

附件 26：草豆蔻配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

草豆蔻配方颗粒

Caodoukou Peifangkeli

【来源】本品为姜科植物草豆蔻 *Alpinia katsumadai* Hayata 的干燥近成熟种子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】取草豆蔻饮片 6000g，加水煎煮，收集挥发油适量（以 β -环糊精包合），备用，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5%~10%），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】本品为浅黄棕色至浅红棕色的颗粒；气香，味淡。

【鉴别】取本品适量，研细，取 1g，加甲醇 10ml，置水浴中加热振摇 5 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取草豆蔻对照药材 3g，加水 60ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 10ml，同法制成对照药材溶液。再取山姜素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 2mg 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 10 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇（15：4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在 100 $^{\circ}$ C 加热至斑点清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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；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；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 260nm。理论板数按小豆蔻明峰计算应不低于 5000。

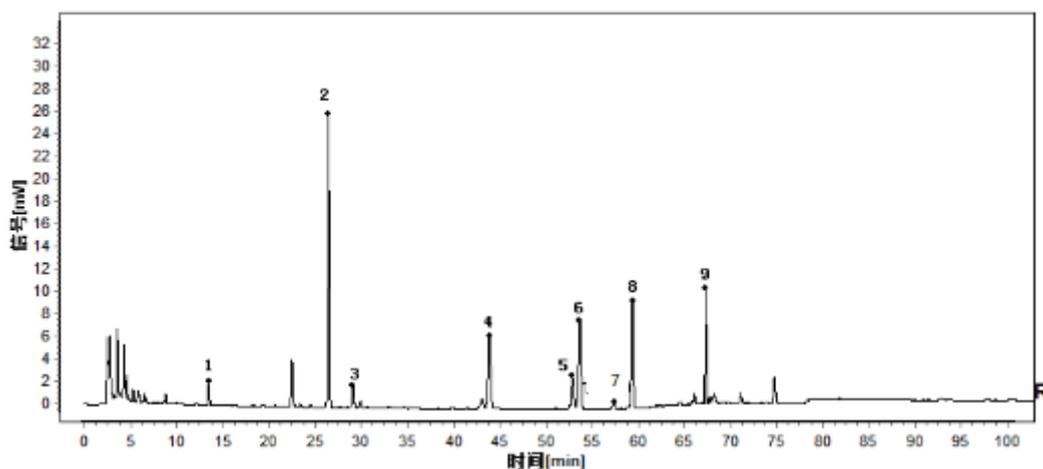
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~15	20→30	80→70
15~20	30→36	70→64
20~25	36→37	64→63
25~40	37→42	63→58
40~55	42→51	58→49
55~60	51→72	49→28
60~65	72→78	28→22
65~75	78→80	22→20
75~75.1	80→90	20→10
75.1~100	90	10

参照物溶液的制备 取草豆蔻对照药材约 0.5g, 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, 作为对照药材参照物溶液。另取[含量测定]项下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 9 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应; 其中峰 2、峰 4、峰 7、峰 9 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 2: 山姜素; 峰 4: 乔松素; 峰 7: 小豆蔻明; 峰 9: 桉木酮
 色谱柱: Acclaim C18, 4.6mm×250mm, 5 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 10.0%。

【含量测定】挥发油 照挥发油测定法(中国药典 2020 年版通则 2204)测定。

本品含挥发油应为 0.20%~1.40% (ml/g)。

山姜素、乔松素、小豆蔻明、桉木酮 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 2.1mm, 粒径为 1.6 μ m~1.9 μ m); 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 0.35ml; 柱温为 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 300nm。理论板数按小豆蔻明峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	30→34	70→66
5~10	34→36	66→64
10~13	36→42	64→58
13~15	42→51	58→49
15~20	51→58	49→42
20~28	58→63	42→37
28~30	63→90	37→10
30~42	90	10

对照品溶液的制备 取山姜素对照品、乔松素对照品、小豆蔻明对照品、桉木酮对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每 1ml 含山姜素 50 μ g、乔松素 30 μ g，小豆蔻明 2 μ g 和桉木酮 20 μ g 的混合溶液，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 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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含山姜素（ $C_{16}H_{14}O_4$ ）、乔松素（ $C_{15}H_{12}O_4$ ）和小豆蔻明（ $C_{16}H_{14}O_4$ ）总量应为 10.0mg~27.0mg，含桉木酮（ $C_{19}H_{18}O$ ）应为 0.9mg~5.8mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

【贮藏】 密封。