

# 国家药品监督管理局

## 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021063

### 黄柏配方颗粒

Huangbo Peifangkeli

**【来源】** 本品为芸香科植物黄皮树 *Phellodendron chinense* Schneid. 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】** 取黄柏饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~20%），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，味极苦。

**【鉴别】** 取本品 0.5g，研细，加 1% 醋酸甲醇溶液 20ml，于 60℃ 超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黄柏对照提取物 120mg，加 1% 醋酸甲醇溶液 2ml，于 60℃ 超声处理 20 分钟，离心，取上清液，制成对照提取物溶液。再取盐酸小檗碱对照品，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，吸取上述 3 种溶液各 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（30：15：4）的下层溶液为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照提取物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 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.4mol/L 的氯化铵溶液为流动相 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 210nm。理论板数按盐酸黄柏碱峰计算应不低于 5000。

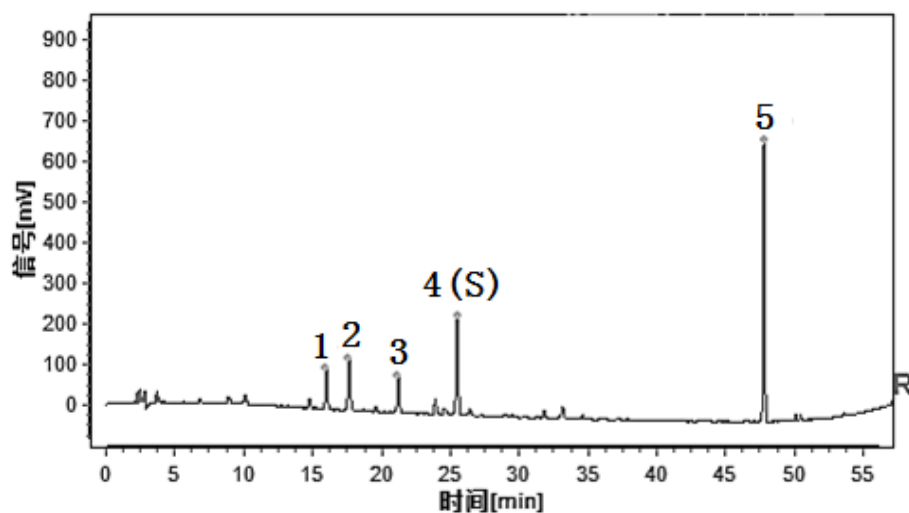
| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~5    | 5        | 95       |
| 5~40   | 5→25     | 95→75    |
| 40~45  | 25→35    | 75→65    |
| 45~50  | 35→55    | 65→45    |
| 50~60  | 55→90    | 45→10    |
| 60~65  | 90→5     | 10→95    |
| 65~80  | 5        | 95       |

**参照物溶液的制备** 取黄柏对照药材 0.1g，置具塞锥形瓶中，加 50% 甲醇 50ml，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。另取盐酸小檗碱对照品、盐酸黄柏碱对照品适量，精密称定，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** 同（含量测定）小檗碱项下。

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

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中 2 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与盐酸黄柏碱参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 3 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：0.63（峰 1）、0.69（峰 2）、0.83（峰 3）；计算峰 1、峰 2、峰 3 与峰 5 的相对峰面积，其相对峰面积应在规定范围内，规定范围为：不得低于 0.04（峰 1）、0.11~0.64（峰 2）、不得低于 0.04（峰 3）。



对照特征图谱

峰 2：5-O-阿魏酰奎尼酸；峰 4（S）：盐酸黄柏碱；峰 5：盐酸小檗碱  
色谱柱:Symmetry C18, 4.6mm $\times$ 250mm, 5 $\mu$ 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 30.0%。

**【含量测定】 小檗碱** 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-0.1%磷酸溶液（50：50）（每 100ml 加十二烷基磺酸钠 0.1g）为流动相；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 265nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 4000。

**对照品溶液的制备** 取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.6mg 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 100ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，再称定重量，加 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 5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含小檗碱以盐酸小檗碱 ( $C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$ ) 计, 应为 60.0mg~154.0mg。

**黄柏碱** 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-0.1%磷酸溶液 (每 100ml 加十二烷基磺酸钠 0.2g) (36:64) 为流动相; 流速为每分钟 1.0ml; 柱温为 30℃; 检测波长为 284nm。理论板数按盐酸黄柏碱峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 取盐酸黄柏碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.4mg 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 25ml, 称定重量, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 20 分钟, 放冷, 再称定重量, 加 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 5 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含黄柏碱以盐酸黄柏碱 ( $C_{20}H_{23}NO_4 \cdot HCl$ ) 计, 应为 10.5mg~20.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

**【贮藏】** 密封。