北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2021120

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%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，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，残渣自“加甲醇 10ml”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 8μl、对照药材溶液 10μl，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。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5μm）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.2ml；柱温为 25℃；检测波长为 260nm。理论板数按花旗松素峰计算应不低于 5000。

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B(%)
0～10	12	88

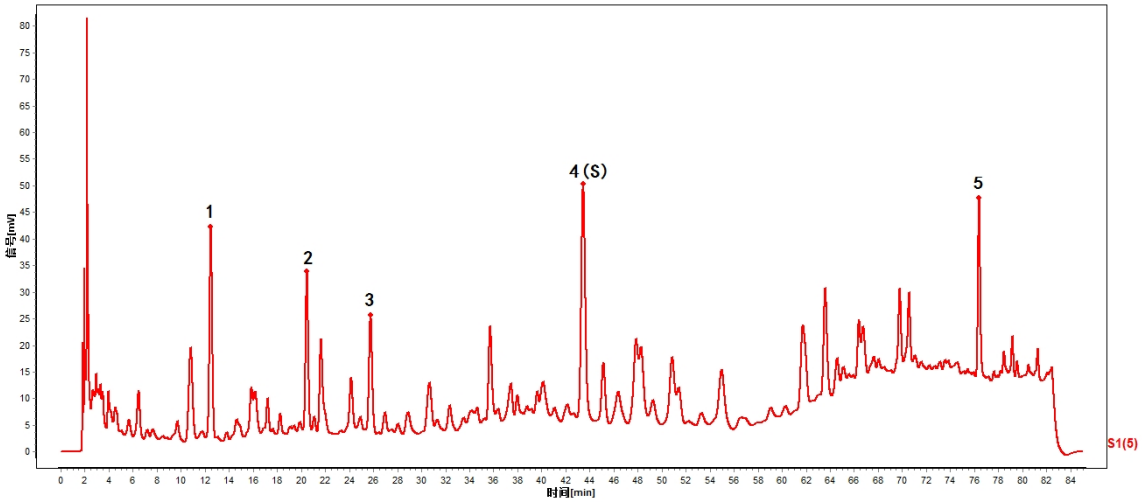
10～12	12→16	88→84
12～17	16→20	84→80
17～25	20→22	80→78
25～28	22	78
28～35	22→29	78→71
35～55	29→32	71→68
55～62	32→40	68→60
62～75	40→55	60→45
75～80	55→65	45→35
80～81	65→12	35→88
81～85	12	88

参照物溶液的制备 取皂角刺对照药材 7.5g，置具塞锥形瓶中，加水 150ml，加热回流 45 分钟，取出，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，取出，放冷，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，精密称定，分别加 70%甲醇制成每 1ml 含香草酸 20μg、花旗松素 160μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品，研细，取约 0.4g，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 200W，频率 53kHz）30 分钟，取出，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 10μl，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，其中峰 3、峰 4 应分别与香草酸、花旗松素对照品参照物峰保留时间相对应，与花旗松素参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.29（峰 1）、0.47（峰 2）、1.76（峰 5）。



对照特征图谱

峰 3：香草酸　峰 4（S）：花旗松素

色谱柱：Kromasil 100-5 C18，4.6mm×250mm，5μm

【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 17.0%。

【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试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液（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 40μg 的溶液，即得（10℃以下保存）。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理30分钟（功率250W，频率53kHz），取出，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含花旗松素（$C_{15}H_{12}O_7$）应为 1.7mg~15.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20.0g

【贮藏】 密封。