

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021039

独活配方颗粒

Duhuo Peifangkeli

【来源】 本品为伞形科植物重齿毛当归 *Angelica pubescens* Maxim. f. *biserrata* Shan et Yuan 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】 取独活饮片 1700g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 35%~45%），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】 本品为黄棕色至棕色颗粒；有特异香气，味苦、辛、微麻舌。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 15 分钟，滤过，作为供试品溶液。另取独活对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取蛇床子素对照品、二氢欧山芹醇当归酸酯对照品，加甲醇制成每 1ml 含蛇床子素、二氢欧山芹醇当归酸酯各 0.1mg 的混合溶液，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，吸取上述供试品溶液、对照药材溶液、对照品溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-甲苯-乙酸乙酯（2：1：1）为展开剂，预饱和 30 分钟，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，显相同颜色的荧光主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显两个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）；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 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 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 330nm。理论塔板数按二氢欧山芹醇当归酸酯峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	30→35	70→65
2~10	35→45	65→55
10~18	45→51	55→49
18~23	51→90	49→10
23~25	90	10

参照物溶液的制备 取独活对照药材 0.4g，置具塞锥形瓶中，加水 30ml，回流提取 30

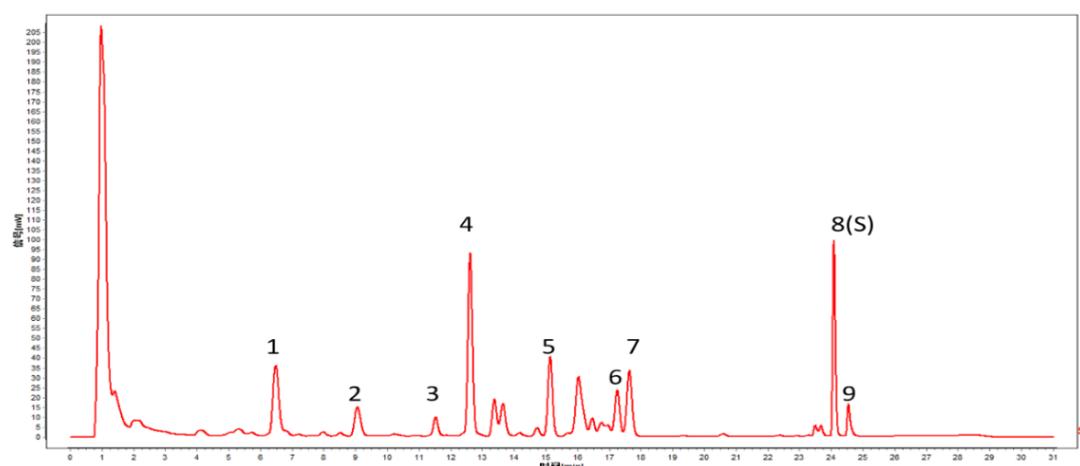
分钟，放冷，离心，取上清液蒸干，加 70%甲醇 20ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应，其中峰 8、峰 9 应分别与蛇床子素对照品、二氢欧山芹醇当归酸酯对照品参照峰保留时间相对应，与蛇床子素参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 3、峰 4、峰 5、峰 6、峰 7、峰 9 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：0.38（峰 2）、0.48（峰 3）、0.53（峰 4）、0.63（峰 5）、0.72（峰 6）、0.74（峰 7）、1.02（峰 9）。



对照特征图谱

峰 8 (S)：蛇床子素；峰 9：二氢欧山芹醇当归酸酯

色谱柱：Extend C18，2.1mm \times 100mm，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】 取样品研细，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 29.0%。

【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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈-水（49:51）为流动相；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 330nm。理论板数按二氢欧山芹醇当归酸酯峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 分别取蛇床子素、二氢欧山芹醇当归酸酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含蛇床子素 20 μ g、含二氢欧山芹醇当归酸酯 2 μ g 的混合溶液，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%甲醇 20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 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 含蛇床子素（ $C_{15}H_{16}O_3$ ）应为 0.6mg~1.8mg，含二氢欧山芹醇当归酸酯（ $C_{19}H_{20}O_5$ ）应为 0.15mg~0.66mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.7g

【贮藏】 密封。