

金天格胶囊

Jintiange Jiaonang

本品为人工虎骨粉制成的硬胶囊。

【制法】 取人工虎骨粉 324g、淀粉 44.8g、羧甲淀粉钠 28g、二氧化硅 1.2g、硬脂酸镁 2g，混匀，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为类白色或淡黄色粉末；气微，无味。

【鉴别】 (1) 取本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.1g），加水 10ml，加热至沸，放冷，滤过，取滤液 2ml 置试管中，加茚三酮试液数滴，水浴中加热数分钟，应显紫色。

(2) 在〔含量测定〕总氨基酸项下的色谱图中，供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

【检查】 水分 不得过 8.0%（中国药典 2015 年版通则 0832 第二法）。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版通则 0103）。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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 25cm，内径为 4.6mm，粒径 5 μ m，孔径 300 Å），以甲醇为流动相 A，以 0.03% 三氟醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 280nm。

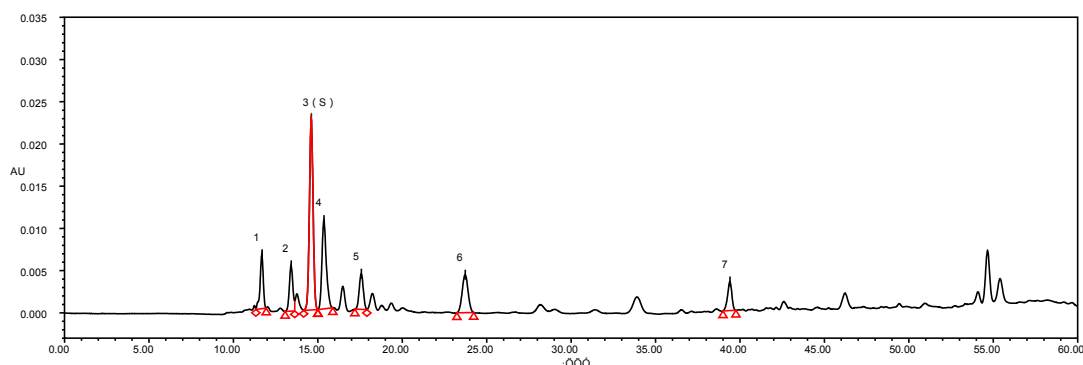
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	2	98
20~30	2→15	98→85
30~45	15→30	85→70
45~60	30→2	70→98

对照药材溶液的制备 取人工虎骨粉对照药材 0.3g，加水 10ml 使溶解，水浴加热 10 分钟，放冷，离心（转速为每分钟 4000 转）10 分钟，取上清液滤过，取续滤液，即得。

供试品溶液的制备 取本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.3g），同法制成供试品溶液。

测定法 分别吸取对照药材溶液与供试品溶液各 20 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应呈现与对照药材中的 7 个特征峰保留时间相对应的色谱峰；其中以对照特征图谱中的 3 号峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 5%之内。规定值为：0.82（峰 1）、0.94（峰 2）、1.00（峰 S）、1.05（峰 4）、1.19（峰 5）、1.61（峰 6）、2.72（峰 7）。



对照特征图谱

【含量测定】 总氨基酸 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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-乙腈-水（20:60:20）为流动相 A，以 0.1mol/L 醋酸钠缓冲溶液（用冰醋酸调节 pH 值为 6.3±0.05）为流动相 B；按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 35℃，检测波长为 254nm；理论板数按甘氨酸峰计算应不低于 5000。各氨基酸峰间的分离度应符合规定。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~16	3→12	97→88
16~19	12→13	88→87
19~30	13→26	87→74
30~40	26→42	74→58
40~50	42→50	58→50
50~50.1	50→100	50→0
50.1~55	100	0

对照品溶液的制备 精密称取各氨基酸对照品适量，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含门冬氨酸 0.075mg、谷氨酸 0.130mg、羟脯氨酸 0.125mg、丝氨酸 0.050mg、甘氨酸 0.280mg、组氨酸 0.015mg、精氨酸 0.100mg、苏氨酸 0.030mg、丙氨酸 0.100mg、脯氨酸 0.125mg、酪氨酸 0.018mg、缬氨酸 0.030mg、异亮氨酸 0.018mg、亮氨酸 0.060mg、苯丙氨酸 0.040mg、赖氨酸 0.075mg 的混合溶液；精密量取 4ml，置 20ml 具塞试管中，加入 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯乙腈溶液（取异硫氰酸苯酯 12ml，加乙腈至 1000ml，摇匀）2.0ml，1mol/L 三乙胺乙腈溶液（取三乙胺 139ml，加乙腈至 1000ml，摇匀）1.0ml，摇匀，室温放置 1 小时，加入正己烷 8ml 提取，静置 10 分钟，取下层溶液滤过，取续滤液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.2g），精密称定，置耐压管中，加入 6mol/L 的盐酸溶液 6ml，在 110℃ 水解 24 小时，放冷至室温，

氮吹或水浴蒸干，精密加入 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 20ml 使溶解，离心（转速为每分钟 2500 转）5 分钟，精密量取上清液 5ml，置 10ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，滤过。照对照品溶液制备项下的方法，自“精密量取 4ml，置 20ml 具塞试管中”起，同法制备供试品溶液。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含各氨基酸的总量应不得少于 65.0mg。

总钙

标准曲线的制备 取钙单元素标准溶液（100 μ g/ml），精密量取 0ml、1ml、2ml、3ml、4ml、5ml，分别置 50ml 量瓶中，加镧试液 2ml，加水至刻度，摇匀。照原子吸收分光光度法（中国药典 2015 年版通则 0406 第一法），在 422.7nm 的波长处依法测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取装量差异项下的本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.1g），精密称定，置高通量微波消解管中，加硝酸 5ml、过氧化氢 1ml，置微波消解仪进行消解（按仪器规定的消解程序操作），用水转移至 100ml 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀；精密量取 1ml，置 50ml 量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加镧试液 2ml”起依法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中相当于钙的含量（ μ g/ml），计算，即得。

本品每粒含钙（Ca）不得少于 55.0mg。

总磷

对照品溶液的配制 取 110 $^{\circ}$ C 恒重的磷酸二氢钾 0.1758g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加少量水使溶解，加入 5mol/L 硫酸溶液 1ml 及三氯甲烷 5 滴，加水至刻度摇匀。临用时取 5.0ml，置 100ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，即得（每 1ml 含磷 20.0 μ g）。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.0ml、0.1ml、0.3ml、0.5ml、0.7ml、0.9ml，分别置具塞试管中，加水至 3ml，分别精密加入定磷试剂（17%硫酸溶液（ml/ml）-2.5%钼酸钠溶液-10%抗坏血酸溶液-水（1：1：1：2）（v/v）（临用新制））3ml，摇匀，于 45 $^{\circ}$ C 水浴中保温 10 分钟，取出冷却后，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2015 年版通则 0401），在 660nm 的波长处分别测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取装量差异项下的本品内容物适量（约相当于人工虎骨粉 0.1g），精密称定，置 50ml 凯氏烧瓶中，加硫酸 5ml，缓缓炽灼使炭化至无固态物时，稍放冷，加过氧化氢约 5ml，继续加热至溶液呈透明状，冷却，将溶液转移至 200ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 3ml，置 50ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀。精密量取

3ml，置具塞试管中，照标准曲线的制备项下的方法，自“精密加入定磷试剂 3ml”起依法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中相当于磷的含量 ($\mu\text{g/ml}$)，计算，即得。

本品每粒含磷 (P) 应为 31.5~38.5mg。

【功能与主治】 具有健骨作用，用于腰背疼痛，腰膝酸软，下肢痿弱，步履艰难等症状的改善。

【用法与用量】 口服。一次 3 粒，一日 3 次。一个疗程为 3 个月。

【规格】 每粒装 0.4g (含氨基酸 65mg，含钙 55mg，含磷 35mg)。

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处。

征求意见稿