

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021127

乌药配方颗粒

Wuyao Peifangkeli

【来源】 本品为樟科植物乌药 *Lindera aggregata* (Sims) Kosterm. 的干燥块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】 取乌药饮片 10000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率范围为 6%~10%), 干燥(或干燥, 粉碎), 加辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为灰黄色至灰棕色的颗粒; 气微, 味苦。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加水 20ml 使溶解, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙酸乙酯液, 蒸干, 残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取乌药对照药材 2g, 加水 50ml, 煮沸 30 分钟, 滤过, 滤液浓缩至 20ml, 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 10 μ l, 分别点于同一硅胶 H 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯(15:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 1% 香草醛硫酸溶液, 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, 显相同颜色的主斑点。

【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% 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 220nm。理论板数按去甲异波尔定峰计算应不低于 5000。

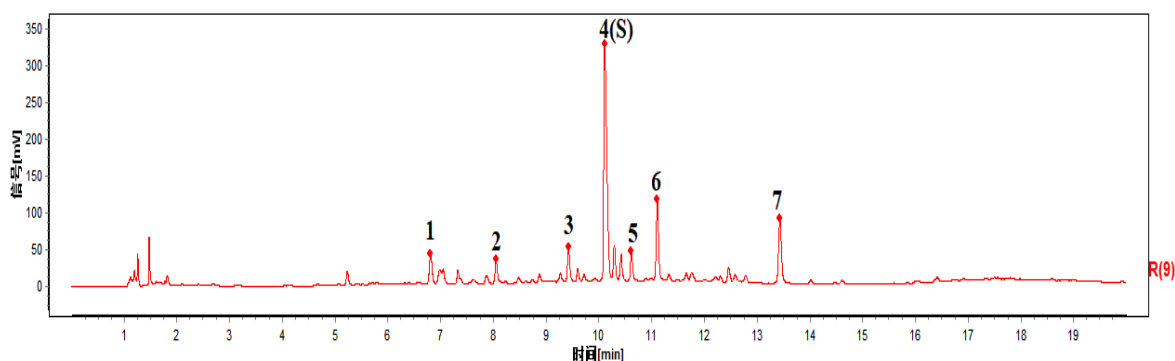
| 时间(分钟) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|--------|---------------------|---------------------|
| 0~1 | 3 \rightarrow 10 | 97 \rightarrow 90 |
| 1~3 | 10 | 90 |
| 3~7 | 10 \rightarrow 16 | 90 \rightarrow 84 |
| 7~11 | 16 | 84 |
| 11~20 | 16 \rightarrow 60 | 84 \rightarrow 40 |

参照物溶液的制备 取乌药对照药材 0.2g, 置具塞锥形瓶中, 加入 50% 甲醇 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, 作为对照药材参照物溶液。另取去甲异波尔定对照品适量, 精密称定, 加甲醇-盐酸溶液(0.5 \rightarrow 100)(2:1) 的混合溶液制成每 1ml 含 0.2mg 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0.1g，同对照药材参照物溶液制备方法制成供试品溶液。

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7个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的7个特征峰相对应，其中峰4应与去甲异波尔定对照品参照物色谱峰的保留时间相一致。与去甲异波尔定参照物相应的峰为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 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：0.67（峰1）、0.80（峰2）、0.93（峰3）、1.05（峰5）、1.10（峰6）、1.33（峰7）。



对照特征图谱

峰 2：儿茶素；峰 4（S）：去甲异波尔定

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项下的热浸法（中国药典 2020 年版通则 2201）测定，用乙醇作溶剂，不得少于 22.0%。

【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；以乙腈为流动相 A，以含 0.5% 甲酸和 0.1% 三乙胺溶液为流动相 B，按下表中规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；检测波长为 280nm。理论板数按去甲异波尔定峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|---------|---------------------|---------------------|
| 0~7 | 11 | 89 |
| 7~7.1 | 11 \rightarrow 22 | 89 \rightarrow 78 |
| 7.1~10 | 22 | 78 |
| 10.1~15 | 11 | 89 |

对照品溶液的制备 取去甲异波尔定对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 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 70% 甲醇 50ml，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 1 μ l、供试品溶液 0.5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含去甲异波尔定（C₁₈H₁₉NO₄）应为 15.0mg~37.0mg。

【规格】 每 1 克配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。