

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

花椒（花椒）配方颗粒

Huajiao(Huajiao) Peifangkeli

【来源】 本品为芸香科植物花椒*Zanthoxylum bungeanum* Maxim.的干燥成熟果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】 取花椒（花椒）饮片3500g，加水煎煮，收集挥发油适量（以 β -环糊精包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为15%~25%），加入挥发油包合物，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】 本品为浅黄色至浅黄棕色的颗粒；气微香，味辛辣、麻舌。

【鉴别】 取本品适量，研细，取2g，加水20ml使溶解，滤过，滤液用乙醚振摇提取2次，每次20ml，分取乙醚液，挥干，残渣加乙醚1ml使溶解，作为供试品溶液。另取花椒（花椒）对照药材2g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液浓缩至20ml，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，吸取上述两种溶液各5 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（4：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热3分钟，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1.8 μ m）；以甲醇-乙腈（1：1）的混合溶液为流动相A，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml；柱温为30℃；检测波长为270nm。理论板数按羟基- β -山椒素峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~15	48	52
15~35	48→58	52→42
35~35.1	58→100	42→0
35.1~43	100	0

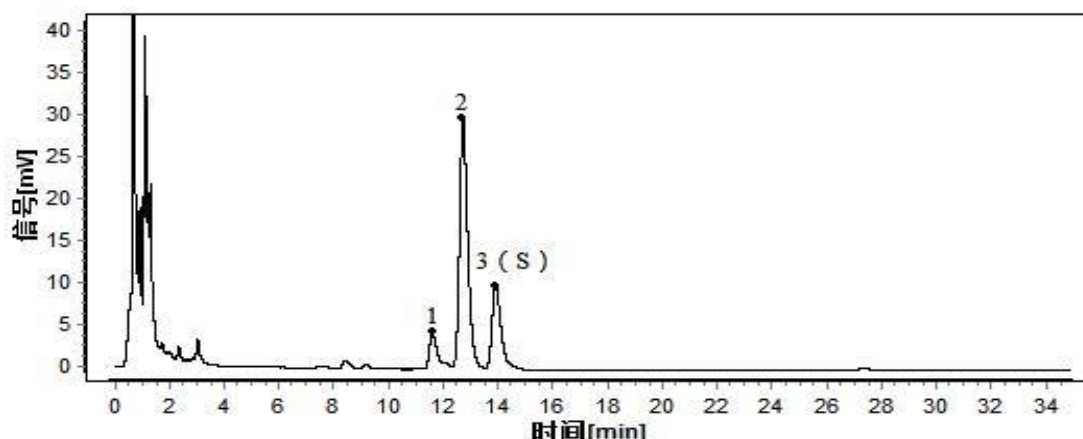
参照物溶液的制备 取花椒（花椒）对照药材0.5g，置具塞锥形瓶中，加水20ml，煎煮30分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣加甲醇20ml，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取[含量测定]羟基- α -山椒素、羟基- β -山椒素项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取0.1g，加甲醇20ml，超声处理（功率300W，

频率40kHz) 30分钟, 放冷, 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1 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现3个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的3个特征峰保留时间相对应, 其中峰2、峰3应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与羟基- β -山椒素参照物峰相对应的峰为S峰, 计算峰1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: 0.83 (峰1)。



对照特征图谱

峰2: 羟基- α -山椒素; 峰3 (S): 羟基- β -山椒素
参考色谱柱: HSS T3 C18, 2.1mm \times 100mm, 1.8 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】 挥发油照挥发油测定法 (中国药典2020年版通则2204) 测定。本品含挥发油应为0.1%~1.0% (ml/g)。

羟基- α -山椒素、羟基- β -山椒素 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1.8 μ m); 以[甲醇-乙腈 (1:1)]-水 (48:52) 为流动相; 检测波长为270nm。理论板数按羟基- β -山椒素峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取羟基- α -山椒素对照品、羟基- β -山椒素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1ml各含20 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0.1g, 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含羟基-α-山椒素（C₁₆H₂₅NO₂）和羟基-β-山椒素（C₁₆H₂₅NO₂）的总量应为12.0mg~36.5mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片3.5g。

【贮藏】 密封。