

## 刺五加浸膏

Ciwujia Jingao

### ACANTHOPANAX EXTRACT

本品为刺五加经加工制成的浸膏。

**【制法】** 取刺五加 1000g，粉碎成粗粉，加水煎煮二次，每次 3 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩成浸膏 50g（水浸膏），即得；或取刺五加 1000g，粉碎成粗粉，加 75%乙醇，回流提取 12 小时，滤过，滤液回收乙醇至无醇味，浓缩成浸膏 40g（醇浸膏），即得。

**【性状】** 本品为黑褐色的稠膏状物；气香，味微苦、涩。

**【鉴别】** 取本品 0.5g，加 70%乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取刺五加对照药材 2.5g，加甲醇 20ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取异嗪皮啶对照品、紫丁香苷对照品，分别加甲醇制成每 1ml 含异嗪皮啶 0.5mg、紫丁香苷 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验，吸取上述供试品溶液与对照药材溶液各 10 $\mu$ l，对照品溶液各 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(6:2:1)的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点；在与异嗪皮啶对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点；在与紫丁香苷对照品色谱相应的位置上，显相同的蓝紫色斑点。

**【检查】** 水分 水浸膏不得过 30.0%；醇浸膏不得过 20.0%(附录 IX H 第一法)。

总灰分 不得过 6.0%(附录 IX K)。

其他 应符合流浸膏剂与浸膏剂项下有关的各项规定(附录 I O)。

**【浸出物】** 取本品水浸膏 2.5g，精密称定，置 100ml 具塞锥形瓶中，精密加水 25ml 使溶散（必要时以玻璃棒搅拌使溶散），再精密加水 25ml 冲洗瓶壁及玻璃棒，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用水补足缺失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25ml，置已干燥至恒重的蒸发皿中，蒸干，于 105 $^{\circ}$ C 干燥 3 小时，置干燥器中冷却 30 分钟，迅速精密称定重量。以

干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量，不得少于 90.0%。或取本品醇浸膏，照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法(附录 X A)测定，用甲醇作溶剂，醇溶性浸出物不得少于 60.0%。

**【特征图谱】**照高效液相色谱法(附录 VI D)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，Agilent ZORBAX 色谱柱（柱长为 25cm，柱内径为 4.6mm，粒径为 5 $\mu$ m）；以 30% 乙腈为流动相 A，0.2% 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 220nm；柱温为 20 $^{\circ}$ C；流速为每分钟 0.8ml。理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于 6000。

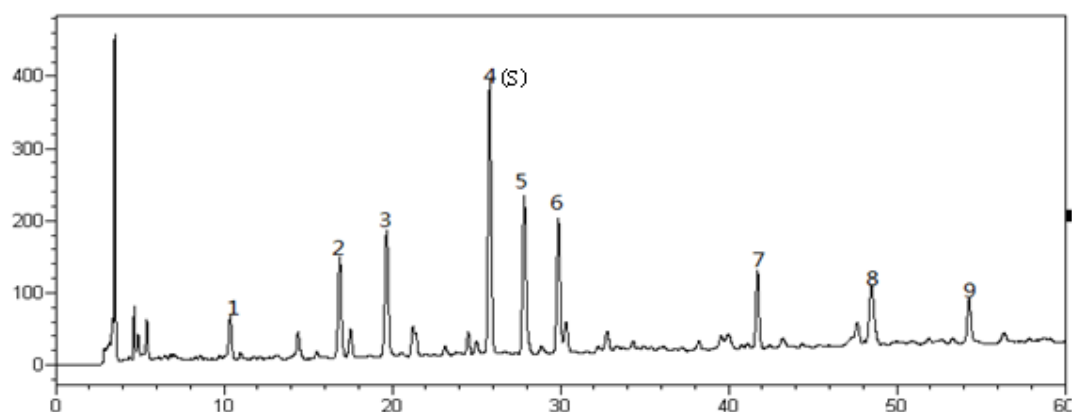
时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B（%）
0~3	15→18	85→82
3~50	18→69	82→31
50~60	69→80	31→20

**参照物溶液的制备** 取紫丁香苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 45 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品 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 250W，频率 50kHz）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** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，记录 60 分钟色谱图，即得。

供试品特征图谱中应呈现 9 个特征峰，其中与紫丁香苷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  $\pm$ 5% 之内。规定值为：0.40（峰 1）、0.66（峰 2）、0.76（峰 3）、1.00（峰 S）、1.08（峰 5）、1.16（峰 6）、1.61（峰 7）、1.88（峰 8）、2.10（峰 9）。



对照特征图谱

峰 2 为原儿茶酸，峰 4 (S) 为紫丁香苷，峰 5 为绿原酸，峰 7 为刺五加苷 E，峰 8 为异嗪皮啶。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(附录 VI D)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，按下表中规定进行梯度洗脱；检测波长为 220m。理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于 10000；异嗪皮啶峰与相邻杂质峰的分离度应大于 1.5。

时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B（%）
0~20	10→20	90→80
20~30	20→25	80→75
30~40	40	60
40~50	10	90

**对照品溶液的制备** 取紫丁香苷对照品、刺五加苷 E 对照品、异嗪皮啶对照品适量，精密称定，加甲醇（刺五加苷 E 对照品先加 50% 甲醇溶解）制成每 1ml 含紫丁香苷、刺五加苷 E 各 40 $\mu$ g、异嗪皮啶 10 $\mu$ g 的混合溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品约 0.2g，精密称定，置小烧杯中，用 50% 甲醇 20ml，分次溶解，转移至 25ml 量瓶中，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）10 分钟，取出，放冷，加 50% 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 10 $\mu$ l 与供试品溶液 10~20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，水浸膏含紫丁香苷(C<sub>17</sub>H<sub>24</sub>O<sub>9</sub>)不得少于 0.60%、含刺五加

---

苷  $E(C_{34}H_{46}O_{18})$  不得少于 0.30%、含异嗪皮啉  $(C_{11}H_{10}O_5)$  不得少于 0.10%；醇浸膏含紫丁香苷  $(C_{17}H_{24}O_9)$  不得少于 0.50%、含刺五加苷  $E(C_{34}H_{46}O_{18})$  不得少于 0.30%、含异嗪皮啉  $(C_{11}H_{10}O_5)$  不得少于 0.12%。

**【贮藏】** 密封。

**【制剂】** 刺五加片

征求意见稿