

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

蜜马兜铃（北马兜铃）配方颗粒

Mimadouling(Beimadouling) Peifangkeli

【来源】 本品为马兜铃科植物北马兜铃*Aristolochia contorta* Bge.的干燥成熟果实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】 取蜜马兜铃（北马兜铃）饮片2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为20%~34%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取0.2g，加甲醇20ml，超声处理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。另取马兜铃（北马兜铃）对照药材1g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇20ml，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5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水（20：10：1：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，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年版通则0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以苯基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以1%冰醋酸溶液（每100ml含三乙胺0.16ml）为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为35℃；检测波长为254nm。理论板数按马兜铃酸I峰计算应不低于5000。

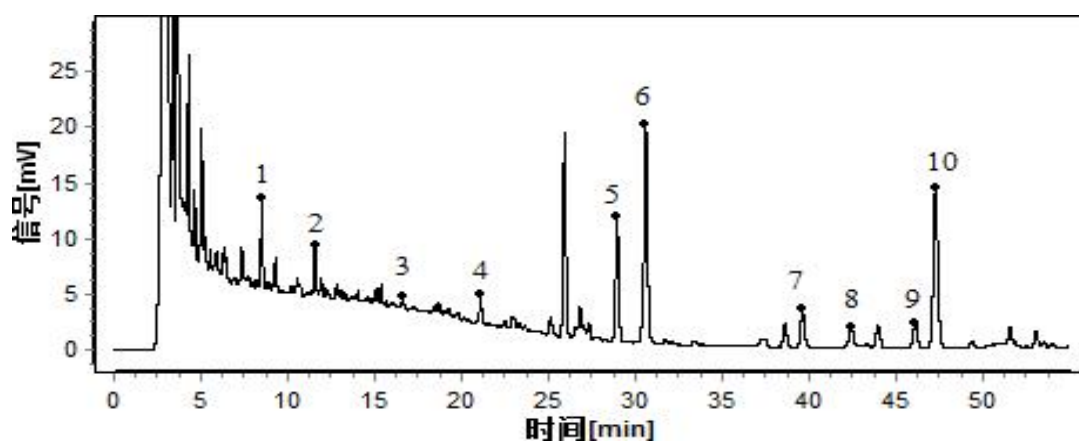
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~15	10→24	90→76
15~20	24→28	76→72
20~40	28→35	72→65
40~45	35→37	65→63
45~55	37→50	63→50

参照物溶液的制备 取马兜铃（北马兜铃）对照药材0.5g，加水50ml，加热回流30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加70%甲醇使溶解，并转移至50ml量瓶中，加70%甲醇稀释至刻度，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取木兰花碱对照品、马兜铃酸I对照品适量，加甲醇制成每1ml各含10μg的混合溶液，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与供试品溶液各10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现10个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的10个特征峰保留时间相对应，其中峰2、峰10应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰2：木兰花碱；峰5：7-羟基马兜铃酸A；峰6：马兜铃酸D；峰8：马兜铃酸B；峰9：马兜铃内酰胺I；峰10：马兜铃酸I

参考色谱柱：Waters Xbridge Phenyl, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m

【检查】马兜铃酸I限量 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100mm，内径为2.1mm，粒径为1.6~1.8 μ m）；以乙腈-0.05%磷酸溶液（40：60）为流动相，流速为每分钟0.3ml；柱温为30 $^{\circ}$ C；检测波长为260nm。理论板数按马兜铃酸I峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取马兜铃酸I对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含1 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备 同[含量测定]项。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1 μ l，注入液相色谱仪。测定，即得。

本品每1g含马兜铃酸I（C₁₇H₁₁O₇N）应不得过1.85mg。

其他 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，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14.0%。

【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；以乙腈为流动相A，以0.2%磷酸溶液（每100ml含三乙胺0.14ml）为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟1.2ml；柱温为30 $^{\circ}$ C；检测波长为221nm。理论板数按木兰花碱峰计算应不

低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~10	8→15	92→85
10~20	15→22	85→78
20~25	22→90	78→10
25~30	90	10

对照品溶液的制备 取木兰花碱对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含1 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇50ml，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10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含木兰花碱（C₂₀H₂₄NO₄）应为0.30mg~1.55mg。

【注意】 本品含马兜铃酸，可引起肾脏损害等不良反应；儿童及老年人慎用；孕妇、婴幼儿及肾功能不全者禁用。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片2.5g。

【贮藏】 密封。