

## 黑老虎根配方颗粒

Heilaohugen Peifangkeli

**【来源】** 本品为木兰科植物厚叶五味子 *Kadsura coccinea* (Lem.) A. C. Smith 的干燥根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 1977 年版一部“黑老虎根”项下规定的方法炮制。

**【制法】** 取黑老虎根饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5%~10%），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】** 本品为浅红棕色至红棕色的颗粒；气微，味淡。

**【鉴别】** 取本品适量，研细，取 1g，加石油醚（60~90℃）10ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取黑老虎对照药材 1g，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 10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯（4：1）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** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 35℃；检测波长为 210nm。理论板数按开环新南五味子酸 A 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~40	40→80	60→20
40~45	80→95	20→5
45~60	95	5

**参照物溶液的制备** 取黑老虎对照药材约 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%乙醇 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。另取开环新南五味子酸 A 对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

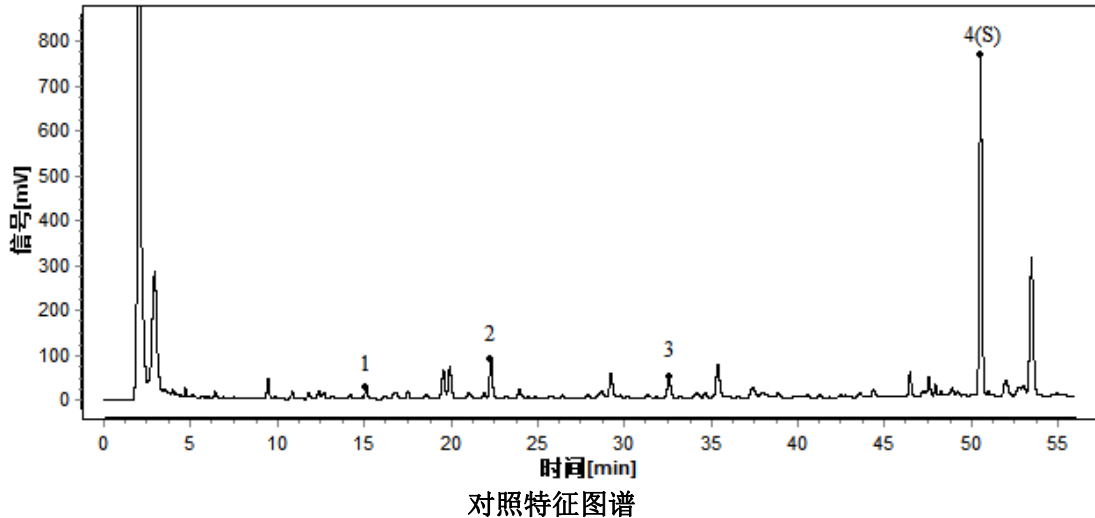
**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取 0.5g，加 70%乙醇 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即

## 广东省中药配方颗粒质量标准

得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 4 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与开环新南五味子酸 A 参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算峰 2、峰 3 与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的  $\pm 15\%$  范围之内, 规定值为 0.42 (峰 2)、0.62 (峰 3)。



峰 4 (S): 开环新南五味子酸 A

参考色谱柱: Kromasil 100-5 C18, 4.6mm×250mm, 5 $\mu$ m

**【检查】 溶化性** 照颗粒剂溶化性检查方法 (中国药典 2020 年版通则 0104) 检查, 加热水 200ml, 搅拌 5 分钟 (必要时加热煮沸 10 分钟), 立即观察, 应全部溶化或轻微浑浊, 不得有焦屑。

**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 8.0%。

**【含量测定】 对照品溶液的制备** 取五味子甲素对照品适量, 精密称定, 加 50%乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液, 即得。

**标准曲线的制备** 精密吸取对照品溶液 1ml、2ml、4ml、6ml、8ml, 分别置 25ml 量瓶中, 用 50%乙醇稀释至刻度, 摇匀。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 282nm 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。

**测定法** 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 50%乙醇 25ml, 称定重量, 加热回流 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 50%乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 2ml, 置 25ml 量瓶中, 照标准曲线制备项下的方法, 自“用 50%乙醇稀释至刻度”起, 依法测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中含五味子甲素的浓度, 计算, 即得。

## 广东省中药配方颗粒质量标准

---

本品每 1g 含总木脂素以五味子甲素 ( $C_{24}H_{32}O_6$ ) 计应为 100.0mg~700.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

**【贮藏】** 密封。