

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021123

土茯苓配方颗粒

Tufuling Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物光叶菝葜 *Smilax glabra* Roxb. 的干燥根茎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】 取土茯苓饮片 4000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 13%~24%), 干燥(或干燥, 粉碎), 加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为浅黄棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味微甘、涩。

【鉴别】 取本品 2g, 研细, 加甲醇 20ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 5ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取土茯苓对照药材 1g, 同法制成对照药材溶液。再取落新妇苷对照品, 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 2 μ l、对照药材溶液 15 μ l、对照品溶液 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(13:32:9)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以三氯化铝试液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热 1~2 分钟, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材和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 1.8 μ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.2% 冰醋酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱, 流速为每分钟 0.4ml; 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 检测波长为 291nm。理论板数按落新妇苷峰计算应不低于 15000。

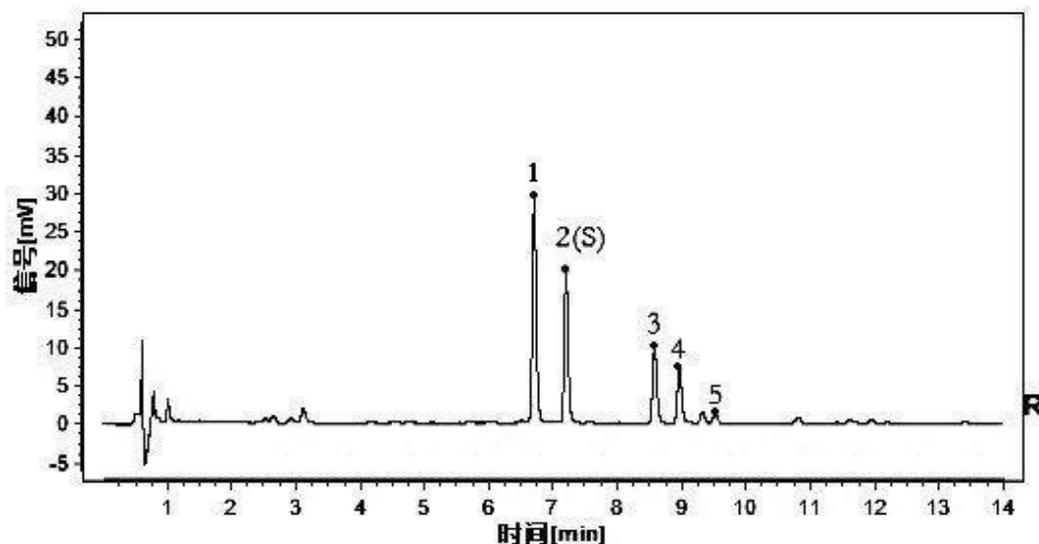
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~2	13	87
2~5	13 \rightarrow 17	87 \rightarrow 83
5~14	17 \rightarrow 23	83 \rightarrow 77

参照物溶液的制备 取土茯苓对照药材 0.8g, 置具塞锥形瓶中, 加 60% 甲醇 100ml, 加热回流 60 分钟, 取出, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取落新妇苷对照品、黄杞苷对照品适量, 精密称定, 加 60% 甲醇制成每 1ml 各含 50 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, 取约 0.1g, 置具塞锥形瓶中, 加 70% 乙醇 100ml, 超声处理(功率 300W, 频率 45kHz) 40 分钟, 取出, 放冷, 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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中 2 个峰应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与落新妇苷参照物峰相对应的峰为 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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.93（峰 1）、1.21（峰 3）、1.26（峰 4）；计算峰 3 与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定的范围内，规定范围为：0.38~0.88（峰 3）。



对照特征图谱

峰 1：新落新妇苷；峰 2 (S)：落新妇苷；峰 3：新异落新妇苷；
峰 4：异落新妇苷；峰 5：黄杞苷

色谱柱：SB C18，2.1mm \times 100mm，1.8 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】 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 25.0%。

【含量测定】 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 50mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以甲醇-0.1%冰醋酸溶液（30：70）为流动相；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 291nm。理论板数按落新妇苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取落新妇苷对照品适量，精密称定，加 60% 甲醇制成每 1ml 含 50 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 100ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 45kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用 60% 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 含落新妇苷（C₂₁H₂₂O₁₁）应为 10.5mg~38.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。