

云南省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

YNPFKL-2024029

沙棘配方颗粒

Shaji Peifangkeli

【来源】 本品为胡颓子科植物沙棘 *Hippophae rhamnoides* L. 的干燥成熟果实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】 取沙棘饮片 1700g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 30.0%~40.0%），干燥（或干燥，粉碎），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，味酸、涩。

【鉴别】 取〔含量测定〕异鼠李素项下的供试品溶液 30ml，浓缩至约 5ml，加水 25ml，用乙酸乙酯提取 2 次，每次 20ml，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〔特征图谱〕项下的对照药材参照物溶液 30ml，浓缩至约 5ml，同法制成对照药材溶液。再取异鼠李素、槲皮素对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液，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 2 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，置紫外光灯（254nm）下检视。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（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 1.0ml,柱温为 30℃;检测波长为 260nm。

理论板数按异鼠李素峰计算应不低于 5000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	5→10	95→90
10~25	10→16	90→84
25~65	16→20	84→80
65~105	20→45	80→55

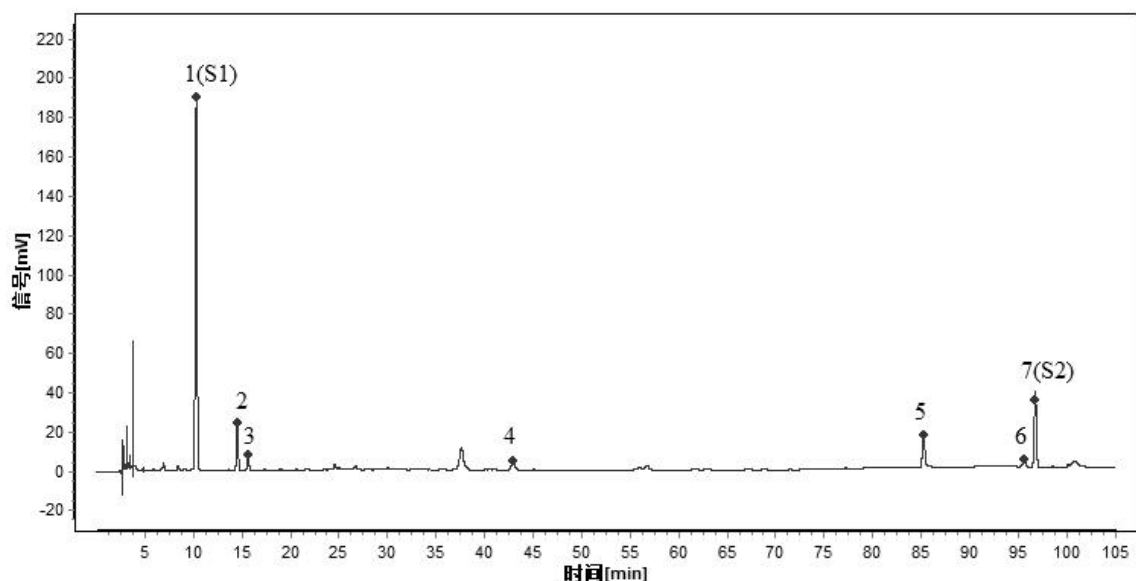
参照物溶液的制备 取沙棘对照药材 1.2g,置具塞锥形瓶中,加水 50ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加 60%乙醇 25ml,超声处理(功率 150W,频率 35kHz) 1 小时,取出,摇匀,滤过,滤液加盐酸 3.5ml,在 75℃水浴中加热水解 90 分钟,立即冷却,转移至 50ml 量瓶中,用适量 60%乙醇洗涤容器,洗液并入同一量瓶中,加 60%乙醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,作为对照药材参照物溶液。另取 5-羟甲基糠醛对照品、异鼠李素对照品适量,加甲醇制成每 1ml 各含 50μg 的溶液,作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕异鼠李素项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10μl,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 7 个特征峰的保留时间相对应,其中峰 1、峰 7 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应,与 5-羟甲基糠醛对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰,计算峰 2~4 与 S1 峰的相对保留时间,其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内,规定值为: 1.41 (峰 2)、1.52 (峰 3)、4.16 (峰 4)。与异鼠李素对照品参照物相对应的峰为 S2 峰,计算峰 5、6 与 S2 峰的相对保留时间,其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内,规定值为: 0.88

(峰5)、0.99(峰6)。



对照特征图谱

峰1(S1): 5-羟甲基糠醛; 峰2: 原儿茶酸; 峰5: 槲皮素; 峰6: 山柰素; 峰7(S2): 异鼠李素

色谱柱: Inertsustain AQ-C₁₈, 4.6mm×250mm, 5μm

【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34.0%。

【含量测定】 总黄酮

对照品溶液的制备 取芦丁对照品13mg,精密称定,置50ml量瓶中,加60%乙醇适量,置水浴上微热使溶解,放冷,用60%乙醇稀释至刻度,摇匀。精密量取25ml,置50ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得(每1ml含芦丁0.13mg)。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml,分别置25ml量瓶中,各加30%乙醇至6.0ml,加5%亚硝酸钠溶液1ml,混匀,放置6分

钟，再加 10%硝酸铝溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟。加氢氧化钠试液 10ml，再加 30%乙醇至刻度，摇匀，放置 15 分钟，以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 500nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，加 60%乙醇 100ml，超声处理（功率 150W，频率 35kHz）1 小时，放冷，滤过，滤液转移至 100ml 容量瓶中，用 60%乙醇稀释至刻度，摇匀。精密量取 25ml，置 50ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，作为供试品溶液。精密量取供试品溶液 3ml，置 25ml 量瓶中，加 30%乙醇至 6ml，照标准曲线制备项下的方法，自“加亚硝酸钠溶液 1ml”起，依法测定吸光度，同时取供试品溶液 3ml，除不加氢氧化钠试液外，其余同上操作，作为空白，从标准曲线上读出供试品溶液中含芦丁的重量（mg），计算，即得。

本品每 1g 含总黄酮以芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）计，应为 5.0mg~21.0mg。

异鼠李素 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；以甲醇-0.4%磷酸溶液（58：42）为流动相；检测波长为 370nm。理论板数按异鼠李素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取异鼠李素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.75g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加 60%乙醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 150W，频率 35kHz）1 小时，放冷，再称定重量，用 60%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，滤液加盐酸 3.5ml，在 75℃

水浴中加热水解 90 分钟，立即冷却，转移至 50ml 量瓶中，用适量 60%乙醇洗涤容器，洗液并入同一量瓶中，用 60%乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含异鼠李素（C₁₆H₁₂O₇）应为 0.5mg~2.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.7g

【贮藏】 密封。