北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2021073

菝葜配方颗粒

Baqia Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物菝葜 *Smilax china* L.的干燥根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】 取菝葜饮片 7500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.7%~11.3%），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】 本品为浅红棕色至深棕色的颗粒；气微，味微苦涩。

【鉴别】 （1）取本品 1g，研细，加乙醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液加盐酸 5ml，加热回流 2 小时，放冷，用 40%氢氧化钠溶液调至中性，蒸至无醇味，残渣加水 40ml 使溶解，用二氯甲烷振摇提取 2 次（40ml，30ml），合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取菝葜对照药材 2g，加乙醇 50ml，同法制成对照药材溶液。再取薯蓣皂苷元对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液与对照品溶液各 10μl、对照药材溶液 10~20μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（4:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品 1g，研细，加盐酸 5ml、甲醇 25ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，取滤液 2ml，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取菝葜对照药材 1g，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 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5:5:0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，在 105℃加热约 5 分钟，再喷以 1%三氯化铁-1%铁氰化钾（1:1）混合溶液（新配制，临用前混合）。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 以亲水改性的烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；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；流速为每分钟 0.35ml；柱温为 40℃；检测波长为 290nm。理论板数按白藜芦醇峰计算应不低于 5000。

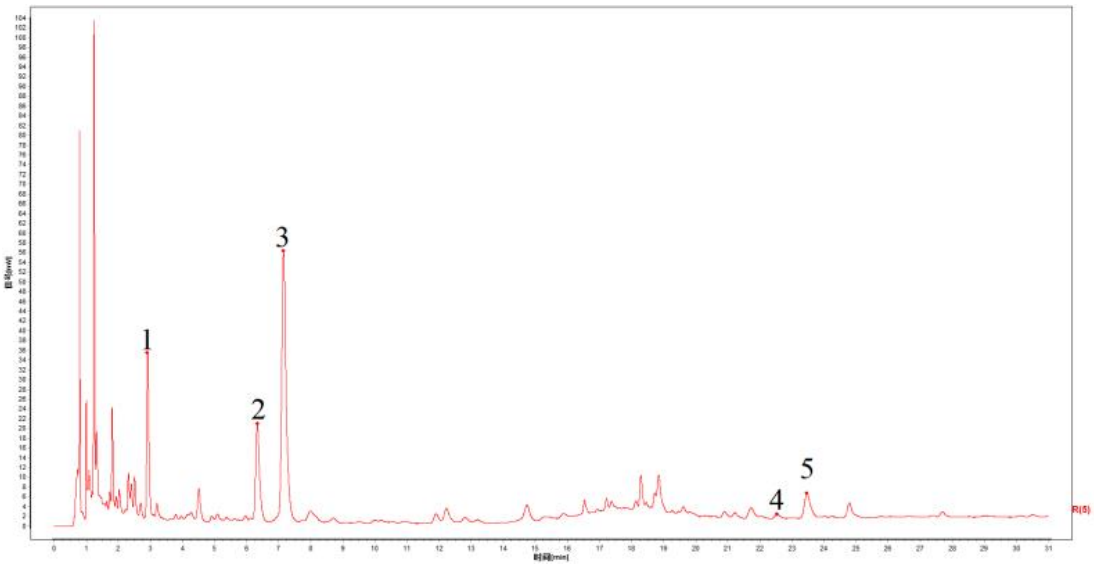
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～5	6	94
5～12	6→8	94→92
12～16	8→15	92→85
16～20	15	85
20～30	15→21	85→79
30～32	21→40	79→60
32～34	40→60	60→40
34～36	60→6	40→94

参照物溶液的制备 取菝葜对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，煎煮 1 小时，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品，分别加水制成每 1ml 各含 50μg 的溶液；再取黄杞苷对照品、白藜芦醇对照品，分别加甲醇制成每 1ml 各含 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，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，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 70%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与供试品溶液各 1μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应；其中峰 1~峰 5 分别与新绿原酸、隐绿原酸、绿原酸、黄杞苷和白藜芦醇对照品参照物峰的保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸　峰 2：隐绿原酸　峰 3：绿原酸　峰 4：黄杞苷　峰 5：白藜芦醇

色谱柱：ZORBAX SB Aq，2.1mm ×100mm，1.8μm

【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 15.0%。

【含量测定】 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-水（90:10）为流动相；检测波长为 203nm。理论板数按薯蓣皂苷元峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取薯蓣皂苷元对照品适量，精密称定，加乙腈制成每 1ml 含 30μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml、盐酸 4ml，密塞，称定重量，加热回流 2 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 15ml，用石油醚（60~90℃）振摇提取 3 次，每次 15ml，合并石油醚液，回收溶剂至干，残渣加乙腈溶解并转移至 5ml 量瓶中，加乙腈至刻度，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 2μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含薯蓣皂苷元（$C_{27}H_{42}O_3$）应为 0.5mg~3.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g

【贮藏】 密封。