

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2022048

浙贝母配方颗粒

Zhebeimu Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物浙贝母 *Fritillaria thunbergii* Miq. 的干燥鳞茎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】 取浙贝母饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14%~25%），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】 本品为黄白色至棕黄色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 4g，研细，加浓氨试液 2ml 与三氯甲烷 30ml，置 80℃ 水浴中加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取浙贝母对照药材 2g，同法制成对照药材溶液。再取贝母素甲对照品、贝母素乙对照品，加三氯甲烷制成每 1ml 各含 2mg 的混合溶液，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 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-二乙胺（12：10：1）为展开剂，展开，取出，晾干，依次喷以亚硝酸钠试液与稀碘化铋钾试液。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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1% 三乙胺溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.1ml；柱温为 38℃；蒸发光散射检测器检测。理论板数按贝母素甲峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	30→40	70→60
10~20	40→50	60→50
20~40	50→70	50→30
40~50	70→90	30→10
50~55	90	10

参照物溶液的制备 取浙贝母对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，离心，取上清液，置具塞锥形瓶中，蒸干，残渣加浓氨试液 2ml 浸润 1 小时，加三氯甲烷-甲醇（4：1）

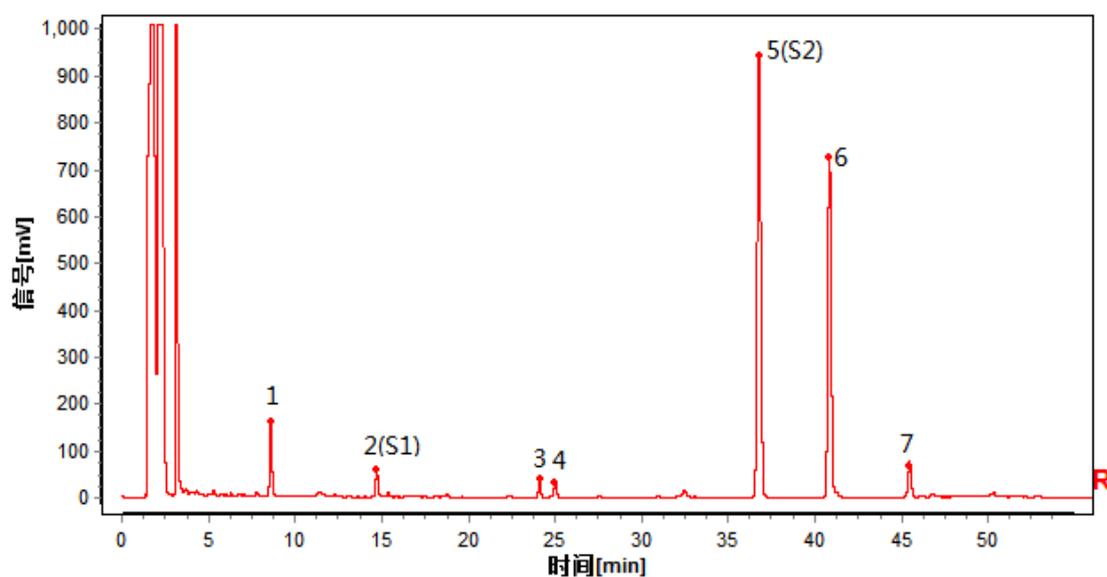
的混合溶液 25ml，称定重量，摇匀，置 80℃水浴中加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用上述混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液 20ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇使溶解并转移至 2ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

另取贝母辛对照品、贝母素甲对照品、贝母素乙对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含贝母辛 60 μ g、贝母素甲 200 μ g、贝母素乙 100 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。再取湖贝甲素对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含湖贝甲素 50 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 1.0g，置烧瓶中，加浓氨试液 2ml 浸润 1 小时，加三氯甲烷-甲醇（4：1）的混合溶液 25ml，称定重量，摇匀，置 80℃水浴中加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用上述混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液 20ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇使溶解，并转移至 2ml 量瓶中，加甲醇至刻度，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 15 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 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 2、峰 5、峰 6 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应；与贝母辛对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3~4 与 S1 峰的相对保留时间；与贝母素甲参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 7 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：0.59（峰 1）、1.65（峰 3）、1.71（峰 4）、1.24（峰 7）。以湖贝甲素对照品参照物峰为对照，供试品色谱中应不得检出与湖贝甲素对照品参照物峰保留时间相一致的色谱峰，如有检出，应小于对照品参照物色谱峰面积。



对照特征图谱

峰 1: 伊贝辛; 峰 2 (S1): 贝母辛; 峰 5 (S2): 贝母素甲; 峰 6: 贝母素乙;
峰 7: 异贝母甲素

色谱柱: HSS T3 C18, 4.6mm×250mm, 5μm

【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 13.0%。

【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-二乙胺(70:30:0.03)为流动相; 蒸发光散射检测器检测。理论板数按贝母素甲峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取贝母素甲对照品、贝母素乙对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 各含 50μg 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, 置烧瓶中, 加浓氨试液 2ml 浸润 1 小时, 精密加入三氯甲烷-甲醇(4:1)的混合溶液 25ml, 称定重量, 混匀, 置 80℃水浴中加热回流 1 小时, 放冷, 再称定重量, 加上述混合溶液补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 15ml, 置蒸发皿中蒸干, 残渣加甲醇使溶解并转移至 5ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 10μl、20μl, 供试品溶液 10~20μl, 注入液相色谱仪, 测定, 用外标两点法对数方程分别计算贝母素甲、贝母素乙的含量, 即得。

本品每 1g 含贝母素甲(C₂₇H₄₅NO₃)和贝母素乙(C₂₇H₄₃NO₃)的总量应为 1.5mg~5.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【注意】 不宜与川乌、制川乌、草乌、制草乌、附子同用。

【贮藏】 密封。