

炒九香虫配方颗粒

Chaojiuxiangchong Peifangkeli

【来源】 本品为蝽科昆虫九香虫*Aspongopus chinensis* Dallas的干燥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】 取炒九香虫饮片5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为5%~10%），干燥（或干燥，粉碎），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黄色的颗粒；气特异，味微咸。

【鉴别】 取本品0.2g，研细，加石油醚（60~90℃）20ml，超声处理30分钟，滤过，药渣用石油醚（60~90℃）洗涤3次，每次5ml，合并洗液及滤液，浓缩至10ml，作为供试品溶液。另取九香虫对照药材0.2g，同法制成对照药材溶液。再取油酸对照品，加石油醚（60~90℃）制成每1ml含2mg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，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙醚-冰醋酸（36:9:0.9）为展开剂，置用展开剂预饱和20分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，置碘蒸气中熏至斑点显色清晰。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。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典2020年版通则0512）测定。

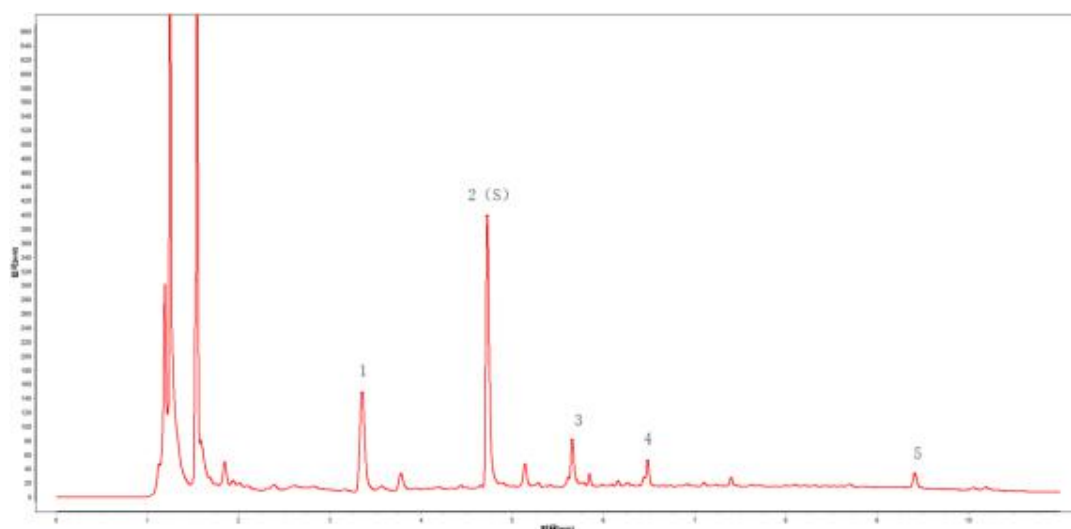
色谱条件与系统适用性试验 检测波长为254nm，其余同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 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 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各1μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现5个特征峰，与犬尿喹啉酸对照品参照物峰相应的峰为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±10%范围之内。规定值为：0.71（峰1）、1.20（峰3）、1.38（峰4）、1.99（峰5）。



对照特征图谱

峰 2 (S): 犬尿喹啉酸

色谱柱: ACQUITY BEH C18, 2.1mm×100mm, 1.7μm

【检查】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。

取本品粉末（过二号筛）约5g，精密称定，加氯化钠3g，照黄曲霉毒素测定法项下的供试品溶液的制备方法，其中“精密量取上清液10ml，置50ml量瓶中”，测定，计算，即得。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5μg，含黄曲霉毒素 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 10μg。

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，用乙醇作溶剂，不得少于13.0%。

【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1.7μm）；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为0.4ml；柱温为30℃；检测波长为240nm。理论板数按犬尿喹啉酸峰计算应不低于3000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~10	5→40	95→60

对照品溶液的制备 取犬尿喹啉酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml

含90 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.5g，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500W，频率40kHz）20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，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含犬尿喹啉酸（C₁₀H₇NO₃）应为1.0mg~6.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片5.0g

【贮藏】 密封。

北京市中药配方颗粒标准征求意见稿