

云南省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

YNPFKL-2024032

四季青配方颗粒

Sijiqing Peifangkeli

【来源】 本品为冬青科植物冬青 *Ilex chinensis* Sims 的干燥叶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】 取四季青饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 16.0%~25.0%），干燥（或干燥，粉碎），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，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加乙酸乙酯 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取四季青对照药材 2g，加水 25ml，煎煮 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙酸乙酯 20ml”起，同法制成对照药材溶液。再取原儿茶酸对照品、长梗冬青苷对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液，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 4 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸（7：1：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）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，显相同颜色的斑点。喷以 1%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。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；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 1.0ml；柱温为 20℃；检测波长 300nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 3000。

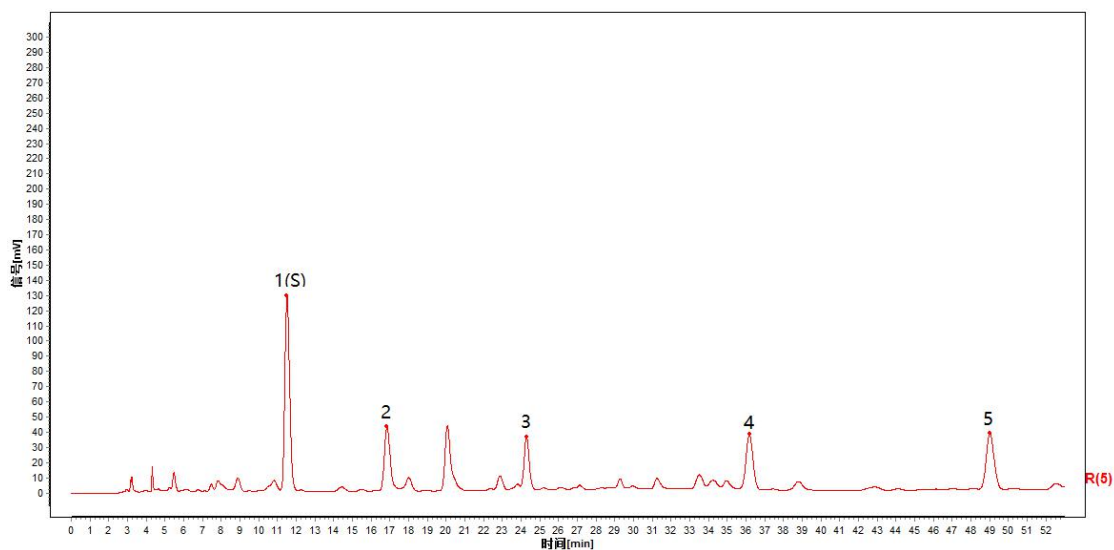
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	10	90
10~25	10→18	90→82
25~40	18	82
40~42	18→20	82→80
42~53	20	80

参照物溶液的制备 取四季青对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，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。另取原儿茶酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 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 0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加甲醇 20ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。与原儿茶酸对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 2~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±10%范围之内。规定值为：1.46（峰 2）、2.11（峰 3）、3.14（峰 4）、4.26（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1 (S 峰): 原儿茶酸; 峰 3: 咖啡酸

色谱柱: Wondasil C18, 4.6mm×250mm, 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】 取本品适量，研细，取 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，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 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇（含 10%的异丙醇）为流动相 A，以水（含 10%的异丙醇）为流动相 B；按下表中的规定进行梯度洗脱；蒸发光散射检测器检测。理论板数按长梗冬青苷峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	30→35	70→65
10~12	35→43	65→57
12~30	43	57
30~40	43→57	57→43

对照品溶液的制备 取长梗冬青苷对照品适量，精密称定，加 80%甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 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 80%甲醇溶液 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 80%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液 10 μ l、20 μ l 与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含长梗冬青苷（C₃₆H₅₈O₁₀）应为 6.0mg~30.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。