

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230135

谷精草配方颗粒

Gujingcao Peifangkeli

【来源】 本品为谷精草科植物谷精草 *Eriocaulon buergerianum* Koern. 的干燥带花茎的头状花序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】 取谷精草饮片 7100g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8%~14%），干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g 颗粒，即得。

【性状】 本品为灰棕色至棕褐色颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加水 20ml 使溶解，加乙酸乙酯 20ml 振摇提取，取乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取谷精草对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 20ml，加乙酸乙酯 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，吸取上述供试品溶液 10 μ l、对照药材溶液 20 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（6:4:0.2）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。

色谱条件及系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长 150mm，内径 2.1mm，粒径 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.3%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 33 $^{\circ}$ C；检测波长为 260nm。理论板数按香草酸峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0→5	1	99
5→32	1~16	99~84

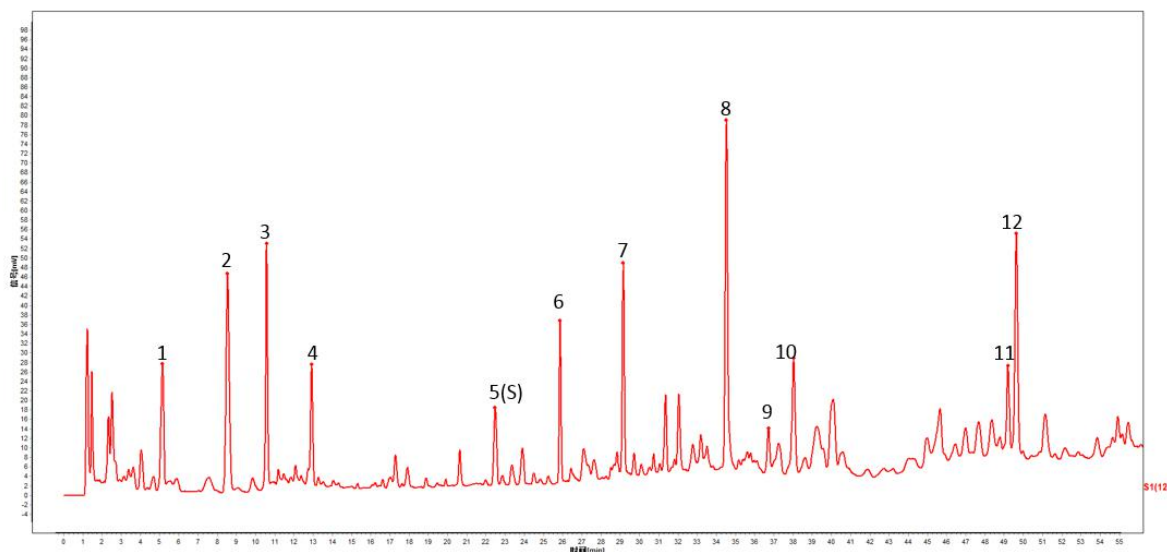
32→40	16~17	84~83
40→45	17~21	83~79
45→50	21~23	79~77
50→55	23~27	77~73

参照物溶液的制备 取谷精草对照药材 2.0g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，加热回流 100 分钟，滤过，60℃ 旋蒸蒸干，残渣加 50% 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。取尿苷、鸟苷、腺苷、香草酸对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 各含 20 μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取（含量测定）香草酸项下的供试品溶液。

测定法 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 1 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 12 个特征峰，并与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应，其中 4 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与香草酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 4、峰 6、峰 7、峰 8、峰 9、峰 10、峰 11、峰 12 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 ±10% 范围之内，规定值为：0.56（峰 4）、1.15（峰 6）、1.29（峰 7）、1.53（峰 8）、1.63（峰 9）、1.69（峰 10）、2.16（峰 11）、2.18（峰 12）。



对照特征图谱

峰 1：尿苷；峰 2：腺苷；峰 3：鸟苷；峰 4：原儿茶酸；峰 5 (S)：香草酸；峰 9：芦丁

色谱柱：ACQUITY UPLC[®]HSS T3, 2.1mm×150mm, 1.8 μm

【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，应不得少于 22.0%。

【含量测定】总黄酮 照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则 0401）测定。

对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加 60%乙醇制成每 1ml 含 1.0mg 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 2.0ml、1.6ml、1.2ml、0.8ml、0.4ml、0.2ml，分别置于 25ml 容量瓶中，加水补至 6ml，加 5%NaNO₂ 溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟；加 10% Al(NO₃)₃ 溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟；再加 NaOH 试液 10ml，用 60%乙醇定容至刻度，摇匀，放置 15 分钟，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则 0401），在 510nm 波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置 50ml 锥形瓶中，精密加入 60%乙醇 25ml，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用 60%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，作为供试品溶液。精密量取供试品溶液 2ml，置于 25ml 容量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加水补至 6ml”起，依法测定吸光度，以相应的试剂为空白。从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的量，计算，即得。

本品每 1g 含总黄酮以芦丁（C₂₇H₃₀O₁₆）计，应为 50.0mg~100.0mg。

香草酸 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版 通则 0512）测定。

色谱条件及系统适用性参数 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长 150mm，内径 2.1mm，粒径 1.7 μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.3%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 33° C；检测波长为 260nm。理论板数按香草酸峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0→20	10	90
20→23	10~100	90~0
23→25	100~10	0~90

对照品溶液的制备 取香草酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 20μg

的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，称取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，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和供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含香草酸（ $C_8H_8O_4$ ）应为 0.20mg~0.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.1g。

【贮藏】 密封。