

## 山楂（山楂）配方颗粒

## Shanzha（shanzha）Peifangkeli

【来源】本品为蔷薇科植物山楂 *Crataegus pinnatifida* Bge. 的干燥成熟果实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】取山楂饮片2000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为27%~50%），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】本品为浅红棕色至棕褐色的颗粒；气微香，味微酸。

【鉴别】取本品0.5g，研细，加水20ml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。另取山楂（山楂）对照药材1g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液浓缩至20ml，加乙酸乙酯20ml，自“用乙酸乙酯振摇提取2次”起，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1~2 $\mu$ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以乙醇-丙酮-水（7:5:6）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（365nm）下检视。供试品色谱中，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150mm，内径为2.1mm，粒径为1.8 $\mu$ m）；以乙腈为流动相A，以0.05%磷酸溶液为流动相B，流速0.3ml/min，柱温30℃。按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长330nm。理论板数按枸橼酸峰计算应不低于2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	2→10	98→90

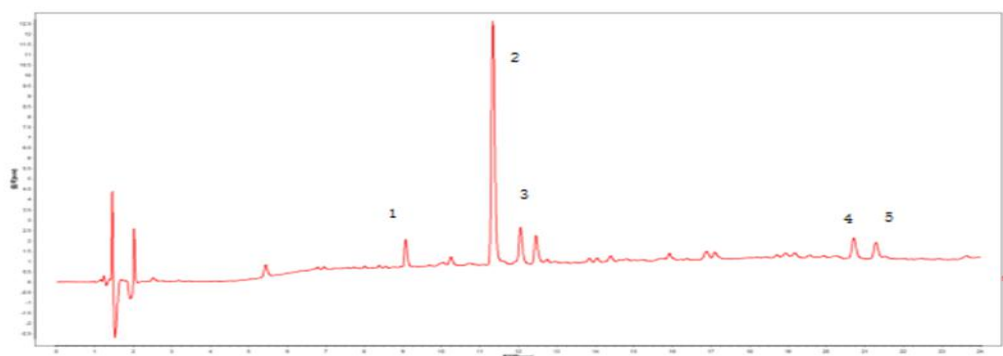
3 ~ 10	10→14	90→86
10 ~ 15	14→18	86→82
15 ~ 20	18	82
20 ~ 27	18→65	82→35
27 ~ 30	65→85	35→15
30 ~ 33	85→2	15→98
33 ~ 50	2	98

**参照物溶液的制备** 取山楂（山楂）对照药材0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加70%甲醇25ml，超声处理（功率150W,频率40kHz）40分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材溶液。另取绿原酸对照品、金丝桃苷对照品、异槲皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含绿原酸98μg、金丝桃苷19μg、异槲皮苷98μg的混合溶液，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0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加70%甲醇25ml，密塞，超声处理（功率150W,频率40kHz）40分钟，放冷，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1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现5个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中5个特征峰保留时间相对应，其中峰2、峰4、峰5应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应，以绿原酸参照物峰对应的峰为S峰，计算其余各特征峰与S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：0.79（峰1）、1.06（峰3）、1.83（峰4）、1.88（峰5）。



对照特征图谱

峰1:新绿原酸;峰2(S):绿原酸;峰3:隐绿原酸;峰4:金丝桃苷;峰5:异槲皮苷

参考色谱柱: Acclaim RSLC120 C18, 150mm × 2.1mm, 1.8μm

**【检查】重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典2020年版通则2321原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过5mg/kg；镉不得过1mg/kg；砷不得过2mg/kg；汞不得过0.2mg/kg；铜不得过20mg/kg。

**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31.0%。

**【含量测定】有机酸** 取本品适量，研细，取约0.5g，精密称定，精密加水100ml，室温下浸泡4小时，时时振摇，滤过。精密量取续滤液25ml，加水50ml，加酚酞指示液2滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定，即得。每1ml氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于6.404mg的枸橼酸（C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>）。

本品每1g 含有机酸以枸橼酸（C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>）计,应为40.0mg ~ 120.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片2g

**【贮藏】** 密封。