

## 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5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为9%~18%），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】 本品为棕色至棕褐色的颗粒；气微香，味微甜。

【鉴别】 取本品4g，研细，加乙醇20ml，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。另取使君子（使君子仁）对照药材1g，加水50ml，煮沸30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇20ml，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5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，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（柱长为150mm，内径为4.6mm，粒径为3 $\mu$ m），以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟1.0ml；柱温为40℃；检测波长为264nm。理论板数按葫芦巴碱、鞣花酸峰计算均应不低于5000。

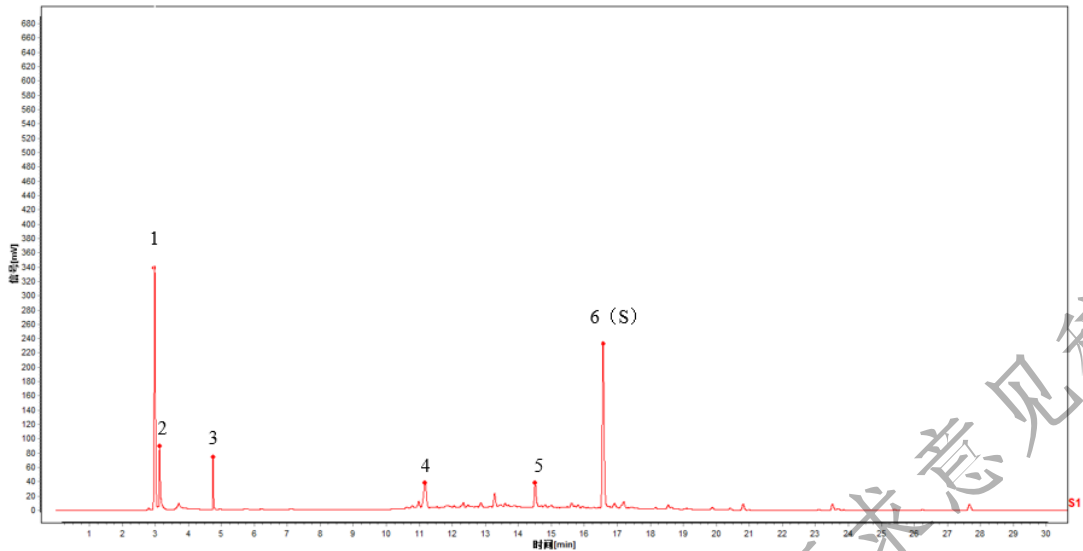
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~3	5	95
3~30	5→90	95→10

参照物溶液的制备 取使君子（使君子仁）对照药材1g，置具塞锥形瓶中，加甲醇25ml，超声处理（功率500W，频率40 kHz）20分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取葫芦巴碱对照品、鞣花酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含1mg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10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应，其中峰1、峰6应分别与胡芦巴碱、鞣花酸对照品参照物峰保留时间相对应；与鞣花酸对照品参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰4、峰5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：0.38（峰4）、0.80（峰5）。



对照特征图谱

峰1：胡芦巴碱 峰6（S）：鞣花酸

色谱柱：Waters Atlantis T3 C18，4.6mm×150mm，3 $\mu$ m

**【检查】 黄曲霉毒素** 照真菌毒素测定法（中国药典2020年版通则 2351）测定。

本品每1000g含黄曲霉毒素B<sub>1</sub>不得过5 $\mu$ g，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。

**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】** 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，用乙醇作溶剂，不得少于8.0%。

**【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；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟1.0ml；柱温为40℃；检测波长为264nm。理论板数按胡芦巴碱峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~12	72	28

12~13	72→20	28→80
13~25	20	80

**对照品溶液的制备** 取胡芦巴碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含60μg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，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率500W，频率40 kHz）20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含胡芦巴碱（C<sub>7</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub>）应为2.0mg~6.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片5.5g

**【贮藏】** 密封。

北京市中药配方颗粒标准征求意见稿