

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

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 5μl，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 1.8μm）；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 0.3ml；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。

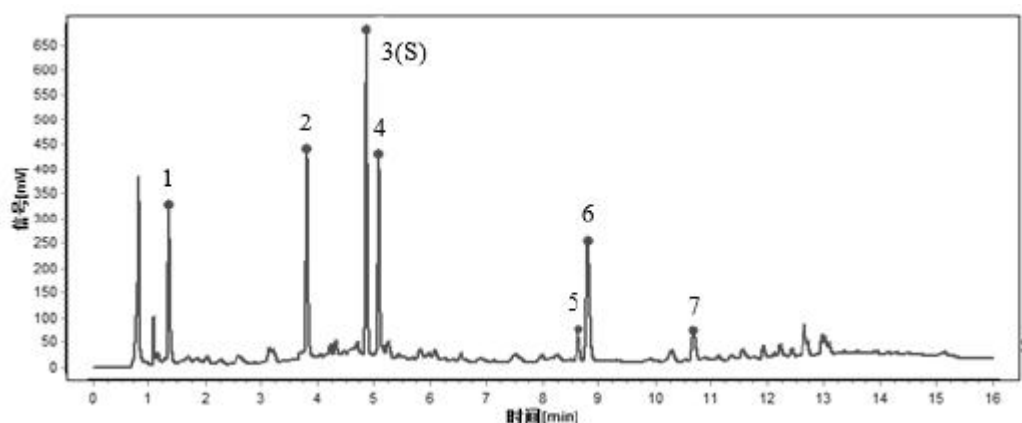
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	3→12	97→88
3~5	12	88
5~9	12→16	88→84
9~12	16→25	84→75
12~15	25	75

参照物溶液的制备 取枸骨叶对照药材 1g，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 60μg、槲皮素-3-O-木糖（1→2）葡萄糖 50μg 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 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 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±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→2)葡萄糖

参考色谱柱：ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD，2.1×100mm，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 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 1.7μm）；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℃；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。以外表两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含地榆皂苷 I（ $C_{41}H_{66}O_{13}$ ）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。