

江苏省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

JS-YBZ-2023364

油松节（油松）配方颗粒

Yousongjie (Yousong) Peifangkeli

【来源】本品为松科植物油松 *Pinus tabulaeformis* Carr. 的干燥瘤状节或分枝节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】取油松节（油松）饮片 20000g，加水煎煮，同时提取挥发油适量（以 β -环糊精包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（出膏率为 2-5%），加入挥发油包合物，干燥（或干燥、粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为棕黄色至棕色颗粒；气味特异，味微苦、辛。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加甲醇 15ml 超声 30 分钟，过滤蒸干，残渣用 1ml 甲醇溶解，作为供试品溶液。另取银松素单甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典通则 0502）试验，分别吸取供试品溶液、对照品溶液各 7 μ l，点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯-甲酸（6:2:0.3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以显色剂香草醛硫酸试液，晾干。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

【特征图谱】照高效液相色谱法（中国药典 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 0.1% 甲酸溶液为流动相 A，乙腈为流动相 B，按下表梯度洗脱；流速为 0.25ml/min；柱温 35℃；检测波长为 280nm。理论板数按银松素单甲醚峰计应不低于 5000。

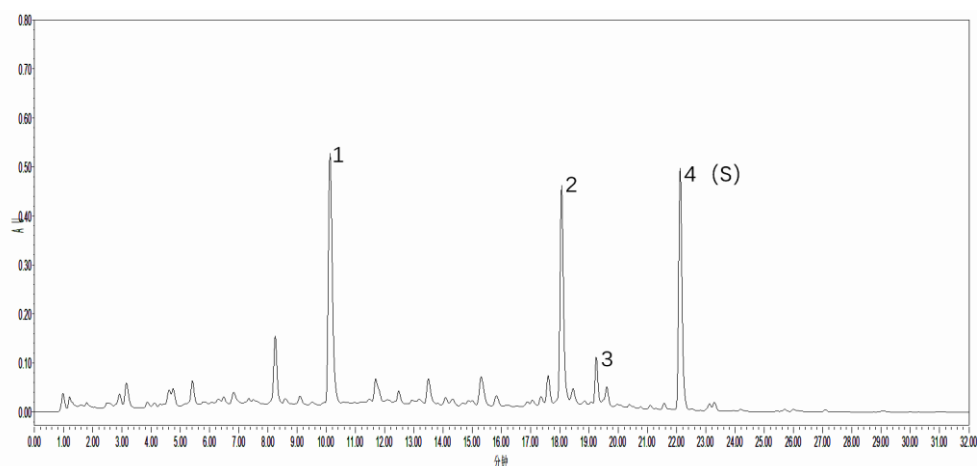
时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B (%)
0	88	12
4	79	21
8	75	25
10	70	30
11	70	30
15	65	35
17	55	45
22	45	55
25	35	65
30	35	65

参照物溶液的制备 取银松素单甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 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 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加 70% 甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，峰 4 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。峰 1~3 与 S 峰（峰 4）的相对保留时间依次约为：0.47、0.82、0.87。



对照特征图谱

峰 4 (S)：银松素单甲醚

色谱柱：BEH C18 (100mm \times 2.1mm, 1.7 μ m)

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 30.0%。

【含量测定】 挥发油 照挥发油测定法（中国药典 通则 2204）测定。本品每 1g 含挥发油含量应为 0.4~1.5ml。

【含量测定】 银松素单甲醚 照高效液相色谱法（中国药典 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 同【特征图谱】项下。

对照品溶液的制备 同【特征图谱】项下的对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加 70% 甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，以 70% 甲醇补足减失重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含银松素单甲醚（C₁₅H₁₄O₂）应为 3.0~7.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g

【贮藏】 密封。