

## 钩藤（钩藤）配方颗粒

### Gouteng（Gouteng） Peifangkeli

**【来源】** 本品为茜草科植物钩藤 *Uncaria rhynchophylla*(Miq.)Miq.ex Havil. 的干燥带钩茎枝经加工并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

**【制法】** 取钩藤饮片 8000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.5%~9.5%），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】** 本品为黄棕色至红棕色的颗粒；气微，味微苦。

**【鉴别】** 取本品 1g，研细，加浓氨试液 5ml，浸润 30 分钟，加入三氯甲烷 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取钩藤（钩藤）对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加浓氨试液 5ml，同法制成对照药材溶液。再取异钩藤碱对照品，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 2015 年版 通则 0502）试验，吸取供试品溶液 10 $\mu$ l、对照药材溶液 20 $\mu$ l、对照品溶液 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-丙酮（6：4）为展开剂，展开，取出，晾干，依次喷以改良碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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 1.6  $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.3%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 0.3ml；柱温为 40 $^{\circ}$ C；检测波长为 245nm。理论板数按钩藤碱峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	4 $\rightarrow$ 7	96 $\rightarrow$ 93
1~7	7 $\rightarrow$ 9	93 $\rightarrow$ 91
7~11	9 $\rightarrow$ 13	91 $\rightarrow$ 87
11~19	13	87
19~23	13 $\rightarrow$ 18	87 $\rightarrow$ 82
23~28	18	82
28~32	18 $\rightarrow$ 25	82 $\rightarrow$ 75

32~37	25→30	75→70
37~40	30→100	70→0
40~45	100	0

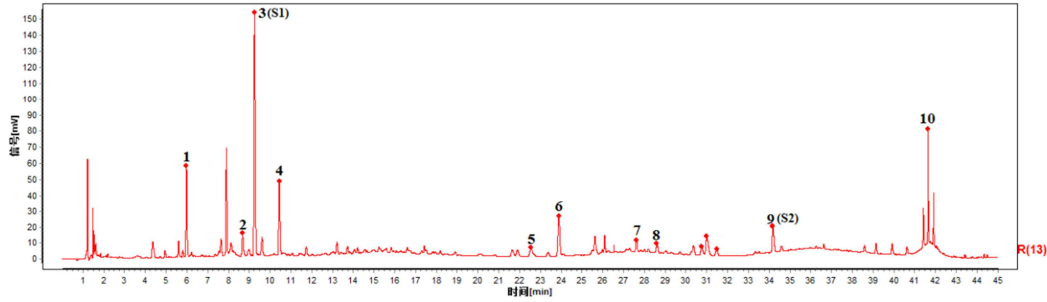
---

**参照物溶液的制备** 取钩藤（钩藤）对照药材0.5g，加70%甲醇20ml，超声处理（功率250W，频率40KHz）20分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取表儿茶素对照品、绿原酸对照品、去氢钩藤碱对照品、钩藤碱对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每1ml含表儿茶素40 $\mu$ g、绿原酸50 $\mu$ g、去氢钩藤碱40 $\mu$ g、钩藤碱0.1mg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0.1g，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1 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现10个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的10个特征峰保留时间相对应，其中峰2、峰3、峰8、峰9的保留时间应与表儿茶素、绿原酸、去氢钩藤碱、钩藤碱对照品参照物色谱峰保留时间相对应。与绿原酸（峰3）参照物相应的峰为S1峰，计算峰1、峰4与S1峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：0.65（峰1）、1.13（峰4）。与钩藤碱（峰10）参照物相应的峰为S2峰，计算峰5~峰8、峰10与S2峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：0.66（峰5）、0.70（峰6）、0.81（峰7）、0.84（峰8）、1.22（峰10）。计算峰5、峰6、峰8、峰10与S2峰的相对峰面积，峰5的相对峰面积不得小于0.45，峰6的相对峰面积不得小于0.80，峰8的相对峰面积不得小于0.25，峰10的相对峰面积不得小于0.60。



对照特征图谱

峰 2: (+)-表儿茶素 峰 3: 绿原酸 峰 4: 隐绿原酸 峰 7: 异绿原酸 B

峰 8: 去氢钩藤碱 峰 9 (S): 钩藤碱 峰 10: 喜果苷

色谱柱 CORTECS T3 C18, 2.1mm×100mm, 1.6μm

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版四部通则 0104）。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2015 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 20.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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 2.6μm）；以乙腈-0.015mol/L 磷酸氢二钾溶液（用 2%的磷酸调节 pH 值为 7.5-7.6）（35:65）为流动相，流速为每分钟 0.3ml；柱温为 25℃；检测波长为 246nm。理论板数按异钩藤碱峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取异钩藤碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 15μg 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，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用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与供试品溶液各 1μl，注入液相色谱仪，测定。

以异钩藤碱对照品为参照，以其相应的峰为 S 峰，计算异去氢钩藤碱、去氢钩藤碱，钩藤碱的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±5%范围之内（若相对保留时间偏离超过 5%，则应以相应的被替代对照品确证为准）。相对保留时间和相对校正因子见下表：

待测成分	相对保留时间 (RT)	相对校正因子 (F)
异钩藤碱 (S)	1.00	1.00
去氢钩藤碱	0.79	1.02
异去氢钩藤碱	0.91	1.01
钩藤碱	1.18	1.06

以异钩藤碱的峰面积为对照，分别乘以校正因子，计算去氢钩藤碱、异去氢钩藤碱、钩藤碱、异钩藤碱的含量。

本品每 1g 含去氢钩藤碱 ( $C_{22}H_{26}N_2O_4$ )、异去氢钩藤碱 ( $C_{22}H_{26}N_2O_4$ )、钩藤碱 ( $C_{22}H_{28}N_2O_4$ ) 和异钩藤碱( $C_{22}H_{28}N_2O_4$ )的总量应为 1.0mg~4.50mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8g。

**【贮藏】** 密封。