

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 20000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2.5%~5.0%），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 3g，研细，加无水乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取毛冬青对照药材 5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加无水乙醇 20ml”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，吸取供试品溶液 2 μ l、对照药材溶液 20 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（5：3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，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；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；检测波长为：0~18 分钟 327nm，18~60 分钟 210nm。理论板数按异绿原酸 C 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	8→16	92→84
15~25	16→20	84→80
25~29	20→24	80→76
29~37	24→28	76→72
37~46	28→39	72→61
46~60	39→70	61→30

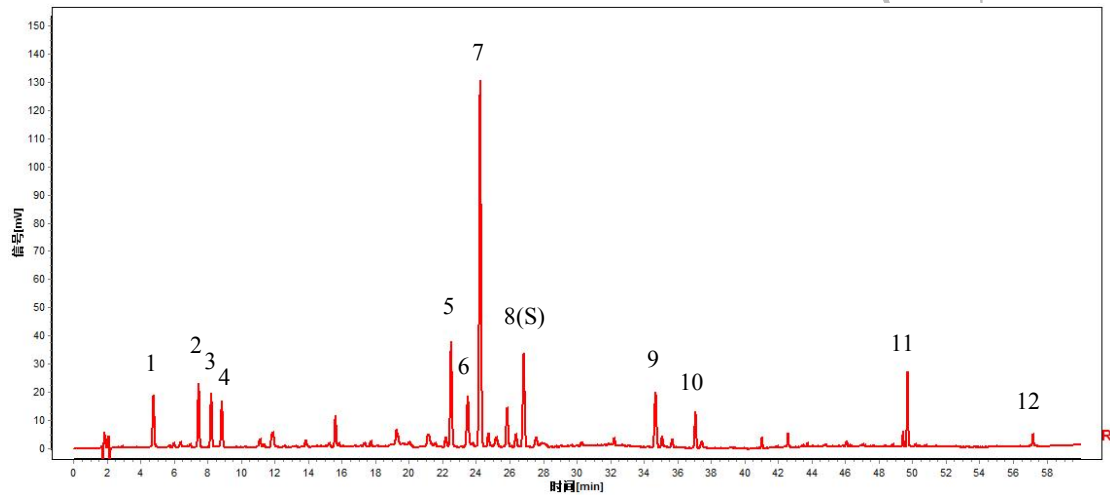
参照物溶液的制备 取毛冬青对照药材 1.0g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 80%甲醇 15ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取异绿原酸 C 对照品适量，精密称定，加 80%甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，

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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 12 个特征峰，应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应，其中峰 8 应与异绿原酸 C 对照品参照物峰的保留时间相对应。与异绿原酸 C 参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 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：0.18（峰 1）、0.28（峰 2）、0.31（峰 3）、0.33（峰 4）、0.84（峰 5）、0.88（峰 6）、0.90（峰 7）、1.29（峰 9）、1.38（峰 10）、1.85（峰 11）、2.13（峰 12）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸 峰 2：绿原酸 峰 3：隐绿原酸 峰 4：咖啡酸 峰 5：异绿原酸 B 峰 6：异绿原酸 A
峰 8 (S)：异绿原酸 C 峰 11：毛冬青皂苷 A 峰 12：冬青素 A

【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 3g，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；以乙腈-0.1%磷酸溶液（35：65）为流动相；检测波长为 203nm。理论板数按毛冬青皂苷 A 峰计算应不低于 5000。

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 80%甲醇制成每 1ml 含 70 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 80%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）15 分钟，放

冷，再称定重量，用 80% 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 含毛冬青皂苷 A ($C_{36}H_{56}O_{11}$) 应为 10.0mg~100.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准公示稿