

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021077

酒当归配方颗粒

Jiudanggui Peifangkeli

【来源】 本品为伞形科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 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】 取酒当归饮片 1500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 34%~58%), 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】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒; 气微, 味微甘、微苦。

【鉴别】 (1) 取本品 1g, 研细, 加水 20ml 使溶解, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取当归对照药材 0.5g, 加乙醚 20ml, 超声处理 10 分钟, 滤过, 滤液挥干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为对照药材溶液。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 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯(1:1) 为展开剂, 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。

(2) 取本品 1g, 研细, 加 1% 碳酸氢钠溶液 50ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液用稀盐酸调节 pH 值至 2~3, 用乙醚振摇提取 3 次(20ml, 15ml, 15ml), 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取当归对照药材 1g, 同法制成对照药材溶液。再取阿魏酸对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 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, 吸取上述三种溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(4:1:1:0.1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显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 150mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.6 μ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.1% 甲酸溶液为流动相 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 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 270nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 5000。

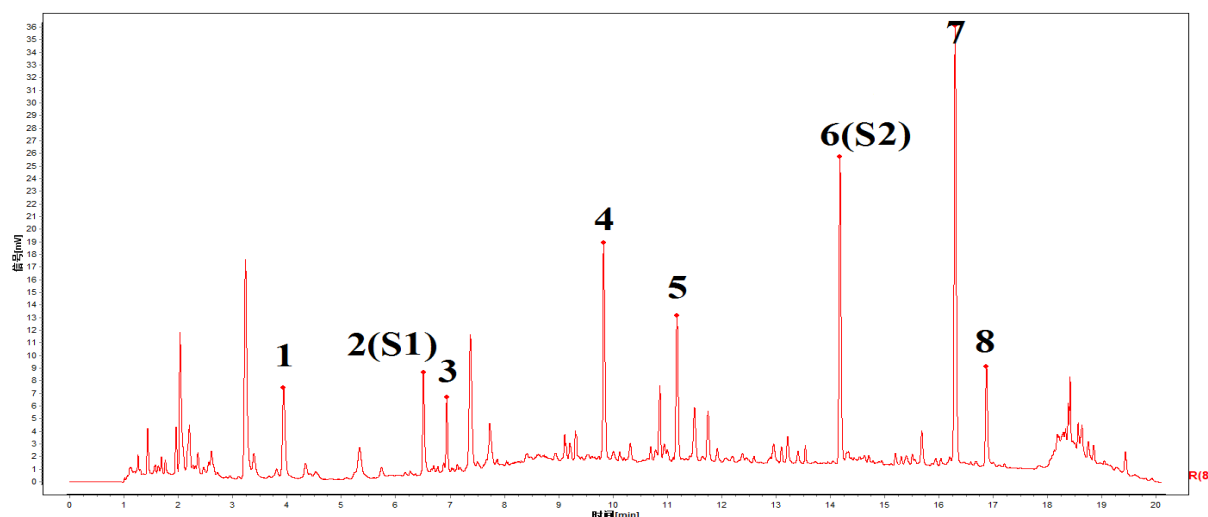
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~3	0	100
3~5	0 \rightarrow 4	100 \rightarrow 96
5~16	4 \rightarrow 30	96 \rightarrow 70
16~17	30 \rightarrow 100	70 \rightarrow 0
17~20	100	0

参照物溶液的制备 取当归对照药材0.2g，置具塞锥形瓶中，加水20ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）20分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取腺苷对照品、色氨酸对照品、阿魏酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加70%甲醇制成每1ml含腺苷20 μ g、色氨酸20 μ g、阿魏酸12 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0.2g，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 1 μ l、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 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 4 和峰 6 应与腺苷对照品、色氨酸对照品、阿魏酸对照品参照物色谱峰保留时间相对应。与腺苷参照物相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3 与 S1 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：0.61（峰 1）、1.06（峰 3）。与阿魏酸对照品参照物相应的峰为 S2 峰，计算峰 5、峰 7、峰 8 与 S2 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：0.79（峰 5）、1.15（峰 7）、1.19（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1：尿苷；峰 2（S1）：腺苷；峰 3：鸟苷；峰 4：色氨酸

峰 6（S2）：阿魏酸；峰 7：洋川芎内酯 I；峰 8：洋川芎内酯 H

色谱柱：CORTECS T3 C18，2.1mm \times 150mm，1.6 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 13.0%。

【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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 2.2 μ m）；以乙腈-0.085%磷酸溶液（17：83）为流动相；流速为每分钟 0.4ml；检测波长为 316nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取阿魏酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加 70%甲醇制成每 1ml 含 6 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 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 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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含阿魏酸（ $C_{10}H_{10}O_4$ ）应为 0.40mg~1.60mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。