

# 宁夏回族自治区药品监督管理局

## 中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230160

### 油松节（油松）配方颗粒

Yousongjie (Yousong) Peifangkeli

**【来源】** 本品为松科植物油松 *Pinus tabulaeformis* Carr. 的干燥瘤状节或分枝节，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】** 取油松节（油松）饮片 20000g，加水煎煮，同时提取挥发油适量（以 $\beta$ -环糊精包合，备用）滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2.1%-4.6%），加入挥发油包合物，干燥（或干燥、粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为棕黄色至棕色颗粒；气味特异，味微苦辛。

**【鉴别】** 取本品 0.5g，研细，加甲醇 15ml 超声 30 分钟，过滤蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液；另取银松素单甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，分别吸取上述供试品溶液 7 $\mu$ l，对照品溶液 7 $\mu$ l，点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯-甲酸（6:2:0.3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以显色剂香草醛硫酸试液，晾干。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 2.1mm，粒径 1.7 $\mu$ m）；以 0.1%甲酸为流动相 A，乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml；柱温 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 280nm。理论塔板数按银松素单甲醚峰计算应不低于 5000。

#### 洗脱梯度

| 时间（分钟） | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|--------|-----------|-----------|
| 0~4    | 88→79     | 12→21     |

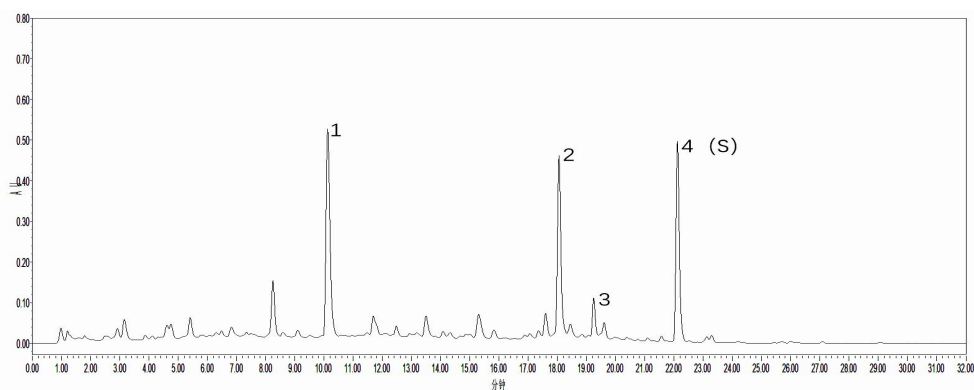
| 时间 (分钟) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|---------|-----------|-----------|
| 4~8     | 79→75     | 21→25     |
| 8~10    | 75→70     | 25→30     |
| 10~11   | 70        | 30        |
| 11~15   | 70→65     | 30→35     |
| 15~17   | 65→55     | 35→45     |
| 17~22   | 55→45     | 45→55     |
| 22~25   | 45→35     | 55→65     |
| 25~30   | 35        | 65        |

**参照物溶液的制备** 取银松素单甲醚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液,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0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加70%甲醇25ml,密塞,超声处理(功率250W,频率40kHz)30分钟,取出,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各2 $\mu$ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

供试品色谱中应呈现4个特征峰,其中峰4应与对照品参照物峰保留时间相对应,与银松素单甲醚参照峰相应的峰为S峰,计算各特征峰与S峰的相对保留时间,其相对保留时间应在规定值的 $\pm$ 10%之内。规定值为:0.47(峰1)、0.82(峰2)、0.87(峰3)。



对照特征图谱

峰4(S): 银松素单甲醚

色谱柱 BEH C18 (2.1mm\*100mm, 1.7 $\mu$ 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（《中国药典》2020年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 30.0%。

**【含量测定】挥发油** 照挥发油测定法（通则 2204）测定。本品含挥发油范围为 0.6%~1.7%（ml/g）。

**银松素单甲醚** 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 2.1mm，粒径 1.7 μm）；以 0.1%甲酸为流动相 A，乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml；柱温 35℃；检测波长为 308nm。理论塔板数按银松素单甲醚峰计算应不低于 5000。

洗脱梯度表

| 时间（分钟） | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|--------|-----------|-----------|
| 0~4    | 88→79     | 12→21     |
| 4~8    | 79→75     | 21→25     |
| 8~10   | 75→70     | 25→30     |
| 10~11  | 70        | 30        |
| 11~15  | 70→65     | 30→35     |
| 15~17  | 65→55     | 35→45     |
| 17~22  | 55→45     | 45→55     |
| 22~25  | 45→35     | 55→65     |
| 25~30  | 35        | 65        |

**对照品溶液的制备** 取银松素单甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加 70%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，以 70%甲醇补足减失重量，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 2 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含银松素单甲醚（C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>）应为 3.0mg~7.0mg。

**【规格】**每 1g 配方颗粒相当于饮片 20.0g。

**【贮藏】**密封。