

# 河北省药品监督管理局 中药配方颗粒质量标准

HB YBZ-PFKLS-2023025

## 夏天无配方颗粒

Xiatianwu Peifangkeli

【来源】 本品为罂粟科植物伏生紫堇 *Coydalis decumbens* (Thunb.) Pers. 的干燥块茎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】 取夏天无饮片 3900g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~23%），加辅料适量，干燥，再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加三氯甲烷-甲醇-浓氨试液（5：1：0.1）混合溶液 40ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取原阿片碱对照品，加三氯甲烷制成每 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 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-二乙胺（16：3：1）为展开剂，预饱和 15 分钟，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。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（用三乙胺调 pH 值至 6.0）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 280nm。理论板数按盐酸巴马汀峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	18	82
10~15	18→25	82→75
15~23	25→27	75→73
23~24	27→50	73→50
24~35	50→60	50→40
35~45	60	40

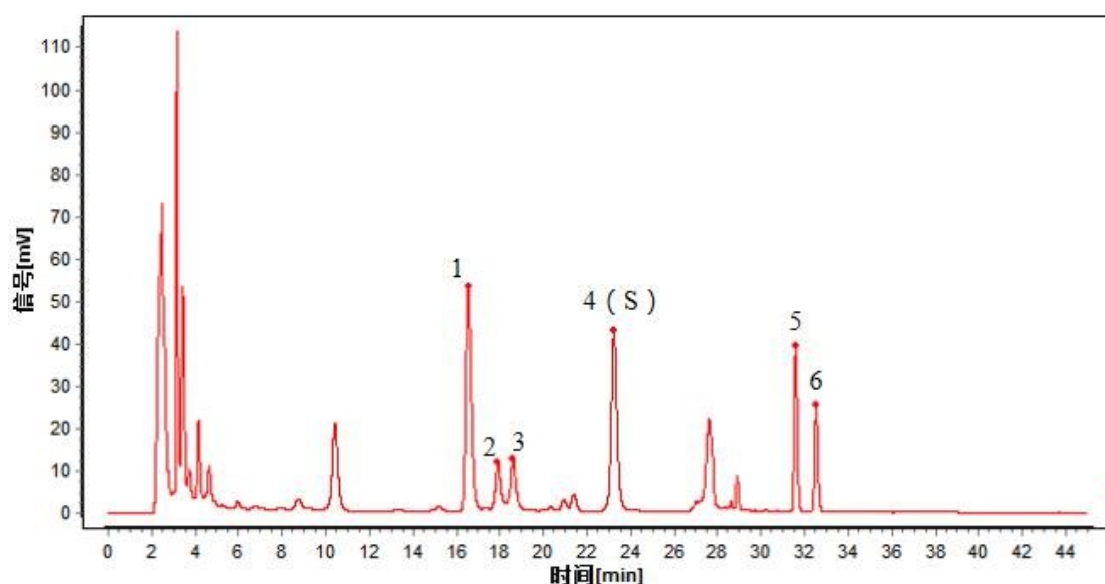
参照物溶液的制备 取夏天无对照药材 2g，照供试品溶液的制备方法同法制成对照

药材参照物溶液。另取原阿片碱对照品、盐酸巴马汀对照品、延胡索乙素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含原阿片碱 40 $\mu$ g、盐酸巴马汀 20 $\mu$ g 和延胡索乙素 100 $\mu$ 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。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ l，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，其中峰 1、峰 4 和峰 6 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。以盐酸巴马汀参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm$ 8%范围之内。规定值为：0.77（峰 2），0.80（峰 3），1.35（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：原阿片碱；峰 4（S）：盐酸巴马汀；峰 6：延胡索乙素

参考色谱柱：Agilent ZORBAX Eclipse XDB C<sub>18</sub>，250mm $\times$ 4.6mm，5 $\mu$ 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】** 照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法（中国药典 2020 年版通则 2201）测定，用乙醇作溶剂，不得少于 21.4%。

**【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-三乙胺醋酸溶液（取三乙胺 8ml，冰醋酸 30ml，加水稀释至 1000ml）（18：82）为流动相；原阿片碱检测波长为 289nm，盐酸巴马汀检测波长为 345nm。理论板数按原阿片碱和盐酸巴马汀峰计算均应不低于 3000。

**对照品溶液的制备** 取原阿片碱对照品约 10mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 1% 盐酸溶液 5ml 使溶解，再加甲醇至刻度，摇匀。另取盐酸巴马汀对照品约 10mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。精密量取上述两种溶液各 5ml，置同一 25ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得（每 1ml 含原阿片碱 40μg、盐酸巴马汀 20μg）。

**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，精密加入甲醇 50ml，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含原阿片碱( $C_{20}H_{19}NO_5$ )应为 3.0mg~8.9mg，盐酸巴马汀( $C_{21}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )应为 0.2mg~2.4mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.9g

**【贮藏】** 密封。