

关黄柏配方颗粒

Guanhuangbo Peifangkeli

【来源】本品为芸香科植物黄檗 *Phellodendron amurense* Rupr. 的干燥树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】取关黄柏饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11.2%~16.7%），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】本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】取本品 0.2g，研细，加乙酸乙酯 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取关黄柏对照药材 0.2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣自“加乙酸乙酯 20ml”起，同法制成对照药材溶液。再取黄柏酮对照品，加乙酸乙酯制成每 1ml 含 0.6mg 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，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯（1:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱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；以乙腈为流动相 A，以 0.025%甲酸溶液（加入氯化铵使其达到 0.2mol/L 的浓度）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 230nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 4000。

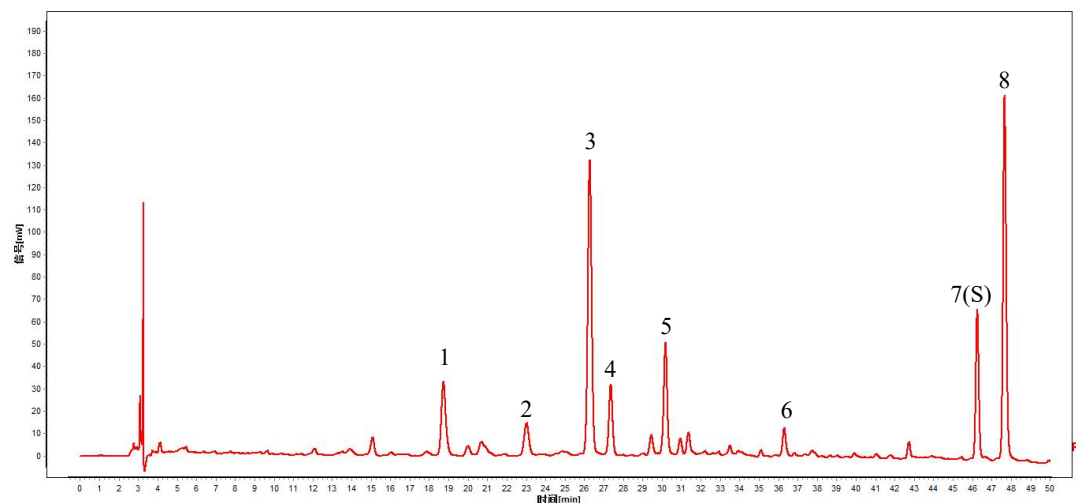
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	5→8	95→92
5~20	8→12	92→88
20~50	12→32	88→68

参照物溶液的制备 取关黄柏对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加 60%乙醇 10ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 7、峰 8 应分别与盐酸巴马汀、盐酸小檗碱对照品参照物峰保留时间相对应。与盐酸巴马汀参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算峰 1~峰 6 与 S 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: 0.41 (峰 1)、0.50 (峰 2)、0.57 (峰 3)、0.59 (峰 4)、0.65 (峰 5)、0.78 (峰 6)。



对照特征图谱

峰 1: 3-*O*-阿魏酰奎尼酸 峰 2: 黄柏碱 峰 3: 木兰花碱

峰 7 (S): 盐酸巴马汀 峰 8: 盐酸小檗碱

【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 3g, 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 25.0%。

【含量测定】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; 以乙腈为流动相 A, 以 0.1%磷酸溶液 (含磷酸二氢钠 0.02mol/L) 为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 检测波长为 345nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 4000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~20	25	75
20~40	25→65	75→35
40~45	65→90	35→10
45~50	90	10

对照品溶液的制备 取盐酸小檗碱对照品、盐酸巴马汀对照品适量, 精密称定, 加 60%

乙醇制成每 1ml 各含 50 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 0.2g，精密称定，置 50ml 量瓶中，加入 60%乙醇 40ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，加 60%乙醇至刻度，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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含盐酸小檗碱（ $C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$ ）应为 9.8mg~40.0mg，含盐酸巴马汀（ $C_{21}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ ）应为 4.6mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g。

【贮藏】 密封。