

附件 25：花椒（花椒）配方颗粒新疆中药配方颗粒

标准制定草案公示稿

花椒（花椒）配方颗粒

Huajiao (huajiao) Peifangkeli

【来源】 本品为芸香科植物花椒 *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. 的干燥成熟果皮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】 取花椒（花椒）饮片 3500g，加水煎煮，收集挥发油适量（以 β -环糊精包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15%~25%），加入挥发油包合物，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】 本品为浅黄色至浅黄棕色的颗粒；气微香，味辛辣、麻舌。

【鉴别】 取本品 2g，加水 20ml 使溶解，用乙醚分 2 次振摇提取，每次 20ml，分取乙醚液，挥干，残渣加乙醚 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取花椒（花椒）对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（4：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热 3 分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，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）；以甲醇-乙腈（1:1）为流动相 A，以水为流动相 B，按表 7-1 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 270nm。理论板数按羟基- β -山椒素峰计算应不低于 5000。

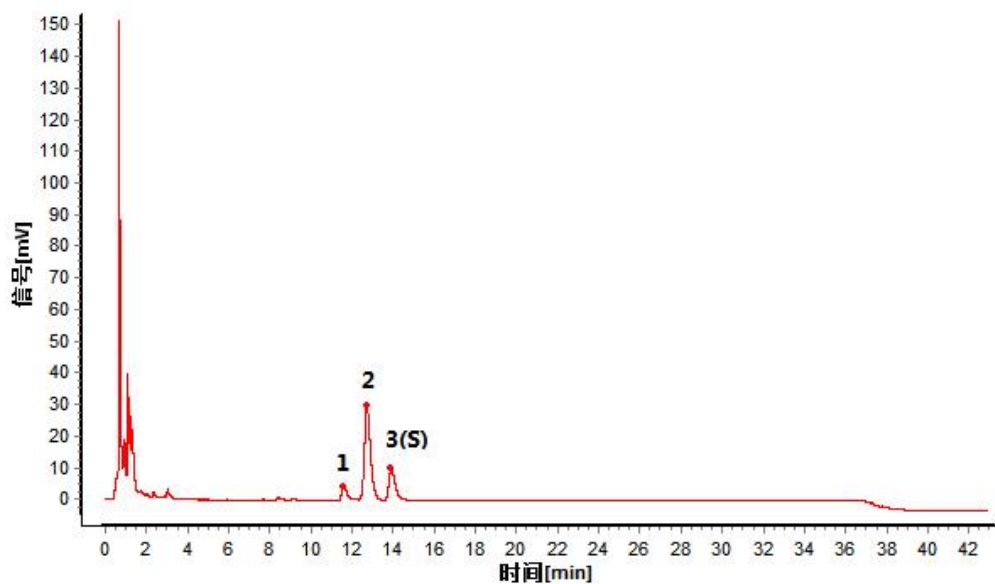
| 梯度洗脱表 | | |
|---------|---------|---------|
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0~15 | 48 | 52 |
| 15~35 | 48→58 | 52→42 |
| 35~35.1 | 58→100 | 42→0 |
| 35.1~43 | 100 | 0 |

参照物溶液的制备 取花椒（花椒）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 20ml，煮沸 30 分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣用甲醇溶解，置 20ml 容量瓶中，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液。另取【含量测定】项下对照品溶液，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 0.1g，置具塞锥形瓶中，加甲醇 20ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 3 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 3 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 3 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应；与羟基- β -山椒素参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：0.83（峰 1）。



峰 2: 羟基- α -山椒素; 峰 3 (S): 羟基- β -山椒素
 花椒(花椒)配方颗粒对照特征图谱
 参考色谱柱: HSS T3; 2.1mm \times 100mm, 1.8 μ 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】 取本品适量, 研细, 取约 2g, 精密称定, 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 26.0%。

【含量测定】挥发油 照挥发油测定法(中国药典 2020 年版通则 2204)测定。

本品含挥发油应为 0.1%~1.0% (ml/g)。

羟基- α -山椒素、羟基- β -山椒素 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); 以甲醇: 乙腈(1:1)-水(48:52)为流动相; 检测波长为 270nm。理论板数按羟基- β -山椒素峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取羟基- α -山椒素对照品、羟基- β -山椒素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 各含 20 μ g 的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50ml, 称定重量, 超声处理(功率 300W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用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和供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含羟基- α -山椒素 (C₁₆H₂₅NO₂) 和羟基- β -山椒素 (C₁₆H₂₅NO₂) 总量应为 12.0mg~36.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿