

常山配方颗粒

Changshan Peifangkeli

【来源】 本品为虎耳草科植物常山 *Dichroa febrifuga* Lour. 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】 取常山饮片 17000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 3.6%~5.8%），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】 本品为黄棕色至深棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 3g，加 2%盐酸溶液 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液加浓氨试液调节 pH 值至 10，用三氯甲烷振摇提取 3 次，每次 40ml，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取常山对照药材 10g，加 100ml 水煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 2%盐酸溶液 50ml，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，吸取供试品溶液 4 μ l、对照药材溶液 12 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液（9：1：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 1.7 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.2%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 0.25ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 226nm。理论板数按常山碱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	15 \rightarrow 20	85 \rightarrow 80
5~10	20	80
10~25	20 \rightarrow 90	80 \rightarrow 10

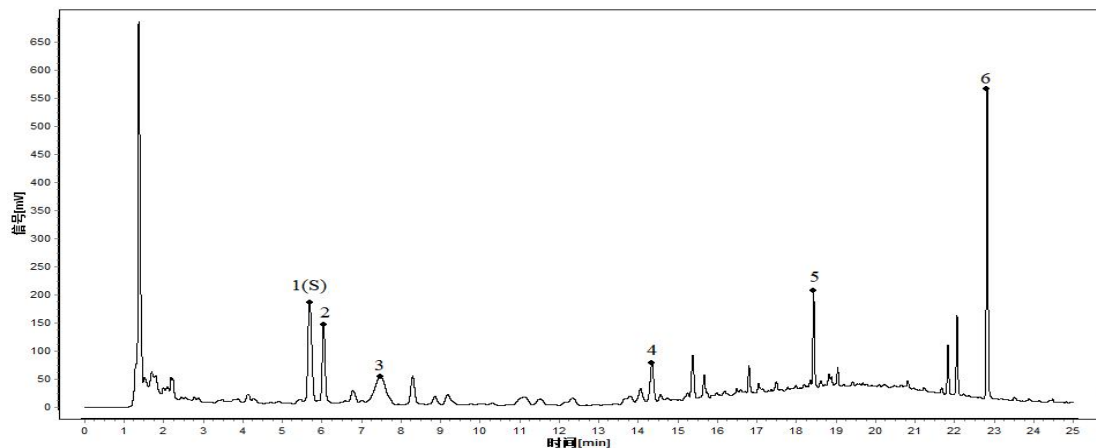
参照物溶液的制备 取常山对照药材 3g，加水 200ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

广东省中药配方颗粒质量标准

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.2g，加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 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 3 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 3 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与常山碱参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：1.08（峰 2）、2.57（峰 4）、3.38（峰 5）、4.23（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1 (S)：常山碱；峰 3：异常山碱

参考色谱柱：ACQUITY BEH C18, 2.1mm \times 150mm, 1.7 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】 取本品适量，研细，取约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，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 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-水-醋酸-三乙胺（9：91：0.3：0.5）为流动相；检测波长为 226nm。理论板数按常山碱峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取常山碱对照品、异常山碱对照品适量，精密称定，加甲醇-盐酸溶液（100：0.2）分别制成每 1ml 含常山碱 30 μ g、异常山碱 100 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，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 70%甲醇补足减失重量，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含常山碱（C₁₆H₁₉N₃O₃）、异常山碱（C₁₆H₁₉N₃O₃）的总量应为 3.0mg~14.0mg。

广东省中药配方颗粒质量标准

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 17g

【贮藏】 密封。