

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021144

淫羊藿（淫羊藿）配方颗粒

Yinyanghuo (Yinyanghuo) Peifangkeli

【来源】 本品为小檗科植物淫羊藿 *Epimedium brevicornu* Maxim. 的干燥叶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】 取淫羊藿饮片 5000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 13%~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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒; 气微, 味微苦。

【鉴别】 取本品 0.2g, 研细, 加乙醇 10ml, 超声处理 10 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取淫羊藿(淫羊藿)对照药材 2g, 加水 50ml, 煮沸 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 20ml, 同法制成对照药材溶液。再取淫羊藿苷对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 1mg 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, 吸取上述三种溶液各 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:1:1:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以三氯化铝试液, 在 105 $^{\circ}$ C 下加热 1 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 150mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.7 μ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.1% 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 270nm。理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 1500。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~7	15→25	85→75
7~15	25	75
15~19	25→35	75→65
19~24	35→65	65→35
24~26	65→100	35→0
26.1~28	15	85

参照物溶液的制备 取淫羊藿(淫羊藿)对照药材 1g, 置具塞锥形瓶中, 加 75% 乙醇 25ml, 加热回流 45 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取淫羊藿苷、宝藿苷-I 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。

国家药品监督管理局

发布

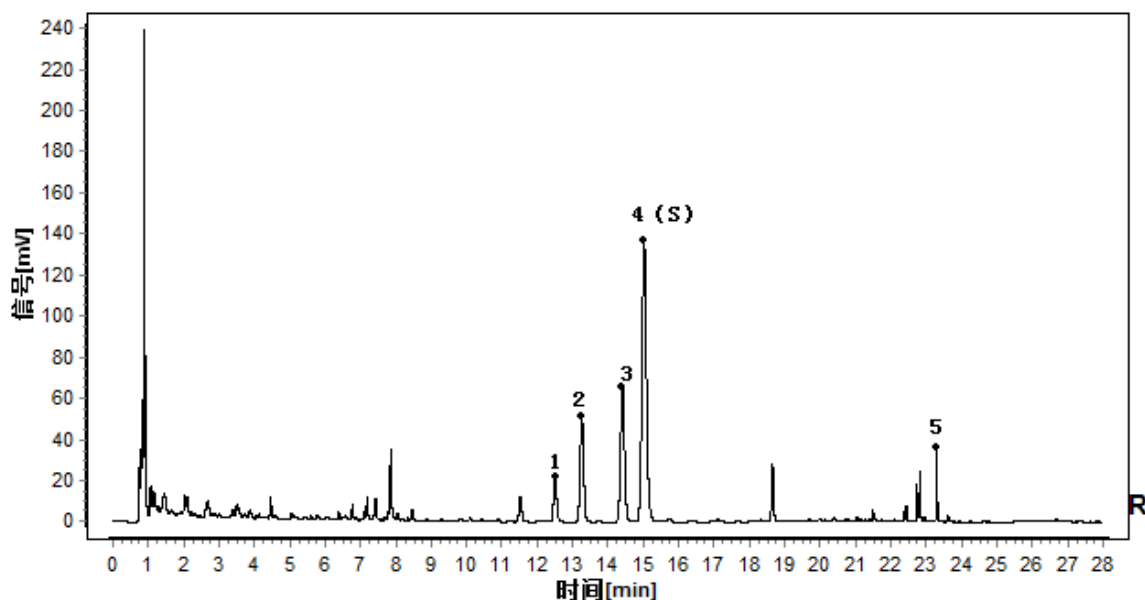
国家药典委员会

审定

供试品溶液的制备 同（含量测定）总黄酮醇苷项。

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，与淫羊藿苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 3 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 0.83（峰 1）、0.88（峰 2）、0.95（峰 3）。



对照特征图谱

峰 1：朝藿定 A；峰 2：朝藿定 B；峰 3：朝藿定 C；

峰 4 (S)：淫羊藿苷；峰 5：宝藿苷-I

色谱柱：BEH C18，2.1mm \times 150mm，1.7 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 29.0%。

【含量测定】总黄酮 对照品溶液的制备 取淫羊藿苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.2ml、0.5ml、1.0ml、1.5ml、3.0ml、6.0ml，分别置 10ml 量瓶中，加稀乙醇至刻度，摇匀，以稀乙醇为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 270nm 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 0.13g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密吸取续滤液 1ml，置 50ml 量瓶中，加稀乙醇至刻度，摇匀，照标准曲线制备项下方法，以稀乙醇为空白，在 270nm 处测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中淫羊藿苷的浓度（ μ g/ml），计算，即得。

本品每 1g 含总黄酮以淫羊藿苷（ $C_{33}H_{40}O_{15}$ ）计，应为 150.0mg~321.0mg。

总黄酮醇苷 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 250mm, 内径为 4.6mm); 以乙腈为流动相 A, 水为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为 30℃; 检测波长为 270nm。理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 5000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~30	24→26	76→74
30~31	26→45	74→55
31~45	45→47	55→53

对照品溶液的制备 取淫羊藿苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.25g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 75% 乙醇 50ml, 称定重量, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 45 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 75% 乙醇补足减失的重量, 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定。以淫羊藿苷对照品为参照, 以其相应的峰为 S 峰, 计算朝藿定 A、朝藿定 B 和朝藿定 C 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。相对保留时间及校正因子见下表。

待测成分 (峰)	相对保留时间	校正因子
朝藿定 A	0.73	1.35
朝藿定 B	0.81	1.26
朝藿定 C	0.90	1.24
淫羊藿苷 (S)	1.00	1.00

以淫羊藿苷对照品为对照, 分别乘以校正因子, 计算朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C 和淫羊藿苷的含量。

本品每 1g 含朝藿定 A ($C_{39}H_{50}O_{20}$)、朝藿定 B ($C_{38}H_{48}O_{19}$)、朝藿定 C ($C_{39}H_{50}O_{19}$) 和淫羊藿苷 ($C_{33}H_{40}O_{15}$) 的总量应为 45.0mg~193.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。