ICS 号

中国标准文献分类号

团　体　标　准

T/SDTCMA-X X X-X X X X

中药红曲米质量规范

The Quality Specification of traditional Chinese medicine red curved rice

X X X X-X X-X X发布　　X X X X-X X-X X实施

山东省中药协会　发布

前　言

本标准以《中华人民共和国药典》《中华人民共和国药品管理法》为依据编制。

本标准按照 GB/T1.1《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准附录 A 为规范性附录

本标准由东方慧医（山东）制药有限公司提出。

本标准由山东省中药协会归口。

本标准起草单位：东方慧医（山东）制药有限公司、山东省食品药品检验研究院。

本标准起草人：郭红梅、林永强、汪冰、李宁、解盈盈、郭东晓、栾永福、周倩倩、崔伟亮。

目　次

1　范围 3
2　规范性引用文件 3
3　术语和定义 3
3.1　红曲米 3
3.2　洛伐他汀类物质 3
3.3　一测多评 3
4　质量特征 3
4.1　性状特征 3
4.2　鉴别 3
4.2.1　显微鉴别 4
4.2.2　薄层鉴别 4
4.2.3　特征图谱 4
4.3　检查 4
4.3.1　水分 4
4.3.2　重金属及有害元素 4
4.3.3　黄曲霉毒素 4
4.4　浸出物 4
4.5　含量测定 4
5　包装、标签、标志、运输与贮存 4
5.1　包装和标签 4
5.2　标志 4
5.3　运输 4
5.4　贮存 4

1 范围

本标准规定了红曲米的术语和定义、质量特征及包装、标志和标签运输及贮存。

本标准适用于自发布之日后，山东省内中药红曲米药材的生产、加工和销售。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

《药品生产质量管理规范》

《中华人民共和国药典》2020年版

《山东省中药材标准》

《中药材生产质量管理规范》

《药品说明书和标签管理规定》

GB/T 191 包装储运图示标志

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 红曲米

红曲米以大米或粳米作为主要原料, 由曲霉科真菌紫色红曲霉 *Monascus purpurenus* Went.发酵制成。

3.2 洛伐他汀类物质

洛伐他汀类物质是红曲米发酵过程中代谢产物，是胆固醇合成途径中HMG-CoA 还原酶的竞争性抑制剂，可有效减少或阻断内源性胆固醇合成。洛伐他汀有闭环和开环2种结构形式，即洛伐他汀和洛伐他汀酸，并相互转化。

3.3 一测多评

一测多评法是通过中药有效成分间存在的内在函数关系和比例关系，通过测定中药中某个代表性成分（易得、廉价、有效）的含量，依据相对校正因子可计算出其他多种待测成分含量，使其计算值与实测值符合定量方法学要求的一种多指标同步质量控制方法。

4 质量特征

4.1 性状特征

多为不规则碎米和完整米粒。外表呈紫红色或暗红色，断面粉红色至暗红色，体轻质脆，微有酸气，味淡。

4.2 鉴别

4.2.1 显微鉴别

参照附录 A 中显微鉴别方法进行检测，检测结果应具该方法规定的显微特征。

4.2.2 薄层鉴别

参照附录 A 中薄层鉴别方法进行检测，检测结果应符合该方法规定要求。

4.2.3 特征图谱

参照附录 B 中特征图谱方法进行检测，检测结果应符合该方法结果判定要求。

4.3 检查

4.3.1 水分

参照附录 C 中水分检查方法检测，检测结果应符合该方法限度要求。

4.3.2 重金属及有害元素

参照附录 C 中重金属及有害元素检查方法检测，检测结果应符合该方法限度要求。

4.3.3 黄曲霉毒素

参照附录 C 中黄曲霉毒素检查方法检测，检测结果应符合该方法限度要求。

4.4 浸出物

参照附录 D 中浸出物测定方法测定，测定结果应符合该方法的质量要求。

4.5 含量测定

参照附录 E 中含量测定方法进行检测，检测结果应符合该方法结果判定要求。

5 包装、标签、标志、运输与贮存

5.1 包装和标签

包装要牢固、防潮、整洁、美观、无异气味,便于装卸、仓储和运输。包装材料应洁净、干燥、无污染，密封包装。标签应符合《药品说明书和标签管理规定》的规定。

5.2 标志

包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

5.3 运输

运输应选择清洁、卫生、无污染、通风干燥、防潮的运输工具，运输过程应防止雨淋和曝晒。

5.4 贮存

置于干燥处，密闭保存。

规范性附录 A

红曲米鉴别方法

A.1 显微鉴别 取本品粉末，过四号筛，挑取少许置载玻片上，滴加甘油醋酸试液、水合氯醛试液或其他适宜的试液，盖上盖玻片，加热透化，置显微镜下观察显微特征：粉末红色或紫红色。糊化淀粉粒较多，多聚集成团，或单个散在；淀粉粒多为单粒，类圆形、长圆形或不规则多角形；菌丝细长弯曲，有分枝，直径 1～3μm。

A.2 薄层鉴别 取本品粉末 0.5g，加 75%乙醇 5ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取红曲对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取洛伐他汀对照品，加 75%乙醇制成每 1ml 含 1mg 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，吸取供试品溶液 5～10μl，对照药材溶液 10μl，对照品溶液 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-丙酮（4:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，在 105℃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。

规范性附录 B

红曲米特征图谱检测方法

B.1 供试品溶液的制备

取本品粉末 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%乙醇 15ml，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷再称定重量，用 75%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。

B.2 参照物溶液的制备

同[含量测定]项下对照品溶液的制备。

B.3 测定

B.3.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A ，以 0.02% 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 1.0ml/min；检测波长为 237nm。理论板数按洛伐他汀峰计算应不低于 10 000。

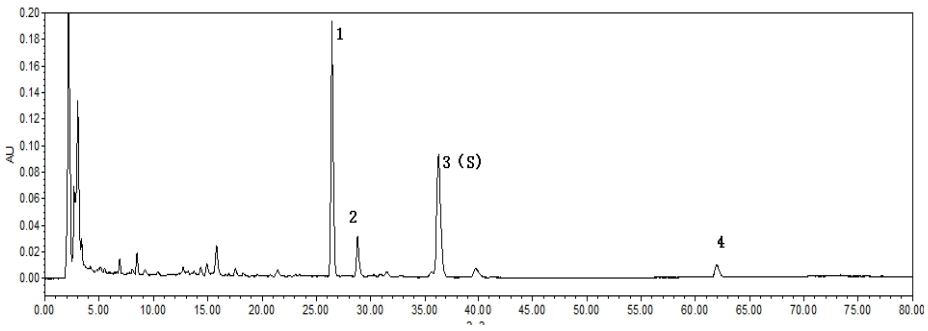
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～20	35→50	65→50
20～25	50→55	50→45
25～50	55	45
50～70	55→80	45→20

B.3.2 测定

分别吸取参照物溶液和供试品溶液各 10μl，注入高效液相色谱仪，以相对保留时间对色谱峰进行定性。

B.3.3 结果判定

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，以参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其他各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内。规定值为 0.70（峰 1）、0.77（峰 2）、1.00（S 峰）、1.57（峰 4）。



对照特征图谱

峰 1:开环洛伐他汀　峰 3（S）洛伐他汀

规范性附录 C

红曲米检查方法

C.1. 水分

取样品，粉碎成细粉，取 2～5g，置干燥至恒重的扁形称量瓶中，精密称定，开启瓶盖在 105℃干燥 5 小时，将瓶盖盖好，移置干燥器中，放冷 30 分钟，精密称定，再在上述温度干燥 1 小时，放冷，称重，至连续两次称重的差异不超过 5mg 为止。根据减失的重量，按下式：

$$水分（\%）=\frac{W1+W-W2}{W}\times 100\%$$

W1:称量瓶重，g ； W:取样量，g； W2:干燥后重量，g；

计算含水百分数，照上述方法做一个平行样，测定中要求称量准确度为 0.0001g，最后求其平均值即为含水量，以%表示，含水量应不得过 15.0%。两份试样测定结果 RSD≤2.0%，否则重新测定。

C.2 重金属及有害元素（原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法任选其一）

C.2.1 原子吸收分光光度法

C.2.1.1 铅的测定（石墨炉法）

C.2.1.1.1 测定条件

参考条件：波长 283.3nm，干燥温度 100～120℃，持续 20 秒；灰化温度 400～750℃，持续 20～25 秒；原子化温度 1700～2100℃，持续 4～5 秒。

C.2.1.1.2 铅标准贮备液的制备

精密量取铅单元素标准溶液适量，用 2%硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含铅（Pb）1μg 的溶液，即得（0～5℃贮存）。

C.2.1.1.3 标准曲线的制备

分别精密量取铅标准贮备液适量，用 2%硝酸溶液制成每 1ml 分别含铅 0ng、5ng、20ng、40ng、60ng、80ng 的溶液。分别精密量取 1ml，精密加含 1%磷酸二氢铵和 0.2%硝酸镁的溶液 0.5ml，混匀，精密吸取 20μl 注入石墨炉原子化器，测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

C.2.1.1.4 供试品溶液的制备

Ⅰ法 取供试品粗粉 0.5g，精密称定，置聚四氟乙烯消解罐内，加硝酸 3～5ml，混匀，浸泡过夜，盖好内盖，旋紧外套，置适宜的微波消解炉内，进行消解（按仪器规定的消解程序操作）。消解完全后，取消解内罐置电热板上缓缓加热至红棕色蒸气挥尽，并继续缓缓浓缩至 2～3ml，放冷，用水转入 25ml 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

Ⅱ法 取供试品粗粉 1g，精密称定，置凯氏烧瓶中，加硝酸-高氯酸（4：1）混合溶液 5～10ml，混匀，瓶口加一小漏斗，浸泡过夜。置电热板上加热消解，保持微沸，若变棕黑色，再加硝酸-高氯酸（4：1）混合溶液适量，持续加热至溶液澄明后升高温度，继续加热至冒浓烟，直至白烟散尽，消解液呈无色透明或略带黄色，放冷，转入 50ml 量瓶中，用 2%硝酸溶液洗涤容器，洗液

合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

Ⅲ法　取供试品粗粉 0.5g，精密称定，置瓷坩埚中，于电热板上先低温炭化至无烟，移入高温炉中，于 500℃灰化 5～6 小时（若个别灰化不完全，加硝酸适量，于电热板上低温加热，反复多次直至灰化完全），取出冷却，加 10%硝酸溶液 5ml 使溶解，转入 25ml 量瓶中，用水洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

C.2.1.1.5 测定法

精密量取空白溶液与供试品溶液各 1ml，精密加含 1%磷酸二氢铵和 0.2%硝酸镁的溶液 0.5ml，混匀，精密吸取 10~20μl，照标准曲线的制备项下方法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中铅（Pb）的含量，计算，即得。

C.2.1.2 镉的测定（石墨炉法）

C.2.1.2.1 测定条件

参考条件：波长 228.8nm，干燥温度 100～120℃，持续 20 秒；灰化温度 300～500℃，持续 20～25 秒；原子化温度 1500～1900℃，持续 4～5 秒。

C.2.1.2.2 镉标准贮备液的制备

精密量取镉单元素标准溶液适量，用 2%硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含镉（Cd）1μg 的溶液，即得（0～5℃贮存）。

C.2.1.2.3 标准曲线的制备

分别精密量取镉标准贮备液适量，用 2%硝酸溶液稀释制成每 1ml 分别含镉 0ng、0.8ng、2.0ng、4.0ng、6.0ng、8.0ng 的溶液。分别精密吸取 10μl，注入石墨炉原子化器，测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

C.2.1.2.4 供试品溶液的制备

同铅测定项下供试品溶液的制备。

C.2.1.2.5 测定法

精密吸取空白溶液与供试品溶液各 10-20μl，照标准曲线的制备项下方法测定吸光度（若供试品有干扰，可分别精密量取标准溶液、空白溶液和供试品溶液各 1ml，精密加含 1%磷酸二氢铵和 0.2%硝酸镁的溶液 0.5ml，混匀，依法测定），从标准曲线上读出供试品溶液中镉（Cd）的含量，计算，即得。

C.2.1.3 砷的测定（氢化物法）

C.2.1.3.1 测定条件

采用适宜的氢化物发生装置，以含 1%硼氢化钠和 0.3%氢氧化钠溶液（临用前配制）作为还原剂，盐酸溶液（1→100）为载液，氮气为载气，检测波长为 193.7nm。

C.2.1.3.2 砷标准贮备液的制备

精密量取砷单元素标准溶液适量，用 2%硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含砷（As）1μg 的溶液，即得（0～5℃贮存）。

C.2.1.3.3 标准曲线的制备

分别精密量取砷标准贮备液适量，用 2%硝酸溶液稀释制成每 1ml 分别含砷 0ng、5ng、10ng、20ng、30ng、40ng 的溶液。分别精密量取 10ml，置 25ml 量瓶中，加 25%碘化钾溶液（临用前配制）1ml，摇匀，加 10%抗坏血酸溶液（临用前配制）1ml，摇匀，用盐酸溶液（20→100）稀释至刻度，摇匀，密塞，置 80℃水浴中加热 3 分钟，取出，放冷。取适量，吸入氢化物发生装置，测定吸收值，以峰面积（或吸光度）为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

C.2.1.3.4 供试品溶液的制备

同铅测定项下供试品溶液的制备中的 A 法或 B 法制备。

C.2.1.3.5 测定法

精密吸取空白溶液与供试品溶液各 10ml，照标准曲线的制备项下，自“加 25%碘化钾溶液（临用前配制）1ml”起，依法测定。从标准曲线上读出供试品溶液中砷（As）的含量，计算，即得。

C.2.1.4 汞的测定（冷蒸气吸收法）

C.2.1.4.1 测定条件

采用适宜的氢化物发生装置，以含 0.5%硼氢化钠和 0.1%氢氧化钠的溶液（临用前配制）作为还原剂，盐酸溶液（1→100）为载液，氮气为载气，检测波长为 253.6nm。

C.2.1.4.2 汞标准贮备液的制备　精密量取汞单元素标准溶液适量，用 2%硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含汞（Hg）1μg 的溶液，即得（0～5℃贮存）。

C.2.1.4.3 标准曲线的制备

分别精密量取汞标准贮备液 0ml、0.1ml、0.3ml、0.5ml、0.7ml、0.9ml，置 50ml 量瓶中，加 20%硫酸溶液 10ml、5%高锰酸钾溶液 0.5ml，摇匀，滴加 5%盐酸羟胺溶液至紫红色恰消失，用水稀释至刻度，摇匀。取适量，吸入氢化物发生装置，测定吸收值，以峰面积（或吸光度）为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

C.2.1.4.4 供试品溶液的制备

Ⅰ法　取供试品粗粉 0.5g，精密称定，置聚四氟乙烯消解罐内，加硝酸 3～5ml，混匀，浸泡过夜，盖好内盖，旋紧外套，置适宜的微波消解炉内进行消解（按仪器规定的消解程序操作）。消解完全后，取消解内罐置电热板上，于 120℃缓缓加热至红棕色蒸气挥尽，并继续浓缩至 2～3ml，放冷，加 20%硫酸溶液 2ml、5%高锰酸钾溶液 0.5ml，摇匀，滴加 5%盐酸羟胺溶液至紫红色恰消失，转入 10ml 量瓶中，用水洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，必要时离心，取上清液，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

Ⅱ法　取供试品粗粉 1g，精密称定，置凯氏烧瓶中，加硝酸-高氯酸（4：1）混合溶液 5～10ml，混匀，瓶口加一小漏斗，浸泡过夜，置电热板上，于 120～140℃加热消解 4～8 小时（必要时延长消解时间，至消解完全），放冷，加 20%硫酸溶液 5ml、5%高锰酸钾溶液 0.5ml，摇匀，滴加 5%盐酸羟胺溶液至紫红色恰消失，转入 25ml 量瓶中，用水洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，必要时离心，取上清液，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

C.2.1.4.5 测定法

精密吸取空白溶液与供试品溶液适量，照标准曲线制备项下的方法测定。从标准曲线上读出供试品溶液中汞（Hg）的含量，计算，即得。

C.2.1.5 铜的测定（火焰法）

C.2.1.5.1 测定条件

检测波长为 324.7nm，采用空气-乙炔火焰，必要时进行背景校正。

C.2.1.5.2 铜标准贮备液的制备

精密量取铜单元素标准溶液适量，用 2%硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含铜（Cu）10μg 的溶液，即得（0～5℃贮存）。

C.2.1.5.3 标准曲线的制备

分别精密量取铜标准贮备液适量，用 2%硝酸溶液制成每 1ml 分别含铜 0μg、0.05μg、0.2μg、0.4μg、0.6μg、0.8μg 的溶液。依次喷入火焰，测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

C.2.1.5.4 供试品溶液的制备

同铅测定项下供试品溶液的制备。

C.2.1.5.5 测定法

精密吸取空白溶液与供试品溶液适量，照标准曲线的制备项下的方法测定。从标准曲线上读出供试品溶液中铜（Cu）的含量，计算，即得。

C.2.2 电感耦合等离子体质谱法

C.2.2.1 标准曲线的制备

C.2.2.1.1 标准品贮备液的制备

分别精密量取铅、砷、镉、汞、铜单元素标准溶液适量，用 10%硝酸溶液稀释制成每 1ml 分别含铅、砷、镉、汞、铜为 1ug、0.5ug、1ug、1ug、10ug 的溶液，即得。

C.2.2.1.2 标准品溶液的制备

精密量取铅、砷、镉、汞、铜标准品贮备液适量，用 10%硝酸溶液稀释制成每 1ml 含铅、砷 0ng、1ng、5ng、10ng、20ng，含镉 0ng、0.5ng、2.5ng、5ng、10ng，含铜 0ng、50ng、100ng、200ng、500ng 的系列浓度混合溶液。另精密量取汞标准品贮备液适量，用 10%硝酸溶液稀释制成每 1ml 分别含汞 0ng、0.2ng、0.5ng、1ng、2ng、5ng 的溶液，本液应临用配制。

C.2.2.1.3 内标溶液的制备

精密量取锗 Ge、铟 In、铋 Bi 三种单元素标准物质溶液适量，使锗 Ge、铟 In、铋 Bi 终浓度为 1μg/ml。

C.2.2.2 供试品溶液的制备

取供试品适量，粉碎成细粉，取约 0.5g，精密称定，置聚四氟乙烯消解罐内，加硝酸 8ml，浸泡过夜，置微波消解炉内，按步骤消解，待消解罐冷却后，置 50ml 量瓶中，用少量水洗涤消解罐

3 次，洗液合并于量瓶中，加金单元素标准溶液（1μg/ml）标准贮备液 200μl，用水稀释至刻度，摇匀，即得。

C.2.2.3 空白溶液的制备

取硝酸 8ml，置聚四氟乙烯消解罐内，按步骤消解，待消解罐冷却后，置 50ml 量瓶中，用水定容，摇匀，即得。

C.2.2.4 测定

仪器的内标进样管在仪器分析工作过程中始终插入内标溶液中，依次将仪器的样品管插人各个浓度的标准品溶液中进行测定(浓度依次递增)，以测量值（3 次读数的平均值）为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。将仪器的样品管插入供试品溶液中，测定 ，取 3 次读数的平均值。从标准曲线上计算得相应的浓度。

C.2.3 结果判定

本品含重金属铅应不得过 5mg/kg，镉应不得过 1mg/kg，砷应不得过 2mg/kg，汞应不得过 0.2mg/kg，铜应不得过 20mg/kg。

C.3 黄曲霉毒素

C.3.1 混合对照品溶液的制备

精密量取黄曲霉毒素混合对照品溶液（黄曲霉毒素 B1、黄曲霉毒素 B2、黄曲霉毒素 G1 和黄曲霉毒素 G2 标示浓度分别为 1.0μg/ml、0.3μg/ml、1.0μg/ml、0.3μg/ml）0.5ml，置 10ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，作为贮备溶液。精密量取贮备溶液 1ml，置 25ml 量瓶中，用 75%甲醇稀释至刻度，即得。

C.3.2 供试品溶液的制备

取供试品粉末约 15g（过二号筛），精密称定，置于均质瓶中，加入氯化钠 3g，精密加入 70%甲醇溶液 75ml，高速搅拌 2 分钟（搅拌速度大于 11000r/min），离心 5 分钟（离心速度 4000r/min），精密量取上清液 15ml，置 50ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，离心 10 分钟（离心速度 4000r/min），精密量取上清液 20ml，通过免疫亲和柱，流速每分钟 3ml，用水 20ml 洗脱，弃去洗脱液，使空气进入柱子，降水挤出柱子，再用 1.5ml 甲醇洗脱，收集洗脱液，置 2ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，用微孔滤膜（0.22μm）滤过，取续滤液，即得。

C.3.3 色谱条件与系统适应性试验

色谱柱以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-乙腈-水（40：18:42）为流动相；采用光化学衍生法检测：光化学衍生器（254nm）；以荧光检测器检测激发波长 λ ex=360nm（或 365nm），发射波长 λ em=450nm。两个相邻色谱峰的分离度应大于 1.5。

C.3.4 测定

分别精密吸取上述混合对照品溶液 5μL、10μL、15μL、20μL、、25μL，注入高效液相色谱仪，测定峰面积，以峰面积为纵坐标，进样量为横坐标，绘制标准曲线。精密吸取上述供试品溶液 20μL～50μL，以标准曲线法计算含量。

C.3.5 结果判定

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。

规范性附录 D

红曲米浸出物测定方法

D.1 浸出物

取供试品约 2～4g，精密称定，置 100～250ml 的锥形瓶中，精密加乙醇 50～100ml，密塞，称定重量，静置 1 小时后，连接回流冷凝管，加热至沸腾，并保持微沸 1 小时。放冷后，取下锥形瓶，密塞，再称定重量，用乙醇补足减失的重量，摇匀，用干燥器滤过，精密量取滤液 25ml，置干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，与 105℃干燥 3 小时，置干燥器中冷却 30 分钟，迅速精密称定重量。按下式：

$$浸出物（\%）=\frac{(W1-W)\times V1}{W2\times(1-\text{水分})\times V2}\times 100\%$$

W1:干燥后重量，g； W:蒸发皿重量，g；V1：提取溶剂总体积；V2：移取溶剂体积；W2:取样量，g 计算浸出物含量，照上述方法做一个平行样，测定中要求称量准确度为 0.0001g，最后求其平均值即为浸出物含量，以%表示。

D.2 结果判定

本品按干燥品计，浸出物含量应不得少于 4.0%。两份试样测定结果 RSD≤2.0%，否则重新测定。

规范性附录 E

红曲米含量测定方法

E.1 对照品溶液的制备

取洛伐他汀对照品适量，精密称定，加 75%乙醇制成每 1ml 含 40μg 的溶液，即得。

E.2 供试品溶液的制备

取本品粉末约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75％乙醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定称重，用 75％乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

E.3 测定

分别精密吸取对照品溶液 10μl 与供试品溶液 10～20μl，注入液相色谱仪；以外标法和相对校正因子法计算洛伐他汀和开环洛伐他汀的含量。开环洛伐他汀含量的计算公式见公式（1）：

待测成分（峰）	相对保留时间	相对校正因子（$f_{k/s}$）
开环洛伐他汀	0.90	0.75

$$含量（C_k）= \frac{A_k \times C'_s}{f_{k/s} \times A'_s} \quad (1)$$

式中 A_k 为样品中待测组分 k 的峰面积；C'_s 为用外标法测得的样品中内标物浓度；$f_{k/s}$ 为相对校正因子，A'_s 为样品中内标物的峰面积。

E.4 结果判定

本品按干燥品计算，含洛伐他汀（$C_{24}H_{36}O_5$）和开环洛伐他汀（$C_{24}H_{38}O_6$）的总量不得少于 0.40%，开环洛伐他汀比例不低于 70%。