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 年版四部通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 15μl，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。

【检查】　应符合颗粒剂项下有关的各项规定（《中国药典》2020 年版四部通则 0104）。

【浸出物】　照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2020 年版四部通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 14.0%。

【特征图谱】　照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 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。

湖北省公示稿

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

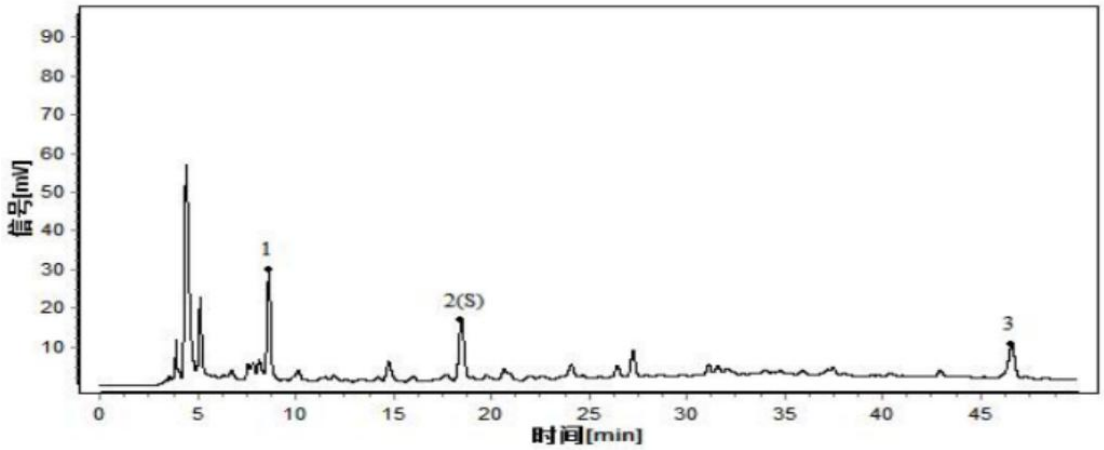
参照物溶液的制备 取使君子（使君子仁）对照药材 1g，加水 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 20ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取没食子酸对照品适量，加 70%甲醇制成每 1ml 含 10μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

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）。

湖北省公示稿



对照特征图谱

峰 2（S）：没食子酸

色谱柱：ZORBAX SB-Aq，4.6mm×250mm，5μm

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020 年版四部通则 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（$C_7H_7NO_2$）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。

湖北省公示稿