

附件 7：皂角刺配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

皂角刺配方颗粒

Zaojiaoci Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物皂荚 *Gleditsia sinensis* Lam. 的干燥棘刺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】 取皂角刺饮片 20000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 3%~5%），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，味淡。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 10ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取皂角刺对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 10ml，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，吸取供试品溶液 8 μ l、对照药材溶 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-甲醇-浓氨试液（9：1：0.2）的下层溶液为展开剂，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。

色谱条件与系统适应性 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相 A，以 0.1%甲酸-水溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.2ml；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 260nm。理论板数按花旗松素色谱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	12	88

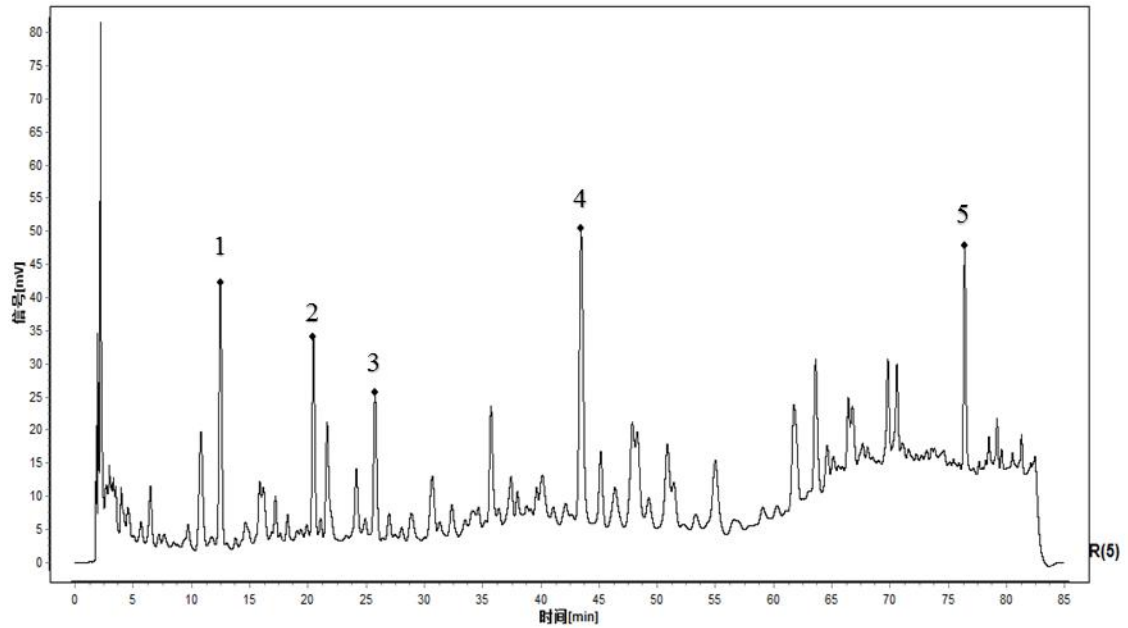
10~12	12→16	88→84
12~17	16→20	84→80
17~25	20→22	80→78
25~28	22	78
28~35	22→29	78→71
35~55	29→32	71→68
55~62	32→40	68→60
62~75	40→55	60→45
75~80	55→65	45→35

参照物溶液的制备 取皂角刺对照药材 7.5g，加水 150ml，加热回流 45 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 25ml，超声处理（功率 200W，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。另取香草酸对照品、花旗松素对照品适量，加 70%甲醇分别每 1ml 含香草酸 20 μ g、花旗松素 160 μ g 的混合溶液，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 0.4g，加 70%甲醇 25ml，超声处理（功率 200W，频率 53kHz）30 分钟，放冷，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 10 μ 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，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，其中峰 3、峰 4 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 1: 原儿茶酸; 峰 3: 香草酸; 峰 4: 花旗松素; 峰 5: 槲皮素

参考色谱柱: Kromasil 100-5 C18, 4.6mm×250mm, 5 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】 照高效液相色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0502) 测定。

色谱条件与系统适用性 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-0.1% 磷酸 (15 : 85) 为流动相; 检测波长为 290nm。理论板数按花旗松素峰计算应不低于 1500。

对照品溶液的制备 取花旗松素对照品适量, 精密称定, 置棕色量瓶中, 加甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液, 即得 (10 $^{\circ}$ C 以下保存)。

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 250W, 频率 53kHz) 30 分钟, 取出, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足缺失的重量, 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 10 μ l, 注入液相色谱仪中, 测定, 即得。

本品每 1g 含花旗松素 (C₁₅H₁₂O₇) 应为 1.8mg~15.1mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿