

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021034

大枣配方颗粒

Dazao Peifangkeli

本品为鼠李科植物枣 *Ziziphus jujuba* Mill. 的干燥成熟果实经炮制并按标准汤剂的主要质量指标制成的配方颗粒。

【制法】 取大枣饮片 1200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 42%-65%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄白色至浅棕黄色的颗粒；气微，味甜。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加水 10ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大枣对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 10ml，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 2~5 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；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 0.2ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按环磷腺苷峰计算应不低于 10000。

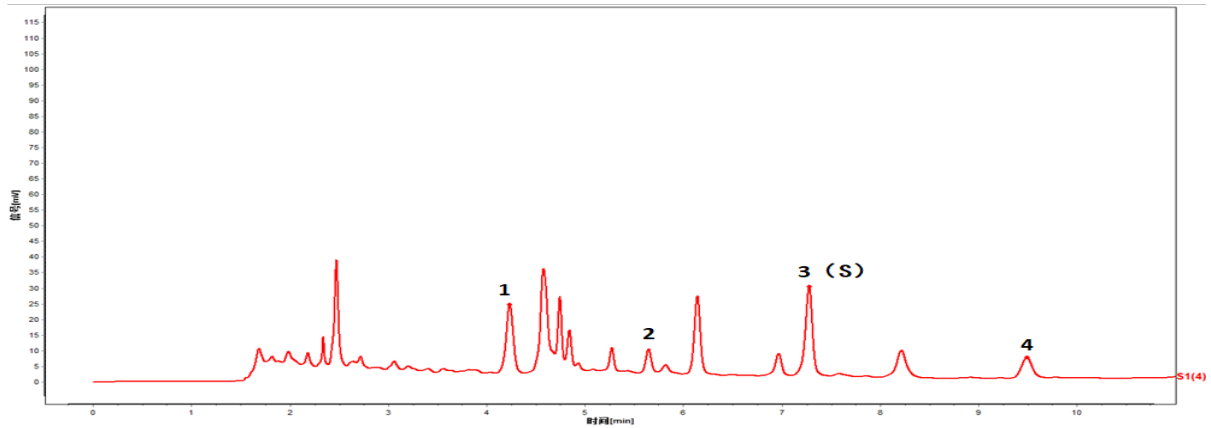
| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~7 | 0→2 | 100→98 |
| 7~11 | 2→9 | 98→91 |
| 11~16 | 9 | 91 |

参照物溶液的制备 取大枣对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 10ml，加热回流 60 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取环磷腺苷对照品、5-羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加水分别制成每 1ml 各含 10 μ g 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 0.65g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 10ml，称定重量，超声处理（500W，40kHz）20 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 4 应与环磷腺苷、5-羟甲基糠醛对照品参照物色谱峰的保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 3: 环磷腺苷; 峰 4: 5-羟甲基糠醛

色谱柱: CORTECS T3 C18, 2.1mm×150mm, 1.6μm

【检查】 黄曲霉毒素 照真菌毒素测定法（中国药典 2020 年版通则 2351）测定。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5μg, 黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 的总量不得过 10μg。

其他 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 20.0%。

【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 1.7μm); 以甲醇-0.02mol/l 磷酸二氢钾溶液 (10 : 90) 为流动相; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 30℃; 检测波长为 259nm; 理论板数按环磷腺苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取环磷腺苷对照品适量, 精密称定, 加 30% 甲醇制成每 1ml 含 2.5μg 的溶液, 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 30% 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 30% 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 2μl、供试品溶液 1~2μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含环磷腺苷 (C₁₀H₁₂N₅O₆P) 应为 0.08mg~0.35mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.2g

【贮藏】 密封。