

# 福建省药品监督管理局

## 中药（配方颗粒）标准（试行）

### 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 $\beta$ -环糊精包合，备用）滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2.1%-4.6%），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，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，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，作为对照品参照物溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，分别吸取上述供试品溶液 7 $\mu$ l，对照品溶液 7 $\mu$ 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 100mm，内径 2.1mm，粒径 1.7 $\mu$ m）；以 0.1%甲酸为流动相 A，乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml；柱温 35℃；检测波长为 280nm。理论塔板数按银松素单甲醚峰计算应不低于 5000。

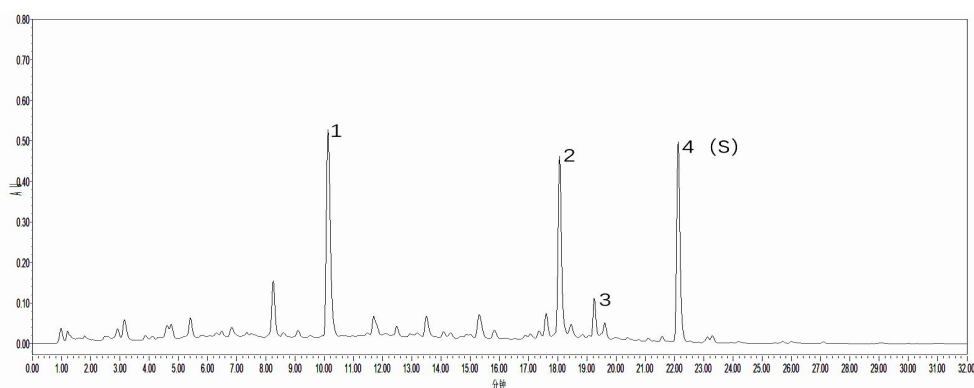
洗脱梯度		
时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B（%）
0 ~ 4	88→79	12→21
4 ~ 8	79→75	21→25
8 ~ 10	75→70	25→30
10 ~ 11	70	30
11 ~ 15	70→65	30→35
15 ~ 17	65→55	35→45
17 ~ 22	55→45	45→55
22 ~ 25	45→35	55→65
25 ~ 30	35	65

**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，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 $\mu$ 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，其中峰 4 应与对照品参照物峰保留时间相对应，与银松素单甲醚参照峰相应的峰为 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。规定值为：0.47（峰 1）、0.82（峰 2）、0.87（峰 3）。



对照特征图谱

峰 4（S）：银松素单甲醚

色谱柱 BEH C18（2.1mm\*100mm，1.7 $\mu$ 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 30.0%。

【含量测定】挥发油 照挥发油测定法（通则 2204）测定。本品含挥发油范围为 0.6%~1.7%（ml/g）。

银松素单甲醚 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 100mm，内径 2.1mm，粒径 1.7 $\mu$ m）；以 0.1%甲酸为流动相 A，乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml；柱温 35℃；检测波长为 308nm。理论塔板数按银松素单甲醚峰计算应不低于 5000。

洗脱梯度表

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

**对照品溶液的制备** 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，即得。

**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，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，以 70%甲醇补足减失重量，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 含银松素单甲醚（ $C_{15}H_{14}O_2$ ）应为 3.0mg~7.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g。

**【贮藏】** 密封。

