

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

使君子配方颗粒

Shijunzi Peifangkeli

【来源】 本品为使君子科植物使君子*Quisqualis indica* 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】 取使君子饮片4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为11.1%~21.0%），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，味微苦、涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取2g，加50%甲醇20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用正丁醇振摇提取3次，每次15ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取使君子（使君子仁）对照药材3g，加水100ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加50%甲醇20ml使溶解，同法制成对照药材溶液。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15 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（12：7：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%茚三酮试液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，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；以甲醇为流动相A，以0.2%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0.80ml；柱温为25℃，检测波长为260 nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于3000。

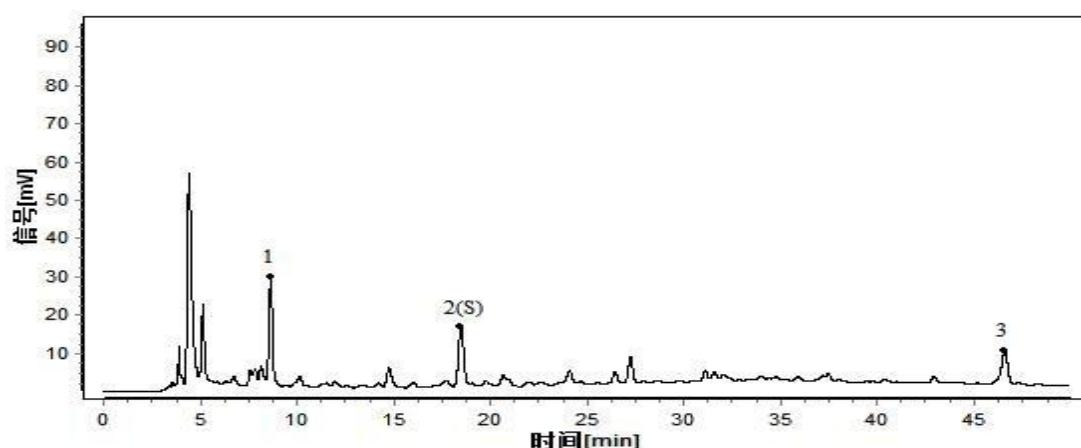
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~8	1	99
8~18	1→10	99→90
18~30	10→25	90→75
30~40	25→30	75→70
40~50	30	70
50~55	30→60	70→40
55~60	60	40

参照物溶液的制备 取使君子（使君子仁）对照药材1g，加水20ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加70%甲醇20ml，超声处理（功率300W，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。另取没食子酸对照品适量，加70%甲醇制成每1ml含10 μ g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0.5g，加70%甲醇20ml，超声（功率300 W，频率40 kHz）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5μl，注入液相色谱仪。测定，即得。

供试品色谱中应呈现3个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的3个特征峰保留时间相对应，其中峰2应与对照品参照物峰保留时间相对应。与没食子酸参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1、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±10%范围以之内，规定值为：0.47（峰1）、2.53（峰3）。



对照特征图谱

峰2（S）：没食子酸

参考色谱柱：ZORBAX SB-Aq，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14.0%。

【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 以氨基键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（80：20）为流动相；检测波长为265nm。理论板数按胡芦巴碱峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取胡芦巴碱对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%乙醇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%乙醇补足减失的重量，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含胡芦巴碱（C₇H₇NO₂）应为3.0mg~6.5mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片4.5g。

【贮藏】 密封。