

北京市药品监督管理局

北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2022008

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，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为9%~16%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】 本品为红棕色至棕褐色的颗粒；气微，味淡、涩。

【鉴别】 取本品2g，研细，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加2%氢氧化钠溶液10ml使溶解，用盐酸调节pH值至2，用乙醚振摇提取3次，每次10ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取大血藤对照药材2g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇30ml，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10 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-甲酸（8:1:0.8）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。喷以2%三氯化铁乙醇溶液，置日光下检视。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，粒径为5 μ m）；以乙腈为流动相A，以0.4%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟1.0ml；柱温为30 $^{\circ}$ C；检测波长为280nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于10000。

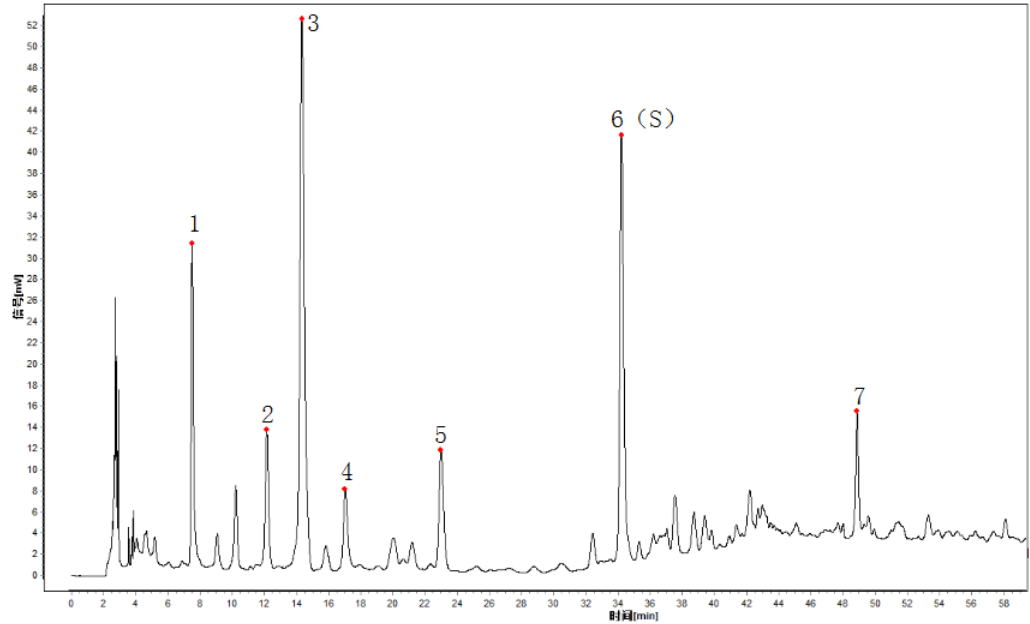
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~25	5→7	95→93
25~40	7→15	93→85
40~59	15→20	85→80

参照物溶液的制备 取绿原酸对照品、红景天苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml 分别含绿原酸 0.1mg、红景天苷 50μg 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 0.5g，加甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，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 5μl，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，其中峰 5、峰 6 应分别与红景天苷、绿原酸对照品参照物峰保留时间相对应，与绿原酸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±10%范围之内。规定值为：0.22（峰 1）、0.36（峰 2）、0.42（峰 3）、0.51（峰 4）、1.44（峰 7）。



对照特征图谱

峰 5：红景天苷 峰 6（S）：绿原酸

色谱柱：Kromasil 100-5 C18，4.6mm×250mm，5μm

- 【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】** 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 27.0%。
- 【含量测定】 总酚 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 μg 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，再加磷钼钨酸试液 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（中国药典 2020 年版通则 0401），在 760nm 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。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 100ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 0.3ml，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，同法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中没食子酸的含量，计算，即得。

本品每 1g 含总酚以没食子酸（ $C_7H_8O_6$ ）计，应为 51.4mg~141.8mg。

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，以 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 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 0.1mg、红景天苷 50μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 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 250W，频率 40kHz）25 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。

本品每 1g 含红景天苷（ $C_{14}H_{20}O_7$ ）应为 2.0mg~15.0mg，含绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）应为 4.0mg~42.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.0g

【贮藏】 密封。