

海南省中药配方颗粒质量标准

琼PFKL2022-116

制乌梅配方颗粒

Zhiwumei Peifangkeli

【来源】本品为蔷薇科植物梅*Prunus mume* (Sieb.) Sieb. et Zucc.的干燥近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】取制乌梅饮片2600g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为19%~29%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】本品为浅棕色至深棕色的颗粒；气微，味酸。

【鉴别】取本品粉末5g，研细，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，加乙醚振摇提取2次，每次20ml，合并乙醚液，蒸干，残渣用石油醚（30~60℃）浸泡2次，每次15ml（浸泡约2分钟），倾去石油醚，残渣加无水乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取乌梅对照药材5g，同法制成对照药材溶液。再取熊果酸对照品，加无水乙醇制成每1ml含0.5mg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，吸取上述供试品溶液10μl，对照品及对照药材溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（20:5:8:0.1）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。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150mm，内径为2.1mm，粒径为2.0μm）；以乙腈为流动相A，以0.5%磷酸

二氢铵溶液（用磷酸调节pH值至2.9）为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.2ml；柱温为30℃；检测波长为210nm。理论板数按枸橼酸峰计算应不低于7000。

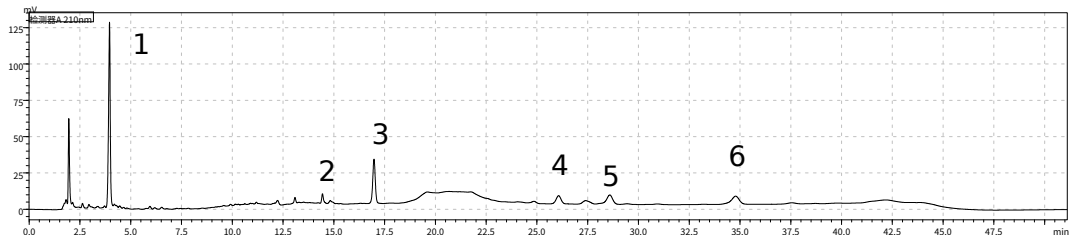
时间（分钟）（%）	流动相 A	流动相 B（%）
0～3	1→2	99→98
3～9	2→8	98→92
9～30	8	92
30～40	8→10	92→90

参照物溶液的制备 取乌梅对照药材1g，置具塞锥形瓶中，加水50ml，加热回流30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取枸橼酸、绿原酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含1mg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，取约0.4g，置50ml量瓶中，加水适量使溶解，并稀释至刻度，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1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应，其中2个峰应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸对照品参照物峰相应的峰为S峰，计算峰2、峰3、峰5、峰6 与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.53（峰2）、0.65（峰3）、1.10（峰5）、1.28（峰6）。



对照特征图谱

峰 1：枸橼酸 峰 4（S）：绿原酸

参考色谱柱 GLsciences Inertsil ODS-3 150mm×2.1mm, 2μm

【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】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，用乙醇作溶剂，不得少于13.5%。

【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；以乙腈-0.5%磷酸二氢铵溶液（1：99）（用磷酸调节pH值至3.0）为流动相；检测波长为210nm。理论板数按枸橼酸峰计算应不低于7000。

对照品溶液的制备 取枸橼酸对照品适量，精密称定，加水制成每1ml含0.5mg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，精密加入水50ml，密塞，称定重量，微热使溶解，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，离心，取上清液，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含枸橼酸（C₅H₈O₇）应为0.2g～0.350g。

【规格】每1g配方颗粒相当于饮片2.6g

【贮藏】密封。