

# 石榴皮配方颗粒

## Shiliupi Peifangkeli

**【来源】** 本品为石榴科植物石榴 *Punica granatum* L.的干燥果皮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】** 取石榴皮饮片 2300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 30%~41%），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】** 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦，微涩。

**【鉴别】** 取本品 1.5g，研细，加无水乙醇 30ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取石榴皮对照药材 5g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加无水乙醇 30ml”起，同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品，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药材溶液各 5 $\mu$ l、对照品溶液 2 $\mu$ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水（10：1：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%三氯化铁乙醇溶液。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 150mm，内径为 4.6mm，粒径为 3.5 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2%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 0.8 ml；检测波长为 257nm；理论板数按鞣花酸峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B (%)
0~16	2→6	98→94
16~26	6	94
26~28	6→10	94→90
28~35	10	90
35~41	10→14	90→86
41~47	14→18	86→82

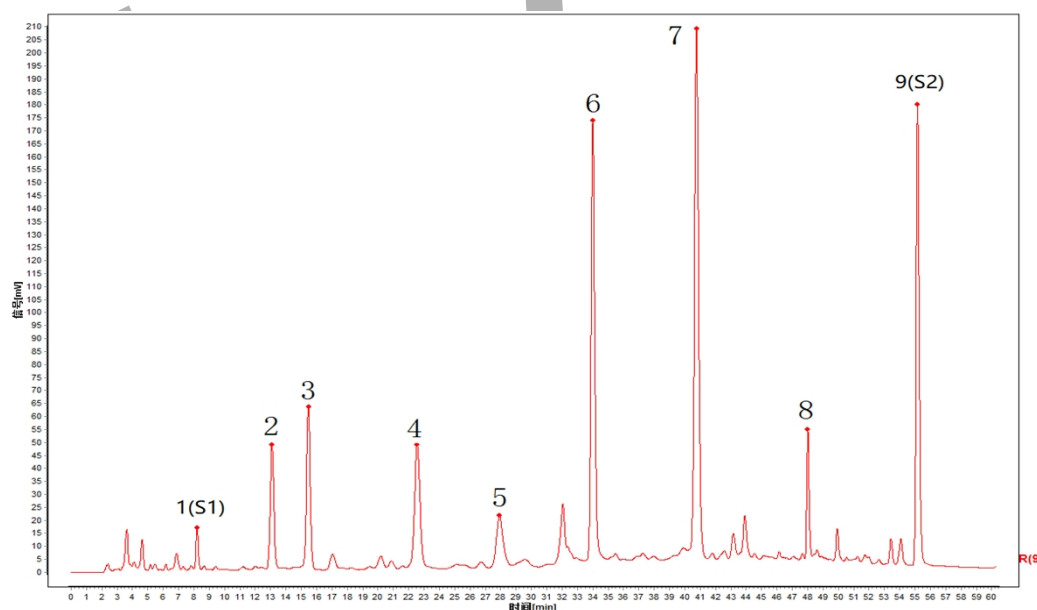
47~53	18→20	82→80
53~57	20	80
57~59	20→95	80→5

**参照物溶液的制备** 取石榴皮对照药材约 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 50ml，密塞，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液；另取没食子酸对照品、鞣花酸对照品适量，精密称定，加 75%甲醇制成每 1ml 含没食子酸 12 $\mu$ g、鞣花酸 41 $\mu$ 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 0.25g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇溶液 50ml，密塞，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，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 5 $\mu$ 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，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 9 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应，与没食子酸对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 2~5 与 S1 峰的相对保留时间，与鞣花酸对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 6~8 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：1.59（峰 2）、1.88（峰 3）、2.74（峰 4）、3.40（峰 5）、0.62（峰 6）、0.74（峰 7）、0.87（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1(S1): 没食子酸; 峰 6: 安石榴苷 A; 峰 7: 安石榴苷 B; 峰 9(S2): 鞣花酸

色谱柱: ZORBAX SB-Aq C18, 4.6mm×150mm, 3.5μm

**【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 29.0%。

**【含量测定】 鞣质** 取本品适量, 研细, 取约 0.3g, 精密称定, 照鞣质含量测定法(中国药典 2020 年版 通则 2202)测定, 在“不被吸附的多酚”测定时, 同时作空白试验校正, 计算, 即得。

本品每 1g 含鞣质应为 0.10g~0.29g。

**鞣花酸** 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-0.2%磷酸溶液(19: 81)为流动相; 检测波长为 254nm。理论板数按鞣花酸峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取鞣花酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 22μg 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 50ml, 密塞, 称定重量, 加热回流 30 分钟, 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 5μl、10μl, 供试品溶液 5μl~15μl, 注入液相色谱仪, 测定, 用外标两点法计算, 即得。

本品每 1g 含鞣花酸(C<sub>14</sub>H<sub>6</sub>O<sub>8</sub>)应为 6.0mg~10.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.3 g

**【贮藏】** 密封。