福建省药品监督管理局
中药（配方颗粒）标准（试行）

标准号：FJYPBZ(PFKL)-2021014

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%～14%），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】 本品为黄棕色至浅红棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取约 0.1g，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，离心，上清液回收溶剂至干，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 3μl，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。

【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 5μm）；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

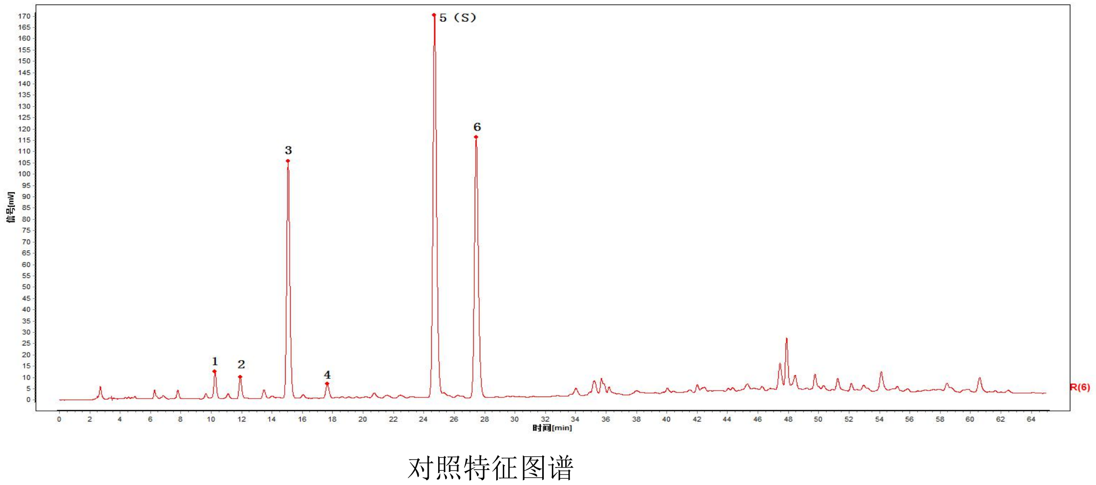
45~65	20→28	80→72

参照物溶液的制备 取大血藤对照药材1.5g，置圆底烧瓶中，加水50ml煎煮，微沸30分钟，放冷，过滤，滤液蒸干，残渣中加50%甲醇25ml，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，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10μl，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，与绿原酸对照品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±8%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

参考色谱柱： Eclipse Plus 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23.0%。

【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50μg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（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。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.1g，研细，精密称定，置100ml锥形瓶中，精密加入水100ml，密塞，超声处理（功率600W，频率40kHz）30分钟，放冷，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密量取供试品溶液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，依法测定吸光度，从标准曲线中读出供试品溶液中没食子酸的量，计算，即得。

本品每1g含总酚以没食子酸（$C_7H_8O_5$）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 μg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600W，频率40kHz）20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1.0mg~10.0mg，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。