

# 宁夏回族自治区药品监督管理局

## 中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230101

### 五倍子配方颗粒

Wubeizi Peifangkeli

**【来源】** 本品为漆树科植物盐肤木 *Rhus chinensis* Mill.、青麸杨 *Rhus potaninii* Maxim. 或红麸杨 *Rhus punjabensis* Stew. var. *sinica* (Diels) Rehd. et Wils. 叶上的虫瘿（主要由五倍子蚜 *Melaphis chinensis* (Bell) Baker 寄生而形成）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】** 取五倍子饮片 1600g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 51.0%~62.5%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为浅灰棕色至棕色的颗粒；气微，味酸、涩。

**【鉴别】** 取本品适量，研细，取 0.2g，加甲醇 10ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，滤过，滤液作为供试品溶液。另取五倍子对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 10ml，同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（5：5：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，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（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 $\mu$ m）；以甲醇为流动相 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 25℃；检测波长为 280nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	5→20.8	95→79.2

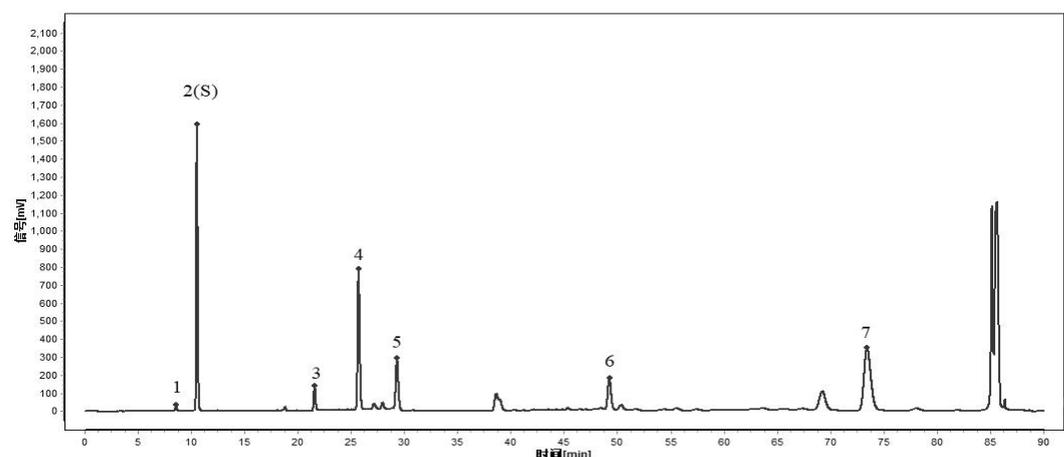
20~30	20.8→22.7	79.2→77.3
30~35	22.7→24.5	77.3→75.5
35~40	24.5→28.7	75.5→71.3
40~55	28.7	71.3
55~80	28.7→31	71.3→69
80~85	31→95	69→5

**参照物溶液的制备** 取五倍子对照药材 0.2g，加水 50ml，加热回流 45 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 30%甲醇 25ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取没食子酸对照品适量，加 30%甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，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 0.1g，加 30%甲醇 25 ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，取续滤液，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 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与没食子酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 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 0.80（峰 1）、2.06（峰 3）、2.51（峰 4）、2.84（峰 5）、4.84（峰 6）、7.24（峰 7）。



对照特征图谱

峰 2 (S)：没食子酸；峰 4：没食子酸甲酯；

峰 6：1,2,3,6-四-O-没食子酰葡萄糖；峰 7：1,2,3,4,6-O-五没食子酰葡萄糖

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18, 4.6mm $\times$ 250mm, 5 $\mu$ 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 46.0%。

**【含量测定】 鞣质** 避光操作。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品 50mg，精密称定，置 100ml 棕色量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 50ml 棕色量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.5ml、1.0ml、2.0ml、3.0ml、4.0ml、5.0ml，分别置 25ml 棕色量瓶中，各加入磷钼钨酸试液 1ml，再分别加水 11.5ml、11ml、10ml、9ml、8ml、7ml，用 29%碳酸钠溶液稀释至刻度，摇匀，放置 30 分钟，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 760nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置 250ml 棕色量瓶中，加水 150ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）10 分钟，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，静置（使固体物沉淀），滤过，弃去初滤液 50ml，精密量取续滤液 20ml，置 100ml 棕色量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 **总酚** 精密量取供试品溶液 2ml，置 25ml 棕色量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加入磷钼钨酸试液 1ml”起，加水 10ml，依法测定吸光度，从标准曲线中读出供试品溶液中含没食子酸的浓度，计算，即得。

**不被吸附的多酚** 精密量取供试品溶液 25ml，加至已盛有干酪素 0.6g 的 100ml 具塞锥形瓶中，密塞，置 30℃水浴中保温 1 小时，时时振摇，取出，放冷，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 2ml，置 25ml 棕色量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加入磷钼钨酸试液 1ml”起，加水 10ml，依法测定吸光度，从标准曲线中读出供试品溶液中含没食子酸的浓度，计算，即得。

按下式计算鞣质的含量：

鞣质含量=总酚量-不被吸附的多酚量

**【附注】** 测定时，同时进行干酪素吸附空白试验，计算扣除空白值。

本品每 1g 含鞣质应为 450mg~740mg。

**没食子酸** 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；以甲醇-0.1%磷酸溶液（15：85）为流动相；检测波长为 273nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 40μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 4mol/L 盐酸溶液 50ml，称定重量，置水浴中加热水解 3 小时，放冷，再称定重量，用 4mol/L 盐酸溶液补足减失的重量，滤过，精密量取续滤液 1ml，置 100ml 量瓶中，用 50%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含没食子酸（C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>）应为 440mg~760mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.6g

**【贮藏】** 密封。