

炒山楂（山里红）配方颗粒

Chaoshanzha (shanlihong) Peifangkeli

【来源】 本品为蔷薇科植物山里红 *Crataegus pinnatifida* Bge. var. *major* N.E.Br. 的干燥成熟果实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】 取炒山楂（山里红）饮片 2000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 28%~39%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅红棕色至红褐色的颗粒；气微，味酸。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加水 20ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取山楂（山里红）对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 20ml，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，同法制成对照药材溶液。再取金丝桃苷对照品、绿原酸对照品，分别加甲醇制成每 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，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 2~5 μ l，对照品溶液 1 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲醇-冰醋酸-水（18:2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，热风吹约 1 分钟，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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；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；流速为每分钟 0.3ml，柱温为 30 $^{\circ}$ C，检测波长为 320nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

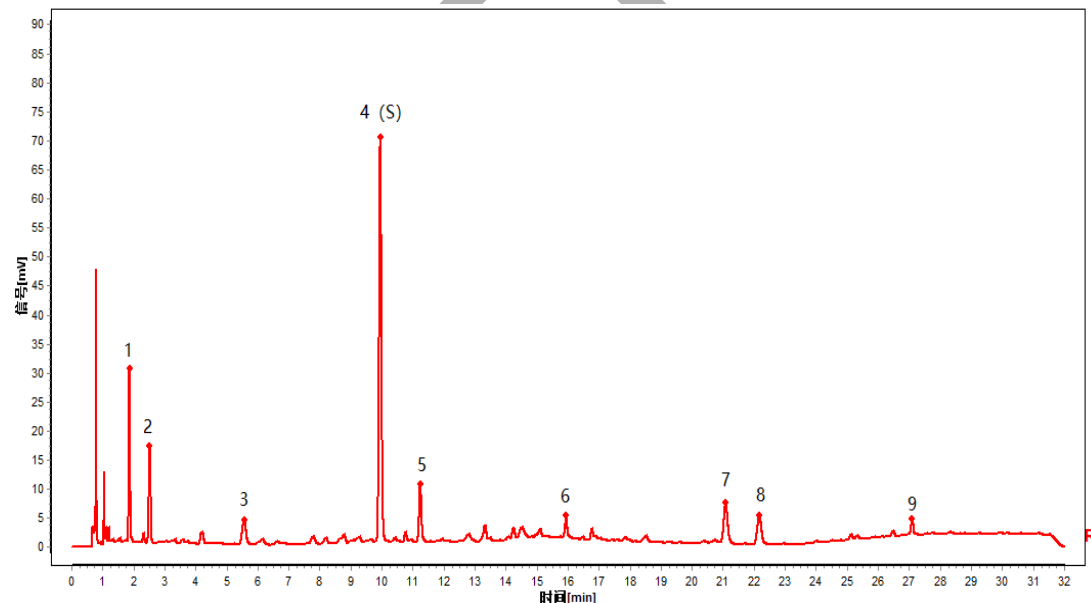
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~4	5	95
4~12	5 \rightarrow 11	95 \rightarrow 89
12~13	11 \rightarrow 13	89 \rightarrow 87
13~21	13 \rightarrow 14	87 \rightarrow 86
21~30	14 \rightarrow 25	86 \rightarrow 75

参照物溶液的制备 取山楂（山里红）对照药材 2g，加水 100ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，放冷，残渣加 50%甲醇 25ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 35kHz）30 分钟，取出，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。取 5-羟甲基糠醛对照品、绿原酸对照品、金丝桃苷对照品、异槲皮苷对照品、牡荆苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 5-羟甲基糠醛 40 μ g、绿原酸 20 μ g、金丝桃苷 5 μ g、异槲皮苷 5 μ g、牡荆苷 15 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 取本品适量，研细，取 1g，加 50%甲醇 25ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 35kHz）30 分钟，取出，放冷，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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，除峰 2 外，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 7、峰 8 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对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 S 峰相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.19（峰 1）、0.56（峰 3）、1.13（峰 5）、1.60（峰 6）、2.72（峰 9）。牡荆苷对应的特征峰与 S 峰的相对峰面积，不得大于 0.02。计算峰 1 与峰 7 和峰 8 峰面积总和的相对峰面积，不得小于 0.50。



对照特征图谱

峰 2：5-羟甲基糠醛；峰 3：新绿原酸；峰 4（S）：绿原酸；峰 5：隐绿原酸；

峰 7：金丝桃苷；峰 8：异槲皮苷

色谱柱： Eclipse Plus Rapid Resolution HD C18, 2.1 mm \times 100mm, 1.8 μ m

【检查】 5-羟甲基糠醛 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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以乙腈-0.1%甲酸溶液（2:98）为流动相；流速为每分钟 0.3ml，检测波长为 284nm。理论板数按 5-羟甲基糠醛峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取 5-羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 5-羟甲基糠醛 20 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 53kHz）45 分钟，放冷，再称定重量，用 50%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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定。

本品每 1g 含 5-羟甲基糠醛（C₆H₆O₃）不得大于 1.8mg。

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 1mg/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 40.0%。

【含量测定】 有机酸 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，精密加入水 100ml，室温下浸泡 1 小时，时时振摇，滤过。精密量取续滤液 25ml，加水 50ml，加酚酞指示液 2 滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/l）滴定至溶液由无色变成浅红色，且在 30 秒内不褪色，即得。每 1ml 氢氧化钠滴定液（0.1mol/l）相当于 6.404 的枸橼酸（C₆H₈O₇）。

本品每 1g 含有机酸以枸橼酸（C₆H₈O₇）计，应为 60.0mg~148.0mg。

绿原酸 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%甲酸溶液（9: 91）为流动相；检测波长为 330nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加 70%甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，即得（10 $^{\circ}$ C 以下保存）。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 35kHz）30 分钟，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 含绿原酸 ($C_{16}H_{18}O_9$) 应为 0.20mg~0.75mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2g

【贮藏】 密封。

饮片规格