

复方天麻蜜环糖肽片

Fufang Tianmamihuantangtai pian

Compound Armillaria Mellea Polysaccharide and Polypeptide Tablets

本品为天麻蜜环菌粉和黄芪当归浸膏的复方制剂，每片含多糖以无水葡萄糖（ $C_6H_{12}O_6$ ）计算，应不少于 25mg（处方 1）或 50mg（处方 2）；含肽以牛血清白蛋白计应不少于 12.5mg（处方 1）或 25 mg（处方 2）；含黄芪甲苷（ $C_{41}H_{68}O_{14}$ ）应不少于 0.06mg（处方 1）或 0.12 mg（处方 2）；含腺苷（ $C_{10}H_{13}N_5O_4$ ）应不少于 0.025mg（处方 1）或 0.050 mg（处方 2）。

【处方】

	处方 1	处方 2
天麻蜜环菌粉	150g	300g
黄芪当归浸膏	100g	200g
辅料	适量	适量
制成	1000 片	1000 片

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显褐色或棕褐色；味甜，微苦。

【鉴别】 （1）照薄层色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0502）试验。

供试品溶液 取本品 10 片（处方 1）或 5 片（处方 2），除去包衣，研细，加石油醚（60~90℃）10ml，超声 45 分钟，滤过，取滤液。

色谱条件 采用硅胶 G 薄层板，以石油醚-乙酸乙酯（9:1）为展开剂。

测定法 吸取供试品溶液 10 μ l，点于薄层板上，展开，晾干，喷以 1%香草醛硫酸溶液，105℃加热。

结果判定 应显两个紫色斑点。

（2）取本品 10 片（处方 1）或 5 片（处方 2）除去包衣，研细，加水 15ml，超声 45 分钟，滤过，取滤液 10 μ l 点于干燥的定性滤纸上，晾干，喷以 1%茚三酮乙醇溶液，105℃加热，应显紫色斑点。

【检查】微生物限度 取本品，依法检查（中国药典 2020 年版四部通则 1105 和 1106），应符合规定（中国药典 2020 年版四部通则 1107）。

应符合片剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版四部通则 0101）。

【含量测定】多糖 供试品溶液 取本品 10 片，除去包衣后，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于天麻蜜环菌粉 0.25g），置 50ml 量瓶中，加水 30ml，水浴加热 30 分钟，取出，冷却，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取无水葡萄糖对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.8mg 的溶液。

标准曲线 精密量取对照品溶液 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0ml，分别置 25ml 量瓶中，加水至 1.0ml，分别精密加入 3.5-二硝基水杨酸溶液 1.5ml，混匀，在沸水浴中加热 5 分钟，取出，

立即用冷水冷却至室温，加水稀释至刻度，摇匀，以 0 管为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则 0401），在 488nm 的波长处测定吸光度。以葡萄糖的量与对应的吸光度计算线性回归方程。

总糖的测定 精密量取供试品溶液 5ml，置 25ml 量瓶中，加 6mol/L 盐酸溶液 5ml，水浴加热 30 分钟，冷却后加酚酞指示液 1 滴，用 40% 氢氧化钠溶液调节溶液颜色至微红色，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 25ml 量瓶中，照标准曲线项下的方法，自“精密加入 3.5-二硝基水杨酸溶液 1.5ml”起，依法操作，由回归方程计算总糖含量。

单糖的测定 精密量取供试品溶液 3ml，置 10ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 25ml 量瓶中，照标准曲线项下的方法，自“精密加入 3.5-二硝基水杨酸溶液 1.5ml”起，依法操作，由回归方程计算单糖含量。

多糖含量按总糖含量减去单糖含量，计算样品中的含量。

肽 供试品溶液 精密称取含量测定多糖项下细粉适量（约相当于天麻蜜环菌粉 0.10g），置 100ml 量瓶中，加水适量使溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。

对照品溶液 取牛血清白蛋白对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液。

标准曲线 精密量取对照品溶液 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0ml，分别置具塞试管中，各加水至 1.0ml，再加福林酚溶液甲液 1.0ml，摇匀，室温放置 10 分钟后，加入福林酚溶液乙液 4.0ml，摇匀，于 55℃ 水浴中保温 5 分钟，取出，放冷。以 0 管为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则 0401），在 650nm 的波长处测定吸光度。以牛血清白蛋白的量与对应的吸光度计算线性回归方程。

测定法 精密量取供试品溶液 1ml，置具塞试管中，照标准曲线项下自“再加福林酚试液甲液 1.0ml，”起，依法操作，以 0 管为空白，在 650nm 的波长处测定吸光度，由回归方程计算相应的肽含量。

黄芪甲苷 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

供试品溶液 取本品 50 片（处方 1）或 25 片（处方 2），精密称定，研细，精密称取细粉适量（约相当于天麻蜜环菌粉 6g），置索氏提取器中，加甲醇 40ml，冷浸过夜，加甲醇适量，加热回流 4 小时，提取液回收溶剂并浓缩至干，残渣加水 10ml，微热使溶解，用水饱和的正丁醇振荡提取 4 次，每次 40ml，合并正丁醇液，用氨试液充分洗涤 2 次，每次 40ml，弃去氨液，正丁醇液蒸干，残渣加水 5ml 使溶解，放冷，通过 D101 型大孔吸附树脂柱（内径为 1.5cm，柱高为 12cm），以水 50ml 洗脱，弃去水液，再用 40% 乙醇 30ml 洗脱，弃去洗脱液，继用 70% 乙醇 80ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇溶解，转移至 10ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品溶液 取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（32:68）为流动相；用蒸发光散

射检测器检测。

系统适用性要求 理论板数按黄芪甲苷峰计算不低于 4000。

测定法 分别精密量取对照品溶液 10 μ l、20 μ l，供试品溶液 20 μ l，注入液相色谱仪，记录色谱图，用外标两点法对数方程计算含量。

腺苷 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0512）测定。

供试品溶液 精密称取含量测定黄芪甲苷项下细粉适量（约相当于天麻蜜环菌粉 0.6g），置 25ml 量瓶中，加水适量，超声 10 分钟，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，以每分钟 4000 转离心 10 分钟，取上清液。

对照品溶液 取腺苷对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 6 μ g 溶液。

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-甲醇（90:10）为流动相；流速为每分钟 1ml；检测波长为 260nm；进样体积 20 μ l。

系统适用性要求 理论板数按腺苷峰计算不低于 3000。

测定法 精密量取供试品溶液与对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【类别】 镇痛药。

【贮藏】 密封保存。

曾用名：复方天麻蜜环菌片

附：

（1）3,5-二硝基水杨酸溶液

取酒石酸钾钠 182g，加热水 500ml 使溶解，加 3,5-二硝基水杨酸 6.3g，氢氧化钠溶液（8g \rightarrow 100ml）262ml，苯酚 5g 与亚硫酸钠 5g，搅拌溶解，冷却后，加水稀释至 1000ml，置棕色瓶中，备用。

（2）福林酚溶液的配制

甲液 临用前分别取溶液 1、溶液 2 和溶液 3 按 1:1:8 混匀，即得。

溶液 1 取酒石酸钾钠 0.5g，加水 50ml 溶解。

溶液 2 取硫酸铜 0.5g，加水 60ml 溶解。

溶液 3 取氢氧化钠 10g 与碳酸钠 50g，加水 400ml 溶解。

乙液 取福林试液的贮备液 1ml，加水 15ml，即得。