

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021113

升麻（大三叶升麻）配方颗粒

Shengma (Dasanyeshengma) Peifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物大三叶升麻 *Cimicifuga heracleifolia* Kom. 的干燥根茎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】 取升麻饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~20%），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的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.25g，研细，加乙醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液；另取阿魏酸对照品、异阿魏酸对照品，加乙醇制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液，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，吸取供试品溶液 8 μ l、对照品溶液 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-二氯甲烷-冰醋酸（6：1：0.5）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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m），以乙腈为流动相 A，以 0.05%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 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 320nm。理论板数按异阿魏酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	12	88
1~3	12 \rightarrow 18	88 \rightarrow 82
3~6	18	82
6~13	18 \rightarrow 35	82 \rightarrow 65
13~15	35 \rightarrow 90	65 \rightarrow 10
15~19	90	10

参照物溶液的制备 取升麻（大三叶升麻）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加稀乙醇 25ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

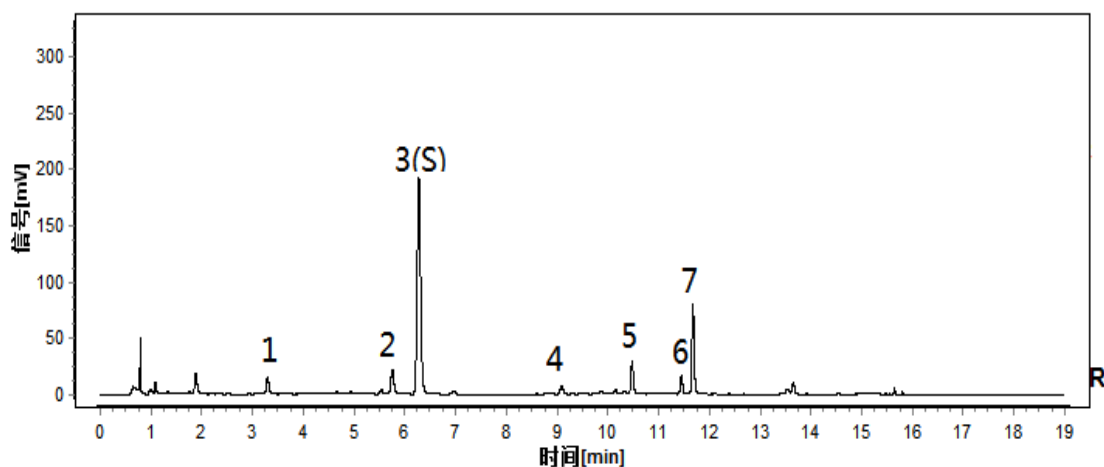
审定

照物溶液。另取咖啡酸对照品、异阿魏酸对照品、阿魏酸对照品适量，加稀乙醇制成每 1ml 各含 0.1mg 的混合溶液，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，置具塞锥形瓶中，加稀乙醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中 3 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与异阿魏酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 4、峰 5、峰 6、峰 7 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：1.44（峰 4）、1.68（峰 5）、1.84（峰 6）、1.88（峰 7）。



对照特征图谱

峰 1：咖啡酸 峰 2：阿魏酸 峰 3（S）：异阿魏酸

色谱柱 SB C18，2.1mm \times 100mm，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】 取本品研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，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，不得少于 20.0%。

【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 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 0.4ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 316nm。理论板数按异阿魏酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	13	87
10~12	13 \rightarrow 100	87 \rightarrow 0
12~15	100	0
15~17	100 \rightarrow 13	0 \rightarrow 87
17~27	13	87

对照品溶液的制备 取异阿魏酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加稀乙醇制成每 1ml 含 25 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置锥形瓶中，精密加入 10%乙醇 50ml，称定重量，加热回流 2.5 小时，放冷，再称定重量，用 10%乙醇补足减失的重量，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，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含异阿魏酸（C₁₀H₁₀O₄）应为 8.5mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。