

隔山消配方颗粒

Geshanxiao Peifangkeli

【来源】 本品为萝藦科植物耳叶牛皮消 *Cynanchum auriculatum* Royle ex Wight 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】 取隔山消饮片 8100g。加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干膏出膏率为 7.1%~12.3%），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】 本品为浅棕色至黄棕色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加水 10 ml 溶解，滤过，加于大孔树脂柱（D-101，3g，内径为 20mm）上，依次用水 20ml，20%乙醇 20ml，洗脱，弃去洗脱液，再以 80%乙醇 20ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 2 ml 使溶解，作为供试品溶液。取隔山消对照药材 1g，加水 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，蒸干，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，吸取上述供试品溶液、对照药材溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-水（20：20：1：1）的上层溶液为展开剂，展距 8cm，展开两次取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，105℃加热至斑点显色。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 150 mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 270nm。理论板数按对羟基苯乙酮计算应不低于 5000。

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~7	23→24	77→76
7~11	24→27	76→73
11~14	27→29	73→71
14~18	29→32	71→68
18~20	32→38	68→62
20~28	38	62
28~28.1	38→23	62→77

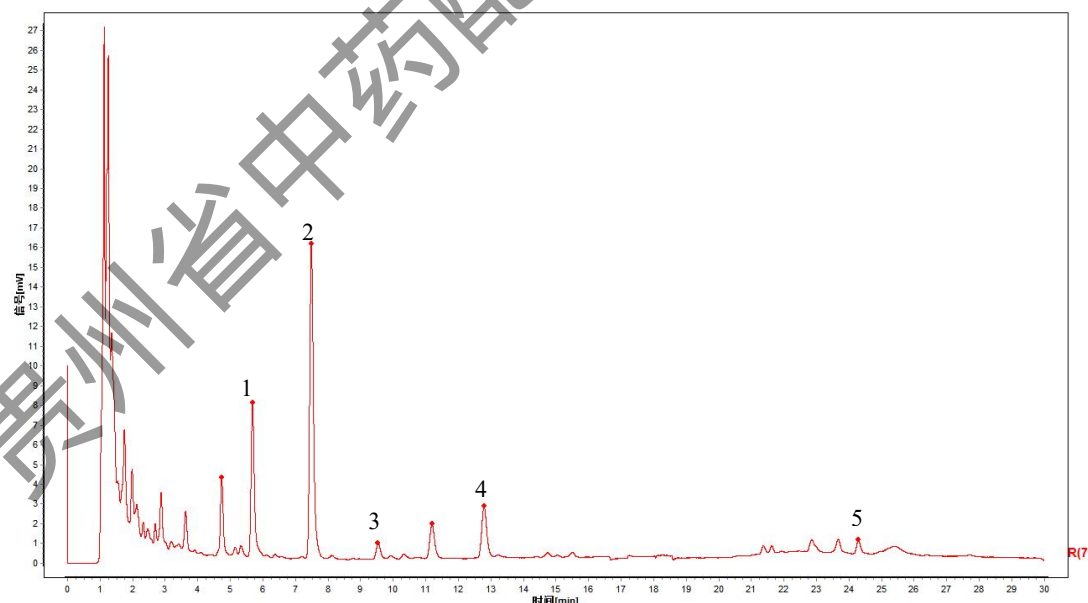
参照物溶液的制备 取隔山消对照药材约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 10ml，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

取对羟基苯乙酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含对羟基苯乙酮 100 μ g 的对照品溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品颗粒，研细，混匀，取约 0.25 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 10ml，称定重量，超声处理（功率 500W，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，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液、供试品溶液各 1 μ L，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应呈现 5 个特征峰，并与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰的保留时间相对应；其中峰 2 与对羟基苯乙酮对照品参照物特征峰的保留时间相对应。与对羟基苯乙酮对照品参照物相对应的峰为 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 $\pm 10\%$ 之内，规定值 0.76（峰 1）、1.27（峰 3）、1.71（峰 4）、3.24（峰 5）。



峰 2 (S)：对羟基苯乙酮

色谱柱：Dikma Endeavorsil C18-A (2.1*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 6.3%。

【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（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5.0μm）；以乙腈为流动相 A，0.1%磷酸为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 30℃；流速为每分钟 1.0ml；检测波长为 276nm。理论板数按对羟基苯乙酮计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	10→21	90→79
15~18	21	79
18~23	21→90	79→10
23~27	90→10	10→90
27~30	10	90

对照品溶液的制备 取对羟基苯乙酮对照品适量，精密称定，加 75%乙醇制成每 1ml 含对羟基苯乙酮 10μg 对照品溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品约 0.12g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%乙醇 25 ml，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）60 分钟，放冷，再称定重量，用 75%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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品 1g 含对羟基苯乙酮（C₈H₈O₂）应为 0.27mg~1.11mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 8.1g。

【贮藏】密封。