

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】 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.3g，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，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 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 $^{\circ}$ C 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；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 45 $^{\circ}$ C；检测波长为 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

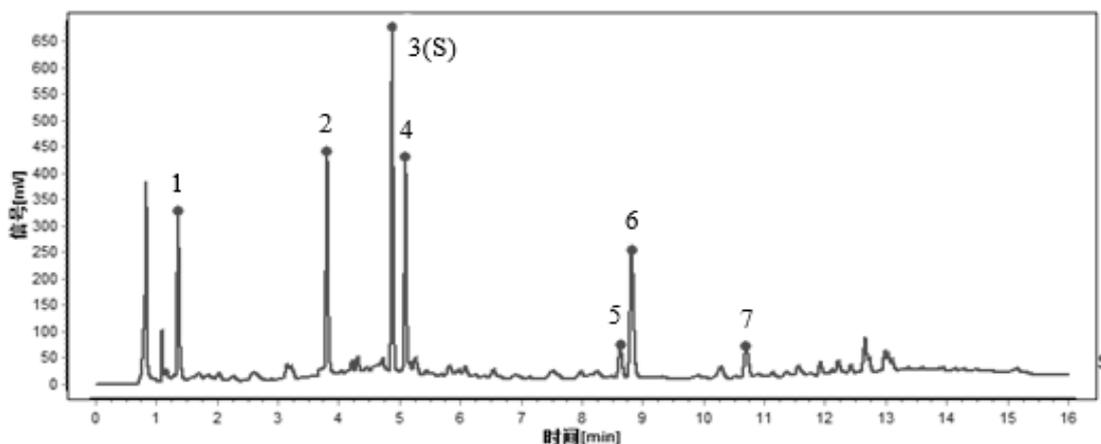
参照物溶液的制备 取枸骨叶对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 1 小时，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品、槲皮素-3-O-木糖（1→2）葡萄糖对照品，加甲醇制成每 1ml 含新绿原酸 0.1mg、绿原酸 0.2mg、隐绿原酸 60 μ g、槲皮素-3-O-木糖（1→2）葡萄糖 50 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同（含量测定）项。

广东省中药配方颗粒质量标准

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 μ l, 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 4、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为 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 $\pm 10\%$ 范围之内, 规定值为: 1.74 (峰 5)、2.14 (峰 7)。



对照特征图谱

峰 2: 新绿原酸; 峰 3(S): 绿原酸; 峰 4: 隐绿原酸; 峰 6: 槲皮素-3-O-木糖 (1 \rightarrow 2) 葡萄糖
参考色谱柱: ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD, 2.1 \times 100mm, 1.8 μ m

【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】 取本品适量, 研细, 取约 2g, 精密称定, 精密加入乙醇 100ml, 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, 不得少于 24.0%。

【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; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 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, 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, 精密量取续滤液 25ml, 蒸干, 残渣加 70% 甲醇溶解, 并转移至 5ml 量瓶中, 用 70% 甲醇稀释至刻度, 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, 用外标两点法对数方程计算, 即得。

本品每 1g 含地榆皂苷 I (C₄₁H₆₆O₁₃) 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。