

福建省药品监督管理局

中药（配方颗粒）标准（试行）

标准号：FJYPBZ(PFKL)-2021007

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 28.0%~39.0%），加入辅料适量，混匀，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】 本品为浅红棕色至红褐色的颗粒；气微，味酸。

【鉴别】 取本品适量，研细，取约 0.5g，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，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 20ml，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。

色谱条件与系统适应性 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 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定梯度进行洗脱；流速为每分钟 0.8ml；柱温 30℃；检测波长为

320nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

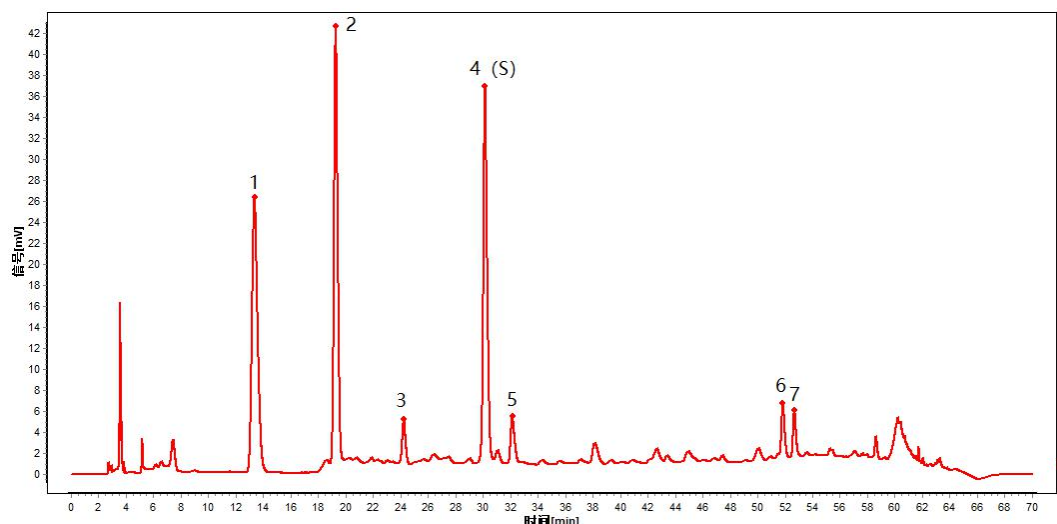
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	2	98
12~15	2→8	98→92
15~25	8→11	92→89
25~30	11→12	89→88
30~45	12→17	88→83
45~55	17→25	83→75
55~60	25→70	75→30
60~61	70→2	30→98
61~70	2	98

参照物溶液的制备 取山楂（山里红）对照药材 1g，加水 100ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，放冷，加入 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、异槲皮苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 5-羟甲基糠醛 20 μ g、绿原酸 5 μ g、金丝桃苷 5 μ g、异槲皮苷 1 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 0.5g，加入 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 分别精密吸取对照品参照物溶液 10 μ l，对照药材参照物溶液 20 μ l，供试品溶液 20 μ l，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

供试品色谱中应有 7 个特征峰，除峰 2 外，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。其中，峰 2、峰 4、峰 6、峰 7 应分别与 5-羟甲基糠醛对照品、绿原酸对照品、金丝桃苷对照品、异槲皮苷对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 3、峰 5 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：0.44（峰 1）、0.80（峰 3）、1.07（峰 5）。



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 6: 金丝桃苷; 峰 7: 异槲皮苷

色谱柱: 100-5 C18, 250mm×4.6mm, 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)。

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。

【浸出物】 取本品适量,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 2020 年版通则 2201)测定,应不得少于 28.0%。

【含量测定】 有机酸 取本品适量,研细,取约 1.0g,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,即得。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 6.404 的枸橼酸($C_6H_8O_7$)。

本品每 1g 含有机酸以枸橼酸($C_6H_8O_7$)计,应为 51.0mg~138.0mg。

绿原酸 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)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(9:1)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℃以下保存）。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.4 g，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，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（C₁₆H₁₈O₉）为 0.18mg~0.78mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2g。

【贮藏】 密封。