

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，合并煎液，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，分装，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 2015 年版 通则 0502）试验，吸取供试品溶液和对照品溶液各 5 μ l，对照药材溶液 10 μ 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，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版 通则 0104）。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2015 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。本品含铅不得过 5mg/kg；镉不得过 0.5mg/kg；砷不得过 1.5mg/kg；汞不得过 0.3mg/kg；铜不得过 10mg/kg。

二氧化硫残留量 照二氧化硫残留量测定法（中国药典 2015 年版 通则 2331 第一法）测定，不得过 50mg/kg。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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，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。

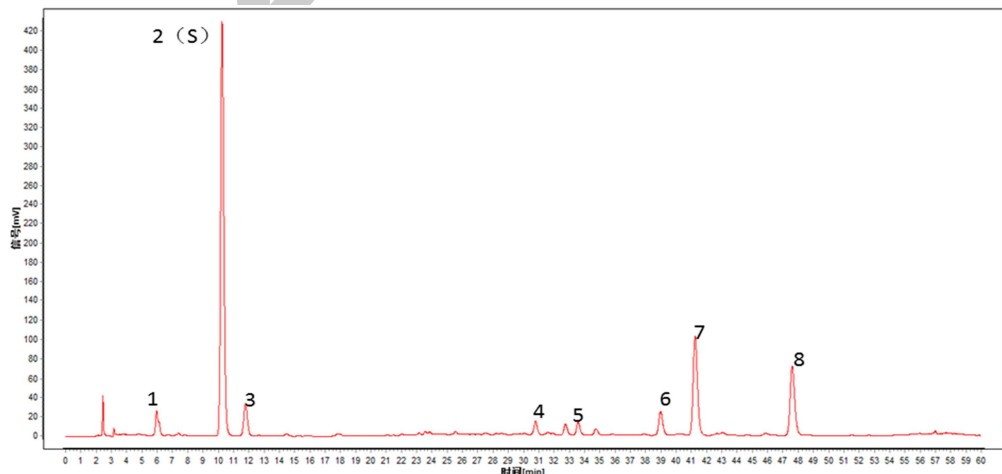
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~15	10	90
15~20	10→15	90→85
20~50	15→20	85→80
50~55	20→30	80→70
55~60	30→10	70→90

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 μ g 的混合溶液 (10 $^{\circ}$ C 以下保存)。

供试品溶液的制备 取本品, 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 μ l, 对照药材参照物溶液与供试品溶液各 15 μ 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 个特征峰相对应, 其中 2、4、5 号峰的保留时间应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相同。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×250mm, 5μm

【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项下的热浸法(中国药典 2015 年版 通则 2201)测定, 不得少于 35.0%。

【含量测定】 绿原酸 照高效液相色谱法(中国药典 2015 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-0.4%磷酸溶液(13: 87)为流动相; 检测波长为 327nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 1000。

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 50% 甲醇制成每 1ml 含 80μg 的溶液, 即得(10℃以下保存)。

供试品溶液的制备 取本品, 研细, 取约 0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50%甲醇溶液 50 ml, 称定重量, 超声处理(功率 200 W, 频率 53 kHz)30 分钟, 放冷, 用 50%甲醇溶液补足减失的重量, 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 (C₁₆H₁₈O₉) 应为 23.0~55.0mg。

木犀草苷 照高效液相色谱法(中国药典 2015 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 2000。

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 25 ml，称定重量，超声处理（功率 250 W，频率 35 kHz）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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含木犀草苷($C_{21}H_{20}O_{11}$)应为 0.46mg~1.20mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g。

【贮藏】 密封，置干燥处。

饮片规格