附件13

熊胆粉饮片标准（征求意见稿）

熊胆粉

Xiongdanfen

URSI FELLIS PULVIS

本品为熊胆汁的炮制加工品。

【制法】熊胆粉（冻干）取净熊胆汁，冷冻干燥，即得。

【性状】 本品为不规则碎片、颗粒或粉末，黄色至棕黄色，略有光泽，质疏松，易吸潮。气清香微腥，味极苦微回甜，有清凉感。

【鉴别】 取本品粉末0.1g，加20%氢氧化钠溶液5ml，置水浴中加热水解8小时，放冷，滴加盐酸调节pH值至2～3，用乙酸乙酯提取两次，每次10ml，合并提取液，蒸干，残渣加乙醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取猪去氧胆酸、熊去氧胆酸、鹅去氧胆酸、胆酸对照品，分别加乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述五种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以新鲜配制的异辛烷-乙醚-冰醋酸-正丁醇-水（10:5:5:3:1）的上层溶液为展开剂，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，在紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与熊去氧胆酸、鹅去氧胆酸、胆酸对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 猪胆 取[鉴别]项下薄层板观察。供试品色谱中，在与猪去氧胆酸对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的荧光斑点。

猪、牛、羊胆 取猪胆粉对照药材、牛胆粉对照药材、羊胆粉对照药材适量，分别加乙醇制成每 1ml含 5mg的对照药材溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述四种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以异戊醇-冰醋酸-水（18:5:3）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，在紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱所呈现的斑点不得与猪胆粉、牛胆粉、羊胆粉对照药材色谱呈现的斑点一致。

糖 取本品约10mg，加水2ml使溶解，滴加α-萘酚乙醇溶液（1→50）数滴，摇匀，置60℃水浴中加热5分钟，沿管壁缓缓加入硫酸约0.5ml，两液接界面不得显紫红色环。

异性有机物 取本品约10mg，加水2ml使溶解，离心或滤取不溶物，置显微镜下观察，不得有植物组织、动物组织或淀粉等。

水分 取迅速研细的本品约0.3g，精密称定，照水分测定法（通则0832第三法）测定，不得过8.0%。

微生物限度 照非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法（通则1105）和控制菌检查法（通则1106）及非无菌药品微生物限度标准（通则1107）检查，需氧菌总数不得过104cfu/g；霉菌和酵母菌总数不得过102cfu/g；耐胆盐革兰阴性菌应小于104cfu（1g）；不得检出沙门菌（10g）。

【含量测定】照高效液相色谱法（通则0512）测定。

色谱条件与系统试用试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以溶液（称取磷酸二氢钠4.68g和庚烷磺酸钠2.0g溶于400ml水中，再加入600ml甲醇，摇匀即可）为流动相A，甲醇为流动相B；检测波长为210nm。理论板数以牛磺熊去氧胆酸计算应不低于4000。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **时间(min)** | **流动相A(%)** | **流动相B(%)** |
| 0 | 97 | 3 |
| 10 | 94 | 6 |
| 23 | 90 | 10 |
| 30 | 90 | 10 |

对照品溶液的制备 取牛磺熊去氧胆酸钠对照品适量，精密称定，加甲醇制成每lml含lmg的溶液，即得（相当于牛磺熊去氧胆酸0.9578mg)。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）约50mg，精密称定，置10ml量瓶中，加甲醇适量，超声处理（功率250W，频率40kHz）使溶解，取出，放冷，加甲醇稀释至刻度，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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含牛磺熊去氧胆酸（C26H45NO6S）不得少于28.0%。

【性味与归经】 苦，寒。归肝、胆、心经。

【功能与主治】 清热，平肝，明目。用于惊风抽搐，外治目赤肿痛，咽喉肿痛。

【用法与用量】 0.3～1g，多入丸散服，外用适量，研末或水调涂敷患处。

【贮藏】 密封，避光，置阴凉干燥处。

【有效期】24个月。

附：熊胆汁质量标准。

熊胆汁

**Xiongdanzhi**

FEL URSI

本品为熊科动物黑熊*Selenarctos thibetanus* Cuvier经胆囊手术的引流胆汁，滤过。

【性状】 本品为黄色至黄棕色液体，气微腥，味极苦。

【鉴别】 取本品2ml，加20%氢氧化钠溶液1.5ml，置水浴中加热水解8小时，放冷，滴加盐酸调节pH值至2～3，用乙酸乙酯提取两次，每次10ml，合并提取液，蒸干，残渣加乙醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取猪去氧胆酸、熊去氧胆酸、鹅去氧胆酸、胆酸对照品，分别加乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述五种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，分别点于同一硅胶G薄层板上，以新鲜配制的异辛烷-乙醚-冰醋酸-正丁醇-水（10:5:5:3:1）的上层溶液为展开剂，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，在紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与熊去氧胆酸、鹅去氧胆酸、胆酸对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 猪胆 取[鉴别]项下薄层板观察，供试品色谱中，在与猪去氧胆酸对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的荧光斑点。

猪、牛、羊胆 取猪胆粉对照药材、牛胆粉对照药材、羊胆粉对照药材适量，分别加乙醇制成每 1ml含5mg的对照药材溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述四种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以异戊醇-冰醋酸-水（18:5:3）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，在紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱所呈现的斑点不得与猪胆粉、牛胆粉、羊胆粉对照药材色谱呈现的斑点一致。

相对密度 应不低于1.01（通则0601）。

pH值应为6.0～8.0（通则0631）。

糖 取本品0.2ml，加水2ml，滴加α-萘酚乙醇溶液（1→50）数滴，摇匀，置60℃水浴中加热5分钟，沿管壁缓缓加入硫酸约0.5ml，两液接界面不得显紫红色环。

异性有机物 取本品0.1ml，加水2ml，离心或滤取不溶物，置显微镜下观察，不得有植物组织、动物组织或淀粉等。

【含量测定】照高效液相色谱法（通则0512）测定。

色谱条件与系统试用试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以溶液（称取磷酸二氢钠4.68g 和庚烷磺酸钠2.0g 溶于400ml水中，再加入 600ml甲醇，摇匀即可）为流动相A，甲醇为流动相B；检测波长为210nm。理论板数以牛磺熊去氧胆酸计算应不低于4000。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **时间(min)** | **流动相A(%)** | **流动相B(%)** |
| 0 | 97 | 3 |
| 10 | 94 | 6 |
| 23 | 90 | 10 |
| 30 | 90 | 10 |

对照品溶液的制备 取牛磺熊去氧胆酸钠对照品适量，精密称定，加甲醇制成每lml含lmg的溶液，即得（相当于牛磺熊去氧胆酸0.9578mg）。

供试品溶液的制备 取本品约0.2g，精密称定，置2ml量瓶中，加流动相A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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含牛磺熊去氧胆酸（C26H45NO6S）不得少于2.00%。

【贮藏】密封；冷藏（2～8℃），或冷冻（-15℃以下）。

【有效期】冷藏，2个月；冷冻，6个月。