

附件 12：益智仁配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

益智仁配方颗粒

Yizhiren Peifangkeli

【来源】 本品为姜科植物益智 *Alpinia oxyphylla* Miq. 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】 取益智仁饮片 4000g，加水煎煮，收集挥发油适量（以 β -环糊精包合，备用），滤过，滤液加入辅料适量，浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8%~23%），加入挥发油包合物，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；气香，味辛、微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1.2g，加无水乙醇 5ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取益智（益智仁）对照药材 1g，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，吸取供试品溶液 10 μ l、对照药材溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-丙酮（5：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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）。

【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%。

【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 μ m）；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 25℃；检测波长为 254nm；理论板数按圆柚酮峰计算应不低于 3000。

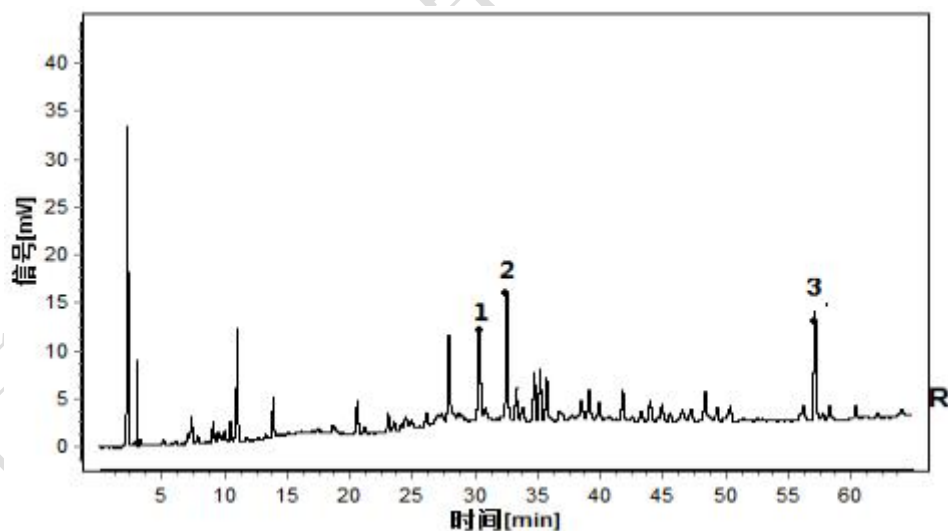
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	0→10	100→90
5~30	10→50	90→50
30~60	50→80	50→20
60~65	80→90	20→10

参照物溶液的制备 取益智（益智仁）对照药材 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 10ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，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 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 μ l，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 3 应与对照品参照物峰保留时间相一致。



峰 3：圆柚酮

益智仁配方颗粒对照特征图谱

色谱柱： Gemini NX C18 110A，4.6mm $\times$ 250mm，5 μ m

【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；以甲醇为

流动相 A,以水为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml;柱温为 30℃;检测波长为 240nm。理论板数按圆柚酮峰计算应不低于 3000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~15	70→75	30→25

对照品溶液的制备 取圆柚酮对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含圆柚酮 6μg 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,加入 50%甲醇 20ml,称定重量,加热回流 30 分钟,放冷,称定重量,用 50%甲醇补足损失的重量,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 含圆柚酮($C_{15}H_{22}O$)应为 0.2mg~1.0mg。

【规格】 每 1g 颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。