

白头翁配方颗粒

Baitouweng Peifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物白头翁 *Pulsatilla chinensis* (Bge.) Regel 的干燥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】 取白头翁饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 20%~33%），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】 本品为浅黄棕色至棕色的颗粒；气微，味微苦涩。

【鉴别】 取本品 0.8g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 10 分钟，滤过，取滤液，作为供试品溶液。另取白头翁对照药材 3g，加水 100ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 10ml，同法制成对照药材溶液。再取白头翁皂苷 B₄ 对照品，加甲醇制成每 1ml 含 2mg 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，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 3μl、对照品溶液 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-醋酸-水（4：1：2）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（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，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；以甲醇-乙腈（1：1）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 0.30ml；柱温为 30℃；检测波长：0~27 分钟为 285nm，27~40 分钟为 220nm。理论板数按菊苷酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	16→20	84→80
5~12	20→34	80→66
12~18	34	66
18~22	34→40	66→60

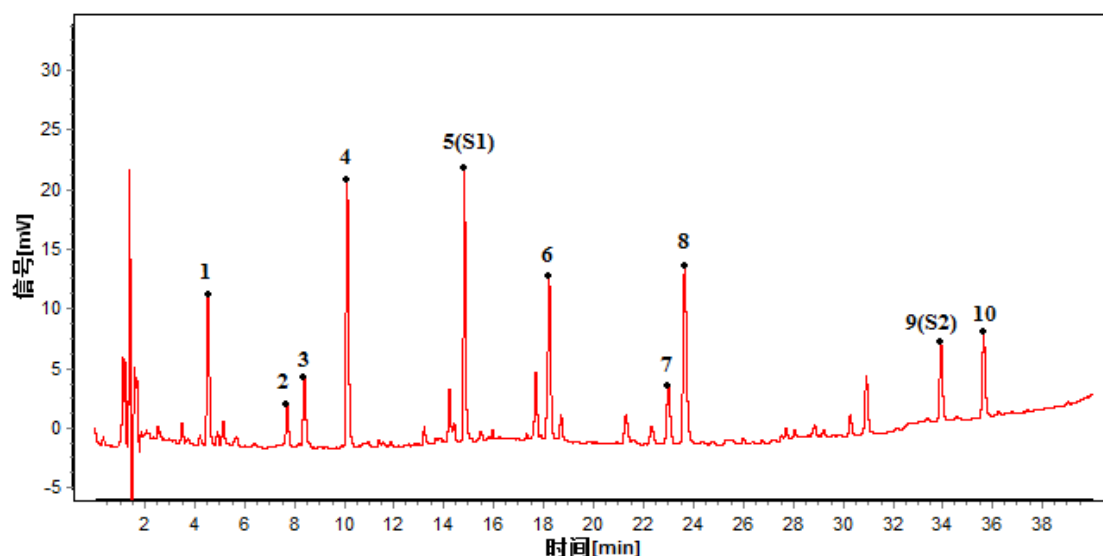
22~24	40→45	60→55
24~26	45	55
26~35	45→53	55→47
35~40	53→70	47→30

参照物溶液的制备 取白头翁对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取单咖啡酰酒石酸对照品、咖啡酸对照品、菊苣酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含单咖啡酰酒石酸 20μg、咖啡酸 10μg、菊苣酸 20μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。再取〔含量测定〕项下对照品溶液，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 0.2g，置具塞锥形瓶中，加 70%乙醇 25ml，超声处理（250W，40kHz）30 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与供试品溶液各 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1~2、峰 5、峰 9 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应；与菊苣酸对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 3~4、峰 6~8 与 S1 峰的相对保留时间；与白头翁皂苷 B₄ 对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 10 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.57（峰 3）、0.68（峰 4）、1.23（峰 6）、1.55（峰 7）、1.60（峰 8）、1.05（峰 10）。



对照特征图谱

峰 1：单咖啡酰酒石酸；峰 2：咖啡酸；峰 5（S1）：菊苣酸；

峰 9（S2）：白头翁皂苷 B₄；峰 10：常春藤皂苷 C

色谱柱：HSS T3 C18，2.1mm×150mm，1.8μm

【检查】 常春藤皂苷 B、常春藤皂苷 D 取常春藤皂苷 B 对照品、常春藤皂苷 D 对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 2mg 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〔鉴别〕项下的供试品溶液 3μl 与上述对照品溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-醋酸-水（4：1：2）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的斑点或荧光斑点。

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 40.0%。

【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 1.8μm）；以甲醇-水（64：36）为流动相；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 30℃；检测波长为 201nm。理论板数按白头翁皂苷 B₄ 峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取白头翁皂苷 B₄ 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.4mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（250W，40KHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 10%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 含白头翁皂苷 B₄（C₅₉H₉₆O₂₆）应为 90.0mg~210.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。

白头翁