

河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HB YBZ-PFKLS-2022112

苦楝皮（楝）配方颗粒

Kulianpi (lian) Peifangkeli

【来源】本品为楝科植物楝 *Melia azedarach* L. 的干燥树皮和根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】取苦楝皮（楝）饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5%~10%），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】本品为浅棕色至红棕色的颗粒；气微，味极苦。

【鉴别】取本品 1g，研细，加水 30ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 30ml，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。另取苦楝皮（楝）对照药材 5g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 30ml，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，同法制成对照药材溶液；另取原儿茶醛对照品，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，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 10 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸（18:2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%三氯化铁乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 5 μ m）；以乙腈为流动相 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 1.0ml；柱温为 30℃；蒸发光散射检测器。理论板数按川楝素峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	8→13	92→87
15~50	13→55	87→45

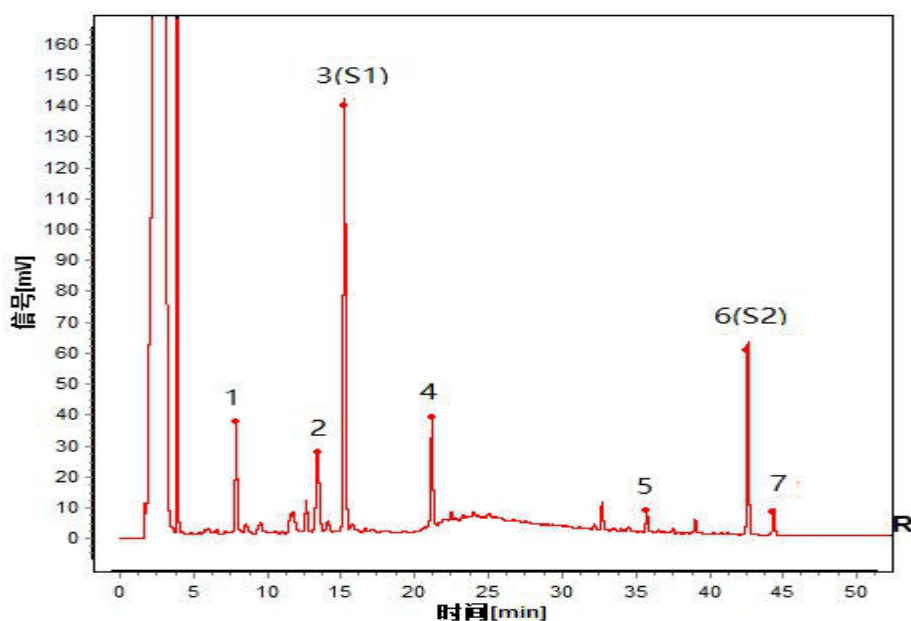
参照物溶液的制备 取苦楝皮（楝）对照药材约 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入 70%甲醇 50ml，加热回流 30 分钟，取出，放冷，离心（转速为每分钟 4000 转）5 分钟，移取

上清液 25ml 至蒸发皿中蒸干，残渣用 70%甲醇溶解至 2ml 量瓶中，加 70%甲醇定容至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得，作为对照药材参照物溶液。另取儿茶素对照品、表儿茶素对照品、川楝素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 100 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 0.1g，置具塞锥形瓶中，加入 70%甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，离心（转速为每分钟 4000 转）5 分钟，移取上清液 25ml 至蒸发皿中蒸干，残渣用 70%甲醇溶解至 2ml 量瓶中，加 70%甲醇定容至刻度，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 10 μ l，注入液相色谱仪。测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个色谱峰保留时间相同，其中峰 3、峰 4、峰 6、峰 7 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应；与儿茶素参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2 与 S1 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围以之内，规定值为：0.52（峰 1）、0.88（峰 2）；与川楝素参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 5 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.84（峰 5）。



对照特征图谱

峰 3（S1）：儿茶素；峰 4：表儿茶素；峰 6（S2）：川楝素；峰 7：川楝素

参考色谱柱：Acclaim C18；4.6mm \times 250mm，5 μ m

【检查】 应符合颗粒剂项下有关各项规定（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 12.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱-质谱法（中国药典 2020 年版通则 0512 和通则 0431）测定。

色谱-质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-0.01% 甲酸溶液（31：69）为流动相；采用单级四极杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）负离子模式下选择质荷比(m/z)为 573 离子进行检测。理论板数按川楝素峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备 取川楝素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 2 μ g 的溶液，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 70%甲醇 50ml，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 μ l，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定，以川楝素两个峰面积之和计算，即得。

本品每 1g 含川楝素（ $C_{30}H_{38}O_{11}$ ）应为 1.0mg~12.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。