

广西壮族自治区 中药配方颗粒质量标准

DYB45-PFKLxxxx-2023

五灵脂配方颗粒（公示稿）

Wulingzhi Peifangkeli

【来源】 本品为鼯鼠科动物复齿鼯鼠 *Trogopterus xanthipes* Milne-Edwards 的干燥粪便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。

【生产用饮片的炮制】 应按照中国药典 1990 年版一部“五灵脂”项下规定的方法炮制。

【制法】 取五灵脂饮片 5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~18%），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，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 2g，加三氯甲烷 20ml，浸泡 4 小时，滤过，滤液浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取五灵脂对照药材 1g，加三氯甲烷 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，吸取供试品溶液 1 μ l、对照药材溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯（3：1）为展开剂，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 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 270nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~11	5 \rightarrow 15	95 \rightarrow 85
11~20	15 \rightarrow 20	85 \rightarrow 80
20~23	20	80
23~25	20 \rightarrow 38	80 \rightarrow 62
25~35	38 \rightarrow 80	62 \rightarrow 20

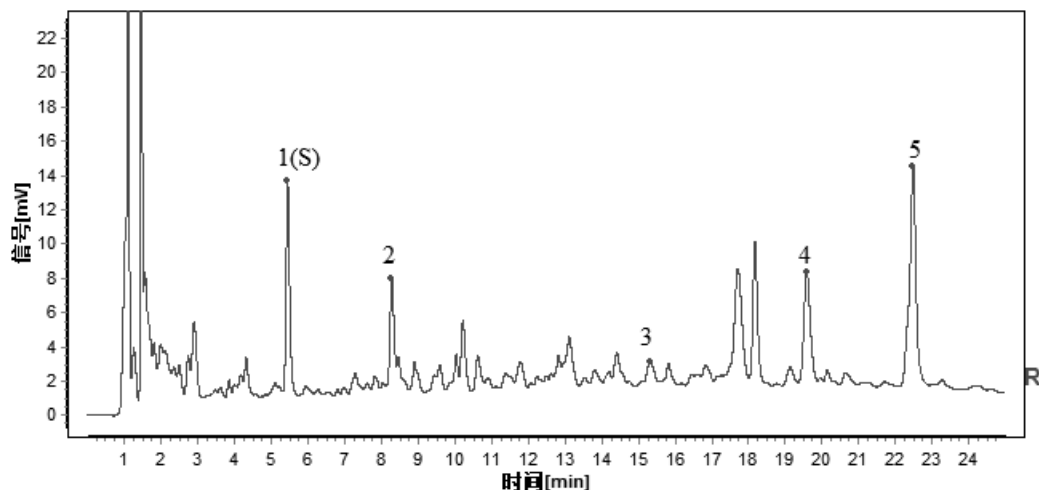
参照物溶液的制备 取五灵脂对照药材 1g，加 70%乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取原儿茶酸对照品、4-羟基苯甲酸对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 10 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

广西壮族自治区中药配方颗粒质量标准

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 1、峰 2 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与原儿茶酸参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算峰 4、峰 5 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: 3.64 (峰 4)、4.18 (峰 5)。



对照特征图谱

峰 1 (S): 原儿茶酸; 峰 2: 4-羟基苯甲酸
参考色谱柱: HSS T3, 2.1mm \times 100mm, 1.8 μ 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】 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 21.0%。

【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 5 μ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.2%甲酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.8ml; 柱温为 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 260nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 3000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~20	7 \rightarrow 12	93 \rightarrow 88

对照品溶液的制备 取原儿茶酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70%甲醇 20ml, 称定重量, 超声处理 (功率 300W, 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 含原儿茶酸 (C₇H₆O₄) 应为 0.2mg~1.6mg。

【注意】 孕妇慎用。

广西壮族自治区中药配方颗粒质量标准

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.5g

【贮藏】 密封。