

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230141

建曲配方颗粒

Jianqu Peifangkeli

【来源】 本品为辣子草、苍耳草等二十三味的加工品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】 取建曲饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 21%~39%），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】 本品为灰黄色至灰褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 （1）取本品 3g，研细，加甲醇 100ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml，加热使溶解，滤过，滤液加乙酸乙酯振摇提取两次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作供试品溶液。取橙皮苷对照品，加甲醇制成饱和溶液，作为对照品溶液。另取青蒿对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l，对照药材溶液 1 μ l，分别点于同一用 0.5%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（100：17：13）为展开剂，展开，展距约 4cm，取出，晾干；再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水（20：10：1：1）的上层溶液为展开剂，展开，展距约 8cm，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。喷以 1%三氯化铝乙醇液，置紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（2）取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用乙醚振摇提取两次，每次 20ml，弃去乙醚液，再用乙酸乙酯振摇提取两次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取柚皮苷对照品，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, 吸取供试品溶液 10 μ l, 对照品溶液 1 μ l, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以三氯甲烷-甲醇-丙酮-甲酸 (20: 3.5: 1.5: 0.1) 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 加热约 2 分钟, 置紫外灯 (365nm) 下检视。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 1.7 μ m); 以甲醇: 乙腈 (1:1) 为流动相 A, 以 0.1% 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 30 $^{\circ}$ C; 检测波长为 300nm。理论板数按水合氧化前胡素峰计算应不低于 5000。

| 时间 (min) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|----------|-----------|-----------|
| 0~12 | 16→18 | 84→82 |
| 12~13 | 18→28 | 82→72 |
| 13~18 | 28→30 | 72→70 |
| 18~40 | 30 | 70 |
| 40~41 | 30→42 | 70→58 |
| 41~60 | 42→56 | 58→44 |
| 60~65 | 56→90 | 44→10 |
| 65~70 | 90 | 10 |

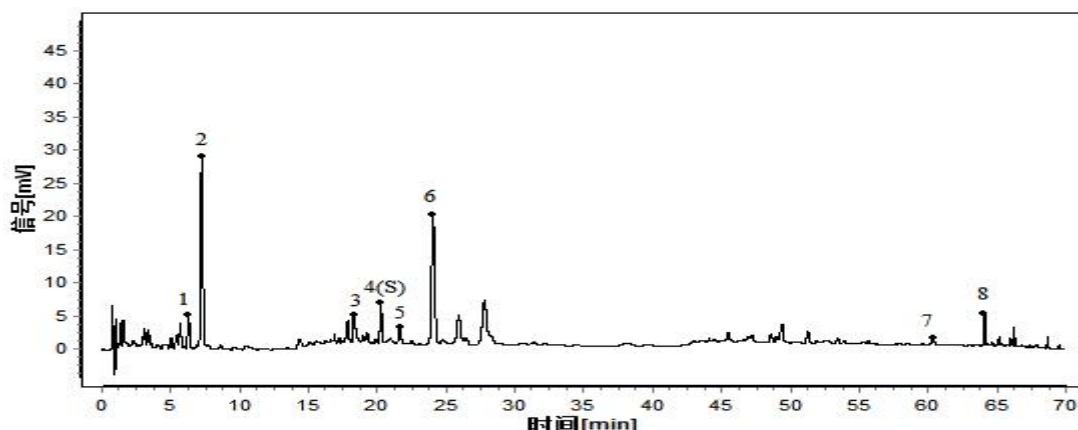
参照物溶液的制备 取建曲对照药材 1g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 乙醇 20ml, 超声处理 (功率 300W, 频率 45kHz) 30 分钟, 过滤, 蒸干, 加水 20ml 使溶解, 置分液漏斗中, 用二氯甲烷提取 2 次, 每次 20ml, 合并二氯甲烷液, 减压回收溶剂至干, 残渣加甲醇使溶解, 转移至 5ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。另取东莨菪内酯对照品、甘草素对照品、水合氧化前胡素对照品、柚皮素对照品、和厚朴酚对照品、厚朴酚对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 各含 100 μ g 的混合溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取 1g, 置具塞锥形瓶中, 加 70% 乙醇 20ml, 超声处理 (功率 300W, 频率 45kHz) 30 分钟, 滤过, 蒸干, 残渣加水 20ml 使溶解, 置分液漏斗中, 用二氯甲烷振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并二氯甲烷液, 蒸干, 残渣加甲醇 5ml 使溶解, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 2 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峰中的 8 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 1、峰 3、峰 4、峰 6、峰 7、峰 8 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应; 与水合氧化前胡素参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算峰 5 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 1.07（峰 5）。



峰 1: 东莨菪内酯; 峰 3: 甘草素; 峰 4(S): 水合氧化前胡素;
峰 6 柚皮素; 峰 7: 和厚朴酚; 峰 8: 厚朴酚

图 建曲配方颗粒对照特征图谱

参考色谱柱: BEH C18; 2.1mm×100mm, 1.7 μ m

【检查】 溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法（中国药典 2020 年版通则 0104）检查，加热水 200ml，加热煮沸 5 分钟，立刻观察，应全部溶解或轻微浑浊，不得有焦屑或异物。

其他 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 6.0%。

【含量测定】 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~1.9 μ m）；以乙腈-水（17：83）为流动相；柱温为 30℃；流速为每分钟 0.40ml；检测波长为 283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 85 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加 70%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 45kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足缺失重量，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 含橙皮苷（C₂₈H₃₄O₁₅）应在 0.70mg~5.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【贮藏】 密封。