

河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HB YBZ-PFKLS-2022080

制白附子配方颗粒

Zhibai fuzi 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】本品应为类白色至黄色的颗粒；气微，味淡，微有麻舌感。

【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 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。

【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 取白附子对照药材约 1g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）60 分钟，摇匀，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〕项下尿苷对照品，作为对照品参照物溶液。

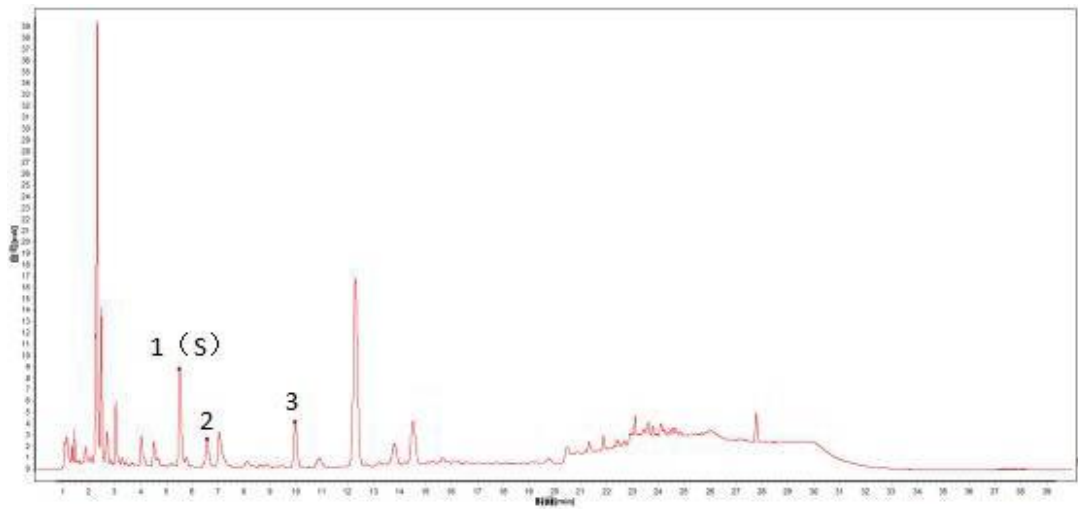
供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液及供试品溶液各 3μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应呈现 3 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱峰中的 3 个特征峰保留时间相对应，其中 1 号峰应与对照品参照物峰相应的峰为 S 峰，与尿苷对照品参照物峰相应的峰为 R 峰。

河北省药品监督管理局 发布 河北省药品医疗器械检验研究院 审定

照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 3 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： UPLC Acquity HSS T3，150mm× 2.1mm，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1.0%。

【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 以十八烷基键合硅胶为固定相（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。理论塔板数按尿苷计算应不低于 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
24~28	35	65
28~30	35→0	65→100

对照品溶液的制备 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及供试品溶液各 3 μ l，注入液相色谱仪，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。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.2g

【贮藏】 密封。