

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021013

侧柏叶配方颗粒

Cebaiye Peifangkeli

【来源】 本品为柏科植物侧柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的干燥枝梢和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】 取侧柏叶饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12.0% ~ 16.6%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至棕褐色的颗粒，气微，味微苦涩。

【鉴别】 取本品 0.3g，研细，加水 25ml 使溶解，加盐酸 3ml，超声处理 30 分钟，立即冷却，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，用水洗涤 3 次，每次 10ml，乙酸乙酯液蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取侧柏叶对照药材 1g，置索氏提取器中，加乙醚适量，加热回流至提取液无色，弃去乙醚液，药渣挥干乙醚，加 70% 乙醇 50ml，加热回流 1 小时，趁热滤过，滤液蒸干，残渣自“加水 25ml 使溶解”起，同法制成对照药材溶液。再取槲皮素对照品，加乙醇制成每 1ml 含 0.1mg 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 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5：2：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1% 三氯化铝乙醇溶液，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 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）以乙腈为流动相 A，以 0.05% 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 210nm（前 26 分钟），后变换为 256nm；流速为每分钟 1.0ml，柱温为 35 $^{\circ}$ C。理论板数按槲皮苷峰计算应不低于 5000。

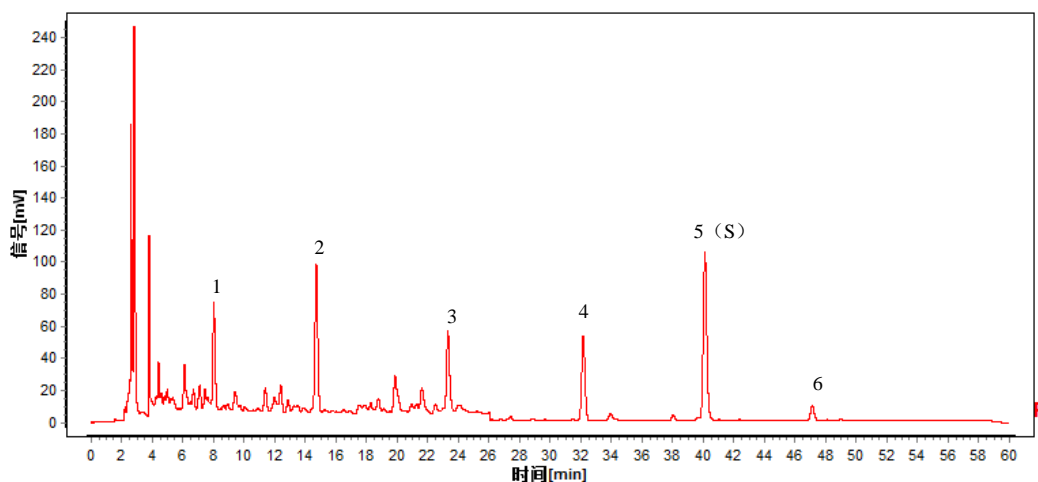
| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|---------------------|---------------------|
| 0~20 | 7 \rightarrow 15 | 93 \rightarrow 85 |
| 20~55 | 15 \rightarrow 27 | 85 \rightarrow 73 |
| 55~56 | 27 \rightarrow 7 | 73 \rightarrow 93 |
| 56~60 | 7 | 93 |

参照物溶液的制备 取侧柏叶对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，取滤液水浴蒸干，残渣加 50% 甲醇 25ml，密塞，超声处理（功率 200W，频率 53kHz）30 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取槲皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含槲皮苷 40 μ g 的溶液，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 0.15g，置具塞锥形瓶中，加 50% 甲醇 25ml，密塞，超声处理（功率 200W，频率 53kHz）30 分钟，取出，放冷，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应，与槲皮苷参照物峰相应的峰为 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 0.20（峰 1）、0.37（峰 2）、0.58（峰 3）、0.80（峰 4）、1.00（峰 5，S）、1.18（峰 6）。按中药色谱指纹图谱相似度评价系统，供试品特征图谱与对照特征图谱经 Mark 峰相似度计算，相似度应不得低于 0.90。



对照特征图谱

峰 5 (S)：槲皮苷

色谱柱：Intersustain C18，4.6mm \times 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，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 30.0%。

【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；以甲醇-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液-冰醋酸（40:60:1.5）为流动相；检测波长为 254nm。理论板数按槲皮苷峰计算应不低于 1500。

对照品溶液的制备 取槲皮苷对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1ml 含 50 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，精密加入甲醇 20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 53kHz）30 分钟，取出，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，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。

本品每 1g 含槲皮苷（C₂₁H₂₀O₁₁）为 6.5mg ~ 14.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

【贮藏】 密封。