

河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HBYBZ-PFKLS-2022066

水蛭（蚂蟥）配方颗粒

Shuizhi (Mahuang) Peifangkeli

【来源】 本品为水蛭科动物蚂蟥 *Whitmania pigra* Whitman 的干燥全体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】 取水蛭（蚂蟥）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.0%~17.0%），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】 本品为灰黄色至浅棕褐色的颗粒；气腥，味淡。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加乙醇 5ml，超声处理 15 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取水蛭（蚂蟥）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，吸取供试品溶液 10 μ l、对照药材溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（4：1）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（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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.01mol/L 甲酸铵溶液（加醋酸调节 pH 至 4.0）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 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按次黄嘌呤峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~18	2→3	98→97
18~19	3→10	97→90
19~32	10→14	90→86
32~50	14→35	86→65
50~53	35→60	65→40
53~65	60	40

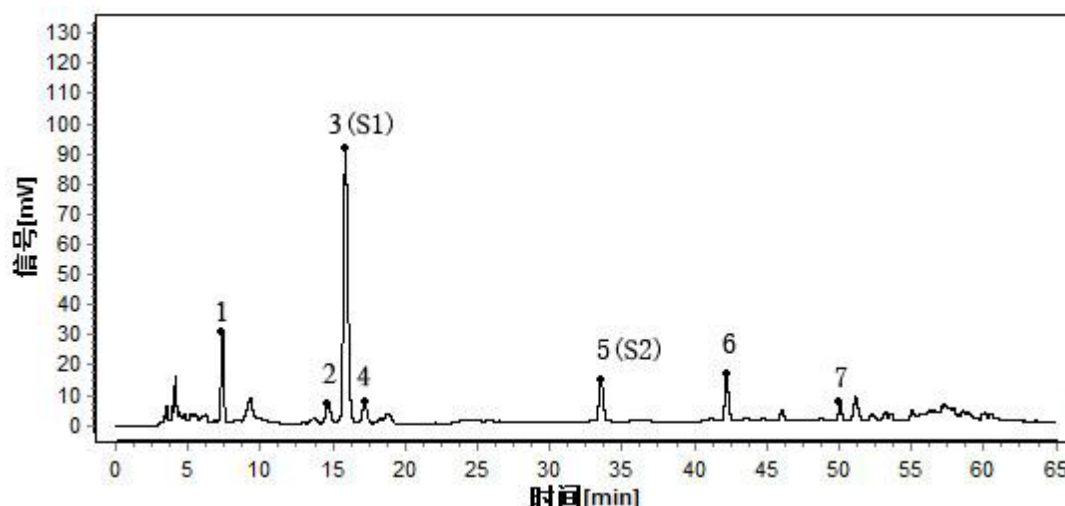
参照物溶液的制备 取水蛭（蚂蟥）对照药材 1g，加 50%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为对照药材参照物溶液。另取尿嘧啶对照品、次黄嘌呤对照品、

黄嘌呤对照品、水蛭胺 C 对照品,加 50% 甲醇制成每 1ml 含尿嘧啶 50 μ g、次黄嘌呤 50 μ g、黄嘌呤 50 μ g、水蛭胺 C 7 μ g 的溶液,作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 0.2g,研细,加 50% 甲醇 25ml,超声处理 30 分钟,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与对照药材参照物色谱相对应的 7 个特征峰,其中 4 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应,以次黄嘌呤参照物峰相应的峰为 S₁ 峰,计算峰 2 与 S₁ 峰的相对保留时间,应在规定值的 \pm 10%范围之内,规定值为: 0.92 (峰 2),以水蛭胺 C 参照物峰相应的峰为 S₂ 峰,计算峰 6 与 S₂ 峰的相对保留时间,应在规定值的 \pm 10%范围之内,规定值为: 1.26 (峰 6)。



对照特征图谱

峰 1: 尿嘧啶; 峰 3 (S₁): 次黄嘌呤; 峰 4: 黄嘌呤;

峰 5 (S₂): 水蛭胺 C; 峰 7: 水蛭胺 B;

色谱柱 ZORBAX SB-AQ C18, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m

【检查】 重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法(《中国药典》2020 年版通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法)测定,铅不得过 10mg/kg; 镉不得过 1mg/kg; 砷不得过 5mg/kg; 汞不得过 1mg/kg。

黄曲霉毒素 照真菌毒素测定法(《中国药典》2020 年版通则 2351)测定。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5 μ g, 黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 的总量不得过 10 μ g。

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】 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，用乙醇做溶剂，不得少于 14.0%。

【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 1.6~1.8 μ m），以甲醇为流动相 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 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 245nm。理论板数按水蛭胺 C 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~18	10	90
18~25	10→20	90→80
25~26	20→90	80→10
26~30	90	10

对照品溶液的制备 取水蛭胺 C 对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含水蛭胺 C 7 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 50%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50%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 含水蛭胺 C（C₁₀H₆N₄O₅S₂）应为 0.60mg~2.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。