

广西壮族自治区 中药配方颗粒质量标准

DYB45-PFKLxxxx-2023

千里光配方颗粒（公示稿）

Qianliguang Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物千里光 *Senecio scandens* Buch. -Ham. 的干燥地上部分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】 取千里光饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~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】 本品为黄褐色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加乙醇 20ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取千里光对照药材 5g，加水 100ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 20ml，同法制成对照药材溶液；或取千里光配方颗粒对照提取物 0.35g，加乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为配方颗粒对照提取物溶液。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 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水（7:2.5:2.5）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%三氯化铝乙醇溶液，在 105℃加热数分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材或配方颗粒对照提取物色谱相应的位置上，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%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 325nm。理论板数按金丝桃苷峰计算应不低于 8000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	10	90
5~15	10→11	90→89
15~22	11→14	89→86
22~34	14→17	86→83
34~45	17→18	83→82
45~48	18→25	82→75
48~50	25→60	75→40

参照物溶液的制备 取千里光对照药材 0.5g，加水 25ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%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；或取千里光配方颗粒对照提取物适量，加 50%甲醇，超声处理（功率

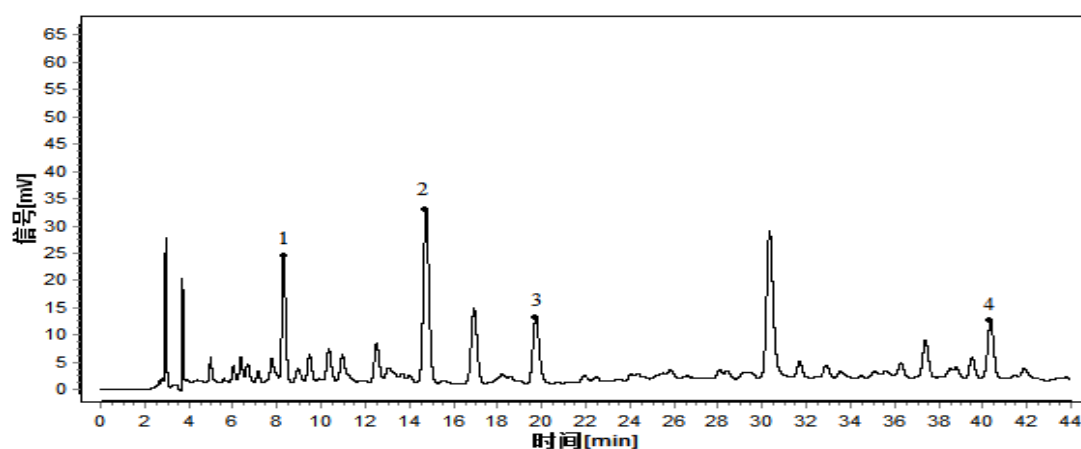
广西壮族自治区中药配方颗粒质量标准

250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 制成每 1ml 含 10mg 的溶液, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为配方颗粒对照提取物参照物溶液。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、咖啡酸对照品、金丝桃苷对照品适量, 加甲醇制成每 1ml 各含 25 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 0.2g, 加 50%甲醇 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰, 并应与对照药材参照物或配方颗粒对照提取物参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应, 且峰 1~峰 4 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 1: 新绿原酸; 峰 2: 绿原酸; 峰 3: 咖啡酸; 峰 4: 金丝桃苷

参考色谱柱: HSS T3, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m

【检查】 阿多尼弗林碱 照高效液相色谱-质谱法 (中国药典 2020 年版通则 0512 和通则 0431) 测定。

色谱、质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 150mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.8 μ m); 以乙腈-0.5%甲酸溶液 (7:93) 为流动相; 流速为每分钟 0.3ml, 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 采用单级四极杆质谱检测器, 电喷雾离子化 (ESI) 正离子模式下选择质荷比 (m/z) 为 366 离子进行检测。理论板数按阿多尼弗林碱峰计算应不低于 8000。

校正因子测定 取野百合碱对照品适量, 精密称定, 加 0.5%甲酸溶液制成每 1ml 含 0.2 μ g 的溶液, 作为内标溶液。另取阿多尼弗林碱对照品适量, 精密称定, 加 0.5%甲酸溶液制成每 1ml 含 0.1 μ g 的溶液, 作为对照品溶液。精密量取对照品溶液 2ml, 置 5ml 量瓶中, 精密加入内标溶液 1ml, 用 0.5%甲酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 吸取 2 μ l, 注入液相色谱-质谱联用仪, 计算校正因子。

测定法 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 0.5%

广西壮族自治区中药配方颗粒质量标准

甲酸溶液 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用 0.5%甲酸溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 5ml 量瓶中，精密加入内标溶液 1ml，用 0.5%甲酸溶液稀释至刻度，摇匀，吸取 2 μ l，注入液相色谱-质谱联用仪，测定，即得。

本品每 1g 含阿多尼弗林碱（ $C_{18}H_{23}NO_7$ ）不得过 0.016%。

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 18.0%。

【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-0.1%磷酸溶液（15：85）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 360nm。理论板数按金丝桃苷峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备 取金丝桃苷对照品适量，精密称定，加 75%甲醇制成每 1ml 含 40 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 75%甲醇 15ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用 75%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，即得。

本品每 1g 含金丝桃苷（ $C_{21}H_{20}O_{12}$ ）应为 0.30mg~3.00mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。