

## 炒酸枣仁配方颗粒

### Chaosuanzaoren Peifangkeli

**【来源】** 本品为鼠李科植物酸枣 *Ziziphus jujuba* Mill. var. *Spinosa* (Bunge) Hu ex H.F.Chou 的干燥成熟种子经炮制制成的配方颗粒。

**【制法】** 取炒酸枣仁饮片 4000g，破碎，加水煎煮，滤过，滤液浓缩至清膏（干浸膏出膏率为 14%-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】** 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气微香，味微苦、微酸。

**【鉴别】** 取本品 1g，研细，加甲醇 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。另取酸枣仁对照药材 1g，加水 50ml，加热煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，加甲醇 30ml，同法制成对照药材溶液。再另取酸枣仁皂苷 A 对照品、酸枣仁皂苷 B 对照品，分别加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 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 10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以水饱和正丁醇为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%香草醛硫酸溶液，立刻置日光下检视。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。

**【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）。

**黄曲霉毒素** 照黄曲霉毒素测定法（中国药典 2020 年版通则 2351）测定。

取本品适量，研细，取约 5g，精密称定，加入氯化钠 3g，照黄曲霉毒素测定法项下供试品的制备方法，测定，计算，即得。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 不得过 5 $\mu$ g，含黄曲霉毒素 G<sub>2</sub>、黄曲霉毒素 G<sub>1</sub>、黄曲霉毒素 B<sub>2</sub> 和黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的总量不得过 10 $\mu$ g。

**【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 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 270nm。理论板数按斯皮诺素峰计算应不低于 3000。

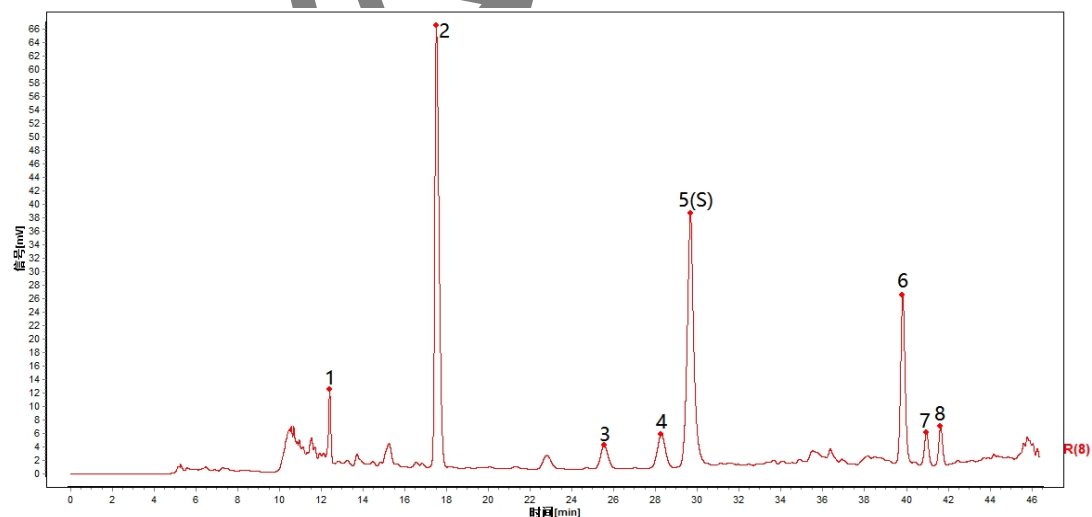
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B(%)
0~5	5	95
5~6	5→15	95→85
6~26	15→15.6	85→84.4
26~27	15.6→20	84.4→80
27~37	20→23	80→77
37~47	23→35	77→65

**参照物溶液的制备** 取酸枣仁对照药材 1.5g，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，放冷，残渣加 50%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取斯皮诺素对照品，加 50%甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，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，取约 0.2g，加 50%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，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 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 5 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。与斯皮诺素对照品参照峰相应的峰为 S 峰，计算其他特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：0.42（峰 1）、0.59（峰 2）、0.86（峰 3）、0.95（峰 4）、1.35（峰 6）、1.39（峰 7）、1.42（峰 8）。



对照特征图谱

峰 2：木兰花碱；峰 5（S）：斯皮诺素

色谱柱：Inertsustain C<sub>18</sub>

**【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 13.0%。

**【含量测定】 酸枣仁皂苷 A** 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，以水为流动相 B；按下表中的规定进行梯度洗脱；蒸发光散射检测器检测。理论板数按酸枣仁皂苷 A 峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	20→40	80→60
15~28	40	60
28~30	40→70	60→30
30~32	70→100	30→0
32~33	100→20	0→80
33~36	20	80

**对照品溶液的制备** 取酸枣仁皂苷 A 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加 50% 甲醇 20ml，超声处理（功率 200W，频率 53kHz）30 分钟，取出，放冷，滤过，用 50% 甲醇 5ml 清洗残渣一次，洗液与滤液合并，蒸干，残渣加 50% 甲醇溶解，转移至 5ml 量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液 5 $\mu$ l、20 $\mu$ l，供试品溶液 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含酸枣仁皂苷 A ( $C_{58}H_{94}O_{26}$ ) 应为 1.0mg~3.2mg。

**斯皮诺素** 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；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 335nm。理论板数按斯皮诺素峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	12→19	88→81
10~16	19→20	81→80

16~22	20→100	80→0
22~30	100	0
30~31	100→12	0→88
31~35	12	88

**对照品溶液的制备** 取斯皮诺素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 同〔含量测定〕酸枣仁皂苷 A 项。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含斯皮诺素（C<sub>28</sub>H<sub>32</sub>O<sub>15</sub>）应为 2.0 mg~5.5 mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

**【贮藏】** 密封。

仅供内部参考