

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230025

当归尾配方颗粒

Danguiwei Peifangkeli

【来源】 本品为伞形科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 的干燥支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】 取当归尾饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 33.4%~51.7%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，分装，即得。

【性状】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味甘、微苦。

【鉴别】 （1）取本品 1g，加水 20ml 使溶解，用乙醚提取 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。另取当归尾对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 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 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。另取当归尾对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，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 100mm，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 0.30ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 270nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 5000。

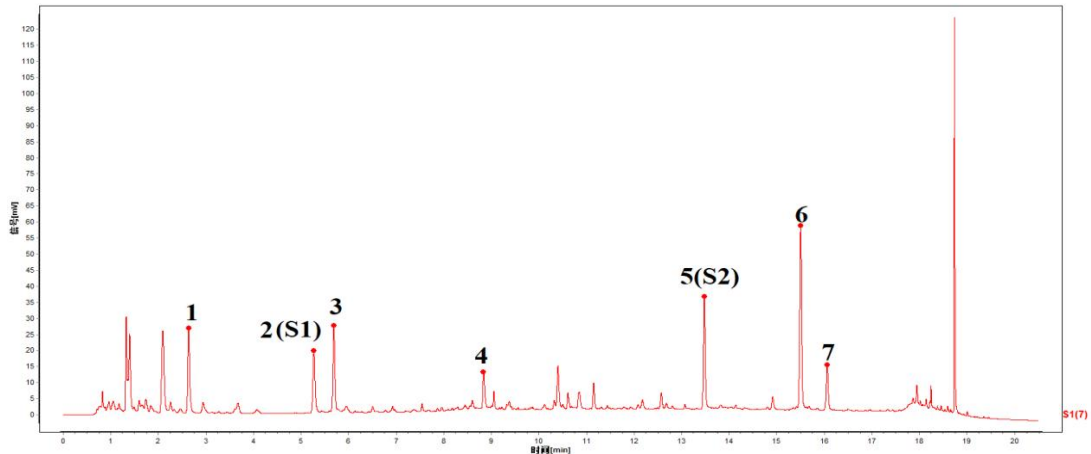
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	0	100
3~5	0 \rightarrow 4	100 \rightarrow 96
5~16	4 \rightarrow 30	96 \rightarrow 70
16~17	30 \rightarrow 100	70 \rightarrow 0
17~20	100	0

参照物溶液的制备 取当归尾对照药材 0.4g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）60 分钟，放冷，摇匀，静置，取上清液离心，滤过，取续滤液作为对照药材参照物溶液。另取腺苷、色氨酸、阿魏酸对照品，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，精密称定，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）10 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 2 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，其中峰 2、峰 4 和峰 5 应分别与腺苷对照品、色氨酸对照品和阿魏酸对照品参照物色谱峰保留时间相对应。与腺苷对照品参照物相应的峰为 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：0.51（峰 1）、1.08（峰 3）。与阿魏酸对照品参照物相应的峰为 S2 峰，计算峰 6、峰 7 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：1.15（峰 6）、1.19（峰 7）。



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 5 (S2): 阿魏酸;

峰 6: 洋川芎内酯 I; 峰 7: 洋川芎内酯 H

色谱柱: CORTECS UPLC T3, 2.1mm×100mm, 1.6μm

【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 30.0%。

【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 1.7μm）；以乙腈-0.085%磷酸溶液（17：83）为流动相；检测波长为 316nm；柱温为 30℃。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 9μg 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，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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含阿魏酸（C₁₀H₁₀O₄）应为 0.50mg~1.70mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。