

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

金果榄（青牛胆）配方颗粒

Jinguolan（qingniudan） Peifangkeli

【来源】 防己科植物青牛胆 *Tinospora sagittata* (Oliv.) Gagnep.的干燥块根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】 取金果榄（青牛胆）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~25%），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，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.3g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取金果榄（青牛胆）对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。再取古伦宾对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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，吸取供试品溶液与对照药材溶液各 5μl、对照品溶液 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液（10：9：6：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）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，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7μm）；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；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 35℃；检测波长为 254nm。理论板数按 β-蜕皮甾酮峰计算应不低于 3000。

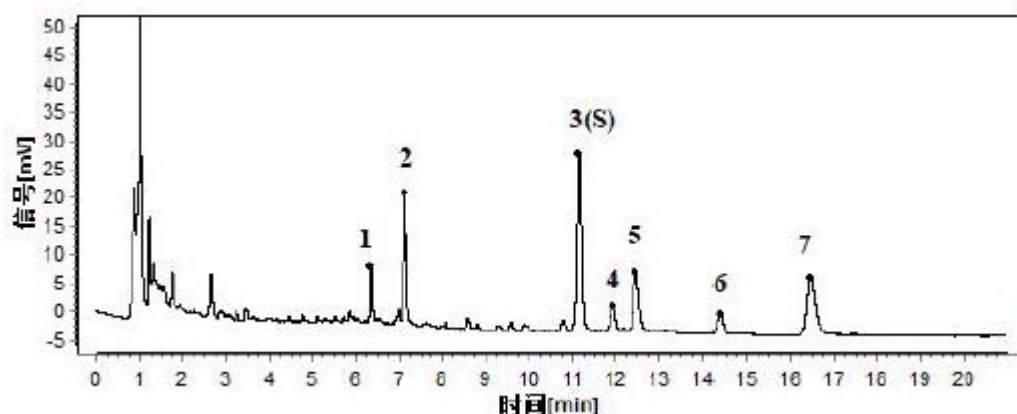
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	3→15	97→85
5~21	15→16	85→84
21~24	16→30	84→70
24~27	30→50	70→50

参照物溶液的制备 取金果榄（青牛胆）对照药材约 1g，加水 25ml，加热回流 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 β -蜕皮甾酮对照品、盐酸巴马汀对照品适量，加 70%甲醇制成每 1ml 含 β -蜕皮甾酮 80 μ g、盐酸巴马汀 50 μ g 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】项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 μ l，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的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 7 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与 β -蜕皮甾酮参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 4~峰 6 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：0.58（峰 1）、0.65（峰 2）、1.08（峰 4）、1.13（峰 5）、1.27（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1：木兰花碱；峰 3（S）： β -蜕皮甾酮；峰 4：非洲防己碱；峰 5：盐酸药根碱；峰 7：盐酸巴马汀

参考色谱柱：BEH Shield RP18, 2.1 \times 100 mm, 1.7 μ 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 22.0%。

【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-水（40：60）为流动相；检测波长为 210nm。理论板数按古伦宾峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取古伦宾对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含0.35mg的溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细。取约0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇25ml，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70%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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含古伦宾（C₂₀H₂₂O₆）的量应为 11.0mg~42.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.0g。

【贮藏】 密封。