北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2022080

制白附子配方颗粒

Zhibaifuzi Peifangkeli

【来源】 本品为天南星科植物独角莲*Typhonium giganteum* Engl.的干燥块茎 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】 取制白附子饮片2200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为25%~45%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】 本品为类白色至黄色的颗粒；气微，味淡，微有麻辣刺舌。

【鉴别】 取本品10g，研细，置索氏提取器中，加三氯甲烷-甲醇（3:1）混合溶液100ml，加热回流2小时，提取液蒸干，残渣加丙酮2ml使溶解，作为供试品溶液。另取白附子对照药材10g，同法制成对照药材溶液。再取β-谷甾醇对照品，加丙酮制成每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，吸取上述三种溶液各2~3μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以三氯甲烷-丙酮（25:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10％硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（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，显相同颜色的斑点和荧光斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典2020年版通则0512）测定。

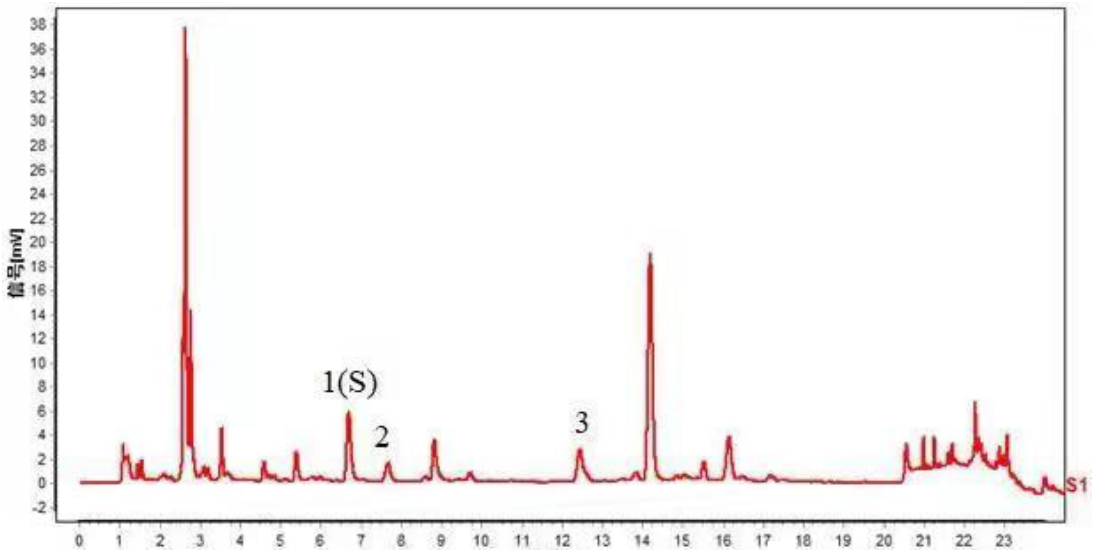
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取白附子对照药材1g，加水30ml，超声处理（功率300W，频率40kHz）1小时，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，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3μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现3个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的3个特征峰保留时间相对应，与尿苷参照物峰相应的峰为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±10%范围之内。规定值为：1.15（峰2）、1.86（峰3）。



对照特征图谱

峰1（S）：尿苷

色谱柱：ACQUITY UPLC HSS T3，2.1mm×150mm，1.8μm

【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）。

【含量测定】 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150mm，内径为2.1mm，粒径为1.8μm）；以乙腈为流动相A，以0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml；检测波长为260nm。理论板数按尿苷峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	0	100
5~10	0→2	100→98
10~18	2→5	98→95
18~24	5→35	95→65

参照物溶液的制备 取尿苷对照品适量，精密称定，加水制成每1ml含1μg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，取约0.8g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）60分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，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3μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含尿苷（$C_9H_{12}N_2O_6$）应为0.05mg~0.50mg。

【注意】 孕妇慎用；生品内服宜慎用。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片2.2g

【贮藏】 密封。