

北京市药品监督管理局

北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2023001

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 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 17%~25%），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 0.2g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取白头翁对照药材 1g，加水 30ml，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。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2~5 μ l，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 $^{\circ}$ 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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 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 0.3ml；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 201nm。理论板数按菊苣酸峰计算应不低于 8000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	5	95
5~15	5 \rightarrow 12	95 \rightarrow 88
15~22	12 \rightarrow 22	88 \rightarrow 78
22~33	22 \rightarrow 38	78 \rightarrow 62

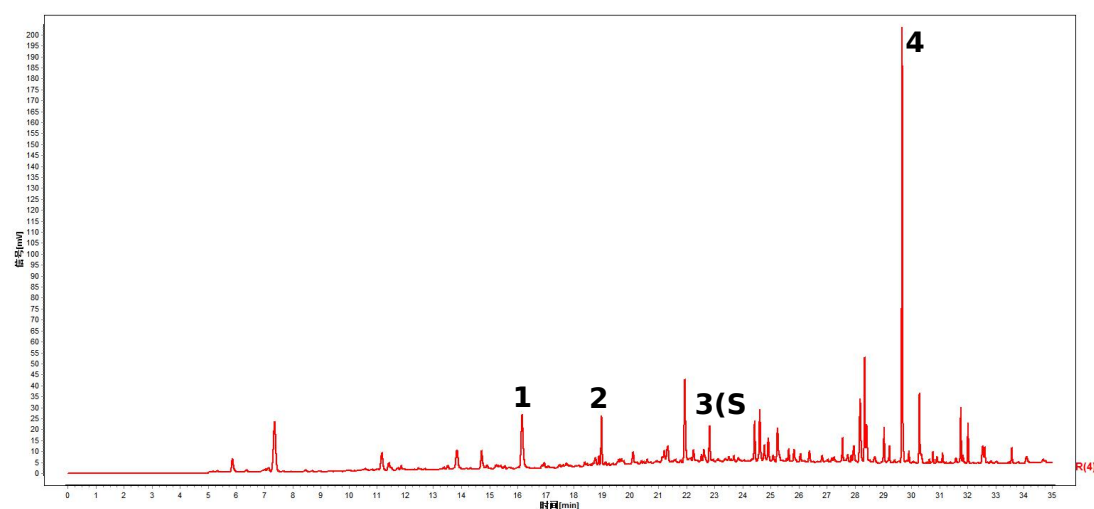
33 ~ 35	38→42	62→58
35 ~ 37	42→80	58→20

参照物溶液的制备 取白头翁对照药材 0.5g，加水 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液 1ml，置 10ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取菊苣酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，作为菊苣酸对照品参照物溶液。再取〔含量测定〕项的对照品溶液，作为白头翁皂苷 B₄ 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 1 μ l，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 4 应与分别与菊苣酸、白头翁皂苷 B₄ 对照品参照物峰保留时间相对应。与菊苣酸对照品参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2 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：0.71（峰 1）、0.83（峰 2）。



对照特征图谱

峰 3（S）：菊苣酸 峰 4：白头翁皂苷 B₄

色谱柱：ACQUITY HSS T₃, 2.1mm \times 150mm, 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】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 27.0%。

【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 1.8 μ m)；以甲醇-水（64:36）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；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，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 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，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含白头翁皂苷 B4（C₅₉H₉₆O₂₆）应为 20.0mg ~ 119.9mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.0g

【贮藏】 密封。