生地黄炭配方颗粒

Shengdihuangtan Peifangkeli

【来源】 本品为玄参科植物地黄 *Rehjnannia glutinosa* Libosch. 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】 取生地黄炭饮片 1400g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率范围为 40.5%～71%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为灰褐色至棕褐色颗粒，气微，味甜，微苦涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取约 1g，加水 10ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 10ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取地黄（生地黄）对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 10ml，同法制成对照药材溶液。再取毛蕊花糖苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 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，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 2~5μl、对照品溶液 2μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲醇-冰醋酸-水（2∶1∶7）为展开剂，取出，晾干，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。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（《中国药典》2020 年版四部通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2020 年版四部通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 12.0%。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 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 1.8μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 35℃；流速为每分钟 0.30ml；检测波长为 315nm。理论板数按毛蕊花糖苷峰计算应不低于 5000。

湖北省公示稿

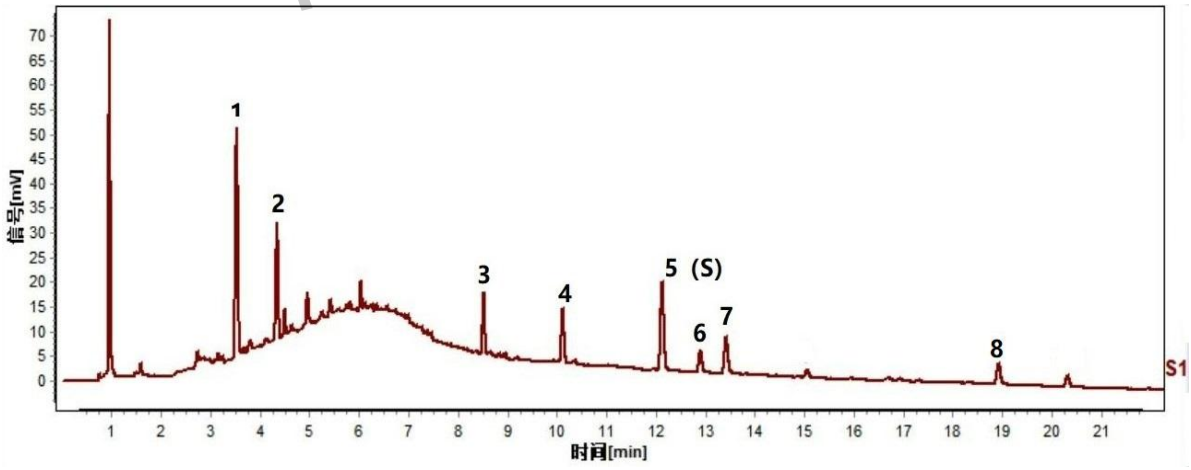
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～5	0→14	100→86
5～15	14→22	86→78
15～22	22→30	78→70
22～28	30→100	70→0

参照物溶液的制备　取生地黄炭对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入甲醇 100ml，加热回流 1.5 小时，放冷，摇匀，滤过，精密量取续滤液 50ml，回收溶剂至近干，残渣用乙腈-0.1%醋酸溶液 （16：84）混合溶液溶解，转移至 5ml 量瓶中，加乙腈-0.1%醋酸溶液（16：84）混合溶液至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取毛蕊花糖苷对照品、5-羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 分别含 10μg、20μg 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 2μl，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 8 个特征峰的保留时间相对应，其中 2 个峰应与对照品参照物峰的保留时间相一致。与毛蕊花糖苷参照物相应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.29（峰 1）、0.70（峰 3）、0.85（峰 4）、1.07（峰 6）、1.11（峰 7）、1.56（峰 8）。



对照特征图谱

湖北省公示稿

峰 2：5-羟甲基糠醛醛；　5（S）：毛蕊花糖苷

色谱柱：Waters ACQUITY UPLC ®HSS T3 C18 （100mm×2.1mm，1.8μm）

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 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；甲醇-0.1%磷酸（5∶95）为流动相；柱温为 35℃；检测波长为 203nm。理论板数按地黄苷 D 峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取地黄苷 D 对照品适量，精密称定，加 30%甲醇制成每 1ml 含地黄苷 D 对照品 20μg 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%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，再称定重量，用 30%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 2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含地黄苷 D（$C_{27}H_{42}O_{20}$）应为 0.5mg～3.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.4g

【贮藏】 密封。

湖北省公示稿