

附件 9：大血藤配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

大血藤配方颗粒

Daxueteng Peifangkeli

【来源】本品为木通科植物大血藤 *Sargentodoxa cuneata* (Oliv.) Rehd.et Wils. 的干燥藤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】取大血藤饮片 6000g，加水煎煮两次，滤过，合并滤液，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.0%-14.0%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为黄棕色至浅红棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】（1）取本品适量，研细，取约 0.1g，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大血藤对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 3 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-丙酮-水（6：3：1：1）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置碘蒸气中熏至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取〔鉴别〕（1）项下的供试品溶液和对照药材溶液各 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水（0.5：15：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（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 250mm，内径为 4.6mm，粒度为 5 μ m）以乙腈为流动相 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；柱温为 30℃；检测波长为 300nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

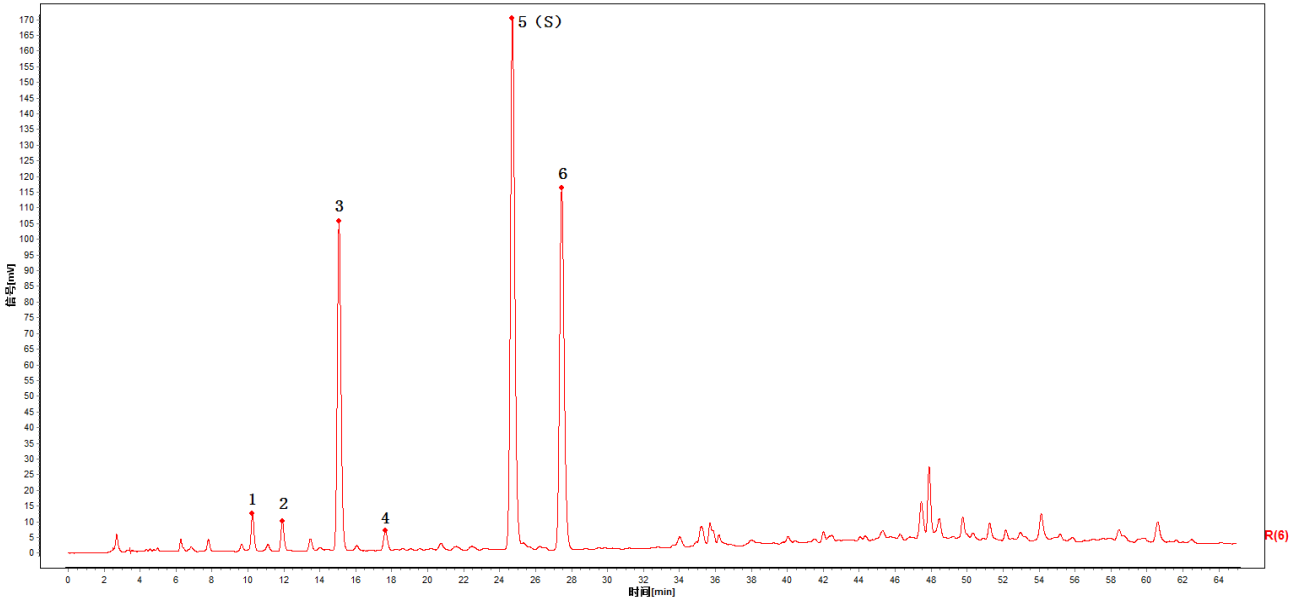
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	5→10	95→90
25~45	10→20	90→80
45~65	20→28	80→72

参照物溶液的制备 取大血藤对照药材 1.5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 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，取约 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 50ml，密塞，超声处理（功率 600W，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱图中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应，与绿原酸参照物峰相对应的峰为 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 $\pm 10\%$ 范围内。规定值为：0.415（峰 1）、0.482（峰 2）、0.610（峰 3）、0.714（峰 4）、1.111（峰 6）。



对照特征图谱

峰 2：原儿茶酸；峰 3：新绿原酸；峰 5（S）：绿原酸；峰 6：隐绿原酸
色谱柱：Agilent Eclipse Plus C18 4.6mm×250 mm，5 μ m

【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】取本品适量，研细，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 26.0%。

【含量测定】总酚 避光操作。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.2ml、0.4ml、0.6ml、0.8ml、1.0ml、1.2ml、1.4ml，分别置 10ml 量瓶中，加水 6ml，摇匀，再加入福林酚试液 0.5ml，摇匀，0.5~8 分钟内加入 20%碳酸钠溶液 1.5ml，加水至刻度，摇匀。在 75℃水浴中放置 10 分钟，以相应的试剂作空白，照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 760 nm 波长处测定吸光度。以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置 100ml 锥形瓶中，精密加入水 100ml，密塞，超声处理（功率 200W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密量取续滤液 300 μ l，置 10ml 棕色量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加水 6ml”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中相当于没食子酸的浓度，计算，即得。

本品每 1g 含总酚以没食子酸（C₇H₆O₅）计应为 100.0mg-250.0mg。

红景天苷、绿原酸 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；以乙腈为流动相 A，0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 275nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~40	6→9	94→91

对照品溶液的制备 分别取红景天苷对照品、绿原酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含绿原酸 0.1 mg、红景天苷 50 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶

中，精密加入 50%甲醇 20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）20 分钟，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，放冷，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含红景天苷（ $C_{14}H_{20}O_7$ ）应为 1.0mg-10.0mg，本品每 1g 含绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）应为 5.0mg-20.0 mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g。

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿