

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021056

合欢皮配方颗粒

Hehuanpi Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物合欢 *Albizia julibrissin* Durazz. 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】 取合欢皮饮片 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】 本品为黄色至黄棕色的颗粒; 气微香, 味淡、微涩、稍刺舌, 而后喉头有不适感。

【鉴别】 取本品 2g, 研细, 加水饱和的正丁醇 30ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取合欢皮对照药材 2g, 加水 40ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液用水饱和的正丁醇提取 2 次, 每次 10ml, 合并正丁醇液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为对照药材溶液。再取(一)-丁香树脂酚-4-*O*- β -D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)- β -D-吡喃葡萄糖苷对照品适量, 加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-水(13:5:2) 10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液(每 10ml 加甲酸 0.1ml) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 磷钼酸乙醇溶液, 在 90 $^{\circ}$ C 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 0.05% 磷酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.7ml; 柱温为 40 $^{\circ}$ C; 检测波长为 204nm。理论板数按(一)-丁香树脂酚-4-*O*- β -D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)- β -D-吡喃葡萄糖苷峰计算应不低于 50000。

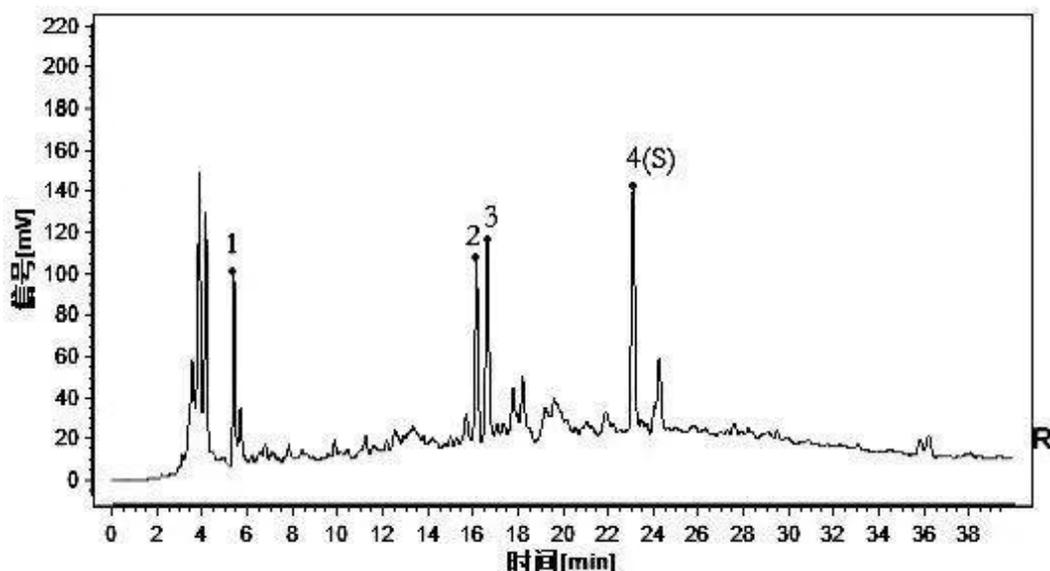
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~40	12 \rightarrow 40	88 \rightarrow 60

参照物溶液的制备 取合欢皮对照药材 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加 50% 甲醇 20ml, 密塞, 浸泡 1 小时, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀, 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 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应。与（一）-丁香树脂酚-4-*O*- β -D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)- β -D-吡喃葡萄糖苷参照物峰相对应的峰为 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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.23（峰 1）、0.70（峰 2）、0.72（峰 3）；计算峰 2、峰 3 与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定范围内，规定范围为：不低于 0.26（峰 2）、不低于 0.20（峰 3）。



对照特征图谱

峰 4 (S): (一)-丁香树脂酚-4-*O*- β -D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)- β -D-吡喃葡萄糖苷
色谱柱: Triart 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 45.0%。

【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-0.04%磷酸溶液（18：82）为流动相；检测波长为 204nm。理论板数按（一）-丁香树脂酚-4-*O*- β -D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)- β -D-吡喃葡萄糖苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取（一）-丁香树脂酚-4-*O*- β -D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)- β -D-吡喃葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 25 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 50% 甲醇 20ml，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 50% 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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含（一）-丁香树脂酚-4-*O*- β -D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)- β -D-吡喃葡萄糖苷（C₃₃H₄₄O₁₇）应为 3.0mg~9.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。