

附件 1：白薇（白薇）配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案 公示稿

白薇（白薇）配方颗粒 Baiwei (Baiwei) Peifangkeli

【来源】 本品为萝藦科植物白薇 *Cynanchum atratum* Bge. 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】 取白薇（白薇）饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14.5%~28.5%），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 1000 g，即得。

【性状】 本品为浅灰黄色至浅棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1.5g，加甲醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取白薇（白薇）对照药材 2g，加水 60ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 30ml，同法制成对照药材溶液。再取对羟基苯乙酮对照品、2,4-二羟基苯乙酮对照品，分别加甲醇制成每 1ml 含对羟基苯乙酮 0.5mg、2,4-二羟基苯乙酮 0.1mg 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，吸取上述四种溶液各 8 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（5：3）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，在与对照药材色谱和对羟基苯乙酮对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；喷以 3%三氯化铝乙醇溶液，置紫外光灯（365nm）下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱和 2,4-二羟基苯乙酮对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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 同【含量测定】项。

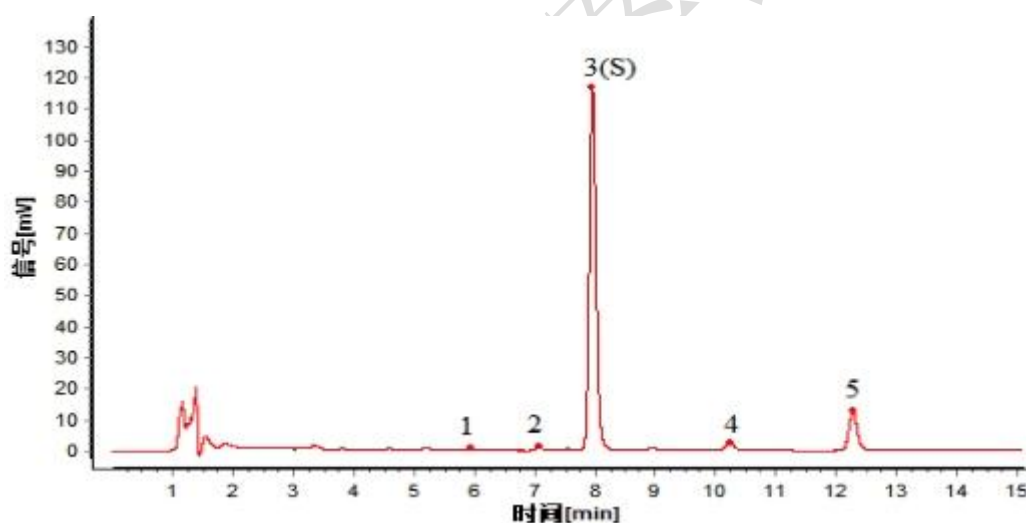
参照物溶液的制备 取白薇（白薇）对照药材约 0.5g，加 70%乙醇 15ml，超

声处理（功率 300W，频率 50kHz）30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取对羟基苯乙酮对照品、2,4-二羟基苯乙酮对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含对羟基苯乙酮 0.2mg、2,4-二羟基苯乙酮 0.1mg 的混合溶液，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 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。

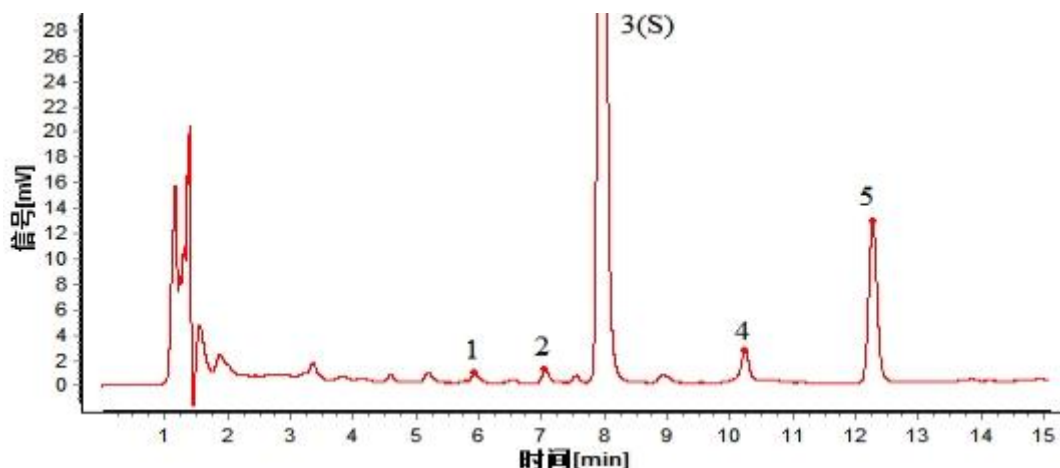
供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 5 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与对羟基苯乙酮参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 4 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.76（峰 1）、0.88（峰 2）、1.25（峰 4）。



对照特征图谱

峰 3 (S): 对羟基苯乙酮; 峰 5: 2,4-二羟基苯乙酮

色谱仪: Waters H-Class UPLC; 色谱柱: BEH C18



对照特征图谱（局部放大图）

峰 3 (S): 对羟基苯乙酮; 峰 5: 2,4-二羟基苯乙酮
 色谱仪: Waters H-Class UPLC; 色谱柱: BEH C18

【检查】 重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过 5mg/kg；镉不得过 1mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

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）。

【浸出物】 取本品研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，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，不得少于 16.0%。

【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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.05% 甲酸溶液为流动相 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 275nm。理论板数按对羟基苯乙酮峰计算应不低于 5000。

洗脱梯度表

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	19→30	81→70
12~15	30→35	70→65
15~20	35	65

对照品溶液的制备 取对羟基苯乙酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%乙醇 15ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70%乙醇补足减失重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含对羟基苯乙酮（ $C_8H_8O_2$ ）应为 2.0mg~10.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g。

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿