

# 国家药品监督管理局

## 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021174

### 蒺藜配方颗粒

Jili Peifangkeli

**【来源】** 本品为蒺藜科植物蒺藜 *Tribulus terrestris* L. 的干燥成熟果实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】** 取蒺藜饮片 6000g，加水煎煮二次，合并煎液，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率范围为 9%~16.6%），干燥，加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为浅黄棕色至黄褐色的颗粒；气微，味微苦。

**【鉴别】** 取本品 0.5g，研细，加水饱和的正丁醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取蒺藜对照药材 1g，加水 40ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水饱和的正丁醇 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 3 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13：5：2）10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液（每 10ml 加甲酸 0.1ml）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 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；以甲醇为流动相 A，以 0.1% 甲酸水溶液为流动相 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 330nm。理论板数按槲皮素-3-O-龙胆二糖苷峰计算应不低于 5000。

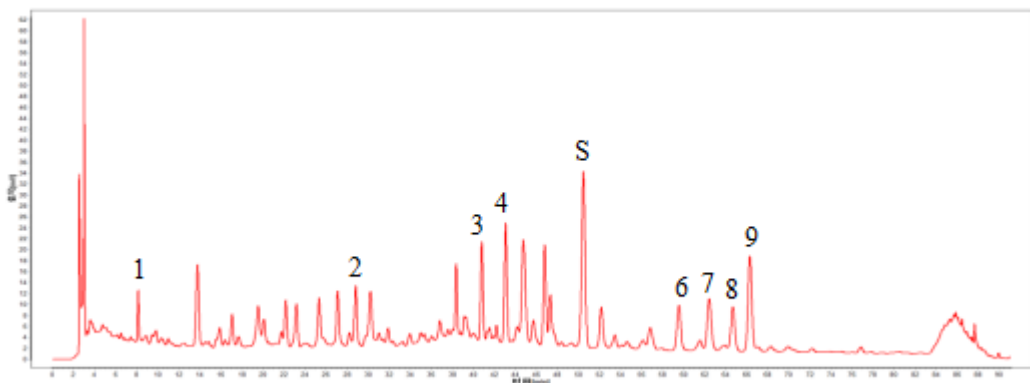
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~30	12→30	88→70
30~35	30→37	70→63
35~80	37→50	63→50
80~85	50→100	50→0
85~90	100	0
90~91	100→12	0→88

**参照物溶液的制备** 取蒺藜对照药材 3g，加水 50ml，浸泡 30 分钟，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣用 50% 甲醇适量溶解并转移至 5ml 量瓶中，超声处理 30 分钟，放冷，加 50% 甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取槲皮素-3-O-龙胆二糖苷对照品，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 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，取 0.6g，置具塞锥形瓶中，加 50% 甲醇 10ml，密塞，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液 5 $\mu$ l 与供试品溶液 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应，其中峰 5 应与槲皮素-3-*O*-龙胆二糖苷对照品参照物峰保留时间相对应。与槲皮素-3-*O*-龙胆二糖苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其他各特征峰与 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：0.154（峰 1）、0.560（峰 2）、0.809（峰 3）、0.856（峰 4）、1.178（峰 6）、1.230（峰 7）、1.281（峰 8）、1.311（峰 9）。



### 对照特征图谱

峰5 (S)：槲皮素-3-*O*-龙胆二糖苷；峰6：山柰酚-3-*O*-龙胆二糖苷；

峰7：异鼠李素-3-*O*-龙胆二糖苷

色谱柱：Platisil ODS，4.6mm $\times$ 250mm，5 $\mu$ 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 28.5%。

**【含量测定】 蒺藜总皂苷** 对照品溶液的制备 取蒺藜苷元对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.15mg 的溶液，即得。

**标准曲线的制备** 精密量取对照品溶液 0.1ml、0.2ml、0.3ml、0.4ml、0.5ml、0.6ml，分别置具塞试管中，置水浴中挥干溶剂，精密加入高氯酸 5ml，摇匀，置 60 $^{\circ}$ C 水浴保温 15 分钟，取出后立即冰水浴冷却至室温，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 285nm 波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

**测定法** 取本品适量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，回收溶剂至干，残渣加正丁醇饱和的水 10ml 溶解，用水饱和正丁醇振摇提取 5 次，每次 10ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤 2 次，每次 5ml，弃去氨试液，正丁醇液回收溶剂至干。残渣加甲醇溶解，转移至 25ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。精密量取 1~2ml，置 10ml 具塞试管中，照标准曲线的制备项下的方法，自“置水浴中挥干溶剂”起，同法操作，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中相当于蒺藜苷元的重量，计算，即得。

本品每 1g 含蒺藜总皂苷以蒺藜苷元 ( $C_{27}H_{38}O_4$ ) 计, 应为 10.0mg~30.0mg。

**蒺藜皂苷 D** 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-水 (45:55) 为流动相; 柱温为 30℃; 蒸发光散射检测器检测; 理论板数按蒺藜皂苷 D 峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取蒺藜皂苷 D 对照品适量, 精密称定, 加 70% 甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 甲醇 10ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 288W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 70% 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 8~15 $\mu$ l, 供试品 20 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 用外标两点法对数方程计算, 即得。

本品每 1g 含蒺藜皂苷 D ( $C_{50}H_{80}O_{23}$ ) 应为 0.37mg~1.26mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

**【贮藏】** 密封。