

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 2015 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，在紫外光（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 2015 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）	A（%）	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

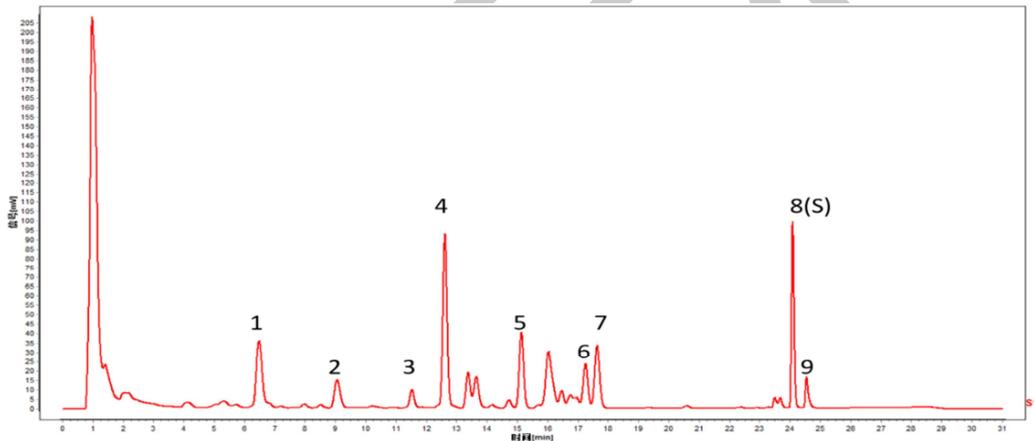
参照物溶液的制备 取独活对照药材 0.4g，置具塞锥形瓶中，加水 30ml，回流提取 30 分钟，放冷，离心，取上清液蒸干，加 70%甲醇 20ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，过滤，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

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，其中 2 个峰应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应，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：0.27（峰 1）、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】 重金属及有害元素 取本品，照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2015 年版 通则 2321）测定。本品含铅不得过 5mg/kg；含镉不得过 0.3mg/kg；含砷不得过 2mg/kg；含汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

有机氯农药残留量 取本品，照农药残留量测定法（中国药典 2015 年版 通则 2341 有机氯农药残留量测定法-第一法）测定。本品含六六六(α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC 之和)不得过 0.2mg/kg；含总滴滴涕(pp' -DDE、 pp' -DDD、 op' -DDT、

pp'-DDT 之和) 不得过 0.2mg/kg; 含五氯硝基苯不得过 0.1mg/kg。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(中国药典 2015 年版通则 0104)。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2015 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 2015 年版 通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定) 项。

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, 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 5 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。