

## 白前（柳叶白前）配方颗粒

### Baiqian (Liuyebaiqian) Peifangkeli

**【来源】** 本品为萝藦科植物柳叶白前 *Cynanchum stauntonii* (Decne.) Schltr. ex Lévl. 的干燥根茎和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】** 取白前饮片 3800g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14%~21%），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】** 本品为黄白色至棕色的颗粒；气微，味微甜。

**【鉴别】** （1）取本品 1g，加乙醇 10ml，超声处理 10 分钟，滤过。取滤液 1~2ml，蒸干，残渣加醋酐 1ml 使溶解，再加硫酸-醋酐（1:20）的混合溶液 1 滴，溶液显红紫色，放置后变为污绿色。

（2）取本品 0.2g，研细，加三氯甲烷-甲醇（3:1）的混合溶液 40ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取白前（柳叶白前）对照药材 0.5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣加三氯甲烷-甲醇（3:1）的混合溶液 40ml，自“加热回流 30 分钟”起，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 2~4 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（20:1）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，放置 30 分钟后，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。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕色氨酸项，检测波长为 265nm。

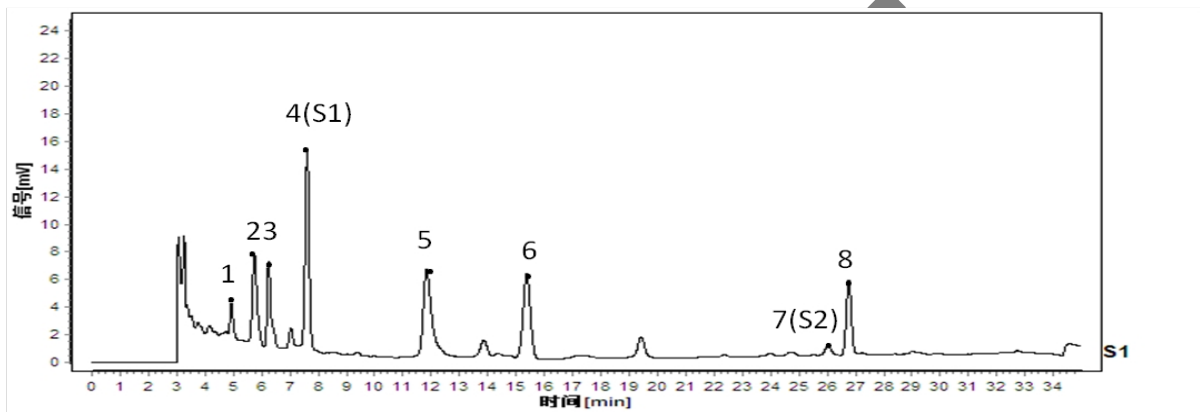
**参照物溶液的制备** 取白前（柳叶白前）对照药材 2g，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取尿苷对照品、色氨酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 分别含尿苷 10 $\mu$ g、色氨酸 3 $\mu$ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 同〔含量测定〕色氨酸项。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 3~6 $\mu$ 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, 应与对照药材参照物色谱峰中的 8 个特征峰的保留时间相对应, 其中峰 4、峰 7 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与尿苷对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰, 计算峰 1~3、峰 6 与 S1 峰的相对保留时间; 与色氨酸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: 0.69 (峰 1)、0.77 (峰 2)、0.83 (峰 3)、1.90 (峰 6)、1.10 (峰 8)。



对照特征图谱

峰 1: 尿嘧啶; 峰 4 (S1): 尿苷; 峰 5: 腺嘌呤; 峰 6: 鸟苷;

峰 7 (S2): 色氨酸; 峰 8: 腺苷

色谱柱: Phenyl-Hexyl, 4.6mm $\times$ 250 mm; 5 $\mu$ 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 (《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 25.0%。

【含量测定】 色氨酸 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 以苯基-己基硅烷键合硅胶为填充剂 (柱长为 250mm, 柱内径为 4.6mm, 粒径为 5 $\mu$ m); 以甲醇为流动相 A, 以水为流动相 B, 按下表中的规定进行洗脱, 流速为每分钟 1.0ml; 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 检测波长为 218nm。理论板数按色氨酸峰计算应不低于 3000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~12	2	98
12~20	2 $\rightarrow$ 8	98 $\rightarrow$ 92
20~30	8 $\rightarrow$ 20	92 $\rightarrow$ 80
30~34	20	80

对照品溶液的制备 取色氨酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 3 $\mu$ g 的溶液，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 70%甲醇 25ml，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与供试品溶液各 3~6 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含色氨酸（C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>）应为 0.15mg~0.50mg。

**香草酸** 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 以十八硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 100mm，柱内径为 2.1mm，粒径为 1.8 $\mu$ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%甲酸为流动相 B，按下表中的规定进行洗脱，流速为每分钟 0.30ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 260nm。理论板数按香草酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	5→9	95→91
2~24	9	91

对照品溶液的制备 取香草酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 3 $\mu$ g 的溶液，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 70%甲醇 15ml，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与供试品溶液各 3 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含香草酸（C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>）应为 0.12mg~0.40mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.8g

**【贮藏】** 密封。