

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2023013

龙脷叶配方颗粒

Longliye Peifangkeli

【来源】 本品为大戟科植物龙脷叶 *Sauropus spatulifolius* Beille 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】 取龙脷叶饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 22%~35%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦、涩。

【鉴别】 取本品 0.3g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用水饱和正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取龙脷叶对照药材 1g，加水 60ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，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，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸（8:2:0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置氨蒸气中熏后，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（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.4%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 0.30ml；柱温为 30℃；检测波长为 349nm。理论板数按山柰酚-3-O-龙胆二糖苷峰计算应不低于 8000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	6	94
10~15	6→7	94→93
15~20	7	93
20~25	7→18	93→82
25~30	18→23	82→77

30~40

23→45

77→55

40~50

45→59

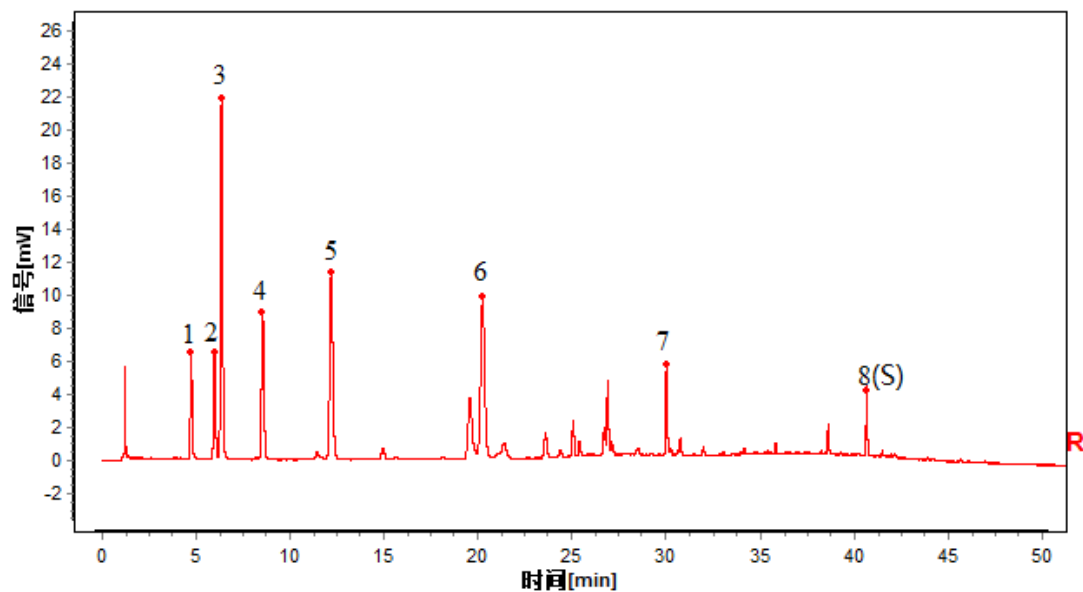
55→41

参照物溶液的制备 取龙脷叶对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，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。另取山柰酚-3-*O*-龙胆二糖苷对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 8 应与对照品参照物峰的保留时间相对应，与山柰酚-3-*O*-龙胆二糖苷对照品参照物峰相对应的峰为 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%范围之内，规定值为：0.12（峰 1）、0.15（峰 2）、0.16（峰 3）、0.21（峰 4）、0.30（峰 5）、0.51（峰 6）、0.75（峰 7）；计算峰 1、峰 5 与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：0.6~2.8（峰 1）、3.0~8.5（峰 5）。



对照特征图谱

峰 7：6-羟基香豆素；峰 8(S)：山柰酚-3-*O*-龙胆二糖苷

色谱柱：SB C18，2.1mm $\times$ 150mm，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】 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 20.0%。

【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；以甲醇-0.4%磷酸溶液

(43:57) 为流动相；流速为每分钟 0.8ml；检测波长为 349nm。理论板数按山柰酚-3-*O*-龙胆二糖苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取山柰酚-3-*O*-龙胆二糖苷对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1ml 含 100μg 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 50%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）60 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 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含山柰酚-3-*O*-龙胆二糖苷（C₂₇H₃₀O₁₆）应为 0.38mg~1.40mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【贮藏】 密封。