

编号：浙 PF20220080

白头翁配方颗粒

Baitouweng Peifangkeli

【来源】本品为毛茛科植物白头翁 *Pulsatilla chinensis* (Bge.) Regel 的干燥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】取白头翁饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.5%~25.0%），加辅料适量，干燥，再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为黄棕色至棕色的颗粒；气微，味微苦涩。

【鉴别】取本品 1g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 10 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取白头翁对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 10ml，同法制成对照药材溶液。再取白头翁皂苷 B₄ 对照品，加甲醇制成每 1ml 含 2mg 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 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-醋酸-水（4:1:2）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，置日光下和紫外光灯（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，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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；以乙腈为流动相 A，以 0.25% 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 0.8ml；柱温为 40 $^{\circ}$ C；检测波长为：0~60 分钟为 285nm，60~80 分钟为

210nm, 80~90 分钟为 285nm。理论板数按白头翁皂苷 B₄峰计算应不低于 10000。

时间 (分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~15	5→8	95→92
15~17	8→9	92→91
17~25	9→15	91→85
25~60	15→29	85→71
60~75	29	71
75~80	29→45	71→55
80~85	45→90	55→10
85~85.1	90→5	10→95
85.1~90	5	95

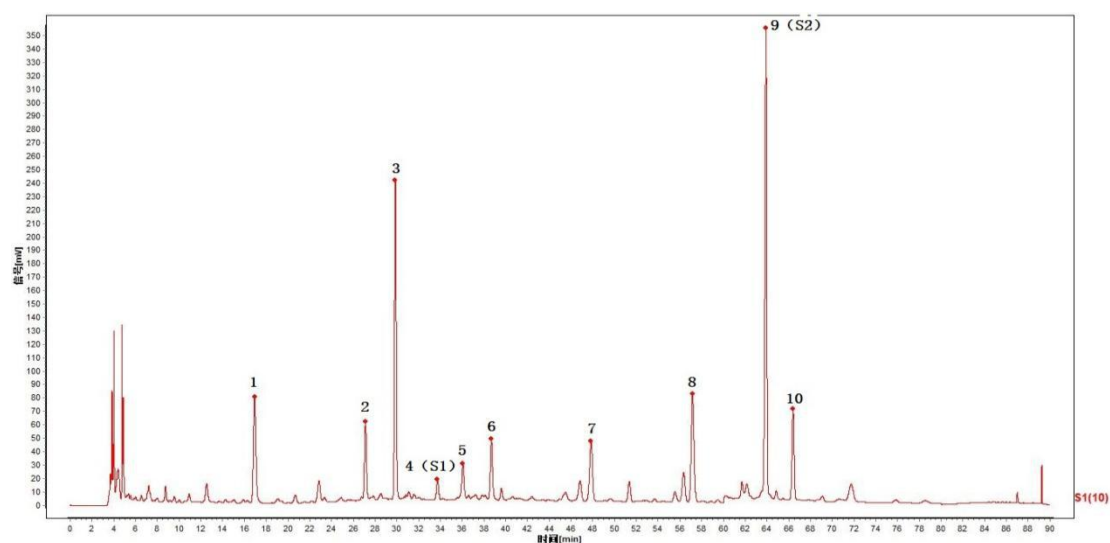
参照物溶液的制备 取白头翁对照药材 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加 30%甲醇 25ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取阿魏酸对照品、白头翁皂苷 B₄对照品适量, 精密称定, 加甲醇分别制成每 1ml 含阿魏酸 0.1mg, 白头翁皂苷 B₄0.3mg 的溶液, 作为对照品参照物溶液 I。再取菊苣酸对照品适量, 精密称定, 加 50%甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液, 作为对照品参照物溶液 II。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加入 30%甲醇 25ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 4、峰 6、峰 9 应与阿魏酸、菊苣酸、白头翁皂苷

B₄参照物峰保留时间相对应。与阿魏酸参照物峰相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2、峰 3、峰 5 特征峰与 S1 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内，规定值为：0.50（峰 1）、0.80（峰 2）、0.89（峰 3）、1.07（峰 5）；与白头翁皂苷 B₄参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 7、峰 8、峰 10 特征峰与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内，规定值为：0.75（峰 7）、0.89（峰 8）、1.04（峰 10）。



对照特征图谱

峰 4 (S1): 阿魏酸 峰 6: 菊苣酸 峰 9 (S2) 白头翁皂苷 B₄

参考色谱柱: Diamonsil Plus C18, 250×4.6mm, 5μm

【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 35.5%。

【含量测定】照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)测定。

色谱条件及系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(29:71)为流动相；流速为每分钟 0.8ml；检测波长为 201nm。理论板数按白头翁皂苷 B₄峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备 取白头翁皂苷 B₄对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用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 含白头翁皂苷 B₄（C₅₉H₉₆O₂₆）应为 64mg~138mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g。

【贮藏】密封。