

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2023003

醋五味子配方颗粒

Cuwuweizi Peifangkeli

【来源】 本品为木兰科植物五味子 *Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill. 的干燥成熟果实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】 取醋五味子饮片 1500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 33.5%~50%), 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】 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒; 气微, 味酸。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加乙醇 30ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取五味子对照药材 2g, 加水 50ml, 煎煮 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。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 5 μ l, 对照药材溶液 2 μ l, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯(3:2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 在紫外光灯(254nm) 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。

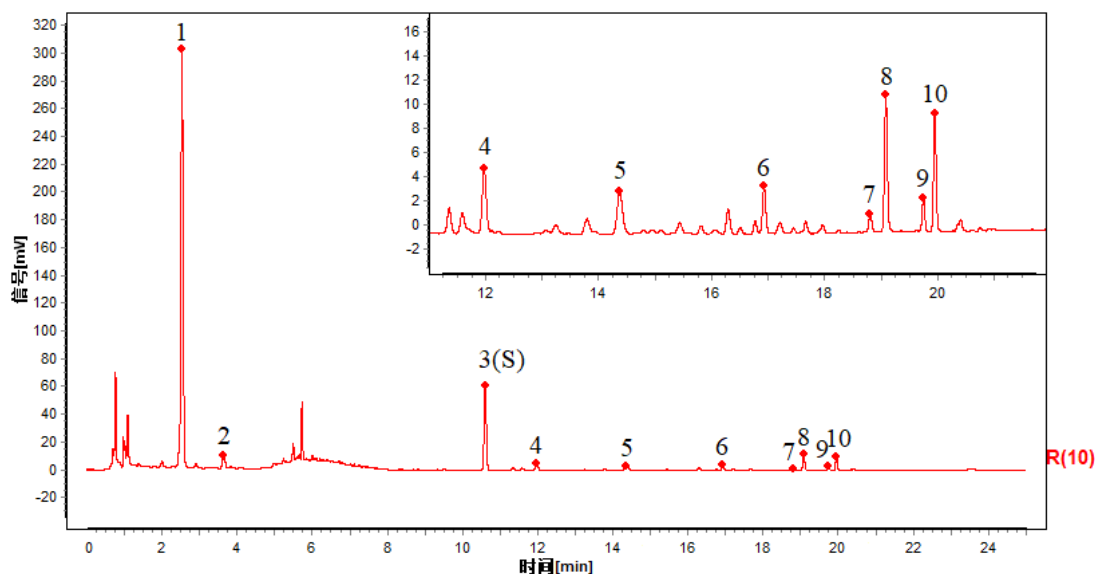
色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定) 项。

参照物溶液的制备 取五味子对照药材 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加 50% 甲醇 20ml, 密塞, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 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。再取 5-羟甲基糠醛对照品、原儿茶酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 各含 50 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 取本品适量, 研细, 取 0.5g, 同对照药材参照物溶液的制备方法制得供试品溶液。

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 10 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰的保留时间相对应, 其中峰 1~峰 3 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应, 与五味子醇甲对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算各特征峰与 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: 1.13 (峰 4)、1.36 (峰 5)、1.60 (峰 6)、1.77 (峰 7)、1.80 (峰 8)、1.86 (峰 9)、1.88 (峰 10)。计算峰 1 与 S 峰的相对峰面积, 其相对峰面积应在规定值的范围之内, 规定值为: 不得小于 0.80 (峰 1)。



对照特征图谱

峰 1: 5-羟甲基糠醛; 峰 2: 原儿茶酸; 峰 3 (S): 五味子醇甲; 峰 4: 五味子醇乙;

峰 5: 当归酰基戈米辛 H; 峰 6: 五味子酯乙; 峰 8: 五味子甲素; 峰 10: 五味子乙素

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】 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 30.0%。

【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%冰醋酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.4ml, 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 检测波长为 260nm。理论板数按五味子醇甲峰计算应不低于 5000。

时间 (分钟)

流动相 A (%)

流动相 B (%)

0~3	5	95
3~6	5→45	95→55
6~13	45→50	55→50
13~23	50→100	50→0
23~25	100	0

对照品溶液的制备 取五味子醇甲对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定。

以五味子醇甲对照品的峰面积为对照，分别乘以校正因子，计算五味子醇甲、五味子醇乙、当归酰基戈米辛H、五味子酯乙、五味子甲素、五味子乙素的含量。与五味子醇甲对照品峰相对应的峰为S峰，用待测成分峰与S峰的相对保留时间确定其峰位，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 范围之内（若相对保留时间偏离超过 5%，则应以相应的被替代对照品确证为准），相对保留时间及校正因子见下表：

待测成分（峰）	相对保留时间	校正因子
五味子醇甲（S）	1.00	1.00
五味子醇乙	1.13	1.03
当归酰基戈米辛 H	1.37	1.30
五味子酯乙	1.61	1.58
五味子甲素	1.82	1.16
五味子乙素	1.91	1.16

本品每 1g 含五味子醇甲（ $C_{24}H_{32}O_7$ ）、五味子醇乙（ $C_{23}H_{28}O_7$ ）、当归酰基戈米辛H（ $C_{28}H_{36}O_8$ ）、五味子酯乙（ $C_{28}H_{34}O_9$ ）、五味子甲素（ $C_{24}H_{32}O_6$ ）和五味子乙素（ $C_{23}H_{28}O_6$ ）的总量应为 5.0mg~15.0mg，五味子醇甲（ $C_{24}H_{32}O_7$ ）应为 2.5mg~6.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。