

安徽省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

AH-YBZ-2021029

地龙（参环毛蚓）配方颗粒

Dilong(Shenhuanmaoyin) Peifang keli

【来源】 本品为钜蚓科动物参环毛蚓 *Pheretima aspergillum* (E.Perrier) 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】 取地龙（参环毛蚓）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 17.0%~22.0%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，分装，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气腥，味微咸。

【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 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取地龙（参环毛蚓）对照药材 0.3g，加水 50ml，加热煮沸 30 分钟，过滤，滤液蒸干，残渣自“加乙醇 30ml”起，同法制成对照药材溶液。再取缬氨酸和丙氨酸对照品，加水制成每 1ml 各含 0.5mg 的混合对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2020 年版四部 通则 0502）试验，吸取供试品溶液和对照品溶液各 1 μ l、对照药材溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以水饱和正丁醇-冰乙酸（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材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 年版四部 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适应性 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）；以乙腈为流动相 A，以 10mmol/L 磷酸二氢钾溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 210nm；柱温 35 $^{\circ}$ C；

流速为每分钟 0.5ml。理论板数按肌苷峰计算应不低于 5000。

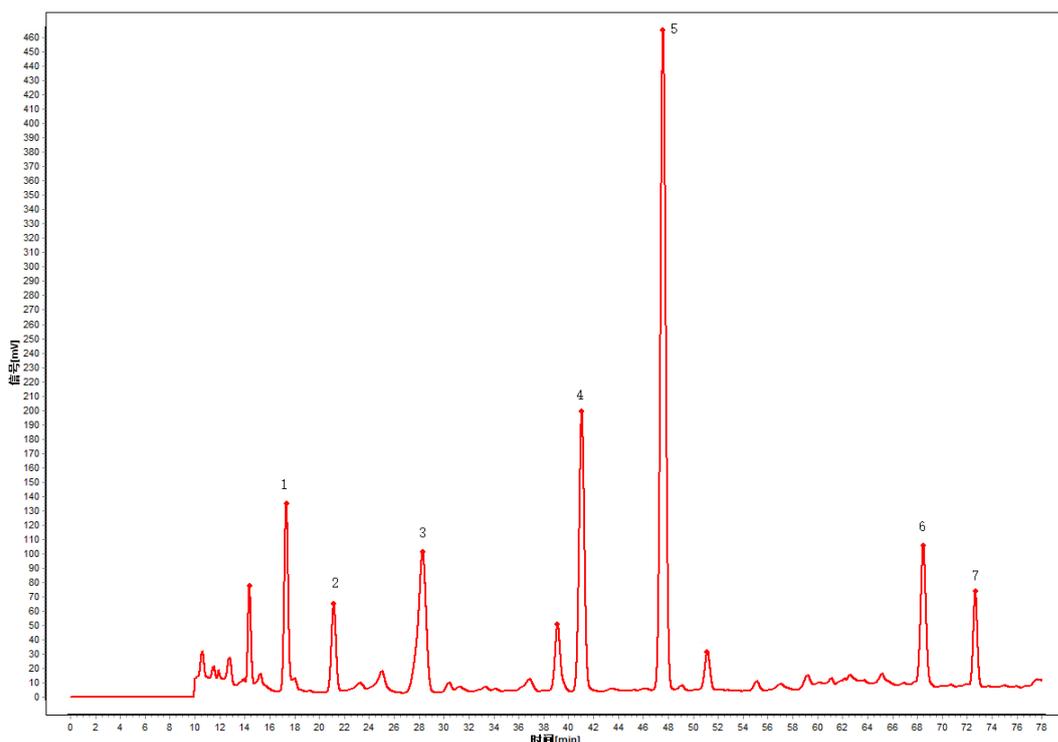
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B(%)
0~15	0	100
15~30	0→1	100→99
30~50	1→2	99→98
50~52	2→4	98→96
52~70	4→5	96→95
70~75	5→50	95→50
75~80	50→0	50→100
80~90	0	100

参照物溶液的制备 取地龙(参环毛蚓)对照药材约 2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加水 100ml, 加热回流 30 分钟, 取出, 滤过, 滤液蒸干, 放冷, 精密加入 30%甲醇 25ml, 密塞, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 45 分钟, 取出, 放冷, 滤过, 取续滤液, 超滤离心(15000rpm) 30 分钟, 取下层溶液, 过滤, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取肌苷对照品适量, 精密称定, 加 30%甲醇制成每 1ml 含 250 μ g 的溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液制备 取本品, 研细, 取 0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 30%甲醇 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 45 分钟, 取出, 放冷, 再称定重量, 加 30%甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 超滤离心(15000rpm) 30 分钟, 取下层溶液, 过滤, 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 7 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中 7 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 5 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相同, 与肌苷对照品参照物相应的峰为 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 \pm 10%范围之内。规定值为: 0.37(峰 1)、0.45(峰 2)、0.60(峰 3)、0.86(峰 4)、1.44(峰 6)、1.53(峰 7)。



对照特征图谱

峰 1: 酪氨酸、峰 3: 腺苷酸、峰 5: 肌苷
 色谱柱: Intersustain AQ-C18 (4.6mm×250mm, 5μm)

【检查】 黄曲霉毒素 照黄曲霉毒素测定法（《中国药典》2020 年版四部通则 2351）测定。本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5μg，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 年版四部 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 年版四部 通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 13.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 版四部 通则 0502）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 10mmol/L 磷酸二氢钾溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.5ml；柱温为 35℃；检测波长为 210nm。理论板数按肌苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
--------	----------	----------

0~5	2	98
5~15	2→3	98→97
15~35	3→10	97→90
35~37	10→45	90→55
37~42	45	45
42~44	45→2	55→98
44~52	2	98

对照品溶液的制备 取肌苷对照品适量，精密称定，加 30%甲醇制成每 1ml 含 100 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 30%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 30%甲醇补足减失的重量，摇匀，过滤，取续滤液，超滤离心（15000rpm）30 分钟，取下层溶液，过滤，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含肌苷（ $C_{10}H_{12}N_4O_5$ ）应为 3.7mg~15.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。