

黑骨藤配方颗粒

Heiguteng Peifangkeli

【来源】 本品为萝藦科植物黑龙骨 *Periploca forrestii* Schltr.的全株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】 取黑骨藤（滇杠柳）饮片 8300g。加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干膏出膏率为 6.0%~12.0%），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】 本品为淡棕色至棕黄色的颗粒；味微苦。

【鉴别】 取本品粉末 0.5g，加甲醇 10 ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，加甲醇 2 ml 使溶解，滤过，作为供试品溶液。另取黑骨藤对照药材 1 g，加水 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，加甲醇 2 ml 使溶解，滤过，作为对照药材溶液。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 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（10：1）为展开剂展开，取出，晾干，喷以香草醛硫酸试液，105℃加热至斑点显色，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 年版四部通则 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 100mm，内径 2.1mm，粒径为 2μm）；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℃；流速为每分钟 0.30ml；检测波长为 280nm。理论板数按新绿原酸计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	5→8	95→92
5~12	8→10	92→90
12~18	10→15	90→85
18~38	15→20	85→80
38~39	20→5	80→95
39~45	5	95

参照物溶液的制备 取黑骨藤对照药材约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，

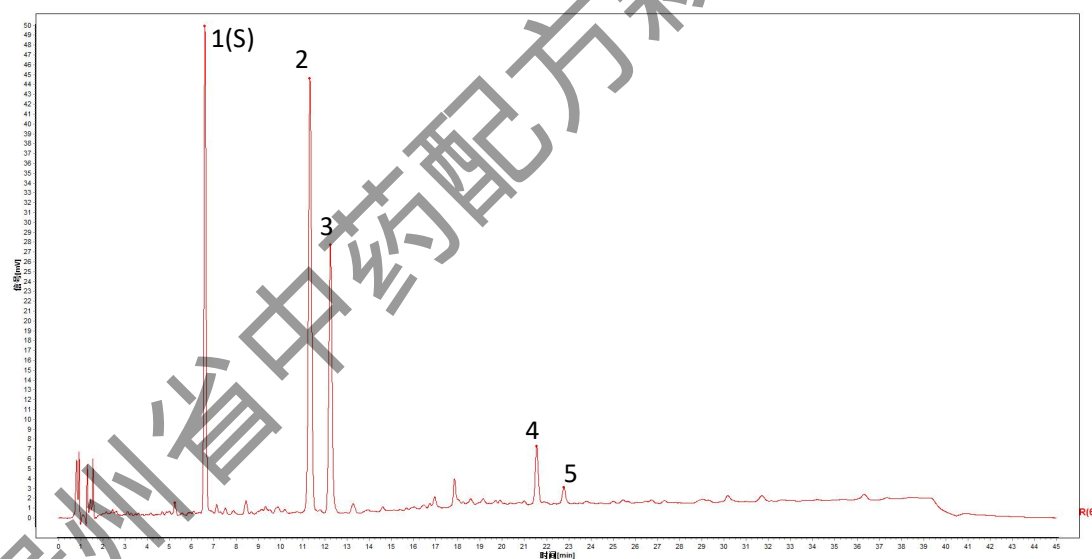
精密加入 75%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40KHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 75%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

取新绿原酸对照品适量，精密称定，加 75%甲醇制成每 1ml 含新绿原酸 0.5mg 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品颗粒，研细，混匀，取约 0.1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40KHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 75%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液、供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应有 5 个特征峰，与新绿原酸参照物质对应的峰 1 为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的 $\pm 10\%$ 之内，规定值为：1.72（峰 2）、1.86（峰 3）、3.27（峰 4）、3.45（峰 5）。



峰 1 (S)：新绿原酸

色谱柱：GL Inertsil ODS-3（2.1*100mm，2 μ m）

【检查】应符合颗粒剂项下有关的各项规定（《中国药典》2020 年版四部通则 0104）。

【浸出物】照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2020 年版四部通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 21.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 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-0.5%甲酸溶液（9：91）为流动相；柱温为 30℃；检测波长为 327nm。理论塔板数按绿原酸峰计应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 80 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品颗粒，研细混匀，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，称定重量，超声 30min，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、供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品 1g 含绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）应为 1.0mg~37.9mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8.3g。

【贮藏】 密封。