

贯叶金丝桃配方颗粒

Guanyejinsitao Peifangkeli

【来源】 本品为藤黄科植物贯叶金丝桃 *Hypericum perforatum* L. 的干燥地上部分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】 取贯叶金丝桃饮片 7000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.0%~14.0%），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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 0.1g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取贯叶金丝桃对照药材 0.5g，加甲醇 10ml，同法制成对照药材溶液。再取金丝桃苷对照品、芦丁对照品，分别加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 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，吸取上述四种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-水（8：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5% 三氯化铝乙醇溶液，热风吹干，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 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.01% 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 0.25ml；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 300nm。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（%）
0~7	5→9	95→91
7~12	9→16	91→84
12~25	16→21	84→79
25~33	21→40	79→60
33~36	40	60

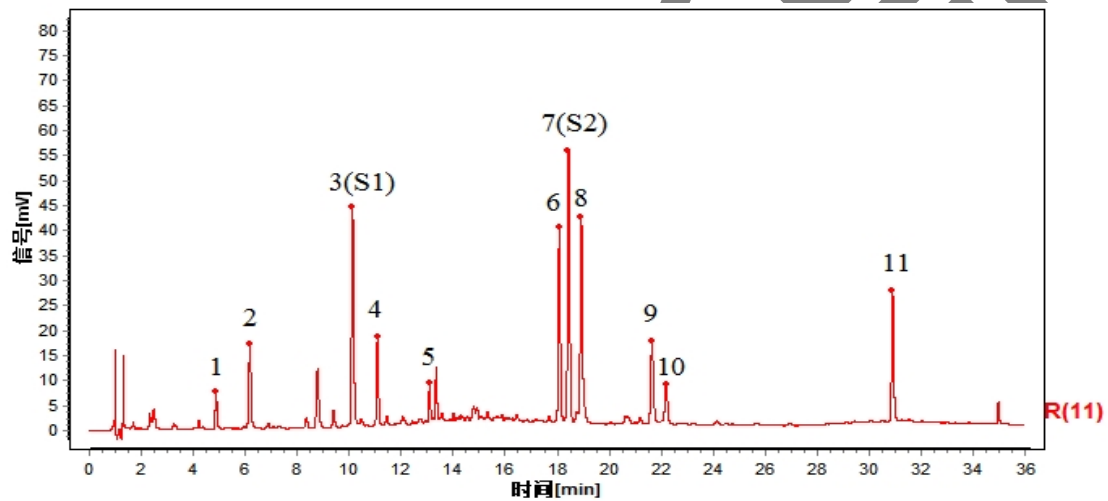
参照物溶液的制备 取贯叶金丝桃对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取（含量测定）

项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取绿原酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 15 μ g 的溶液，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 11 个特征峰，应与对照药材参照物色谱中的 11 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 3、峰 6、峰 7、峰 10、峰 11 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与绿原酸对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2、峰 4、峰 5 与 S1 峰的相对保留时间；与金丝桃苷对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 8、峰 9 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：0.51（峰 1）、0.63（峰 2）、1.12（峰 4）、1.33（峰 5）、1.03（峰 8）、1.18（峰 9）。



对照特征图谱

峰 1：原儿茶酸；峰 2：新绿原酸；峰 3（S1）：绿原酸；峰 4：隐绿原酸；峰 6：芦丁；

峰 7（S2）：金丝桃苷；峰 8：异槲皮苷；峰 10：槲皮苷；峰 11：槲皮素

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

【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 28.0%。

【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，以 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 0.30ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按槲皮苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~14	14→19	86→81
14~17	19→23	81→77
17~24	23→25	77→75
24~26	25→40	75→60
26~30	40	60

对照品溶液的制备 取芦丁对照品、金丝桃苷对照品、槲皮苷对照品、槲皮素对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每 1ml 含芦丁 85 μ g、金丝桃苷 100 μ g、槲皮苷 20 μ g、槲皮素 30 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，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 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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含金丝桃苷（ $C_{21}H_{20}O_{12}$ ）应为 4.0mg~17.0mg，含芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）、槲皮苷（ $C_{21}H_{20}O_{11}$ ）和槲皮素（ $C_{15}H_{10}O_7$ ）的总量应为 6.5mg~22.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7g

【贮藏】 密封。