

附件 1：法半夏配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

法半夏配方颗粒

Fabanxia Peifangkeli

【来源】本品为天南星科植物半夏 *Pinellia ternate* (Thunb.) Breit. 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】取法半夏饮片 3400g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14.7%~24.4%），加辅料适量，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】本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味淡略甘。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加盐酸 2ml、三氯甲烷 20ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇 0.5ml 溶解，作为供试品溶液。另取甘草次酸对照品，加无水乙醇制成每 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 5 μ l，对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G₂₅₄ 薄层板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯-丙酮-甲酸（30：6：5：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与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 1.6 μ m）；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；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 270nm。理论板数按色氨酸峰计算应不低于 5000。

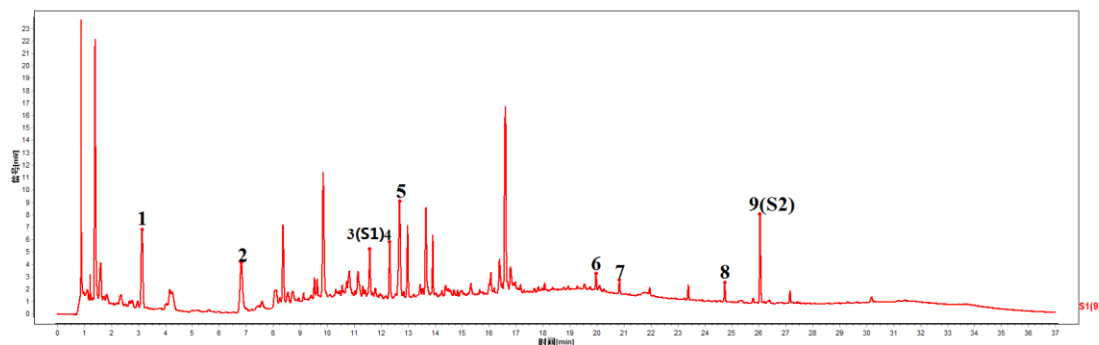
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	0	100
5~7	0→5	100→95
7~11	5→11	95→89
11~18	11→28	89→72
18~25	28→40	72→60
25~30	40→60	60→40
30~32	60→0	40→100

参照物溶液的制备 取尿苷对照品、鸟苷对照品和色氨酸对照品适量，精密称定，分别加水制成每 1ml 含尿苷 50 μ g、鸟苷 50 μ g、色氨酸 50 μ g 的溶液；再取甘草酸对照品、甘草素对照品适量，分别加 30% 甲醇制成每 1ml 含甘草酸 50 μ g、甘草素 100 μ g 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 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 30% 甲醇 20ml，密塞，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 30% 甲醇补足减失重量，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，其中峰 1、峰 2、峰 3、峰 6 和峰 9 应分别与尿苷、鸟苷、色氨酸、甘草素和甘草酸对照品参照物峰的保留时间相对应；与色氨酸对照品参照物相应的峰为 S1 峰，计算峰 4、峰 5 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：1.06（峰 4）、1.10（峰 5）。与甘草酸对照品参照物相应的峰为 S2 峰，计算峰 7、峰 8 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：0.80（峰 7）、0.95（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1: 尿苷 峰 2: 鸟苷 峰 3 (S1): 色氨酸 峰 6: 甘草素 峰 9 (S2): 甘草酸

色谱柱: CORTECS T3, 2.1mm×100mm,1.6μm

【检查】溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法(中国药典 2020 年版通则 0104) 检查, 加热水 200ml, 搅拌 5 分钟(必要时加热煮沸 5 分钟), 立即观察, 应全部溶化或轻微浑浊, 不得有焦屑或异物。

水麦冬酸 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; 采用二极管阵列检测器, 流速为每分钟 0.3ml, 柱温为 25℃, 检测波长为 210nm。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~9	1	99
9~10	1→10	99→90
10~11	10→1	90→99

对照品溶液的制备 (临用新制) 取水麦冬酸对照品适量, 精密称定, 加乙腈-0.1%磷酸溶液(1:99) 制成每 1ml 含 0.25μg 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 2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 30%甲醇 20ml, 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 30%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

谱仪，测定，记录色谱图，即得。

结果判断 供试品溶液色谱中，在与水麦冬酸对照品溶液色谱峰保留时间相应的位置上不得出现相同的色谱峰。若出现保留时间相同的色谱峰，则采用二极管阵列检测器比较相应色谱峰在 190~400nm 波长范围内紫外-可见吸收光谱，吸收光谱应不相同。

备注：必要时可采用高效液相色谱-质谱联用方法确证。建议采用甲醇-0.02% 氨溶液（5:95）流动相系统。

其他 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）。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.4g。

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿