数按山柰酚峰计算应不低于 8000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~18	2→45	98→55

对照品溶液的制备 取山柰酚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取(含量测定)山柰酚-3-*O*- β -D-槐糖苷项下的供试品溶液 20ml,加盐酸 5ml,置水浴中加热水解 60 分钟,放冷,转移至 50ml 量瓶中,用 75%乙醇稀释至刻度,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 1 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含山柰酚(C₁₅H₁₀O₆)应为 10.0mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.5g

【贮藏】 密封。