

吉林省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

JLPFKL-2023054

天冬配方颗粒

TianDong Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物天冬 *Asparagus cochinchinensis* (Lour.) Merr. 的干燥块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。

【制法】 取天冬饮片 1200g，加水煎煮，滤过，浓缩，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 46%~63%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为白色至黄白色的颗粒；气微，味甜、微苦。

【鉴别】 取本品 1g，加水 40ml、盐酸 3ml，加热回流 1 小时，放冷，用乙醚振摇提取两次，每次 30ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取天冬对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 40ml 左右，加盐酸 3ml，同上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，吸取上述两种溶液各 2~4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-冰醋酸（4:1:0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 的硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 下加热数分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，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（柱长为 100mm，柱内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 238nm；柱温 35 $^{\circ}$ C；流速每分钟 0.3ml。理论板数按 5-羟甲基糠醛峰计算应均不低于 5000。

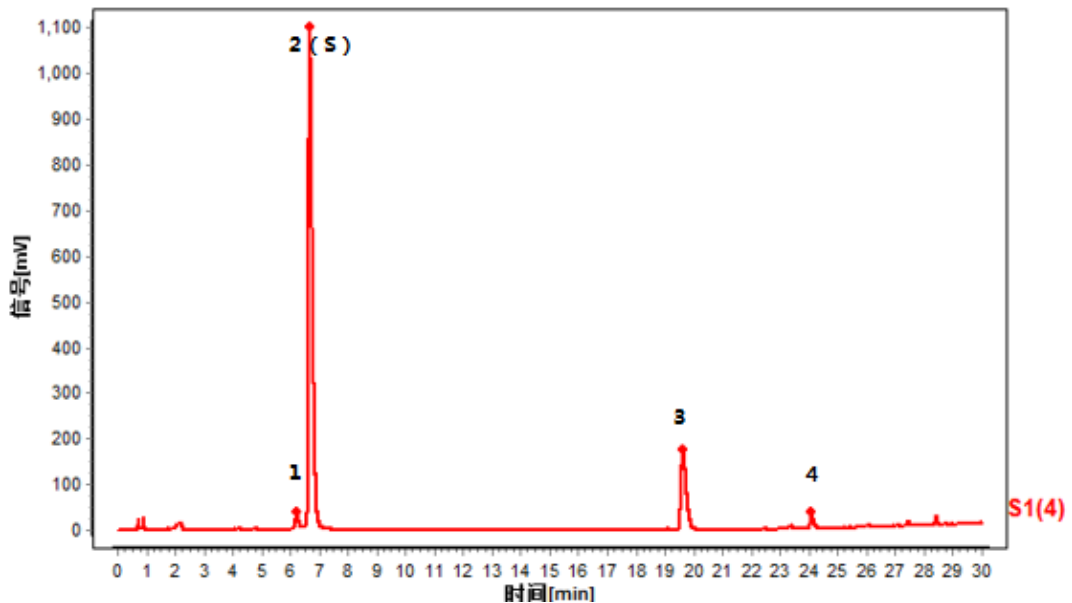
时间	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~6	1→4	99→96
6~12	4→11	96→89
12~20	11→18	89→82
20~30	18→65	82→35

参照溶液的制备 取天冬对照药材 1.0g，置 50ml 量瓶中，加水 20ml，煎煮提取 50 分钟，取出，放冷，滤过，减压浓缩至干，加水 40ml、盐酸 3ml，回流提取 2 小时，取出，放冷，滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取三次，每次 25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，加甲醇溶解并定容至 10ml 容量瓶中，作为对照药材参照物溶液。另取 5-羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 70 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 40ml，盐酸 3ml，回流提取 2 小时，取出，放冷，摇匀，滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取三次，每次 25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，加甲醇溶解并定容至 10ml 容量瓶中，作为供试品溶液。

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。

供试品色图谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2 应与对照品参照物峰的保留时间相对应，与 5-羟甲基糠醛参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、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%之内。规定值为：0.93（峰 1）、2.94（峰 3）。



对照特征图谱

峰 2 (S) :5-羟甲基糠醛

色谱柱:Waters Acquity HSS T3, 100mm \times 2.1mm, 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】 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 8.0%。

【含量测定】 照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401）测定。

对照品溶液的制备 取薯蓣皂苷元对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含薯蓣皂苷元 0.1mg 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取 0.1mg/ml 的薯蓣皂苷元对照品溶液 0.1ml、0.2ml、0.3ml、0.4ml、0.5ml、0.6ml、0.7ml、0.8ml 分别置于刻度试管中，水浴蒸干后，分别加 5% 香草醛冰醋酸溶液 0.2ml，高氯酸 0.8ml 混匀密塞，水

浴 60℃显色 15 分钟，立即冷却 5 分钟，加冰醋酸 5ml 稀释，摇匀，作为供试品溶液。以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 456nm 波长处测定吸光度。以薯蓣皂苷元浓度($\mu\text{g/ml}$)为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入蒸馏水 15ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，用水饱和正丁醇萃取三次，每次 10ml，取正丁醇层蒸干，加甲醇使溶解并定容至 10ml 容量瓶中，摇匀，即得。精密量取 0.5ml 供试品溶液，置刻度试管中，水浴蒸干，照标准曲线制备项下的方法，自“加 5% 香草醛冰醋酸溶液 0.2ml”起依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中含总皂苷的浓度 ($\mu\text{g/ml}$)，计算，即得。

本品每 1g 含总皂苷以薯蓣皂苷元 ($\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{O}_3$) 计，应为 2.4mg~6.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.2g。

【贮藏】 密封。