

附件 4：北豆根配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

北豆根配方颗粒

Beidougen Peifangkeli

【来源】本品为防己科植物蝙蝠葛 *Menispermum dauricum* DC. 的干燥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】取北豆根饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~19%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为淡黄色至棕黄色颗粒；气微，味苦。

【鉴别】取本品 0.5g，加乙酸乙酯 15mL，氨水 0.5mL，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 1mL 乙酸乙酯溶解，作为供试品溶液。另取北豆根对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取蝙蝠葛碱、蝙蝠葛苏林碱对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 的混合溶液，作为对照品溶液（本品临用新制，避光保存）。照薄层色谱法（《中国药典》2020 年版 通则 0502）试验，分别吸取上述溶液各 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-氨水（9:1:1 滴）为展开剂，薄层板置展开缸中预饱和 30 分钟，展开，取出，晾干，置紫外灯（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，显相同颜色的荧光斑点。

【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 24.0%。

【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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.05% 三乙胺溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 284nm。理论板数按蝙蝠葛碱峰计算应不低于 6000。

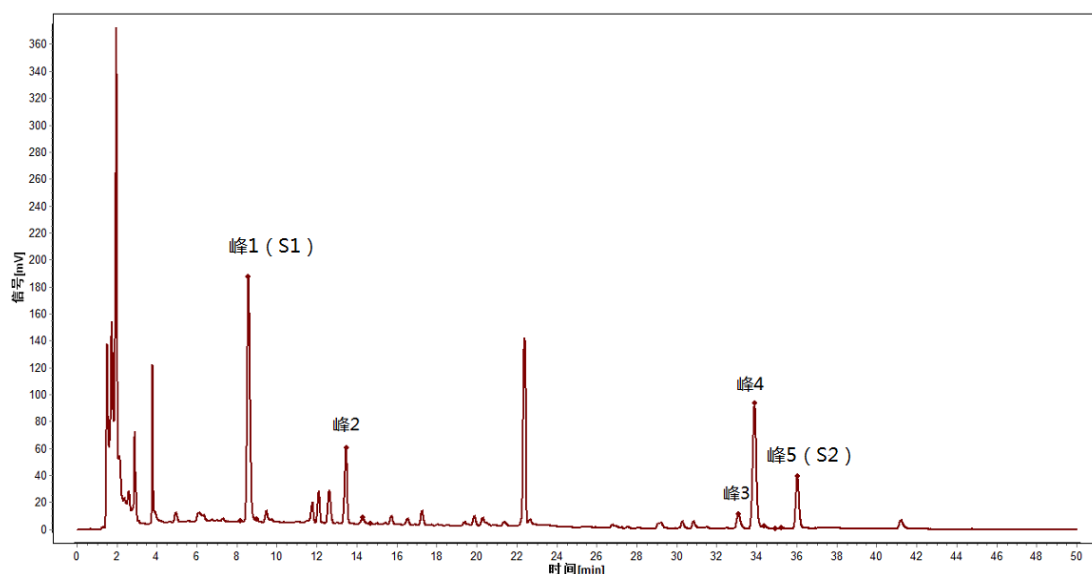
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~21	10→30	90→70
21~35	30→72	70→28
35~50	72→66	28→34

参照物溶液的制备 取北豆根对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入 50% 甲醇 25ml，超声处理 20 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【含量测定】项下对照品溶液作为蝙蝠葛碱对照品、蝙蝠葛苏林碱对照品参照物溶液。再取木兰花碱对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，作为木兰花碱对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，置具塞锥形瓶中，加入 50% 甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）20 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和供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 4、峰 5 保留时间应与木兰花碱对照品、蝙蝠葛苏林碱对照品、蝙蝠葛碱对照品参照物峰保留时间相对应。与木兰花碱参照物相对应的峰为 S1 峰，计算峰 2 与 S1 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 1.676（峰 2）；与蝙蝠葛碱参照物相对应的峰为 S2 峰，计算峰 3、峰 4 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内，规定值为 0.919（峰 3）、0.941（峰 4）。



北豆根配方颗粒特征图谱

峰 1(S1): 木兰花碱; 峰 4: 蝙蝠葛苏林碱; 峰 5 (S2): 蝙蝠葛碱
 色谱柱 InertSustain C18, 250mm×4.6mm, 5 μ m

【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 250mm, 内径为 4.6mm, 粒径为 5 μ m); 以乙腈-0.05%三乙胺溶液(45: 55)为流动相; 检测波长为 284nm。理论板数按蝙蝠葛碱峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 取蝙蝠葛苏林碱、蝙蝠葛碱对照品适量, 精密称定, 置棕色量瓶中, 加甲醇制成每 1ml 含蝙蝠葛苏林碱 20 μ g, 蝙蝠葛碱 35 μ g 的混合溶液, 即得(本品临用前新制, 避光保存)。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取 0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25ml, 称定重量, 密塞, 超声处理(功率 600W, 频率 40kHz) 30 分钟, 取出, 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 含蝙蝠葛苏林碱($C_{37}H_{42}N_2O_6$)和蝙蝠葛碱($C_{38}H_{44}N_2O_6$)的总量应 14.0 mg -44.0mg。

【规格】每 1g 北豆根配方颗粒相当于 4.5g 饮片。

【贮藏】密封。