

北沙参配方颗粒

Beishashen Peifangkeli

【来源】 本品为伞形科植物珊瑚菜 *Glehnia littoralis* Fr. Schmidt ex Miq. 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】 取北沙参饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 30%~40%），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】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微甘。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取北沙参对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣加甲醇 20ml，同法制成北沙参对照药材溶液。再取东莨菪内酯对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 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，吸取供试品溶液 1 μ l、对照药材溶液 6 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（4:10:7:1）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，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。

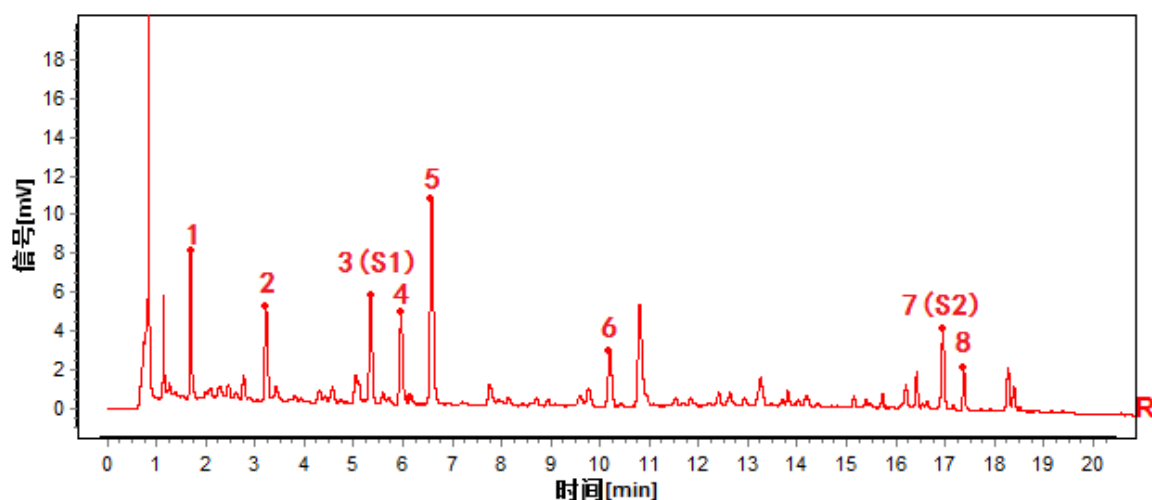
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕绿原酸、咖啡酸项。

参照物溶液的制备 取北沙参对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 75%甲醇 20ml，超声处理（功率 300W，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。另取咖啡酸对照品、绿原酸对照品、花椒毒素对照品、新绿原酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含咖啡酸 3.5 μ g、绿原酸 3.5 μ g、花椒毒素 2 μ g、新绿原酸 2 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕绿原酸、咖啡酸项。

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 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 2~3，峰 5、峰 7 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应；与绿原酸对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 4、峰 6 与 S1 峰的相对保留时间；与花椒毒素对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 8 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为： \cdot 0.32（峰 1）、1.10（峰 4）、1.91（峰 6）、1.03（峰 8）。



对照特征图谱

峰 2: 新绿原酸; 峰 3: 绿原酸; 峰 4: 隐绿原酸; 峰 5: 咖啡酸;

峰 6: 东莨菪内酯; 峰 7: 花椒毒素

色谱柱: HSS T3 C18; 2.1mm×100mm, 1.8μm

【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 29.0%。

【含量测定】 绿原酸、咖啡酸 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 1.8μm）；以甲醇-乙腈（1:1）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 0.30ml；柱温为 30 ；检测波长为 323nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 8000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8.5	12→24	88→76
8.5~16	24→50	76→50
16~18.5	50→64	50→36
18.5~25	64→82	36→18
25~27	82	18

对照品溶液的制备 取咖啡酸对照品、绿原酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 3.5μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 75%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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含绿原酸 ($C_{16}H_{18}O_9$) 和咖啡酸 ($C_9H_8O_4$) 的总量应为 0.15mg~0.60mg。

腺苷 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 1.7~1.9 μ m); 以甲醇-水 (8:92) 为流动相; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 检测波长为 260nm。理论板数按腺苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取腺苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 同 (含量测定) 绿原酸、咖啡酸项。

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 含腺苷 ($C_{10}H_{13}N_5O_4$) 应为 0.30mg~0.70mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【注意】 不宜与藜芦同用。

【贮藏】 密封。