

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021188

桑椹配方颗粒

Sangshen Peifangkeli

【来源】 本品为桑科植物桑 *Morus alba* L. 的干燥果穗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】 取桑椹饮片 1800g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 33%~55%），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】 本品为棕色至棕褐色的颗粒；气微，味甜、微酸。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加水 20ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取桑椹对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 20ml，同法制成对照药材溶液。再取异槲皮苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 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，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 2~5 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以乙酰丙酮-丁酮-乙醇-水（1：5：3：11）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，热风吹干，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。

【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 同〔含量测定〕项，检测波长为 300nm。

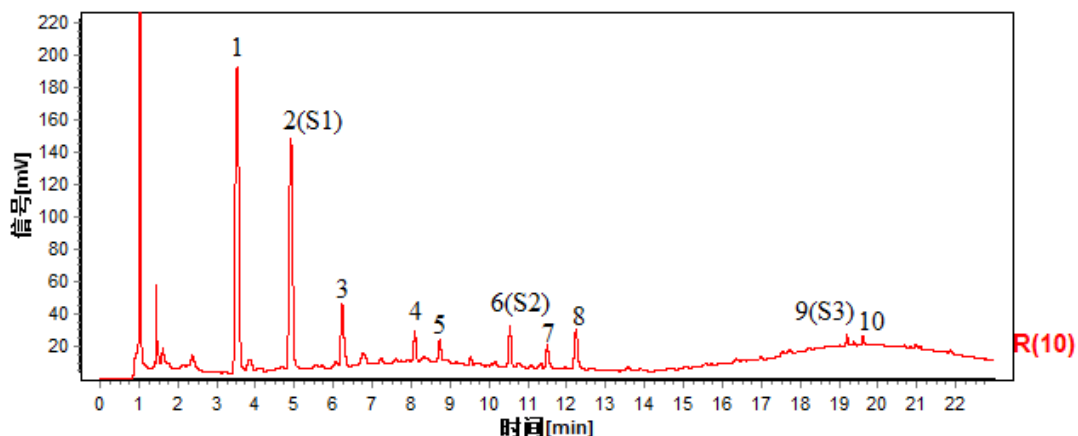
参照物溶液的制备 取桑椹对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 50% 甲醇 15ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液作为对照品参照物溶液。再取 5-羟甲基糠醛对照品，加 50% 甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱图中应呈现 10 个特征峰，并应与对照药材的参照物色谱中的 10 个特征峰的保留时间相对应，其中 3 个峰应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与 5-羟甲基糠醛对照品参照物相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3 与 S1 峰的相对保留时间；与绿原酸对照品参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算峰 4、峰 5、峰 7、峰 8 与 S2 峰的相对保留时间；与芦丁对照品参照物峰相应的峰为 S3 峰，计算峰 10 与 S3 峰的相对保留时间；其相对保留时间均应在规定值的 \pm 10%之内，规定值为：0.70（峰 1）、1.26（峰 3）、0.77（峰 4）、0.83（峰

5)、1.09 (峰 7)、1.16 (峰 8)、1.02 (峰 10)。



对照特征图谱

峰 2 (S1): 5-羟甲基糠醛; 峰 4: 新绿原酸; 峰 6 (S2): 绿原酸;

峰 7: 隐绿原酸; 峰 9 (S3): 芦丁; 峰 10: 异槲皮苷

色谱柱: EclipsePlus C18, 100mm×2.1mm, 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 10.0%

【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 (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; 流速每分钟 0.25ml; 柱温为 35 °C; 检测波长为 325nm。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 (%)
0~1	2	98
1~6	2→9	98→91
6~12	9→11	91→89
12~15	11→15	89→85
15~22	15→28	85→72
22~23	28→80	72→20

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、芦丁对照品适量, 精密称定, 加 50% 甲醇制成每 1ml 各含 5μg 的混合溶液, 摇匀, 即得。

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 50% 甲醇 15ml, 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 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 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 2~3μl, 注入液相色谱仪, 测定。

以绿原酸对照品为参照, 与其相应的峰为 S1 峰, 计算新绿原酸, 隐绿原酸的相对保留

时间；以芦丁对照品为参照，与其相应的峰为S2峰，计算异槲皮苷的相对保留时间；其相对保留时间均应在规定值的±10%之内（若相对保留时间偏离超过±10%，则应以相应的被替代对照品确证为准）。相对保留时间及校正因子见下表：

待测成分（峰）	相对保留时间（RT）	相对校正因子（F）
新绿原酸	0.77	1.05
绿原酸(S1)	1.00	1.00
隐绿原酸	1.09	1.06
芦丁(S2)	1.00	1.00
异槲皮苷	1.02	1.36

以绿原酸的峰面积为对照，分别乘以校正因子，计算新绿原酸、隐绿原酸、绿原酸的含量；以芦丁的峰面积为对照，乘以校正因子，计算芦丁、异槲皮苷的含量。

本品每 1g 含新绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）、绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）、隐绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）的总量应为 0.20mg~1.00mg；芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）和异槲皮苷（ $C_{21}H_{20}O_{12}$ ）的总量应为 0.10mg~0.80mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.8g

【贮藏】 密封。