

河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HB YBZ-PFKLS-2022072

细辛（北细辛）配方颗粒

Xixin (Beixixin) Peifangkeli

【来源】 本品为马兜铃科植物北细辛 *Asarum heterotropoides* Fr. Schmidt var. *mandshuricum* (Maxim.) Kitag. 的干燥根和根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】 取细辛（北细辛）饮片 3300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15%~20%），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】 本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味辛辣、苦、麻舌。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取细辛（北细辛）对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。再取细辛脂素对照品，加甲醇制成每 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，吸取供试品溶液与对照药材溶液各 10 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯（3:2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1% 香草醛硫酸溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。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。

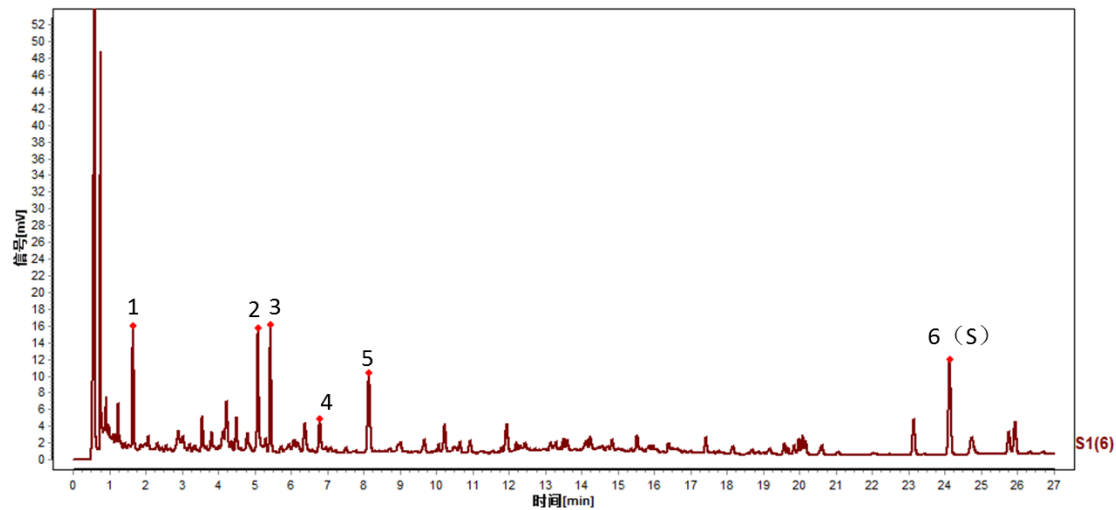
参照物溶液的制备 取细辛（北细辛）对照药材 1g，加水 40ml，煎煮 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 70% 甲醇 30ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 1 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 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，与细辛脂素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：0.07（峰 1）、0.21（峰 2）、0.23（峰 3）、0.28（峰 4）、0.34（峰 5）。



对照特征图谱

峰 6（S）：细辛脂素

色谱柱：ACQUITY BEH C18，2.1mm×100mm，1.7μm

【检查】马兜铃酸 I 限量 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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5μm），以乙腈为流动相 A，以 0.05%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 1ml；柱温为 30℃；检测波长为 260nm。理论板数按马兜铃酸 I 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	30→34	70→66
10~18	34→35	66→65
18~20	35→45	65→55
20~30	45	55
30~31	45→53	55→47
31~35	53	47
35~40	53→100	47→0

对照品溶液的制备 取马兜铃酸 I 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.2μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）40 分钟，取出，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含马兜铃酸 I（ $C_{17}H_{11}NO_7$ ）不得过 0.01mg。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版则 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 10.0%。

【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，柱内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2% 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 0.4ml；柱温为 40℃；检测波长为 287nm。理论板数按细辛脂素峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	5→11	95→89
6~10	11→15	89→85
10~16	15→32	85→68
16~27	32→55	68→45

对照品溶液的制备 取细辛脂素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含细辛脂素 30 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 30ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 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 精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 1 μ l，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含细辛脂素（ $C_{20}H_{18}O_6$ ）应为 0.50mg~1.70mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.3g

【贮藏】 密封。