

附件 34：桂枝配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

桂枝配方颗粒

Guizhi Peifangkeli

【来源】本品为樟科植物肉桂 *Cinnamomum cassia* Presl 的干燥嫩枝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】取桂枝饮片 7500g，加水煎煮，收集芳香水适量（以 β -环糊精适量包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 3.0%~7.0%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，加入芳香水 β -环糊精包合物，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为灰棕色至红棕色的颗粒；有特异香气，味甜、微苦、微辛。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加甲醇 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。另取桂枝对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取肉桂酸对照品、桂皮醛对照品，分别加甲醇制成每 1ml 各含 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，吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l、对照药材溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以正己烷-乙醚-冰醋酸（5：5：0.1）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。

【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 150mm，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 0.4ml；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按肉桂酸峰计算应不低于 5000。

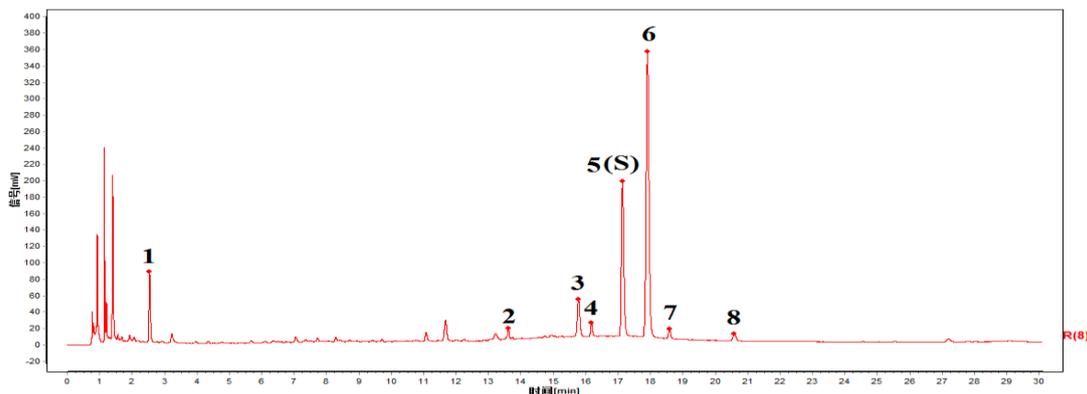
时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~3	10	90
3~6	10→15	90→85
6~11	15→20	85→80
11~16	20→32	80→68
16~25	32→40	68→60
25~28	40→45	60→55

参照物溶液的制备 取桂枝对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入 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【含量测定】项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取肉桂酸对照品、原儿茶酸对照品、香豆素对照品，加甲醇制成每 1ml 含肉桂酸 50 μg 、原儿茶酸 50 μg 、香豆素 10 μg 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，取约 1g，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 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 μl ，注入液相色谱仪，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 1、峰 2、峰 5 和峰 6 应分别与原儿茶酸对照品、香豆素对照品、肉桂酸对照品、桂皮醛对照品参照物峰的保留时间相对应。与肉桂酸对照品参照物相应的峰为 S 峰，计算峰 3、峰 4、峰 7 和峰 8 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：0.93（峰 3）、0.94（峰 4）、1.08（峰 7）、1.21（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1: 原儿茶酸 峰 2: 香豆素 峰 5 (S): 肉桂酸 峰 6: 桂皮醛

色谱柱: Endeavorsil C18, 2.1mm×150mm, 1.8μm

【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】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 18.0%。

【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;检测波长 290nm。理论板数按桂皮醛峰计算应不低于 3000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~2	20→25	80→75
2~10	25→30	75→70
10~11	30→20	70→80

对照品溶液的制备 取桂皮醛对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 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 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 70%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 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 1μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含桂皮醛(C₉H₈O)应为 6.5mg~18.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g。

【贮藏】 密封。