

鲜地黄配方颗粒

Xiandihuang PeifangKeli

【来源】本品为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的新鲜块根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】取鲜地黄饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~20%），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】本品为灰黄色至灰棕色的颗粒；气微，味微甜、微苦。

【鉴别】取本品适量，研细，取约 0.1g，加 10ml 甲醇，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取梓醇对照品、地黄苷 D 对照品，分别加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述供试品溶液 10 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（12:8:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茴香醛试液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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】取本品适量，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 10.0%。

【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）；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 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 203nm。理论板数按地黄苷 D 峰计算应不低于 8000。

梯度洗脱表

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	0	100
5~7	0→5	100→95
7~10	5	95

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240042

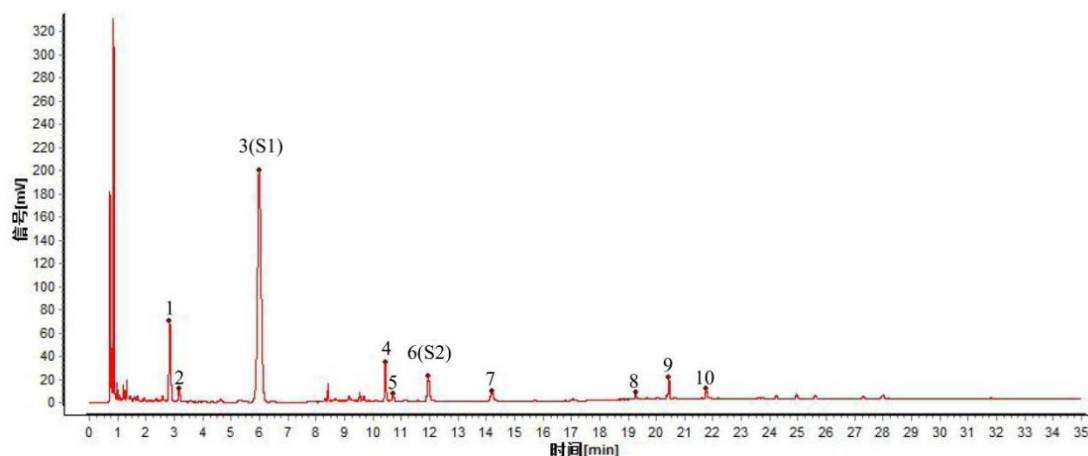
10~16	5→11	95→89
16~18	11→16	89→84
18~35	16→30	84→70

参照物溶液的制备 取梓醇、地黄苷 D、益母草苷对照品适量，精密称定，加 0.1%磷酸溶液制成每 1ml 各含 100 μ g 的混合对照品溶液，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，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 60%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）60 分钟，放冷，再称定重量，用 60%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，浓缩至近干，残渣加 0.1%磷酸溶液溶解，转移至 10ml 量瓶中，加 0.1%磷酸溶液至刻度，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰，其中 3 个峰与相对应的对照品参照物峰的保留时间相同。与梓醇参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1~峰 2 与 S1 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的 $\pm 10\%$ 之内，规定值为：0.47（峰 1）、0.53（峰 2）；与益母草苷参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 5、峰 7~峰 10 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的 $\pm 10\%$ 之内，规定值为：0.90（峰 5）、1.17（峰 7）、1.57（峰 8）、1.66（峰 9）、1.77（峰 10）。



峰 3（S1）：梓醇；峰 4：地黄苷 D；峰 6（S2）：益母草苷

鲜地黄配方颗粒对照特征图谱

色谱柱：HSS T3 C18；2.1mm \times 100mm，1.8 μ m

【含量测定】梓醇 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240042

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）；以甲醇-0.1%磷酸（1：99）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 210nm。理论板数按梓醇峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取梓醇对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 0.5mg 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 60%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 60%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，浓缩至近干，残渣加流动相溶解，转移至 10ml 量瓶中，加流动相至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含梓醇（C₁₅H₂₂O₁₀）应为 30.0mg~60.0mg。

地黄苷 D 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-0.1%磷酸（5：95）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 203nm。理论板数按地黄苷 D 峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取地黄苷 D 对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 100 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 60%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 60%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，浓缩至近干，残渣加流动相溶解，转移至 10ml 量瓶中，加流动相至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含地黄苷 D（C₂₇H₄₂O₂₀）应为 2.0mg~4.0mg。

宁夏回族自治区药品监督管理局
中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240042

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.0g。

【贮藏】 密封。

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240042
