

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

五灵脂配方颗粒

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1μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60~90℃）-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1.8μm）；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℃；检测波长为270nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于5000。

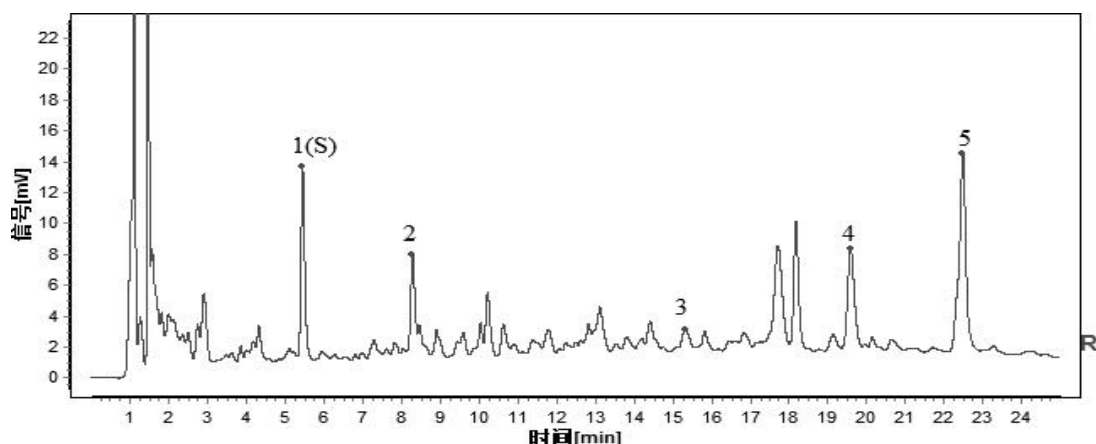
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~11	5→15	95→85
11~20	15→20	85→80
20~23	20	80
23~25	20→38	80→62
25~35	38→80	62→20

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1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

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（ $C_7H_6O_4$ ）应为0.2mg~1.6mg。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片5.5g。

【贮藏】 密封。