

制白附子配方颗粒

Zhibaufuzi 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 2~3 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 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。

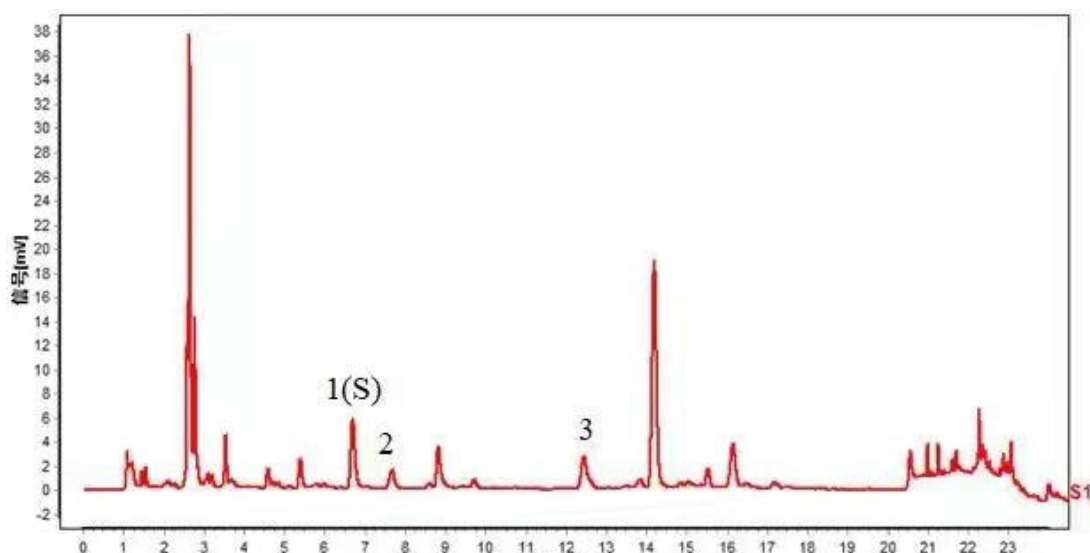
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

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 3 μ l，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 $\pm 10\%$ 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。

北京市中药配方颗粒标准征求意见稿