

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

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】取本品适量，研细，取1g，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，煎煮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。再取原儿茶醛对照品，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，吸取供试品溶液与对照药材溶液各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0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；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

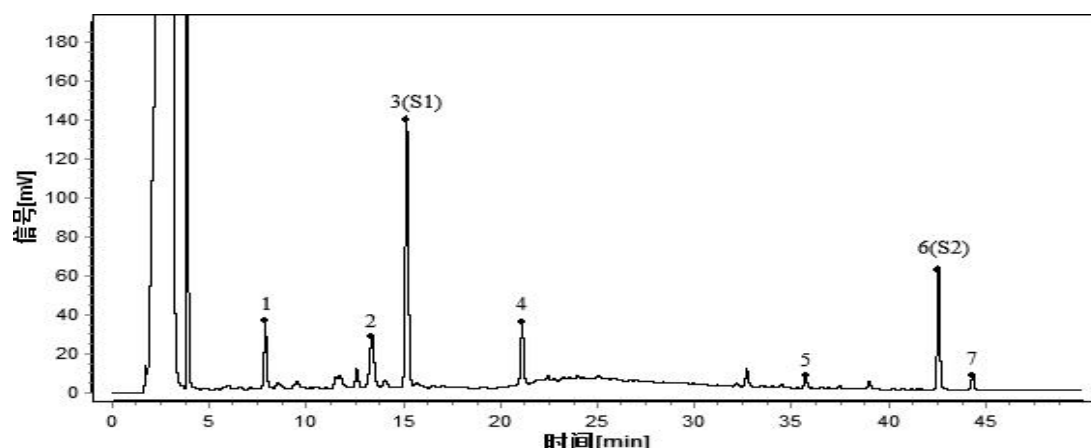
参照物溶液的制备 取苦楝皮（楝）对照药材0.5g，加70%甲醇50ml，加热回流30分钟，放冷，离心（转速为每分钟4000转）5分钟，取上清液25ml，蒸干，残渣加70%甲醇使溶解，并转移至2ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取儿茶素对照品、表儿茶素对照品、川楝素对照品适量，加甲醇制成每1ml各含0.1mg的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取0.1g，加70%甲醇50ml，超声处理（功率

250W，频率40kHz）30分钟，放冷，离心（转速为每分钟4000转）5分钟，取上清液25ml，蒸干，残渣加70%甲醇使溶解，并转移至2ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，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个特征峰保留时间相对应，其中峰3、峰4、峰6、峰7应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。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17.0%。

【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（C₃₀H₃₈O₁₁）应为1.0mg~12.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片10.0g。

【贮藏】 密封。