

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2024001

威灵仙（东北铁线莲）配方颗粒

Weilingxian (Dongbeitiexianlian) Peifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物东北铁线莲 *Clematis manshurica* Rupr. 的干燥根和根茎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】 取威灵仙（东北铁线莲）饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14%~22%），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】 本品为浅棕黄色至棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加乙醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 20ml，加盐酸 3ml，加热回流 1 小时，加水 10ml，放冷，加石油醚（60~90℃）25ml 振摇提取，分取石油醚液，挥干，残渣加无水乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取威灵仙（东北铁线莲）对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 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。再取齐墩果酸对照品，加无水乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 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，分别吸取上述三种溶液各 5μl，点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（20：3：0.2）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灯（365nm）下检视。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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；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 0.25ml；柱温为 30℃；检测波长为 280nm。理论板数按木兰花碱峰计算应不低于 3000。

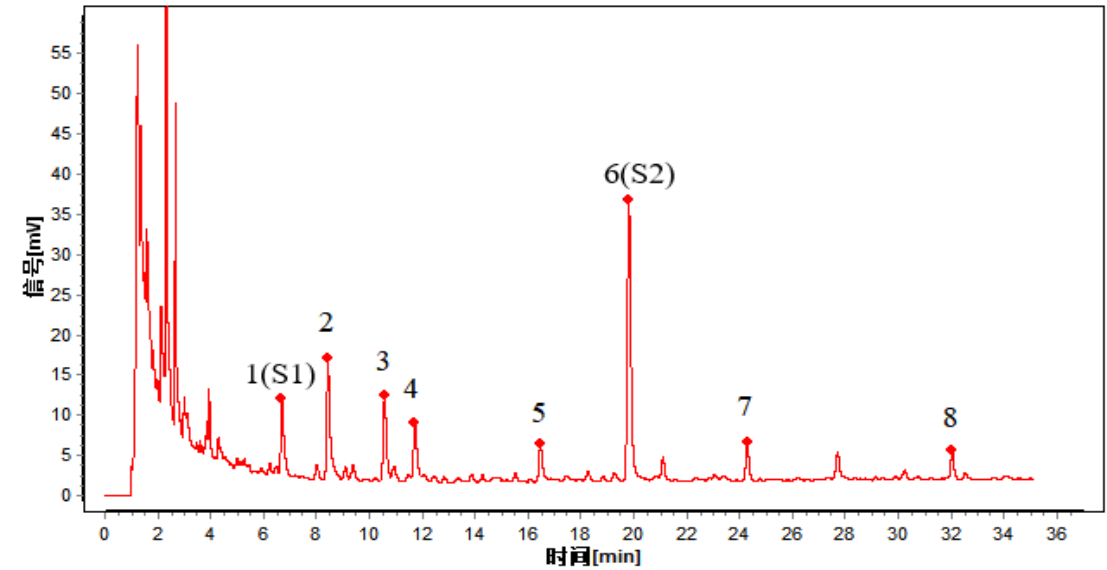
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	20→23	80→77
8~23	23→36	77→64
23~36	36→50	64→50

参照物溶液的制备 取威灵仙（东北铁线莲）对照药材0.5g，置具塞锥形瓶中，加水20ml，加热回流30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，浓缩至近干，残渣加30%甲醇15ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取木兰花碱对照品、异阿魏酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含20μg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0.3g，置具塞锥形瓶中，加10%甲醇15ml，密塞，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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 6 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与木兰花碱对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 2 与 S1 峰的相对保留时间；与异阿魏酸对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 3~8 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的±10%范围之内，规定值为：1.20（峰 2）、0.54（峰 3）、0.59（峰 4）、0.83（峰 5）、1.23（峰 7）、1.63（峰 8）。计算峰 1 与峰 6 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：0.08~1.5。



对照特征图谱

峰 1 (S1)：木兰花碱；峰 6 (S2)：异阿魏酸

色谱柱：Zorbax SB-C18，2.1mm×150mm，1.8μm

【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 35.0%。

【含量测定】 灵仙新苷 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 1.8μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.2%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 205nm。理论板数按灵仙新苷峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	25	75
3~15	25→39	75→61

对照品溶液的制备 取灵仙新苷对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 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 70%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 70%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 1~2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含灵仙新苷（C₈₂H₁₃₄O₄₃）应为 18.0mg~55.0mg。

齐墩果酸 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-水（90：10）为流动相；检测波长为 205nm。理论板数按齐墩果酸峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取齐墩果酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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，加

2mol/L 盐酸溶液 25ml，加热回流 2 小时，立即冷却，移入分液漏斗中，用水 10ml 分次洗涤容器，洗液并入分液漏斗中，用乙酸乙酯振摇提取 3 次，每次 15ml，合并乙酸乙酯液，70℃ 以下浓缩至近干，加甲醇溶解，转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，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 0.5~1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含齐墩果酸（ $C_{30}H_{48}O_3$ ）应为 5.5mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封。