

炒苦杏仁（杏）配方颗粒

Chaokuxingren(xing) Peifangkeli

【来源】本品为蔷薇科植物杏 *Prunus armeniaca* L. 的干燥成熟种子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】取炒苦杏仁（杏）饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~16.5%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为类白色至浅黄色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】取本品 0.1g，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取苦杏仁苷对照品，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，分别吸取供试品溶液与对照品溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）5~10℃放置 12 小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，喷以 0.8%磷钼酸的 15%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；以乙腈为流动相 A，以 0.1%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 1.0ml，柱温为 25℃，检测波长为 207nm。理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于 7000。

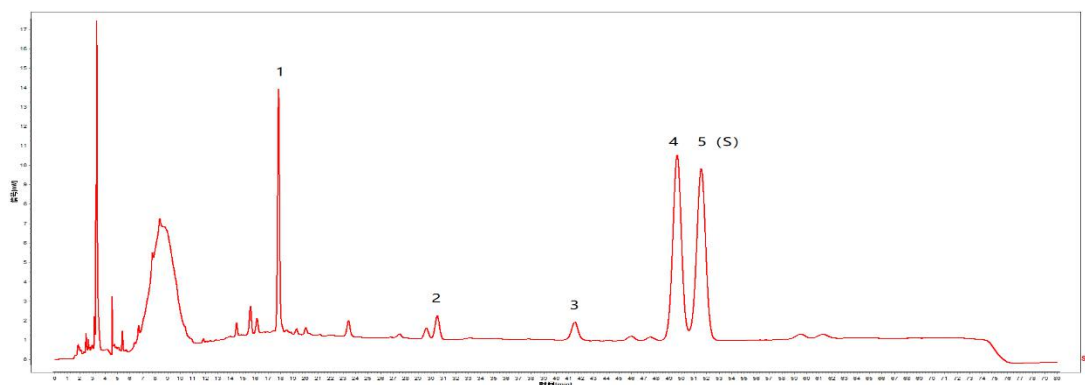
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	2→6	98→94

参照物溶液的制备 取苦杏仁对照药材 0.5g, 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。另取苦杏仁苷对照品适量, 精密称定, 加 50% 甲醇制成每 1ml 含苦杏仁苷 40 μ g 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, 取约 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 25ml, 称定重量, 超声处理(功率 400W, 频率 40kHz) 30 分钟, 取出, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 离心(转速为每分钟 4000 转以上) 10 分钟, 精密量取上清液 5ml。置 50ml 量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应。其中 1 个峰应与相应对照品参照物峰的保留时间相对应, 以苦杏仁苷参照物峰相应的峰为 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 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为: 0.33 (峰 1)、0.59 (峰 2)、0.80 (峰 3)、0.96 (峰 4)。



对照特征图谱

峰 4: L-苦杏仁苷 峰 5: 苦杏仁苷

参考色谱柱: JADE-PAK ODS-AQ C18, 250mm× 4.6mm, 5μm

【检查】黄曲霉毒素 照真菌毒素测定法(中国药典 2020 年版通则 2351)

测定,本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B1 不得过 5μg,黄曲霉毒素 G2、黄曲霉毒素 G1、黄曲霉毒素 B2 和黄曲霉毒素 B1 的总量不得过 10μg。

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】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 33.0%。

【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 同【特征图谱】项。

对照品溶液的制备 取苦杏仁苷对照品适量,精密称定,加 50%甲醇制成每 1ml 含苦杏仁苷 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%甲醇 25ml,称定重量,超声处理(功率 400W,频率 40kHz) 30 分钟,取出,放冷,再称定重量,用 50%甲醇补足减失的重量,摇匀,离心(转速为每分钟 4000 转) 10 分钟,精密量取上清液 2ml。置 25ml 量瓶中,加 50%甲醇稀释至刻度,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 含苦杏仁苷($C_{20}H_{27}NO_{11}$)应为 58mg~115mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

【贮藏】密封。