

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2024015

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 3.0%~5.0%），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 0.1g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取皂角刺对照药材 2g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 20ml”起，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 2 μ l、对照药材溶液 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-无水甲酸-水（9：6：1：1.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%三氯化铝乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，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 1.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%三氟乙酸溶液为流动相 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 30℃；检测波长为 335nm。理论板数按花旗松素峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B(%)
0~15	4→7	96→93
15~35	7→8	93→92
35~40	8→10	92→90
40~55	10	90

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

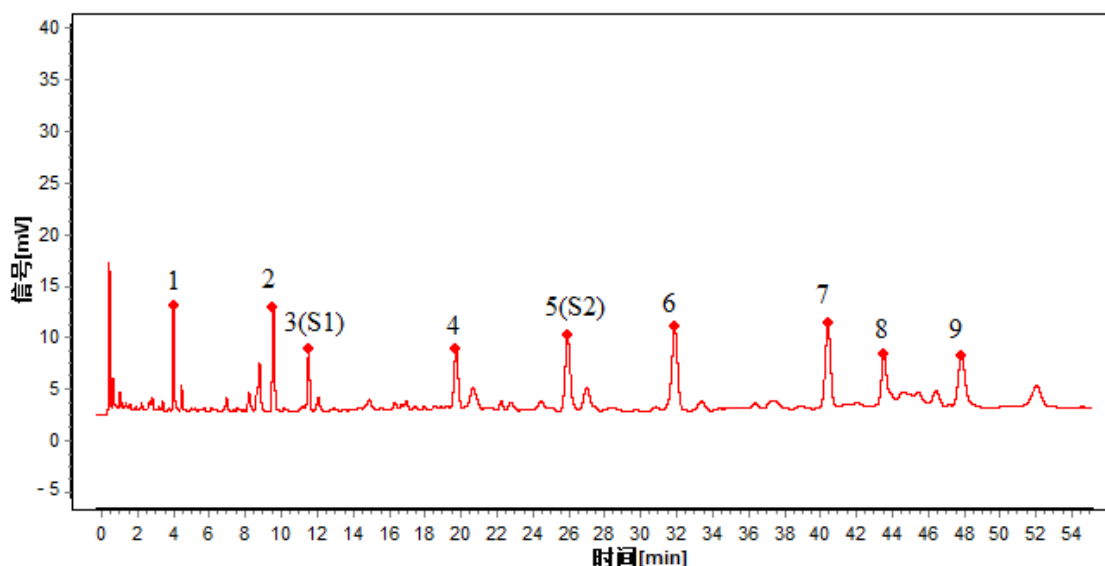
审定

参照物溶液的制备 取皂角刺对照药材 2g，置具塞锥形瓶中，加水 50 ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 80%甲醇 10ml，密塞，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。另取花旗松素对照品、隐绿原酸对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每 1ml 含花旗松素 40 μ g、隐绿原酸 20 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕花旗松素、槲皮素项。

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

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰的保留时间相对应。其中峰 3、峰 5 应分别与相对应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与隐绿原酸对照品参照物峰相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2 与 S1 峰的相对保留时间；与花旗松素对照品参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算峰 4、峰 6~9 与 S2 峰的相对保留时间。其相对保留时间均应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.36（峰 1）、0.83（峰 2）、0.76（峰 4）、1.23（峰 6）、1.55（峰 7）、1.67（峰 8）、1.84（峰 9）。计算峰 2 与 S1 峰的相对峰面积，峰 7 与 S2 峰的相对峰面积。其相对峰面积均应在规定值的范围之内，规定值为：不得小于 0.67（峰 2），不得小于 0.68（峰 7）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸；峰 2：东莨菪苷；峰 3(S1)：隐绿原酸；峰 4：东莨菪内酯；

峰 5(S2)：花旗松素；峰 6：荭草苷；峰 7：牡荆素；峰 8：异牡荆素；

色谱柱：ACQUITY UPLC® BEH C18, 2.1mm \times 100mm, 1.7 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，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 30.0%。

【含量测定】 花旗松素、槲皮素 照高效液相色谱法（中国药典 2020 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 1.7μm）；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 0.25ml，柱温为 20℃；花旗松素检测波长为 290nm，槲皮素检测波长为 370nm。理论板数按花旗松素峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	15.5→16	84.5→84
10~15	16→22	84→78
15~35	22→33	78→67

对照品溶液的制备 取花旗松素对照品、槲皮素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含花旗松素 40μg、槲皮素 30μg 的混合溶液，作为对照品溶液。

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80%甲醇20ml，密塞，称定重量，超声处理（超声功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用80%的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 含花旗松素（C₁₅H₁₂O₇）和槲皮素（C₁₅H₁₀O₇）的总量应为 4.5mg~16.0mg。

东莨菪内酯 照高效液相色谱法（中国药典 2020 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 1.7μm）；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 0.40ml，柱温为 25℃；检测波长为 335nm。理论板数按东莨菪内酯峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	8	92
20~25	8→30	92→70

对照品溶液的制备 取东莨菪内酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 20μg

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，精密加入甲醇 10ml，密塞，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与供试品溶液各 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含东莨菪内酯（ $C_{10}H_8O_4$ ）应为 0.15mg~0.80mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g

【贮藏】 密封。