

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2023012

龙胆（坚龙胆）配方颗粒

Longdan(Jianlongdan) Peifangkeli

【来源】 本品为龙胆科植物坚龙胆 *Gentiana rigescens* Franch. 的干燥根和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】 取龙胆（坚龙胆）饮片 2200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 23%~33%），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】 本品为浅黄棕色至棕色的颗粒；气微，味极苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加甲醇 20ml，加热回流 15 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取龙胆（坚龙胆）对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取龙胆苦苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 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 5 μ l、对照品溶液 3 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（10：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱，流速为每分钟 0.8ml；柱温为 30℃；检测波长为 240nm。理论板数按龙胆苦苷峰计算应不低于 3000。

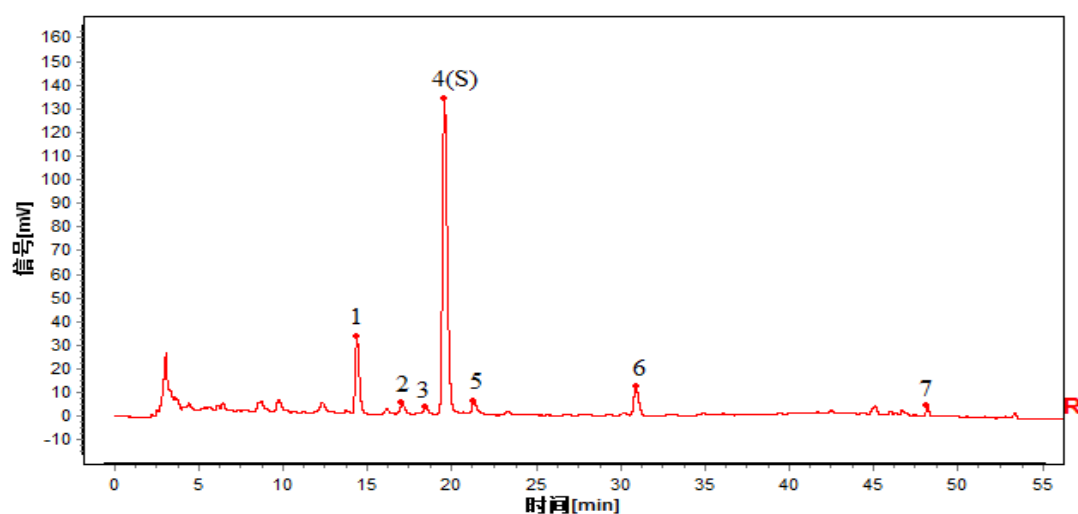
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~34	15→42	85→58
34~50	42→70	58→30
50~55	70	30

参照物溶液的制备 取龙胆（坚龙胆）对照药材 0.5g，加 50%甲醇 20ml，加热回流 15 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取马钱苷酸对照品、獐牙菜苦苷对照品、龙胆苦苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含马钱苷酸 70 μ g、獐牙菜苦苷 50 μ g、龙胆苦苷 100 μ g 的混合溶液，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 0.1g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 20ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）15 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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 2、峰 4 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与龙胆苦苷对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 3、峰 5~7 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：0.94（峰 3）、1.09（峰 5）、1.56（峰 6）、2.50（峰 7）；计算峰 1、峰 6 与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：0.12~0.50（峰 1）、不得小于 0.06（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1：马钱苷酸；峰 2：獐牙菜苦苷；峰 4（S）：龙胆苦苷；峰 5：獐牙菜苷

色谱柱：XBridge C18，4.6mm $\times$ 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 27.0%。

【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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以甲醇-水（23：77）为流动相，流速为每分钟 0.4ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 270nm。理论板数按龙胆苦苷峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 取龙胆苦苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，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 50ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）15 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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含龙胆苦苷（ $C_{16}H_{20}O_9$ ）应为 30.0mg～70.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.2g

【贮藏】 密封。