

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

苦丁茶配方颗粒

Kudingcha Peifangkeli

【来源】 本品为冬青科植物扣树*Ilex kaushue* S.Y.Hu. 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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《广东省中药材标准》第一册“苦丁茶”项下规定的方法炮制。

【制法】 取苦丁茶饮片5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为9%~18%），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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取1g，加水20ml使溶解，滤过，滤液用乙醚振摇提取2次，每次20ml，分取乙醚液，用无水硫酸钠脱水，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取苦丁茶对照药材5g，加水100ml，煎煮30分钟，滤过，滤液浓缩至20ml，同法制成对照药材溶液。再取原儿茶酸对照品，加乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶GF254薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（15：10：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱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1.6~1.8μm）；以乙腈为流动相A，以0.02%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30℃；检测波长为330nm。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（%）
0~5	6	94
5~20	6→18	94→82
20~28	18	82
28~36	18→46	82→54
36~37	46→60	54→40
37~39	60	40

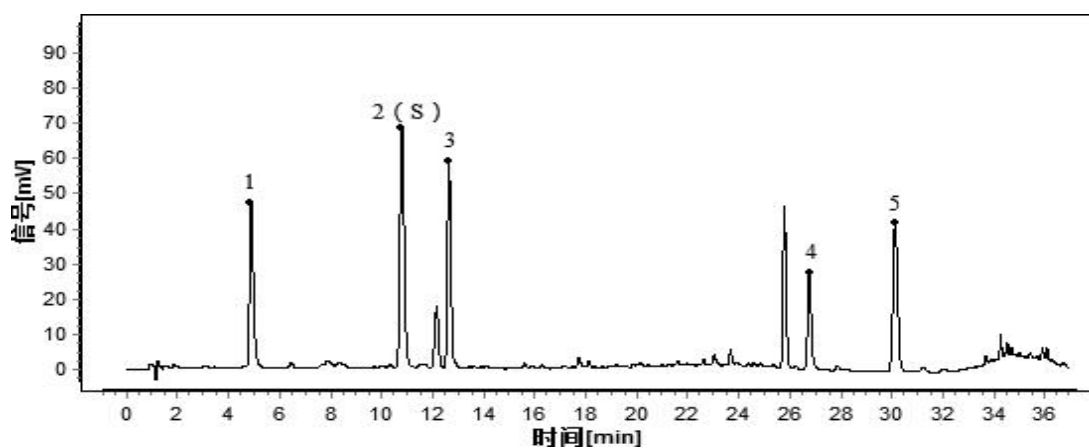
参照物溶液的制备 取苦丁茶对照药材0.5g，加50%甲醇20ml，加热回流30分钟，放冷，

摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品、4,5-O-二咖啡酰奎宁酸对照品适量，加甲醇制成每1ml含新绿原酸0.1mg、绿原酸0.15mg、隐绿原酸0.1mg、4,5-O-二咖啡酰奎宁酸60 $\mu$ 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。

**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5个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的5个特征峰保留时间相对应，其中峰1~峰3、峰5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4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：2.36（峰4）。



峰1：新绿原酸；峰2（S）：绿原酸；峰3：隐绿原酸；峰5：4,5-O-二咖啡酰奎宁酸  
参考色谱柱：HSS T3 C18，2.1mm 100mm，1.8 $\mu$ 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18.0%。

**【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1.6~1.8 $\mu$ m）；以乙腈-0.02%磷酸溶液（8：92）为流动相；流速为每分钟0.3ml；柱温为30 $^{\circ}$ C；检测波长为330nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于5000。

**对照品溶液的制备** 取绿原酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.2mg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50%乙醇20ml，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50%乙醇补足减失的重量，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 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含绿原酸（C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>）应为1.3mg~33.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片5.5g。

**【贮藏】** 密封。