

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

甜杏仁（杏）配方颗粒

Tianxingren(Xing) Peifangkeli

【来源】 本品为蔷薇科植物杏 *Prunus armeniaca* L. 味甜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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《山东省中药材标准》2002年版“甜杏仁”项下规定的方法炮制。

【制法】 取甜杏仁（杏）饮片6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为9.0%~16.5%），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】 本品为浅黄色至黄棕色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品适量，研细，取5g，加甲醇25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水5ml使溶解，通过D101型大孔吸附树脂柱（内径为1.5cm，柱高为8cm，加水20ml预处理），用氨溶液（4→100）30ml洗脱，弃去氨液，再用水20ml洗脱，弃去水液，继续用20%乙醇30ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加丙酮1ml使溶解，作为供试品溶液。另取苦杏仁苷对照品，加丙酮制成每1ml含2mg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，吸取上述两种溶液各8μl，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，晾干，喷以磷钼酸硫酸溶液（取磷钼酸2g，加水20ml使溶解，再缓缓加入硫酸30ml，混匀，即得），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。

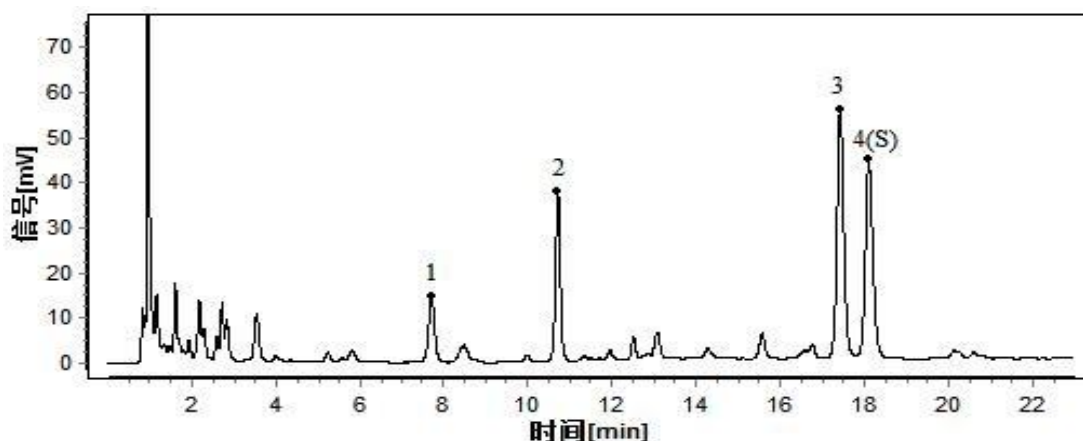
色谱条件与系统适用性试验 同[含量测定]项。

参照物溶液的制备 取甜杏仁（杏）对照药材1g，加水30ml，加热回流30分钟，放冷，离心，取上清液蒸干，残渣加70%甲醇25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）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[含量测定]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0.2g，加70%甲醇25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30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1~2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现4个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的4个特征峰保留时间相对应，其中峰4应与对照品参照物峰保留时间相对应。与苦杏仁苷参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰3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：0.96（峰3）。



对照特征图谱

峰4（S）：苦杏仁苷

参考色谱柱：ZORBAX SB-Aq，2.1mm 100mm，1.8 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】 取本品适量，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20.0%。

【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）；以乙腈为流动相A，以0.2%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0.3ml；柱温为25 $^{\circ}$ C；检测波长为210nm。理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	0	100
5~7	0 \rightarrow 3	100 \rightarrow 97
7~20	3 \rightarrow 6	97 \rightarrow 94
20~23	6 \rightarrow 80	94 \rightarrow 20
23~28	80	20

对照品溶液的制备 取苦杏仁苷对照品适量，精密称定，加70%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0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，

再称定重量，用70%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含苦杏仁苷（ $C_{20}H_{27}NO_{11}$ ）应为1.0mg~24.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片6.0g。

【贮藏】 密封。