

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021067

火麻仁配方颗粒

Huomaren Peifangkeli

【来源】 本品为桑科植物大麻 *Cannabis sativa* L. 的干燥成熟果实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】 取火麻仁饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14.5%~21.5%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅黄色至灰棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加甲醇 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。另取火麻仁对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 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。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 5 μ l，对照药材溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（15:1:0.3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以香草醛硫酸试液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。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 40 $^{\circ}$ C；检测波长为 205nm。理论板数按 α -亚麻酸峰计算应不低于 5000。

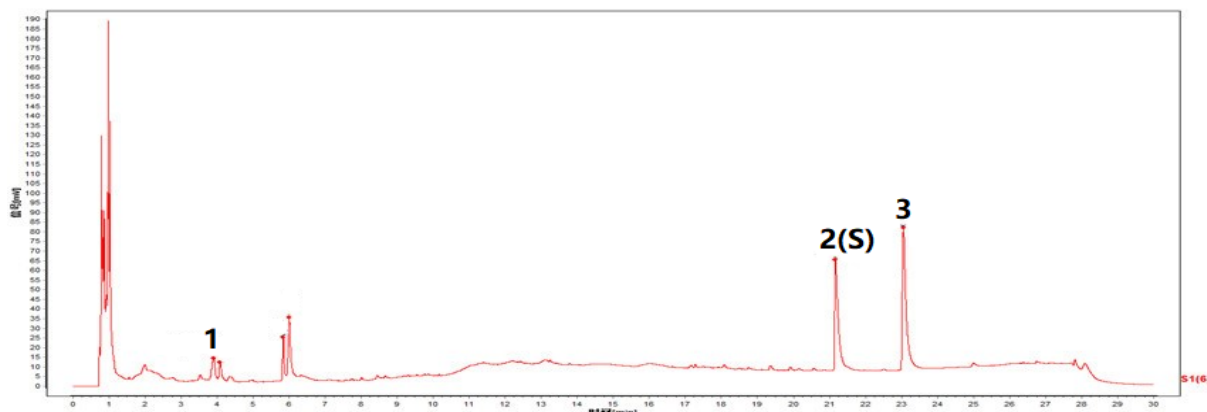
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	2 \rightarrow 12	98 \rightarrow 88
6~14	12 \rightarrow 40	88 \rightarrow 60
14~16	40 \rightarrow 80	60 \rightarrow 20
16~21	80	20
21~24	80 \rightarrow 100	20 \rightarrow 0
24~26	100	0
26.1~30	2	98

参照物溶液的制备 取火麻仁对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入水 10ml，加热回流 60 分钟，取出，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣用 50% 甲醇溶解，并转移至 5ml 量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取鸟苷对照品、 α -亚麻酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1ml 含鸟苷 100 μ g、 α -亚麻酸 60 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0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇10ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，取出，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足损失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液 1 μ l 与供试品溶液 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 3 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 3 个特征峰保留时间相对应；其中峰 1、峰 2 的保留时间应与鸟苷对照品、 α -亚麻酸对照品参照物色谱峰的保留时间相对应。与 α -亚麻酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 3 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：1.09（峰 3）。



对照特征图谱

峰 1：鸟苷；峰 2（S）： α -亚麻酸；峰 3：亚油酸

色谱柱：HSS T3 C18，2.1mm \times 100mm，1.8 μ m

【检查】 黄曲霉毒素 照真菌毒素测定法（中国药典 2020 年版通则 2351）测定。

本品每 1000g 配方颗粒中含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5 μ g，黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 的总量不得过 10 μ g。

溶性性 照颗粒剂溶性性检查方法（中国药典 2020 年版通则 0104）检查，加热水 200ml，搅拌 5 分钟（必要时加热煮沸 5 分钟），立即观察，应全部溶化或轻微浑浊，不得有焦屑或异物。

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】 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 15.0%。

【含量测定】 总脂肪油 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，置索氏提取器中，加石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）适量，加热回流提取（5 小时）至脂肪油提尽，收集提取液，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上低温蒸干，在 100 $^{\circ}$ C 干燥 1 小时，移置干燥器中，冷却 30 分钟，精密称定，计算，即得。

本品每 1g 含总脂肪油应为 70.0mg~180.0mg。

胡芦巴碱 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-0.05% 十二烷基磺酸钠溶液-冰醋酸（20：80：0.1）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C。检测波长为 265nm，理论板数按胡芦巴碱峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取胡芦巴碱对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 含胡芦巴碱 20 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50% 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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含胡芦巴碱（ $C_7H_7NO_2$ ）应为 0.80mg~2.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5 克

【贮藏】 密封。