

# 国家药品监督管理局

## 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021073

### 金银花配方颗粒

Jinyinhua Peifangkeli

**【来源】** 本品为忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的干燥花蕾或带初开的花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】** 取金银花饮片 3000g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 24.0%~33.3%),干燥(或干燥,粉碎),加辅料适量,混匀,制粒,制成 1000g,即得。

**【性状】** 本品为浅黄色至黄棕色的颗粒;气微香,味苦。

**【鉴别】** 取本品 1g,研细,加甲醇 10ml,超声处理 20 分钟,放冷,滤过,取滤液作为供试品溶液。另取金银花对照药材 2g,加水 50ml,煮沸 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣自“加甲醇 10ml”起,同法制成对照药材溶液。再取绿原酸对照品,加甲醇制成每 1ml 含 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,吸取供试品溶液和对照品溶液各 5 $\mu$ l,对照药材溶液 10 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸丁酯-甲酸-水(7:2.5:2.5)的上层液为展开剂,展开,取出,晾干,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** 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 $\mu$ m);以乙腈为流动相 A,0.4%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 1.0ml;柱温为 35 $^{\circ}$ C;检测波长为 350nm。理论板数按木犀草苷峰计算应不低于 2000。

| 时间(分钟) | 流动相 A (%)           | 流动相 B (%)           |
|--------|---------------------|---------------------|
| 0~15   | 10                  | 90                  |
| 15~20  | 10 $\rightarrow$ 15 | 90 $\rightarrow$ 85 |
| 20~50  | 15 $\rightarrow$ 20 | 85 $\rightarrow$ 80 |
| 50~55  | 20 $\rightarrow$ 30 | 80 $\rightarrow$ 70 |
| 55~60  | 30 $\rightarrow$ 10 | 70 $\rightarrow$ 90 |

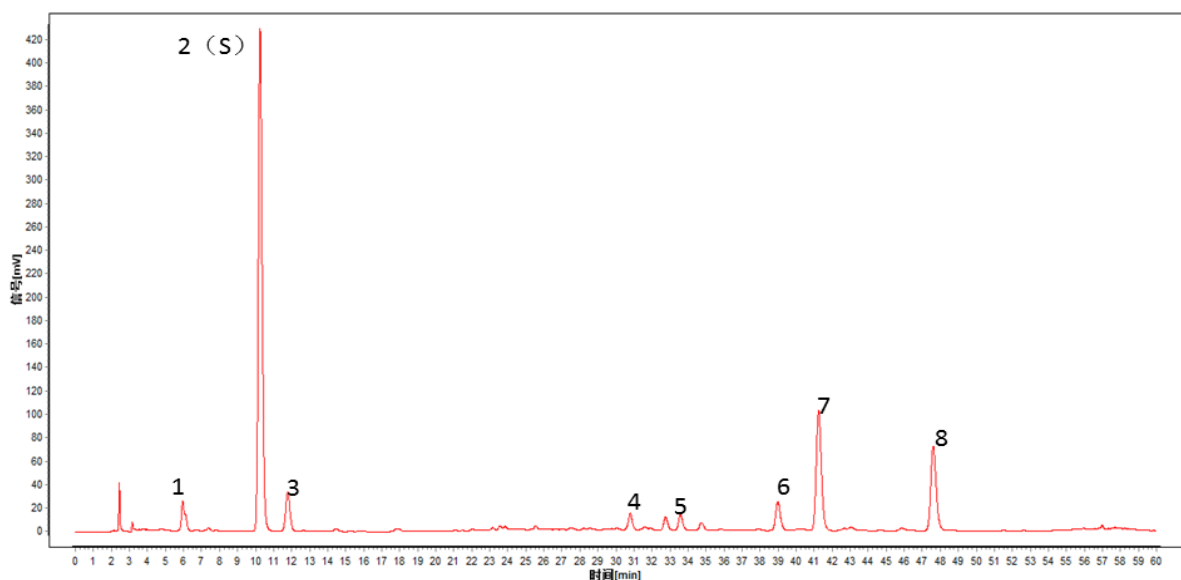
**参照物溶液的制备** 取金银花对照药材 1.5g,置具塞锥形瓶中,加水 50ml,加热回流 45 分钟,滤过,滤液蒸干,放冷,加入 50%甲醇 50ml,超声处理(功率 250W,频率 35kHz) 45 分钟,放冷,

摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、木犀草苷对照品、芦丁对照品，置棕色量瓶中，加 50% 甲醇制成每 1ml 各含 40 $\mu$ g 的混合溶液（10 $^{\circ}$ C 以下保存）。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取 0.4g，置具塞锥形瓶中，加入 50% 甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 35kHz）45 分钟，取出，放冷，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 精密吸取对照品参照物溶液 10 $\mu$ l，对照药材参照物溶液与供试品溶液各 15 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 2、峰 4、峰 5 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应；与绿原酸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：0.58（峰 1）、1.15（峰 3）、3.80（峰 6）、4.02（峰 7）、4.64（峰 8）。



对照特征图谱

峰 2 (S)：绿原酸；峰 4：芦丁；峰 5：木犀草苷

色谱柱：ZORBAX SB-C18，4.6mm $\times$ 250mm，5 $\mu$ m

**【检查】 重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过 5mg/kg；镉不得过 1 mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

**其他** 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 35.0%。

**【含量测定】 酚酸类** 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，0.1% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温不高于 25 $^{\circ}$ C；流速为每分钟 0.7 ml，检测波长为 327 nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 10000。

| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
|--------|---------|---------|
| 0~8    | 14→19   | 86→81   |
| 8~14   | 19      | 81      |
| 14~34  | 19→31   | 81→69   |
| 34~35  | 31→90   | 69→10   |
| 35~40  | 90      | 10      |

**对照品溶液的制备** 取绿原酸对照品、3,5-二-O-咖啡酰奎宁酸对照品和4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加75%甲醇制成每1 ml含0.28mg、0.15mg、44μg的溶液，即得。

**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75%甲醇50ml，称定重量，超声处理（功率500W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用75%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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含绿原酸（C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>）应为23.0mg~55.0mg，每1g含酚酸类以绿原酸（C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>）、3,5-二-O-咖啡酰奎宁酸（C<sub>25</sub>H<sub>24</sub>O<sub>12</sub>）和4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸（C<sub>25</sub>H<sub>24</sub>O<sub>12</sub>）的总量计，应为35.0mg~81.0mg。

**木犀草苷** 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** 以苯基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为250mm，内径为4.6mm，粒径为5μm）；以乙腈为流动相A，以0.3%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350nm。理论板数按木犀草苷峰计算应不低于20000。

| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
|--------|---------|---------|
| 0~15   | 10→20   | 90→80   |
| 15~30  | 20      | 80      |
| 30~40  | 20→30   | 80→70   |

**对照品溶液的制备** 取木犀草苷对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品，研细，取约0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇25ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率35kHz）30分钟，放冷，用70%乙醇补足减失的重量，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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含木犀草苷（C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>O<sub>11</sub>）应为0.46mg~1.20mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片3g

**【贮藏】** 密封。