

苦参配方颗粒

Kushen Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物苦参 *Sophora flavescens* Ait. 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】 取苦参饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14%~20%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味极苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加浓氨试液 0.3ml、三氯甲烷 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取苦参碱对照品、槐定碱对照品、氧化苦参碱对照品，加乙醇制成每 1ml 各含 0.2mg 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 5 μ l，混合对照品溶液 4 μ l，分别点于同一用 2%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液（5：0.6：0.3）10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液为展开剂，预饱和 30 分钟，展开，取出，晾干，依次喷以碘化铍钾试液和亚硝酸钠乙醇试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显三个相同的橙色斑点。

【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 1.7 μ m），以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按氧化槐果碱峰计算应不低于 2000。

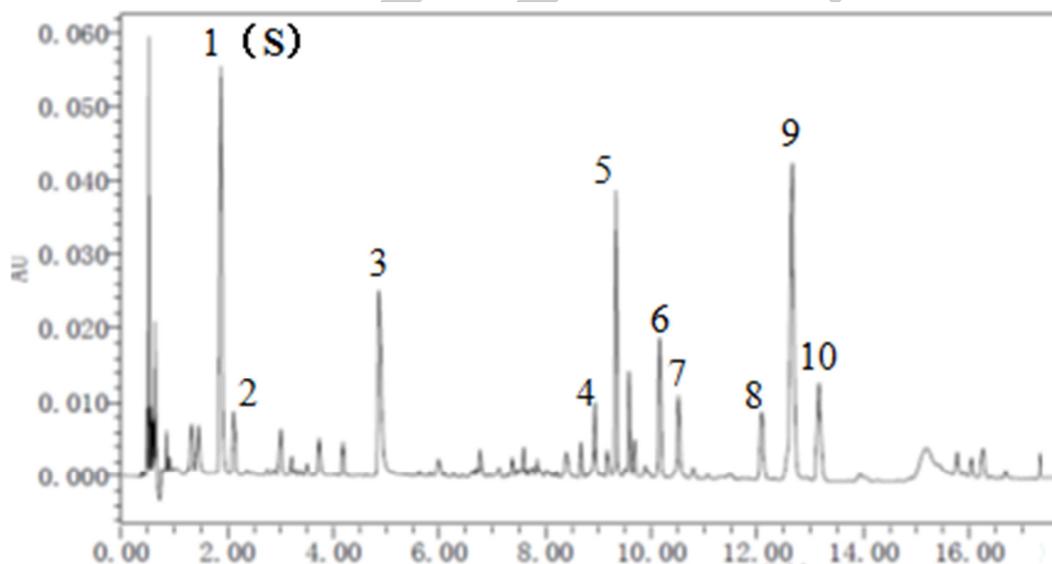
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~4	1→7	99→93
4~8	7→17	93→83
8~13	17→20	83→80
13~17	20→35	80→65

参照物溶液的制备 取苦参对照药材 1.0g, 置具塞锥形瓶中, 加 50% 甲醇 50ml, 密塞, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 45 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取氧化槐果碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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 0.2g, 同对照药材参照物溶液制备方法制备供试品溶液。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 μ l, 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, 应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰保留时间相对应。与氧化槐果碱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: 1.13 (峰 2)、2.61 (峰 3)、4.77 (峰 4)、4.98 (峰 5)、5.42 (峰 6)、5.61 (峰 7)、6.47 (峰 8)、6.78 (峰 9)、7.06 (峰 10); 计算峰 9 与 S 峰的相对保留峰面积, 其相对峰面积应在规定范围内, 规定范围为: 0.60~1.40 (峰 9)。



对照特征图谱

峰1: 氧化槐果碱 (S)

色谱柱 CSH C18, 2.1mm \times 100mm, 1.7 μ m

【检查】 重金属及有害元素 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。

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 45.0%。

【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 以氨基键合硅胶为填充剂;以乙腈-无水乙醇-3%磷酸溶液(80:10:10)为流动相;检测波长为 220nm。理论板数按氧化苦参碱峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取苦参碱对照品、氧化苦参碱对照品适量,精密称定,加乙腈-无水乙醇(80:20)混合溶液分别制成每 1ml 含苦参碱 50 μ g、氧化苦参碱 0.15mg 的溶液,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,加浓氨试液 1ml,精密加入三氯甲烷 50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 40kHz)40 分钟,放冷,再称定重量,用三氯甲烷补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,蒸干,残渣加无水乙醇适量使溶解,转移至 10ml 量瓶中,加无水乙醇至刻度,摇匀,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 含苦参碱($C_{15}H_{24}N_2O$)和氧化苦参碱($C_{15}H_{24}N_2O_2$)的总量应为 30.0mg~68.9mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g。

【贮藏】 密封。