

# 江苏省药品监督管理局

## 中药配方颗粒标准

JS-YBZ-2023355

### 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】** 取毛冬青饮片 12500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（出膏率为 2.0~5.0%），加辅料适量，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 0.5g，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 通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10 $\mu$ l，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 $^{\circ}$ C 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 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；以乙腈为流动相 A，以 0.1% 磷酸溶液为流动相 B，按下表梯度洗脱；流速为 0.30ml/min；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长 325nm。理论板数按绿原酸峰计应不低于 3000。

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

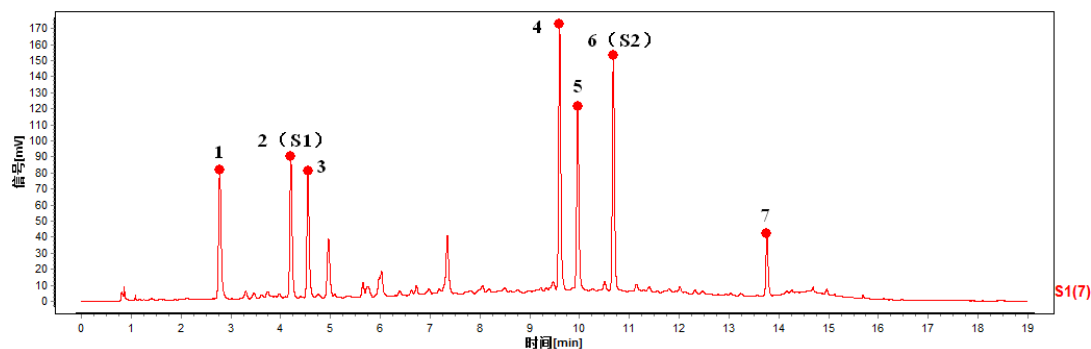
**参照物溶液的制备** 取毛冬青对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入水 25ml，加热回流 1 小时，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸、4,5-

二-*O*-咖啡酰奎宁酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含绿原酸 10 $\mu$ g、4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸 50 $\mu$ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 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。

供试品色谱图中应呈现与对照药材参照物色谱图中 7 个保留时间相对应的特征峰，峰 2、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。峰 1、峰 3 与 S1 峰（峰 2）的相对保留时间依次约为：0.64、1.08；峰 4~5、峰 7 与 S 峰 2（峰 6）的相对保留时间依次约为：0.90、0.93、1.29。



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)：4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸  
色谱柱：Eclipse Plus C18 (100mm $\times$ 2.1mm, 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 通则 0104）。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 14.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法（中国药典 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** 同【特征图谱】项。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1~2 $\mu$ l，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 3.5 ~ 30.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

**【贮藏】** 密封。