

附件 5：绵萆薢（绵萆薢）配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定 草案公示稿

绵萆薢（绵萆薢）配方颗粒 Mianbixie (Mianbixie) Peifangkeli

【来源】本品为薯蓣科植物绵萆薢 *Dioscorea spongiosa* J.Q.Xi, M.Mizuno et W.L.Zhao 的干燥根茎按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】取绵萆薢 4300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏收率范围：13%~18%），加入辅料适量，干燥，再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为淡黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加水 25ml 和盐酸 2ml，加热回流 15 分钟，放冷，用乙酸乙酯振摇提取两次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取绵萆薢对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取薯蓣皂苷元对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述供试品溶液 3 μ l、对照药材溶液 5 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（4：3.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，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（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 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 0.25ml；检测波长按表中的时间程序进行切换；柱温为 30℃；理论板数按色氨酸峰计算应不低于 10000。

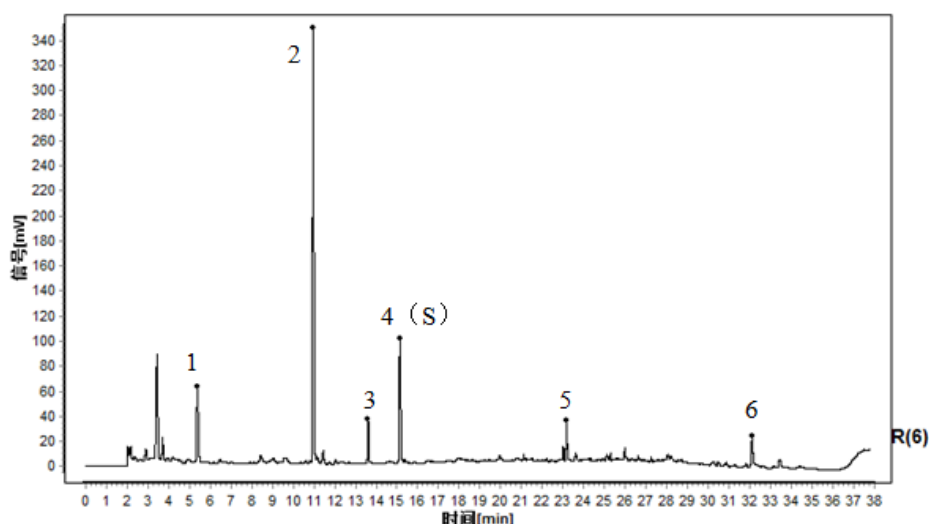
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）	检测波长（nm）
0~5	1→3	99→97	218
5~13	3→8	97→92	218
13~26	8→27	92→73	218
26~34	27	73	208
34~38	27→66	73→34	208
38~43	66→1	34→99	218
43~45	1	99	218

参照物溶液的制备 取绵萆薢对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取色氨酸对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 20μg 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，约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%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 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

绵萆薢供试品特征图谱中应呈现 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，以色氨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±10%之内。规定值为：0.35（峰 1）、0.72（峰 2）、0.90（峰 3）、1.55（峰 5）、2.12（峰 6）。



对照特征图谱

峰 4 (S): 色氨酸; 峰 6: 原薯蓣皂苷

色谱柱: CORTECS UPLC T3, 2.1×150 mm, 1.6μm

【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,本品浸出物范围不得少于 13.0%。

【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 100mm,内径为 2.1mm,粒径为 1.7μm);以乙腈-0.05%磷酸溶液(22:78)为流动相;流速为每分钟 0.3ml;检测波长为 208nm;柱温为 30℃;理论板数按原薯蓣皂苷峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 取原薯蓣皂苷对照品适量,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,约 0.3g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 70%乙醇 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 70%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 1μl,注入超高效液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含原薯蓣皂苷($C_{51}H_{84}O_{22}$)的含量应为 6.8mg~23.5mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.3g。

【贮藏】密封。