粤 PFKL20230038

毛冬青配方颗粒

Maodongqing Peifangkeli

【来源】 本品为冬青科植物毛冬青 *Ilex pubescens* Hook. Et Arn. 的干燥根及茎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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《广东省中药材标准》（第二册）“毛冬青”项下规定的方法炮制。

【制法】 取毛冬青饮片 12500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2%~5%），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】 本品为浅棕色至黄棕色的颗粒；气微，味苦、涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取毛冬青对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。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 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷–甲醇-冰醋酸（16∶2∶0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸乙醇溶液，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 1.8μm）；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；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 35℃；检测波长 325nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～6	8→18	92→82
6～12	18→30	82→70
12～15	30→60	70→40
15～18	60→80	40→20

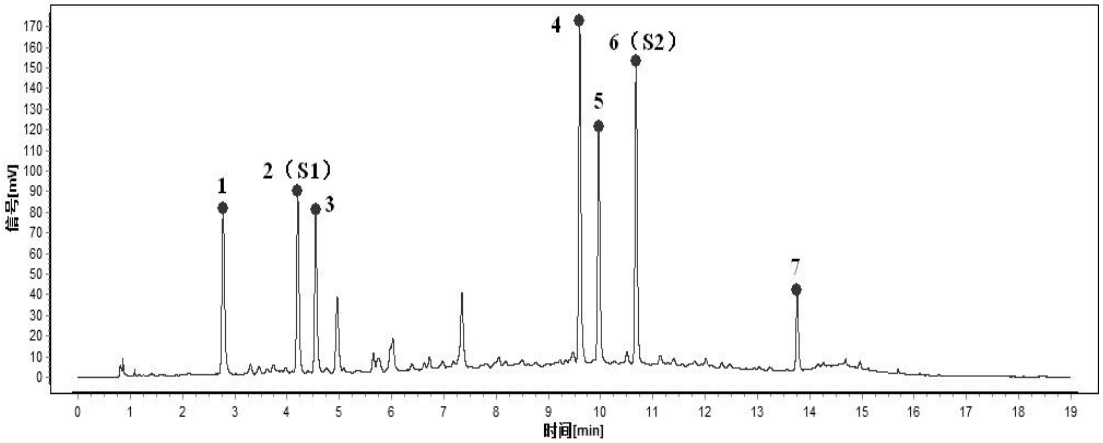
参照物溶液的制备 取毛冬青对照药材 1g，加入水 25ml，加热回流 60 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对

照品适量，分别加甲醇制成每 1ml 含绿原酸 10μg、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸 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。

测定法 分别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 6 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3 与 S1 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.64（峰 1）、1.08（峰 3）。与 4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 4、峰 5、峰 7 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.90（峰 4）、0.93（峰 5）、1.29（峰 7）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸；峰 2（S1）：绿原酸；峰 3：隐绿原酸；峰 4：3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸；
峰 5：3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸；峰 6（S2）：4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸
参考色谱柱：Eclipse Plus C18，2.1mm×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】 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 14.0%。

【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；以甲醇-0.1%磷酸溶液（65∶35）为流动相；检测波长为 210nm。理论板数按毛冬青皂苷 A 峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取毛冬青皂苷 A 对照品适量，精密称定，加 70%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 0.2g，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，加热回流 45 分钟，取出，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 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1~2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含毛冬青皂苷 A（$C_{36}H_{56}O_{11}$）应为 3.5mg~30.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

【贮藏】 密封。