

制关白附配方颗粒

Zhiguanbaifu Peifangkeli

【来源】本品为毛茛科植物黄花乌头 *Aconitum coreanum* (Lévl.) Rap. 的干燥子根及母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】取制关白附饮片 7500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 7.1%~13.3%），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 1000g，即得。

【性状】本品为类白色至灰白色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】取本品 1g，研细，加浓氨试液 0.5ml 和三氯甲烷 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取关白附对照药材 0.5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加浓氨试液 0.5ml 和三氯甲烷 30ml”起，同法制成对照药材溶液。再取盐酸关附甲素对照品，加甲醇制成每 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 20 μ l、对照药材溶液和对照品溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-乙醇（6.4：3.6：1）为展开剂，置氨蒸气饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。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。

【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 20%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；检测波长为 205nm。理论板数按盐酸关附甲素峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	18	82
10~25	18→25	82→75
25~55	25→43	75→57

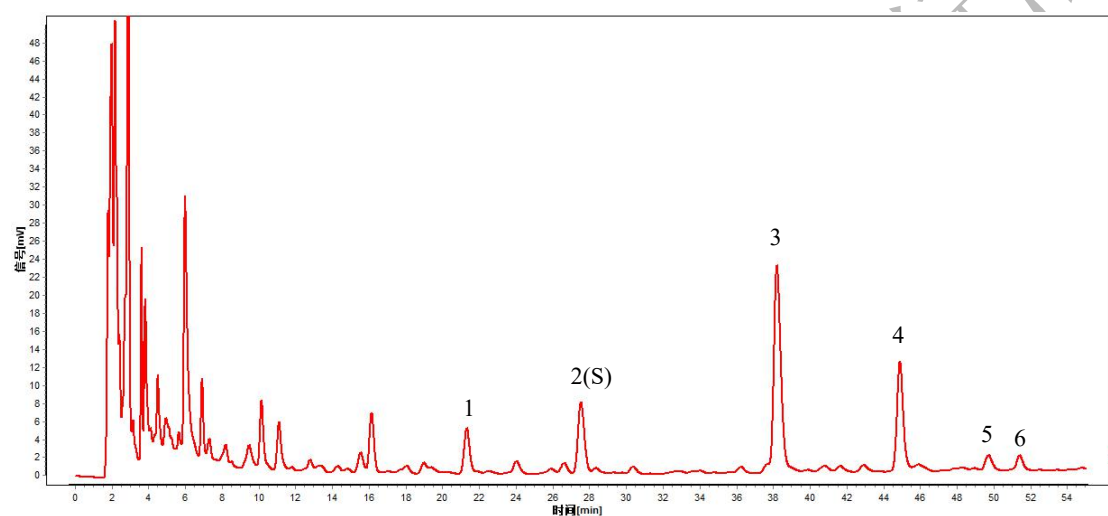
参照物溶液的制备 取制关白附对照饮片 3g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液浓缩至近干，残渣加 70%甲醇 5ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照饮片参照物溶液。另取盐酸关附甲素对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 75 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密

加入70%甲醇20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）15分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现6个特征峰，并应与对照饮片参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应，其中峰2应与盐酸关附甲素对照品参照物峰保留时间相对应。与盐酸关附甲素参照物峰相对应的峰为S峰，计算各特征峰与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：0.77（峰1）、1.39（峰3）、1.64（峰4）、1.82（峰5）、1.87（峰6）。



对照特征图谱

峰 2 (S)：盐酸关附甲素

【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】取本品适量，研细，取约 3g，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 4.5%。

【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-磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾 6.8g，置 1000ml 量瓶中，加水适量使溶解，精密加入磷酸 200 μ l，加水至刻度，摇匀，滤过，即得，pH 值约为 3.7）（11：89）为流动相；检测波长为 200nm。理论板数按盐酸关附甲素峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取盐酸关附甲素对照品适量，精密称定，加磷酸盐缓冲液制成每 1ml 含 75 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密

加水20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）15分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，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5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含盐酸关附甲素（ $C_{24}H_{31}NO_6$ ）应为 0.75mg~3.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准