北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2021060

山银花（灰毡毛忍冬）配方颗粒

Shanyinhua（Huizhanmaorendong） Peifangkeli

【来源】 本品为忍冬科植物灰毡毛忍冬 *Lonicera macranthoides* Hand．–Mazz．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】 取山银花（灰毡毛忍冬）饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 26%～38.5%），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】 本品为棕黄色至黄棕色的颗粒；气微香，味苦。

【鉴别】 取本品 0.1g，研细，加甲醇 5ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取山银花（灰毡毛忍冬）对照药材 0.5g，加水 100ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 5ml，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，吸取上述三种溶液各 1μl，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）的上层溶液为展开剂，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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.05%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℃；检测波长为 210nm。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（%）
0~1	7→10	93→90
1~9	10→21	90→79
9~24	21→42	79→58

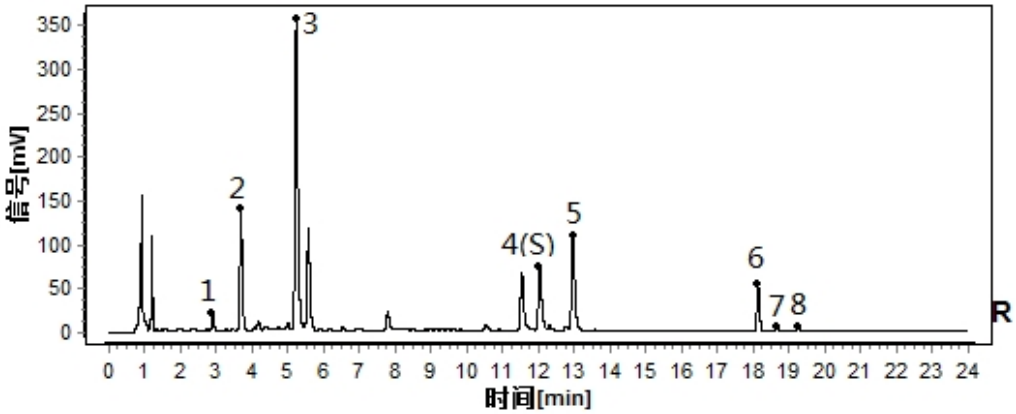
参照物溶液的制备 取山银花（灰毡毛忍冬）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 70%甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，

作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸对照品、4,5-O-二咖啡酰基奎宁酸对照品、灰毡毛忍冬皂苷乙对照品、川续断皂苷乙对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 80μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2μl，注入超高效液相色谱仪，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 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3~峰 6、峰 8 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应；与 3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 7 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.24（峰 1）、0.31（峰 2）、1.54（峰 7）。



对照特征图谱

峰 2：新绿原酸　峰 3：绿原酸　峰 4（S）：3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸

峰 5：4,5-O-二咖啡酰基奎宁酸　峰 6：灰毡毛忍冬皂苷乙　峰 8：川续断皂苷乙

色谱柱：ACQUITY HSS T3，100mm×2.1mm，1.8μm

【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 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】 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，用乙醇作溶剂，不得少于 32.0%。

【含量测定】 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 以苯基键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.4%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.9ml；柱温为 30℃；绿原酸检测波长为 330nm；皂苷用蒸发光散射检测器检测。理论板数按绿原酸峰计算应不低于

1000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～10	11.5→15	88.5→85
10～12	15→29	85→71
12～18	29→33	71→67
18～30	33→45	67→55

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、灰毡毛忍冬皂苷乙对照品、川续断皂苷乙对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含绿原酸 0.2mg、灰毡毛忍冬皂苷乙 0.3mg、川续断皂苷乙 0.1mg 的混合溶液，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 50%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 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 2μl、10μl，供试品溶液 10μl，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法计算绿原酸的含量，以外标两点法对数方程计算灰毡毛忍冬皂苷乙、川续断皂苷乙的含量，即得。

本品每 1g 含绿原酸（$C_{16}H_{18}O_9$）应为 45.0mg~110.0mg，含灰毡毛忍冬皂苷乙（$C_{65}H_{106}O_{32}$）和川续断皂苷乙（$C_{53}H_{86}O_{22}$）的总量应为 100.0mg~210.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【贮藏】 密封。