北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2022030

白前（柳叶白前）配方颗粒

Baiqian（Liuyebaiqian）Peifangkeli

【来源】 本品为萝藦科植物柳叶白前*Cynanchum stauntonii*（Decne.）Schltr.ex Lévl.的干燥根茎和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】 取白前（柳叶白前）饮片4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为13%~25%），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】 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦、微甜。

【鉴别】 取本品0.4g，研细，加水0.5ml使润湿，再加水饱和的正丁醇10ml，超声处理30分钟，静置，取上清液加3倍量氨试液，摇匀，静置使分层，取上层液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取白前（柳叶白前）对照药材2g，加水100ml，煎煮30分钟，滤过，滤液浓缩至近干，残渣加水饱和的正丁醇10ml，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10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-丙酮（4:1）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，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（柱长为100mm，内径为2.1mm，粒径为1.8μm）；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260nm。理论板数按香草酸峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～4	0→2	100→98
4～8	2→10	98→90
8～10	10→16	90→84
10～12	16→20	84→80
12～15	20→25	80→75

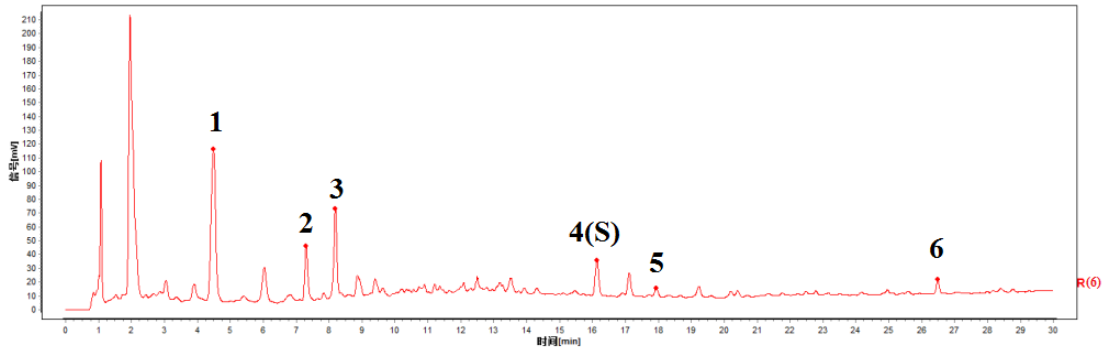
15～18	25→30	75→70
18～20	30→35	70→65
20～28	35→50	65→50
28～30	50	50

参照物溶液的制备 取白前（柳叶白前）对照药材2g，加水50ml，加热回流60分钟，放冷，摇匀，滤过，取滤液浓缩至约20ml，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香草酸对照品参照物溶液。再取尿苷对照品、腺苷对照品、鸟苷对照品适量，精密称定，加水制成每1ml各含20μg的溶液，作为尿苷、腺苷、鸟苷对照品参照物溶液。

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1μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应。其中峰1~峰4应分别与尿苷、腺苷、鸟苷、香草酸对照品参照物峰保留时间相对应，与香草酸参照物峰相应的峰为S峰，计算峰5、峰6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：1.11（峰5）、1.64（峰6）。



对照特征图谱

峰1：尿苷　峰2：腺苷　峰3：鸟苷　峰4（S）：香草酸

色谱柱：HSS T3，2.1mm×100mm，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）。

【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20.0%。

【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100mm，内径为2.1nm，粒径为1.8μm）；以乙腈为流动相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260nm。理论板数按香草酸峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～8	9	91
8～9	9→95	91→5
9～14	95	5
14～14.1	95→9	5→91

对照品溶液的制备 取香草酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含16μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约1.5g，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250W，频率40kHz）15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与供试品溶液各1μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含香草酸（$C_8H_8O_4$）应为0.03mg~0.25mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片4.0g

【贮藏】 密封。