

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230036

枸杞子配方颗粒

Gouqizi Peifangkeli

【来源】 本品为茄科植物宁夏枸杞 *Lycium barbarum* L. 的干燥成熟果实经炮制并按标准汤剂主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取枸杞子饮片 1200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 41.7%~58.3%），加辅料适量，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】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味甜。

【鉴别】 取本品 0.2g，加水 20ml 使溶解，滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 15ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取枸杞子对照药材 0.5g，加水 50ml，煮沸 20 分钟，放冷，滤过，滤液浓缩至约 20ml，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，吸取供试品溶液 10 μ l，对照药材溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-三氯甲烷-甲酸（3：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（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。

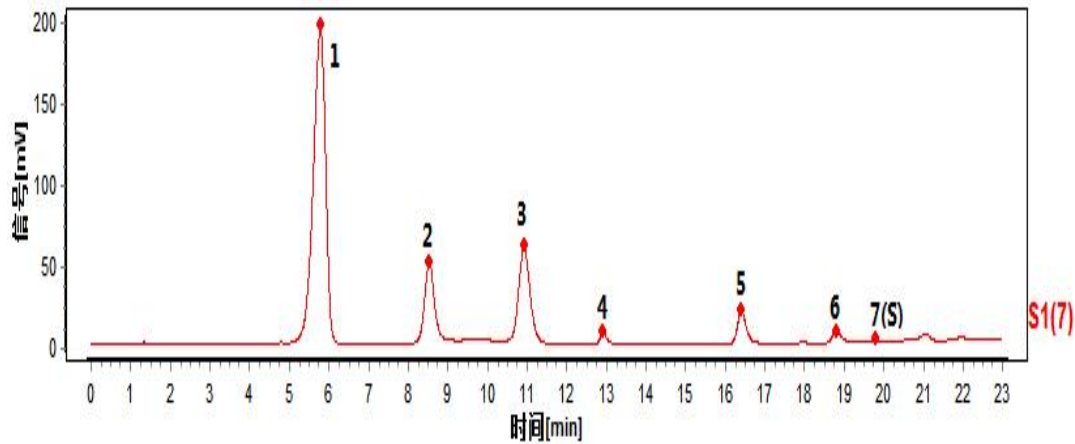
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）果糖、D-葡萄糖、蔗糖总量项。

参照物溶液的制备 取枸杞子对照药材 0.3g，置具塞锥形瓶中，加入 70%甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取（含量测定）果糖、D-葡萄糖、蔗糖总量项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取甜菜碱对照品适量，加 70%甲醇制成每 1ml 含 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）果糖、D-葡萄糖、蔗糖总量项。

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 7 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱峰中的 7 个特征峰保留时间相对应; 其中峰 1、峰 2、峰 3、峰 4、峰 7 的保留时间应与果糖、D-葡萄糖、甜菜碱、蔗糖对照品参照物峰的保留时间相对应。与蔗糖参照物相应的峰为 S 峰, 计算峰 5、峰 6 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: 0.84 (峰 5)、0.96 (峰 6)。



对照特征图谱

峰 1: 果糖; 峰 2、3: D-葡萄糖; 峰 4: 甜菜碱; 峰 7: 蔗糖

色谱柱: Poroshell 120 HILIC-Z, 2.1mm \times 100mm, 2.7 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】 照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法 (中国药典 2020 年版通则 2201) 测定, 用乙醇作溶剂, 不得少于 25.0%。

【含量测定】 甜菜碱 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-醋酸铵溶液 (0.02mol/L 的醋酸铵溶液用冰醋酸调节 pH 至 3) (86:14) 为流动相; 流速为每分钟 0.40ml, 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 蒸发光散射检测器检测。理论板数按甜菜碱峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取甜菜碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含甜菜碱 160 μ g 的溶液, 摇匀, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50%甲醇 50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 50%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 1 μ l、2 μ l，供试品溶液 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含甜菜碱（C₅H₁₁NO₂）应为 3.0mg~25.0mg。

果糖、D-葡萄糖、蔗糖总量 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 以两性离子型亲水相互作用硅胶为填充剂（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 2.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.01mol/L 醋酸铵溶液（醋酸调 pH 值至 4）为流动相 B，以水为流动相 C，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；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按果糖峰计算应不低于 1000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）	流动相 C（%）
0~9	95	5	0
9~10	95→90	5→10	0
10~22	90→84	10→16	0
22~23	84	16	0
23~23.1	84	16→0	0→16
23.1~25	84	0	16
25~27	84→95	0	16→5
27~27.1	95	0→5	5→0
27.1~31	95	5	0

对照品溶液的制备 分别取果糖对照品、D-葡萄糖对照品、蔗糖对照品适量，精密称定，置量瓶中，加 70%甲醇溶解并制成每 1ml 含果糖 8mg、D-葡萄糖 7mg、蔗糖 0.5mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）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 0.5 μ l、1.0 μ l，供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含果糖（C₆H₁₂O₆）、D-葡萄糖（C₆H₁₂O₆）和蔗糖（C₁₂H₂₂O₁₁）总量，应为 250.0mg~600.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.2g

【贮藏】 密封。