

山楂叶提取物

Shanzhaye Tiquwu

HAWTHORN LEAVE EXTRACT

本品为蔷薇科植物山里红 *Crataegus pinnatifida* Bge. var. *major* N.E.Br.或山楂 *Crataegus pinnatifida* Bge.的干燥叶经加工制成的提取物。

【制法】 山楂叶，粉碎成粗粉，加 50%乙醇提取两次（55~60℃），每次 2 小时，第一次加 10 倍量，第二次加 8 倍量，滤过，合并滤液，回收乙醇至滤液无醇味，用等量水稀释，通过 D101 大孔吸附树脂柱，依次用水及不同浓度的乙醇洗脱，收集相应的洗脱液，回收乙醇，浓缩至相对密度约 1.10（60℃）的清膏，喷雾干燥，即得。

【性状】 本品为浅棕色至黄棕色的粉末；气特异，味苦，有引湿性。

【鉴别】 取本品 5mg，用甲醇 2ml 溶解，滤过，滤液作为供试品溶液。另取牡荆素鼠李糖苷对照品，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（通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2~3 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（25:5:3）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，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 干燥失重 取本品 1g，精密称定，置干燥至恒重的称量瓶中，在硫酸干燥器中干燥 24 小时，减失重量不得过 2.0%（通则 0831）。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

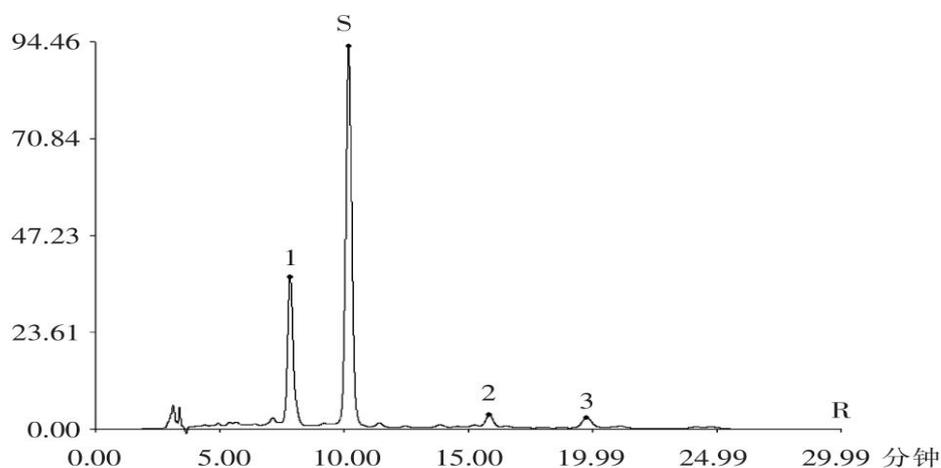
色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以四氢呋喃-甲醇-乙腈-乙酸-水（38:3:3:4:152）为流动相；检测波长为 330nm。理论板数按牡荆素鼠李糖苷峰计算应不低于 2500。

参照物溶液的制备 取牡荆素鼠李糖苷对照品适量，精密称定，加 60%乙醇制成每 1ml 含 100 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 50mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 60%乙醇溶解并稀释至刻度，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图，即得。

供试品特征图谱中应呈现 4 个特征峰，与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，应在规定值的±5%范围之内。相对保留时间规定值为：0.76（峰 1）、1.00（峰 S）、1.55（峰 2）、1.94（峰 3）。



对照特征图谱

峰 1：牡荆素葡萄糖苷 峰 S：牡荆素鼠李糖苷 峰 2：牡荆素 峰 3：金丝桃苷

积分参数 斜率灵敏度为 5，峰宽为 0.04，最小峰面积为 10，最小峰高为 S 峰峰高的 1%。

【含量测定】 总黄酮 对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含芦丁 0.20mg 的溶液（必要时超声处理使溶解），即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml，分别置 25ml 量瓶中，各加水至 6ml，加 5%亚硝酸钠溶液 1ml，使混匀，放置 6 分钟，加 10%硝酸铝溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟，加氢氧化钠试液 10ml，再加水至刻度，摇匀，放置 15 分钟，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 500nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品 0.15g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25ml，密塞，摇匀，超声处理 5 分钟，放置 3 小时以上，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 25ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。精密量取供试品溶液 2ml，置 25ml 量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加水至 6ml”起，依法测定吸光度，同时精密量取供试品溶液 2ml，置 25ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，作为空白溶液。从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的量，计算，即得。

本品按干燥品计算，含总黄酮以芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）计，不得少于 80.0%。

牡荆素鼠李糖苷 照高效液相色谱法（通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 同（特征图谱）项下。

对照品溶液的制备 取牡荆素鼠李糖苷对照品适量，精密称定，加 60%乙醇制成每 1ml 含 100 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 50mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 60%乙醇溶解并稀释至刻度，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。

本品按干燥品计算，含牡荆素鼠李糖苷（ $C_{27}H_{30}O_{14}$ ）不得少于 8.8%。

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处。