

编号：浙 PF20220082

土荆皮配方颗粒

Tujingpi Peifangkeli

【来源】本品为松科植物金钱松 *Pseudolarix amabilis* (Nelson) Rehd. 的干燥根皮或近根树皮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】取土荆皮饮片 4100g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~24%），加辅料适量，干燥，再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为黄棕色颗粒；气微，味苦而涩。

【鉴别】取本品 1g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，放冷，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取土荆皮对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取土荆皮乙酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 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 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（14:4:0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱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；以甲醇为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表规定进行梯度洗脱；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 260nm。理论板数按土荆皮乙酸峰计算应不低于 5000。

时间/（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B(%)
---------	----------	----------

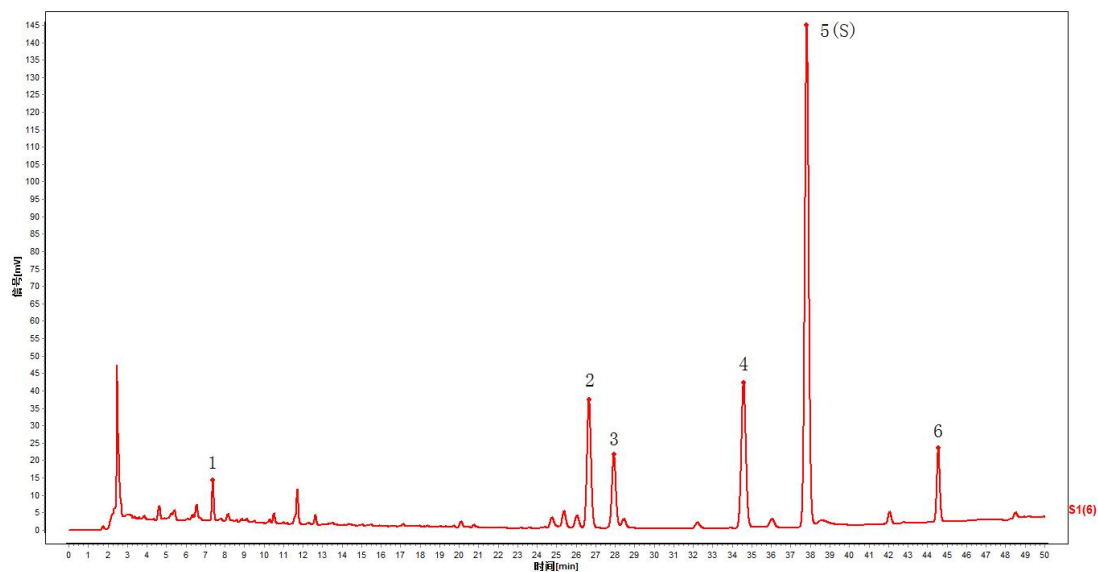
0~15	15→50	85→50
15~33	50→60	50→40
33~40	60→70	40→30
40~55	70→95	30→5
55~56	95→50	5→50
56~60	50→15	50→85
60~65	15	85

参照物溶液的制备 取土荆皮对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 60% 甲醇溶解并转移至 25ml 容量瓶中，超声处理(功率 250W，频率 40kHz)30 分钟，取出，放冷，加 60% 甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取[含量测定]项下的对照品溶液，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 0.1g，置具塞锥形瓶中，加入 60% 甲醇 25ml，超声处理(功率 250W，频率 40kHz)30 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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱峰中的 6 个特征峰保留时间相对应，其中 1 个峰应与对照品参照物峰保留时间相对应。与土荆皮乙酸参照物峰相应的峰为 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：0.20（峰 1）、0.71（峰 2）、0.74（峰 3）、0.91（峰 4）、1.18（峰 6）。



对照特征图谱

峰 5 (S): 土荆皮乙酸 峰 6: 土荆皮甲酸

参考色谱柱: ZORBAX SB C18, 250×4.6mm, 5μm

【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 11.9%。

【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 以辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-1%醋酸溶液(50:50)为流动相;检测波长为 260nm。理论板数按土荆皮乙酸峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取土荆皮乙酸对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 45μg 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,精密加入甲醇 25ml,密塞,称定重量,加热回流 1 小时,放冷,再称定重量,用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 10μl,注入液相色谱仪,

测定，即得。

本品每 1g 含土荆皮乙酸($C_{23}H_{28}O_8$)应为 6.5mg~18.5mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.1g。

【贮藏】密封。