

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

栀子炭配方颗粒

Zhizitan Peifangkeli

【来源】 本品为茜草科植物栀子 *Gardenia jasminoides* Ellis 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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《广东省中药炮制规范》1984年版“栀子”项下“栀子炭”规定的方法炮制。

【制法】 取栀子炭饮片3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为17%~28%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微酸而苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取0.5g，加50%乙醇10ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取栀子苷对照品，加乙醇制成每1ml含4mg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，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（5：5：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在110℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与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0.4%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40℃；检测波长：0~23分钟为238nm，23~40分钟为440nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于5000。

| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
|--------|---------|---------|
| 0~10   | 8→15    | 92→85   |
| 10~15  | 15→20   | 85→80   |
| 15~20  | 20→25   | 80→75   |
| 20~40  | 25→30   | 75→70   |

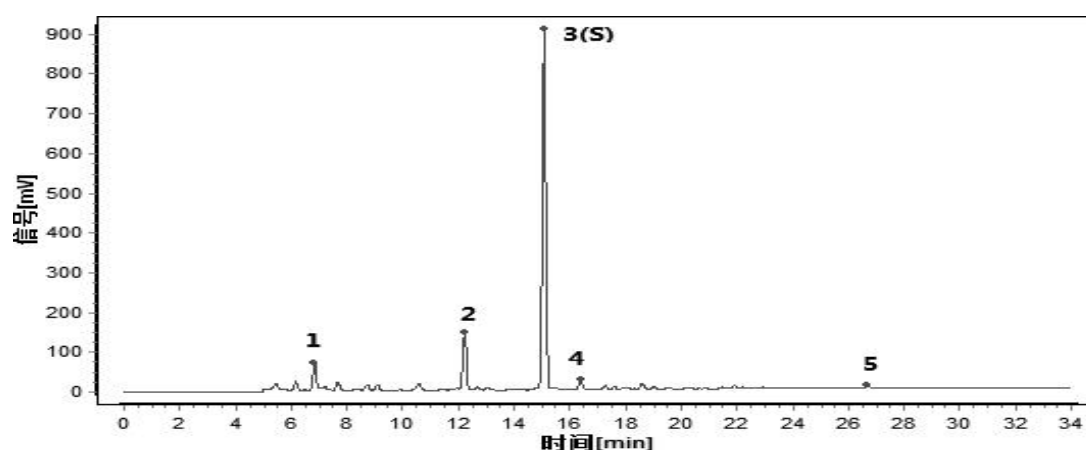
参照物溶液的制备 取栀子对照药材0.5g，加水25ml，加热回流30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加50%乙醇25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）20分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取[含量测定]项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取0.2g，加50%乙醇25ml，超声处理（功率

250W，频率40kHz）30分钟，放冷，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 $\mu$ 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，其中峰3应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与栀子苷参照物峰相对应的峰为S峰，计算其余各特征峰与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：0.44（峰1）、0.81（峰2）、1.09（峰4）、1.78（峰5）。



对照特征图谱

峰3（S）：栀子苷

参考色谱柱：ZORBAX TC C18，4.6mm $\times$ 250mm，5 $\mu$ m

**【检查】 重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典2020年版通则2321原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过5mg/kg；镉不得过1mg/kg；砷不得过2mg/kg；汞不得过0.2mg/kg；铜不得过20mg/kg。

**其他** 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16.0%。

**【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；柱温为25 $^{\circ}$ C；检测波长为238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于5000。

| 时间（分钟） | 流动相A（%）             | 流动相B（%）            |
|--------|---------------------|--------------------|
| 0~15   | 13                  | 87                 |
| 15~16  | 13 $\rightarrow$ 95 | 87 $\rightarrow$ 5 |
| 16~22  | 95                  | 5                  |

**对照品溶液的制备** 取栀子苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含100 $\mu$ 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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含栀子苷（ $C_{17}H_{24}O_{10}$ ）应为40.0mg~153.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片3.5g。

**【贮藏】** 密封。