

## 南方红豆杉配方颗粒

## Nanfanghongdoushan Peifangkeli

【来源】本品为红豆杉科植物南方红豆杉 *Taxus mairei* (lemeret et levl.) S. Y. Hu ex Liu 栽培品的带叶枝条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】取南方红豆杉饮片 3750g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.5%~26.6%），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】本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；味苦，微涩。

【鉴别】取本品 2g，研细，加甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取南方红豆杉对照药材 5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣自“加甲醇 50ml”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 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇（8：12：0.8）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 110℃加热至斑点显色清晰。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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 227nm。理论板数按 10-脱乙酰基巴卡亭Ⅲ峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	20	80
12~22	20→30	80→70
22~30	30	70
30~55	30→40	70→60

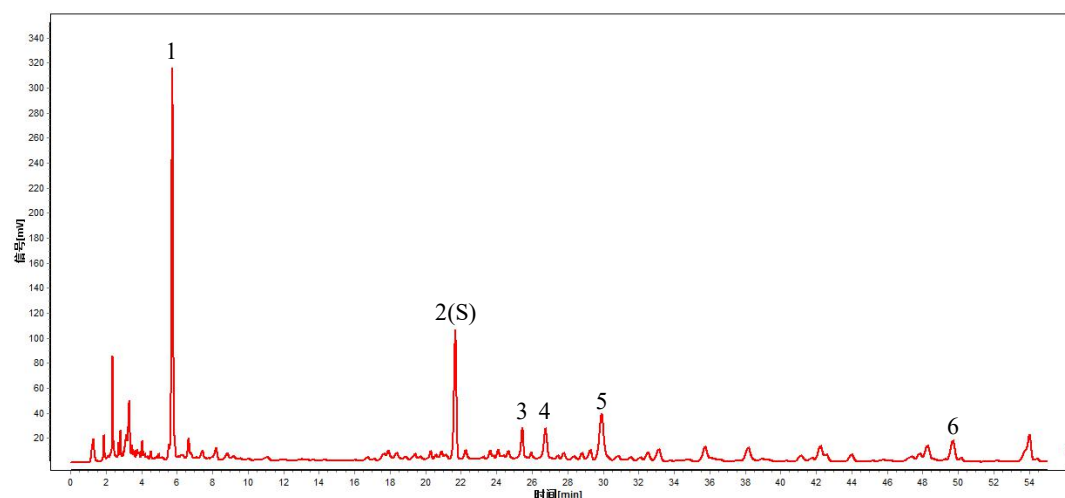
参照物溶液的制备 取南方红豆杉对照药材 1g，加水 30ml，加热回流 2 小时，放冷，滤过，滤液用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 20ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加 50%甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中，加 50%甲醇至刻度，摇匀，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加二氯甲烷超声处理（功率 300W，频率 35kHz）2 次，每次 30ml，每次 30 分钟，滤过，用少量

二氯甲烷分次洗涤容器和残渣，滤过，合并滤液和洗液，蒸干，残渣加 50% 甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，摇匀，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ 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 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2 与 10-脱乙酰基巴卡亭Ⅲ对照品参照物峰保留时间相对应。与 10-脱乙酰基巴卡亭Ⅲ参照物峰相对应的峰为 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：0.26（峰 1）、1.17（峰 3）、1.23（峰 4）、1.38（峰 5）、2.29（峰 6）。



对照特征图谱

峰 2（S）：10-脱乙酰基巴卡亭Ⅲ

**【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 3g，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 35.0%。

**【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（30：70）为流动相；检测波长为 232nm。理论板数以 10-脱乙酰基巴卡亭Ⅲ峰计算应不低于 2500。

**对照品溶液的制备** 取 40℃以下减压干燥 12 小时的 10-脱乙酰基巴卡亭Ⅲ对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加甲醇 40℃以下超声处理（功率 300W，频率 50kHz）3 次（50ml、30ml、20ml），每次 30 分钟，滤过，用少量甲醇洗涤容器和残渣，滤过，合并滤液和洗液，减压蒸干，残渣加水-二氯甲烷（1：2）45ml 混合溶液分次溶解并转移至分液漏斗中，分取二氯甲烷液，水层用二

氯甲烷振摇提取 3 次，每次 20ml，合并二氯甲烷液，40℃以下减压蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含 10-脱乙酰巴卡亭Ⅲ（C<sub>29</sub>H<sub>36</sub>O<sub>11</sub>）应为 0.80mg～3.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.75g。

**【贮藏】** 密封。