

# 河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HB YBZ-PFKLS-2022127

## 石决明（皱纹盘鲍）配方颗粒

### Shijueming (Zhouwenpanbao) Peifangkeli

【来源】 本品为鲍科动物皱纹盘鲍 *Haliotis discus hannai* Ino 的贝壳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】 取石决明饮片 45000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 0.71%~1.43%），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】 本品为淡黄色至棕黄色的颗粒；气微，味咸。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 10ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 2ml，作为供试品溶液。另取缬氨酸对照品、亮氨酸对照品适量，分别加 70% 甲醇制成每 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，吸取上述两种溶液各 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，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 检测波长为 254nm；其余同〔含量测定〕项。

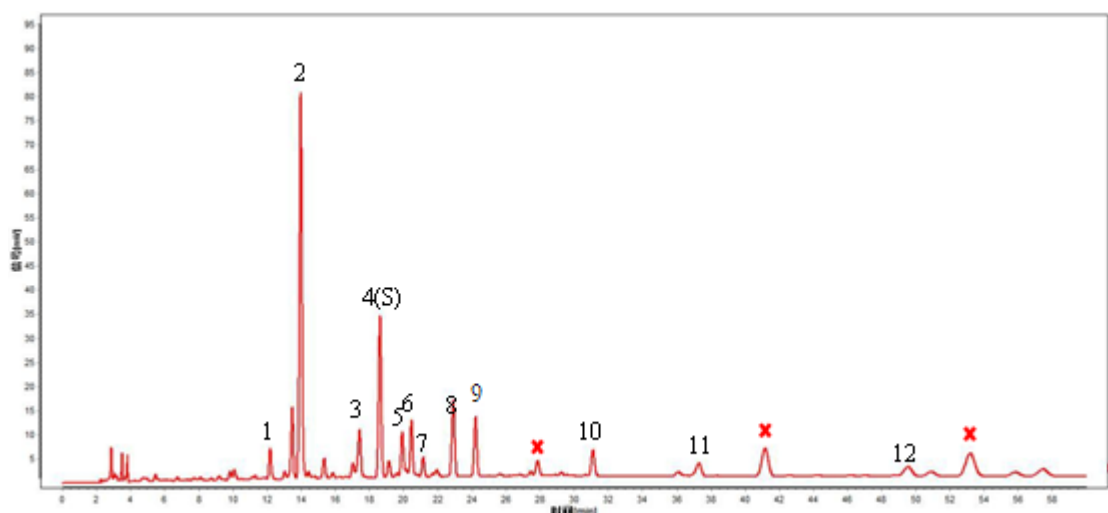
参照物溶液的制备 取石决明对照药材 0.5g，置 50ml 离心管中，加乙醇 2ml 浸润，慢慢加入稀盐酸 10ml，震荡 1 小时，离心，弃去上清液，沉淀用 5ml 水洗涤三次，加 0.1mol/L 盐酸 4ml，将沉淀转移至 10ml 西林瓶中，加盐酸 2ml，150℃ 水解 1 小时，放冷，移至蒸发皿中，用水 10ml 分次洗涤，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液使溶解并转移至 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，作为对照药材参照物溶液。另取甘氨酸对照品、L-脯氨酸对照品、丙氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含甘氨酸 20 $\mu$ g、L-脯氨酸 14 $\mu$ g、丙氨酸 13 $\mu$ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

精密量取上述参照物溶液和供试品溶液各 10ml，分别置 25ml 量瓶中，各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯（PITC）的乙腈溶液 5ml，1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 3ml，摇匀，室温放置 1 小时后，加 50%乙腈至刻度，摇匀。取 10ml，加正己烷 10ml，振摇，放置 10 分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取衍生化后的参照物溶液与供试品溶液各 5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 12 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应，其中峰 4、峰 8、峰 9 应分别与甘氨酸、L-脯氨酸、丙氨酸对照品参照物峰保留时间相对应。与甘氨酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1～峰 3、峰 5～峰 7、峰 10～峰 12 与 S 峰的相对保留时间，其保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.65（峰 1）、0.75（峰 2）、0.94（峰 3）、1.07（峰 5）、1.10（峰 6）、1.14（峰 7）、1.67（峰 10）、2.00（峰 11）、2.66（峰 12）。



对照特征图谱

峰 1：精氨酸 峰 3：丝氨酸 峰 4（S）：甘氨酸 峰 5：谷氨酸 峰 6：天门冬氨酸  
峰 7：苏氨酸 峰 8：L-脯氨酸 峰 9：丙氨酸 峰 10：酪氨酸 峰 11：缬氨酸  
峰 12：亮氨酸 \*：衍生化试剂信号

**【检查】** 除溶化性外，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】** 取本品适量，研细，取约 3g，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 9.0%。

**【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；以乙腈为流动相 A，以 0.02%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 244nm。理论板数按 L-脯氨酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	12→35	88→65
25~45	35	65
45~60	35→36	65→64

**参照物溶液的制备** 取 L-脯氨酸对照品、丙氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含 L-脯氨酸 14μg、丙氨酸 13μg 的混合溶液，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 0.1mol/L 盐酸 10ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）15 分钟，放冷，再称定重量，用 0.1mol/L 盐酸补足减失的重量，摇匀。精密量取 4ml，置 10ml 西林瓶中，加盐酸 2ml，150℃水解 1 小时，放冷，移至蒸发皿中，用水 10ml 分次洗涤，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液使溶解并转移至 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，即得。

精密量取上述对照品溶液和供试品溶液各 10ml，分别置 25ml 量瓶中，各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯（PITC）的乙腈溶液 5ml，1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 3ml，摇匀，室温放置 1 小时后，加 50%乙腈至刻度，摇匀。取 10ml，加正己烷 10ml，振摇，放置 10 分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取衍生化后的对照品溶液与供试品溶液各 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含 L-脯氨酸（C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>）和丙氨酸（C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub>）的总量应为 1.8mg~8.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 45g

**【贮藏】** 密封。