

山楂叶（山里红）配方颗粒

Shanzhaye(Shanlihong) Peifangkeli

【来源】本品为蔷薇科植物山里红 *Crataegus pinnatifida* Bge. var. *major* N. E. Br. 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】取山楂叶（山里红）饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 18%~33%），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】本品为棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味涩、微苦。

【鉴别】取本品 0.2g，研细，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。另取山楂叶（山里红）对照药材 2g，加稀乙醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸至无醇味，加水 10ml，用石油醚（30~60℃）洗涤 2 次，每次 20ml，弃去石油醚液，水液加乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙醇 2ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取芦丁对照品、金丝桃苷对照品，加乙醇分别制成每 1ml 含 0.2mg 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，吸取上述两种溶液各 1~2 μ 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，置紫外光灯（365nm）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，显相同颜色的荧光斑点。

【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 同〔含量测定〕牡荆素鼠李糖苷、金丝桃苷项。

参照物溶液的制备 取山楂叶（山里红）对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加 60% 甲醇 50ml，超声处理（功率 700W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取牡荆素鼠李糖苷对照品、金丝桃苷对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 含牡荆素鼠李糖苷 115 μ g、金丝桃苷 35 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

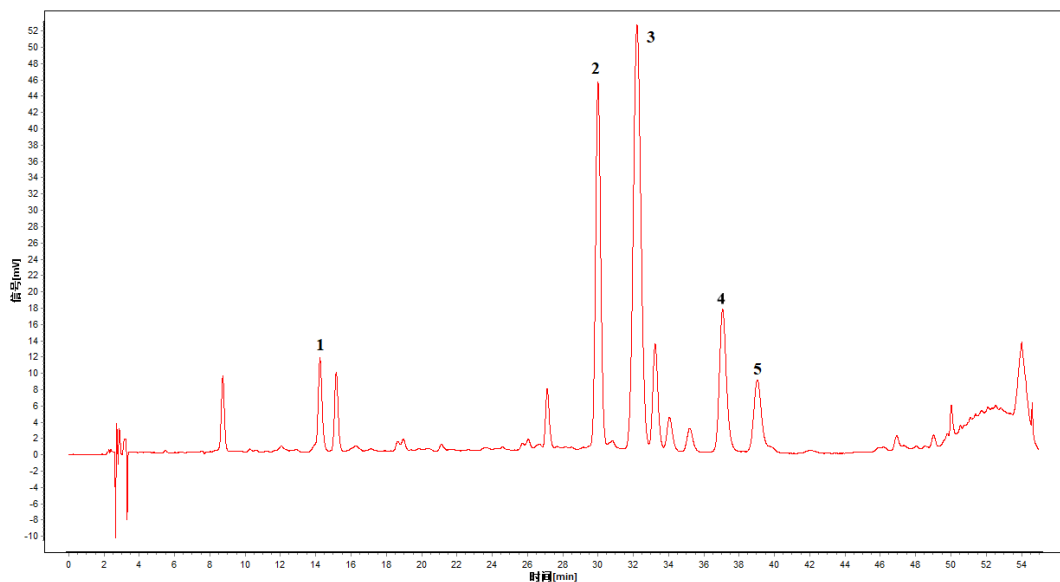
供试品溶液的制备 同〔含量测定〕牡荆素鼠李糖苷、金丝桃苷项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ 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 个特征峰的保

河北省中药配方颗粒质量标准公示稿

留时间相对应，其中峰 3、峰 4 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与牡荆素鼠李糖苷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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.44（峰 1）、0.93（峰 2）、1.21（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：绿原酸 峰 2：牡荆素葡萄糖苷 峰 3：牡荆素鼠李糖苷 峰 4：金丝桃苷
峰 5：异槲皮素

色谱柱：ZORBAX SB C18（4.6 mm×250mm，5 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 34.0%。

【含量测定】总黄酮 对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加 60%甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml，分别置 25ml 量瓶中，各加水至 6ml，加 5%亚硝酸钠溶液 1ml，混匀，放置 6 分钟，加 10%硝酸铝溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟，加氢氧化钠试液 10ml，再加水至刻度，摇匀，放置 15 分钟，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 509nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

河北省中药配方颗粒质量标准公示稿

测定法 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 60% 甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 700W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 60% 甲醇补足减失的重量，摇匀，作为供试品贮备液。取供试品贮备液，滤过，精密量取续滤液 10ml 置 25ml 量瓶，加 60% 甲醇溶液至刻度，摇匀。精密量取 1ml，置 25ml 量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加水至 6ml”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的重量，计算，即得。

本品每 1g 含总黄酮以芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）计，应为 95.0mg~339.0mg。

牡荆素鼠李糖苷、金丝桃苷 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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈-四氢呋喃（12：1）为流动相 A，以 0.3% 甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1ml；柱温为 30℃；检测波长为 363nm。理论板数按牡荆素鼠李糖苷峰计算应不低于 2500。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	8→12	92→88
15~25	12→16	88→84
25~38	16→15	84→85
38~45	15→20	85→80
45~50	20→34	80→66
50~55	34→100	66→0

对照品溶液的制备 取牡荆素鼠李糖苷对照品、金丝桃苷对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 含牡荆素鼠李糖苷 115 μ g、金丝桃苷 35 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取〔含量测定〕总黄酮项下的供试品贮备液，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含牡荆素鼠李糖苷（ $C_{27}H_{30}O_{14}$ ）应为 5.5mg~19.0mg，含金丝桃苷（ $C_{21}H_{20}O_{12}$ ）应为 0.90mg~3.2mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。