

广西壮族自治区 中药配方颗粒质量标准

DYB45-PFKLxxxx-2023

牛大力配方颗粒（公示稿）

Niudali Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物美丽崖豆藤 *Millettia speciosa* Champ. 的干燥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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《广西壮族自治区中药饮片炮制规范》（2022年版）“牛大力”项下规定的方法炮制。

【制法】 取牛大力饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为8.5%~15.0%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再入加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至棕色的颗粒；气微香，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加乙醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取牛大力对照药材 0.5g，加乙醇 25ml，同法制成对照药材溶液。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 2~5 μ l、对照药材溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（5：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，热风吹干后放置 1 小时，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，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；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 224nm。理论板数按刺桐碱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	2	98
5~17	2 \rightarrow 17	98 \rightarrow 83
17~25	17	83
25~43	17 \rightarrow 60	83 \rightarrow 40
43~45	60 \rightarrow 2	40 \rightarrow 98

参照物溶液的制备 取牛大力对照药材 1g，加 30%乙醇 25ml，加热回流 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〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

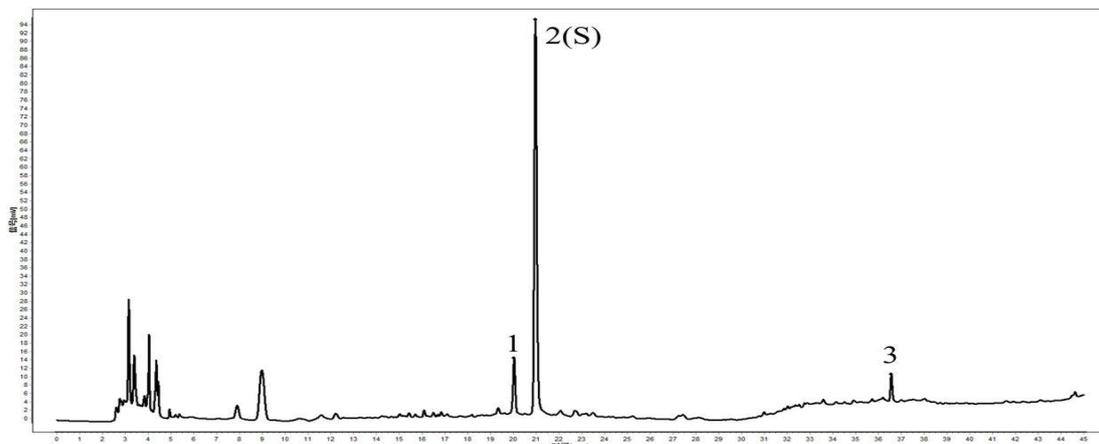
供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

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

广西壮族自治区中药配方颗粒质量标准

得。

供试品色谱中应呈现 3 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 3 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 2 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与刺桐碱参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算其余特征峰与 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 0.96 (峰 1)、1.74 (峰 3)。



对照特征图谱

峰 2 (S): 刺桐碱

参考色谱柱: 5 HC-C18 (2), 4.6mm \times 250mm, 5 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】 取本品适量, 研细, 取约 2g, 精密称定, 精密加入乙醇 50ml, 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 15.0%。

【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; 以乙腈-0.04mol/L 磷酸二氢钾溶液 (12:88) 为流动相; 检测波长为 224nm。理论板数按刺桐碱峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取刺桐碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 30%乙醇 25ml, 称定重量, 超声处理 (功率 360W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 30%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, 即得。

本品每 1g 含刺桐碱 ($C_{14}H_{18}N_2O_2$) 应为 1.2mg~3.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

【贮藏】 密封。