

附件 1：白屈菜配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

白屈菜配方颗粒

Baiqucai Peifangkeli

【来源】 本品为罂粟科植物白屈菜 *Chelidonium majus* L. 的干燥全草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】 取白屈菜饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14.3%~23.6%），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】 本品为棕黄色至深棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加盐酸-甲醇（0.5：100）混合溶液 20ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用石油醚（60~90℃）振摇提取 2 次，每次 10ml，弃去石油醚液，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7~8，用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 20ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取白屈菜对照药材 1g，加水 25ml 回流煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加盐酸-甲醇（0.5：100）混合溶液 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇（10：2：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，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 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 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.005mol/L 磷酸二氢钾溶液（每 1L 中加十二烷基硫酸钠 1.0g，再以磷酸调节 pH 值为 4.0）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 25℃；检测波长为 210nm。理论板数按盐酸黄连碱峰计算应不低于 5000。

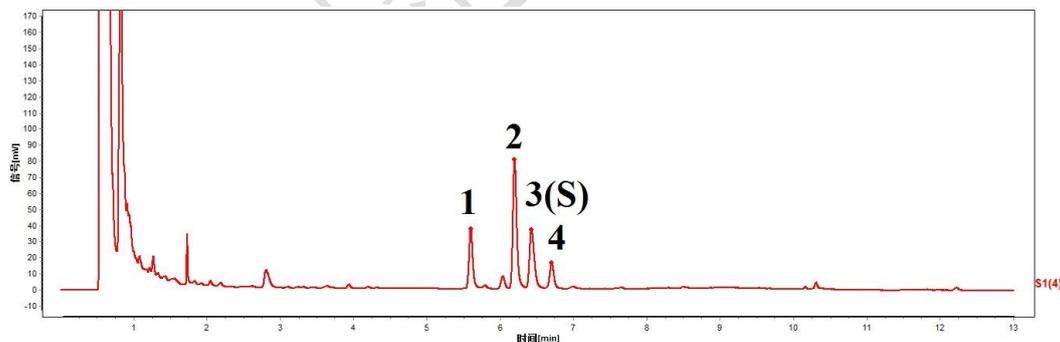
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	40→50	60→50
6~8	50→80	50→20
8~12	80	20

参照物溶液的制备 取白屈菜对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入水 50ml，煎煮 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取氢化原阿片碱对照品、盐酸黄连碱对照品、四氢黄连碱对照品适量，分别加甲醇制成每 1ml 含氢化原阿片碱 50 μ g、盐酸黄连碱 20 μ g、四氢黄连碱 50 μ g 的溶液，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 4 个特征峰，应与对照药材参照物图谱中 4 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 3、峰 4 应分别与氢化原阿片碱、盐酸黄连碱和四氢黄连碱对照品参照物保留时间相对应。与盐酸黄连碱参照物相应的峰为 S 峰，计算峰 2 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%范围之内，规定值为：0.96（峰 2）。



对照特征图谱

峰 1：氢化原阿片碱 峰 3(S)：盐酸黄连碱 峰 4：四氢黄连碱

色谱柱：Eclipse Plus C18 100mm \times 2.1mm, 1.8 μ m

【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 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，内径为2.1mm，粒径为1.8 μ m）；以乙腈为流动相A，以0.005mol/L磷酸二氢钾溶液（每100ml中加十二烷基硫酸钠0.1g，再以磷酸调节pH值为4.0）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25 $^{\circ}$ C；检测波长为360nm。理论板数按盐酸黄连碱峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	40→50	60→50
6~8	50→80	50→20
8~12	80	20

对照品溶液的制备 取盐酸黄连碱对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每1ml含20 μ g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0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）45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1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含黄连碱（ $C_{19}H_{13}NO_4$ ）以盐酸黄连碱（ $C_{19}H_{14}ClNO_4$ ）计应为1.0mg~6.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片3.5g。

【贮藏】 密封。