

威灵仙（东北铁线莲）配方颗粒

Weilingxian(Dongbeitiexianlian) Peifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物东北铁线莲 *Clematis manshurica* Rupr. 的干燥根和根茎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】 取威灵仙（东北铁线莲）饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~20%），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】 本品为浅棕黄色至棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加乙醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 20ml，加盐酸 3ml，加热回流 1 小时，加水 10ml，放冷，加入石油醚（60~90℃）25ml 振摇提取，石油醚液挥干，残渣加无水乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取威灵仙（东北铁线莲）对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 30ml，同法制成对照药材溶液。再取齐墩果酸对照品，加无水乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 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，分别吸取上述三种溶液各 5 μ l，点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（20：3：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）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，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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℃；检测波长为 205nm。理论板数按灵仙新苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	0	100
3~24	0→22	100→78
24~28	22→28	78→72

广东省中药配方颗粒质量标准

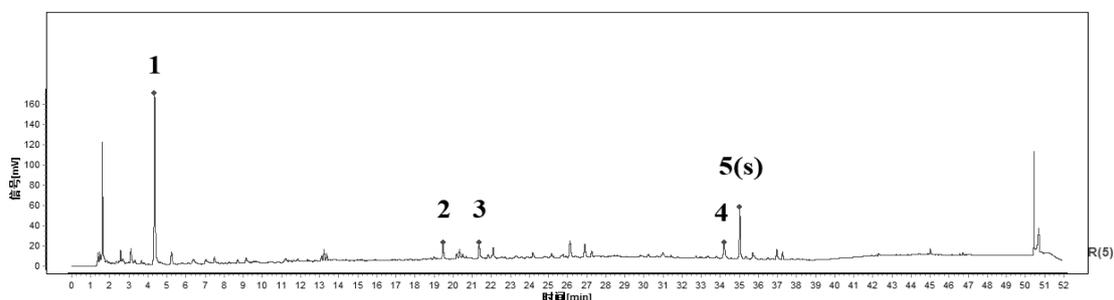
28~29	28→29	72→71
29~31	29→33	71→67
31~36	33→38	67→62
36~37	38→40	62→60
37~42	40→90	60→10
42~48	90	10

参照物溶液的制备 取威灵仙（东北铁线莲）对照药材1g，置具塞锥形瓶中，加水25ml，加热回流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（含量测定）项下的对照品溶液，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0.2g，置具塞锥形瓶中，加水25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，摇匀，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，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5应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与灵仙新苷参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰2、峰3、峰4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：0.56（峰2）、0.61（峰3）、0.98（峰4）。



对照特征图谱

峰5 (S): 灵仙新苷

参考色谱柱: HSS T3, 2.1mm \times 150mm, 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，置具塞锥形瓶中，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，用乙醇作溶剂，不得少于37.0%。

【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100mm，内径为2.1mm，粒径为1.8 μ m）；以乙腈为流动相A，以0.2%磷酸为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml；柱温为30 $^{\circ}$ C；检测波长为205nm。理论板数按灵仙

广东省中药配方颗粒质量标准

新苷峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	25	75
3~15	25~39	75~61
15~15.5	39~25	61~75

对照品溶液的制备 取灵仙新苷对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 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 15ml，密塞，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 1~2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含灵仙新苷（ $C_{82}H_{134}O_{43}$ ）应为 15.0mg~65.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。