

安徽省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

AH-YBZ-2021281

枸骨叶配方颗粒

Gouguye Peifangkeli

【来源】 本品为冬青科植物枸骨 *Ilex cornuta* Lindl. ex Paxt. 的干燥叶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】 取枸骨叶饮片 5800g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8.6%~17.2%），加辅料适量，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】 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 0.3g，研细，加水 20ml，微热使溶解，滤过，滤液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。另取枸骨叶对照药材 0.5g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 20ml，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 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（1：3：1：0.3）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 1.8 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 0.3ml/min；柱温为 45℃；检测波长 210nm。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（%）
0~3	3→12	97→88

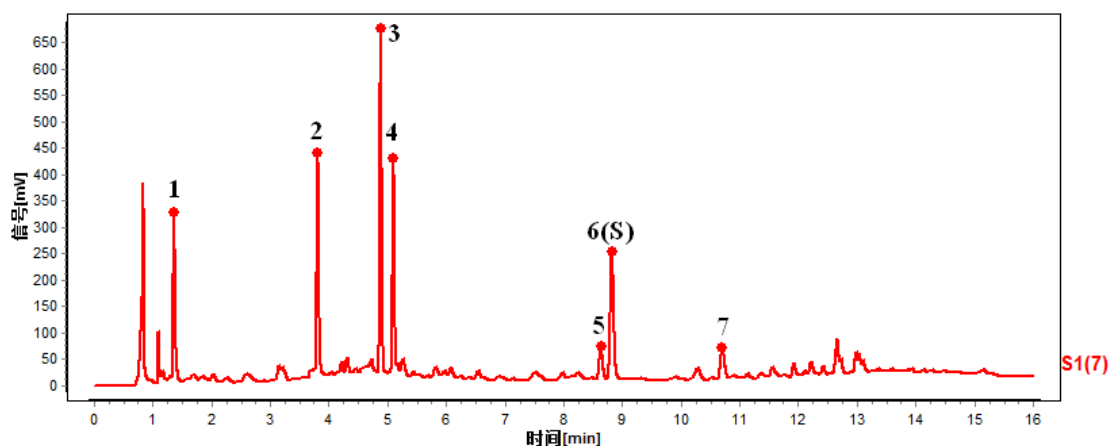
3~5	12	88
5~9	12→16	88→84
9~12	16→25	84→75
12~15	25	75

参照物溶液的制备 取枸骨叶对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 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、槲皮素-3-*O*-木糖(1→2)葡萄糖对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每 1ml 含新绿原酸 100μg、绿原酸 200μg、隐绿原酸 60μg、槲皮素-3-*O*-木糖(1→2)葡萄糖 50μg 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】项下。

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 3、峰 4、峰 6 的保留时间应分别与新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品、槲皮素-3-*O*-木糖(1→2)葡萄糖对照品参照物峰保留时间相对应，与槲皮素-3-*O*-木糖(1→2)葡萄糖参照物相对应的峰为 S 峰，计算峰 5、峰 7 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内。规定值为：0.98（峰 5）、1.21（峰 7）。



对照特征图谱

峰 2：新绿原酸；峰 3：绿原酸；峰 4：隐绿原酸；

峰 6（S）：槲皮素-3-*O*-木糖(1→2)葡萄糖

色谱柱：ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD (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 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 1.7 μ m）；以乙腈-0.2%甲酸溶液（29：71）为流动相；流速为 0.3ml/min；柱温为 30℃；电雾式检测器检测。理论板数按地榆皂苷 I 峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取地榆皂苷 I 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50ml，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，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液 25ml，蒸干，残渣加 70%甲醇溶解，转移至 5ml 量瓶中，加 70%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液 0.5 μ l、4.0 μ l，供试品溶液 2~3 μ l，注入液相色谱仪，测定。以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含地榆皂苷 I (C₄₁H₆₆O₁₃) 的量应为 0.4mg~4.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.8g

【贮藏】 密封。