

# 附件 16：香加皮配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案

## 公示稿

### 香加皮配方颗粒

#### Xiangjiapi Peifangkeli

**【来源】**本品为萝藦科植物杠柳 *Periploca sepium* Bge. 的干燥根皮经炮制并按标准汤剂主要质量指标加工制成的配方颗粒。

**【制法】**取香加皮饮片 3600g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.9%~27.8%），加辅料适量，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】**本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦。

**【鉴别】**取本品 0.2g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取香加皮对照药材 0.5g，加甲醇 20ml，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 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水（7：4：2.5）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 1.7 $\mu$ m）；以含 0.15%磷酸的甲醇溶液为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.35ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 232nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

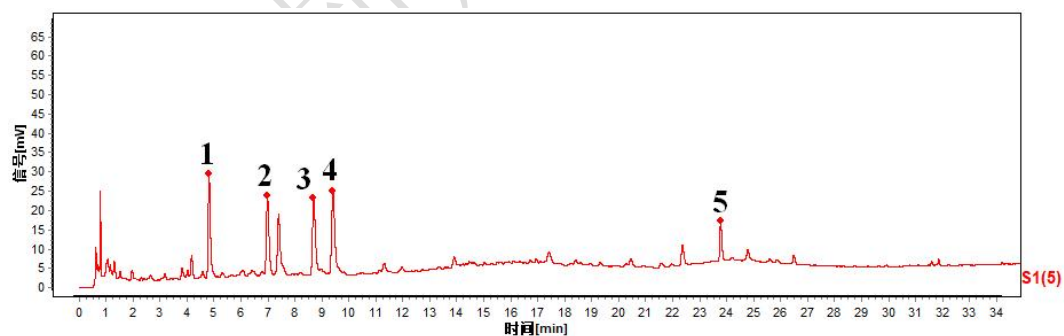
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~9	8→18	92→82
9~15	18→36	82→64
15~20	36→42	64→58
20~32	42→85	58→15
32~34	85	15

**参照物溶液的制备** 取香加皮对照药材 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。另取新绿原酸对照品、隐绿原酸对照品、绿原酸对照品、杠柳毒苷对照品和异香草醛对照品适量，精密称定，分别加 70% 甲醇制成每 1ml 含新绿原酸 35 $\mu$ g、隐绿原酸 35 $\mu$ g、绿原酸 35 $\mu$ g、杠柳毒苷 80 $\mu$ g、异香草醛 100 $\mu$ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 同新绿原酸、绿原酸和隐绿原酸总量【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 $\mu$ l，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 个特征峰保留时间相对应，其中 5 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。（色谱柱不同可能引起对照品出峰顺序有差异，应以对照品实际出峰顺序为准）



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸；峰 2：异香草醛；峰 3：隐绿原酸；峰 4：绿原酸；峰 5：杠柳毒苷  
色谱柱：BEH Shield RP 18 100 $\times$ 2.1mm, 1.7 $\mu$ m

**【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项下的热浸法（中国药典 2020 年版通则 2201）测定，用乙醇作溶剂，不得少于 30.0%。

**【含量测定】**新绿原酸、绿原酸、隐绿原酸 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 $\mu$ m); 以甲醇为流动相 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 40 $^{\circ}$ C; 检测波长为 325nm。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 (%)
0~8	10 $\rightarrow$ 11	90 $\rightarrow$ 89
8~18	11 $\rightarrow$ 25	89 $\rightarrow$ 75
18~19	25 $\rightarrow$ 50	75 $\rightarrow$ 50
19~24	50	50

**对照品溶液的制备** 取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品适量, 精密称定, 分别加 70%甲醇制成每 1ml 各含新绿原酸 35 $\mu$ g、绿原酸 35 $\mu$ g、隐绿原酸 35 $\mu$ 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 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1 克含绿原酸(C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>)、新绿原酸(C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>)和隐绿原酸(C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>)的总量应为 5.0mg~45.0mg。

**杠柳昔元、杠柳毒昔、杠柳次昔** 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 $\mu$ m); 以甲醇为流动相 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 0.35ml; 柱温为 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 217nm。理论板数按杠柳毒昔峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	45→63	55→37
15~17	63→80	37→20

**对照品溶液的制备** 取杠柳苷元对照品、杠柳毒苷对照品、杠柳次苷对照品适量，精密称定，分别加 70%甲醇制成每 1ml 各含杠柳苷元 35 $\mu$ g、杠柳毒苷 80 $\mu$ g、杠柳次苷 6 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 15ml，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 2 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含杠柳苷元（ $C_{23}H_{34}O_5$ ）、杠柳毒苷（ $C_{35}H_{54}O_{13}$ ）和杠柳次苷（ $C_{30}H_{46}O_8$ ）的总量应为 2.0mg~25.0mg。

**【规格】** 每 1 克配方颗粒相当于饮片 3.6 克。

**【贮藏】** 密封。