

# 福建省药品监督管理局

## 中药（配方颗粒）标准（试行）

---

### 甘松配方颗粒

#### Gansong Peifangkeli

【来源】 本品为败酱科植物甘松 *Nardostachys jatamansi* DC. 的干燥根及根茎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】 取甘松饮片 6700 g，加水煎煮，同时提取挥发油适量（以 $\beta$ -环糊精包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8%~13%），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 1000 g，即得。

【性状】 本品为浅灰棕色至棕褐色的颗粒；气特异，味苦，有清凉感。

【鉴别】 取本品适量，研细，取约 1 g，加甲醇 20 ml，超声处理 30 分钟，滤过，作为供试品溶液。另取甘松对照药材 1 g，加水 40 ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1 ml 使溶解，制成对照药材溶液。再取去氧甘松醇 A 对照品，加甲醇制成每 1 ml 含 0.2 mg 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，吸取上述三种溶液各 4  $\mu$ l~6  $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（30~60℃）-乙酸乙酯（5：3）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，置紫外光灯（365 nm）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(柱长为 250 mm, 内径为 4.6 mm, 粒径为 5 μm); 以乙腈为流动相 A, 0.1%甲酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定条件进行洗脱; 流速为每分钟 1.0 ml; 柱温为 35℃; 检测波长为 254 nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	10	90
5~40	10~35	90~65
40~50	35~50	65~50
50~60	50~90	50~10

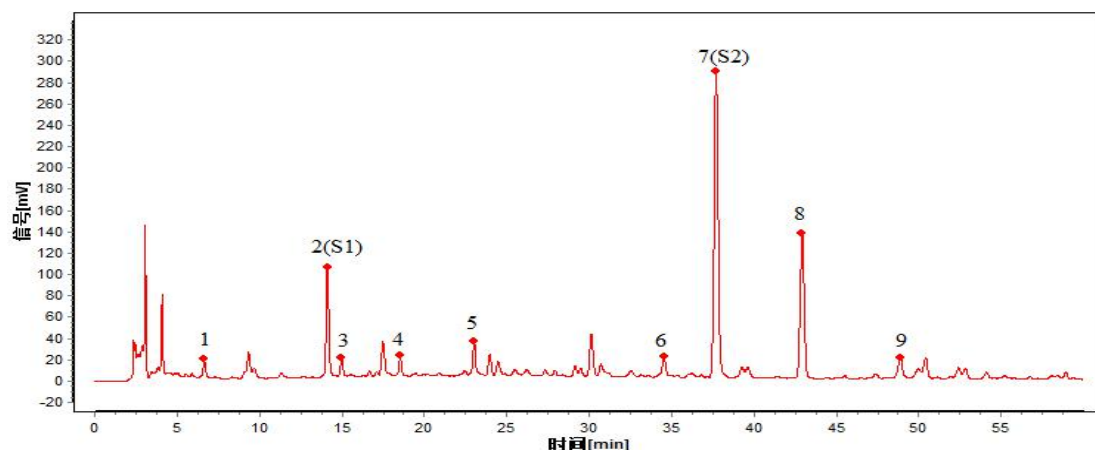
**参照物溶液的制备** 取甘松对照药材 1 g, 加水 20 ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加入 50%甲醇 10 ml, 超声处理(功率 250 W, 频率 40 kHz) 30 分钟, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取去氧甘松醇 A 对照品适量, 加 50%甲醇制成每 1 ml 含 0.1 mg 的溶液, 作为对照品参照物溶液。再取[含量测定]绿原酸项下的对照品溶液, 作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 取本品适量, 研细, 取约 0.2 g, 加 50%甲醇 20 ml, 超声处理(功率 250 W, 频率 40 kHz) 30 分钟, 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 10 μl, 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, 并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰的保留时间相对应, 其中峰 2、峰 7 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与绿原酸对照品参照物相对应的峰为 S1 峰, 计算峰 1、峰 3~5

与 S1 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:0.47(峰1)、1.06(峰3)、1.31(峰4)、1.63(峰5)。与去氧甘松醇 A 对照品参照物相对应的峰为 S2 峰,计算峰 6、峰 8~9 与 S2 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:0.92(峰6)、1.14(峰8)、1.30(峰9)。



对照特征图谱

峰 2 (S1): 绿原酸; 峰 3: 隐绿原酸; 峰 7 (S2): 去氧甘松醇 A

参考色谱柱: Platisil ODS, 4.6 mm×250 mm, 5  $\mu$ m

**【检查】 重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法(中国药典 2020 年版通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法)测定,铅不得过 5 mg/kg; 镉不得过 1 mg/kg; 砷不得过 2 mg/kg; 汞不得过 0.2 mg/kg; 铜不得过 20 mg/kg。

**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】** 取本品适量,研细,取约 2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入乙醇 100 ml,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】 挥发油** 取本品每 100 g 加水 2000 ml,照挥发油测定法

(中国药典 2020 年版通则 2204 甲法) 保持微沸 3 小时测定。

本品含挥发油应为 0.40 %~2.3 % ( ml/g )。

**绿原酸** 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-0.1%磷酸溶液 (10: 90) 为流动相; 流速为每分钟 1.0 ml; 柱温为 30℃; 检测波长为 327 nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

**对照品溶液的制备** 取绿原酸对照品适量, 精密称定, 加 50%甲醇制成每 1 ml 含 40μg 的溶液, 即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量, 研细, 取约 0.1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50%甲醇 25 ml, 称定重量, 超声处理 (功率 250 W, 频率 30 kHz) 30 分钟, 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, 即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含绿原酸 (C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>) 应为 3.0 mg ~ 14.0 mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.7 g

**【贮藏】** 密封。