

平贝母配方颗粒

Pingbeimu Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物平贝母 *Fritillaria ussuriensis* Maxim. 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】 取平贝母饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11%~20%），干燥，加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为淡黄色至黄棕色的颗粒；气微，微苦。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加氨试液 30ml，超声处理 30 分钟，用三氯甲烷提取两次，每次 20ml，合并提取液，蒸干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取平贝母对照药材 10g，加浓氨试液 10ml、三氯甲烷 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取供试品溶液 3~5 μ l、对照药材溶液 3 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液-水（10:1:0.5:0.05）为展开剂，展开，取出，晾干，依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液。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。

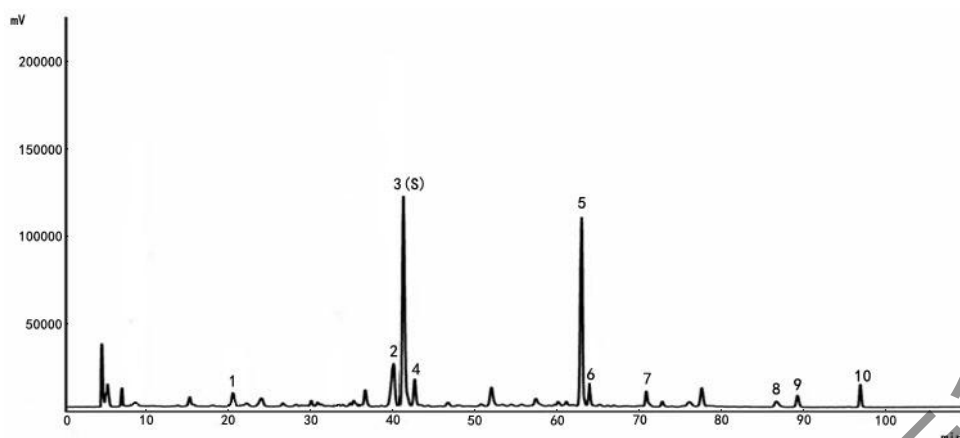
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取平贝母对照药材 10g，精密称定，按供试品制备方法制备，作为对照药材参照溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液、供试品溶液各 15 μ l 注入高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰，并应于对照药材参照物色谱峰中的 10 个特征峰保留时间相对应，与贝母辛参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 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：0.53（峰 1）、0.97（峰 2）、1.03（峰 4）、1.53（峰 5）、1.55（峰 6）、1.72（峰 7）、2.11（峰 8）、2.17（峰 9）、2.36（峰 10）。



对照特征图谱

峰 1: 贝母辛-3-O-β-D-葡萄糖苷; 峰 2: (3β,12α)-3,12-Dihydroxysolanid-5-en-1-one; 峰 3 (S): 贝母辛; 峰 8: 平贝酮; 峰 9: 贝母素甲; 峰 10: 贝母素乙

色谱柱: Agilent Extend 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】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 9.0%。

【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 250mm, 内径为 4.6mm, 粒径为 5μm); 以 0.01%二乙胺溶液为流动相 A, 乙腈为流动相 B, 按下表中的梯度进行洗脱; 流速为每分钟 0.4ml, 柱温 35℃。按下表进行梯度洗脱, 蒸发光散射检测器检测。理论塔板数按贝母辛峰计算应不低于 5000。

时间 (min)	A 0.01%二乙胺 (%)	B 乙腈 (%)
0~15	72	28
15~25	72→64	28→36
25~47	64→60	36→40
47~50	60→59	40→41
50~55	59→45	41→55
55~70	45→42	55→58
70~80	42→41	58→59
80~93	41→20	59→80
93~98	20→10	80→90
98~100	10→0	90→100
100~110	0	100

对照品溶液的制备 取贝母辛对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 12g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加浓氨试液 12ml，浸润 1 小时，加三氯甲烷-甲醇（4:1）混合溶液 80ml，混匀，置 80℃ 水浴加热回流 1 小时，放冷，滤过，用适量三氯甲烷-甲醇（4:1）混合溶液洗涤药渣 2~3 次，洗液与滤液合并，浓缩至 100ml 左右，用稀硫酸（2ml→100ml）提取 3 次，每次 20ml，合并稀硫酸液，用浓氨试液调节 pH 值至 8~9，用三氯甲烷提取 2 次，每次 25ml，合并三氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇使溶解，置 2ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 5μl、15μl，供试品溶液 15μl，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含贝母辛（ $C_{27}H_{41}NO_3$ ）应为 21μg~107μg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。