

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240041

夏天无配方颗粒

XiatianwuPeifangkeli

【来源】本品为罂粟科植物伏生紫堇 *Corydalisdecumbens*(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3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为15.0%-28.0%），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】本品为黄色至黄棕色的颗粒；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30ml，超声处理20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。另取夏天无对照药材1g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷-甲醇-浓氨试液（5：1：0.1）混合溶液30ml，同法制成对照药材溶液。再取原阿片碱对照品，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，吸取上述供试品溶液与对照药材溶液各8μl、对照品溶液4μl，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250mm，内径为4.6mm，粒径为5μm）；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；流速为每分钟1.0ml；柱温为35℃；检测波长为220nm。理论板数按原阿片碱峰计算应不低于3000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～25	5→20	95→80
25～40	20→30	80→70
40～55	30→50	70→50

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240041

55 ~ 75

50→55

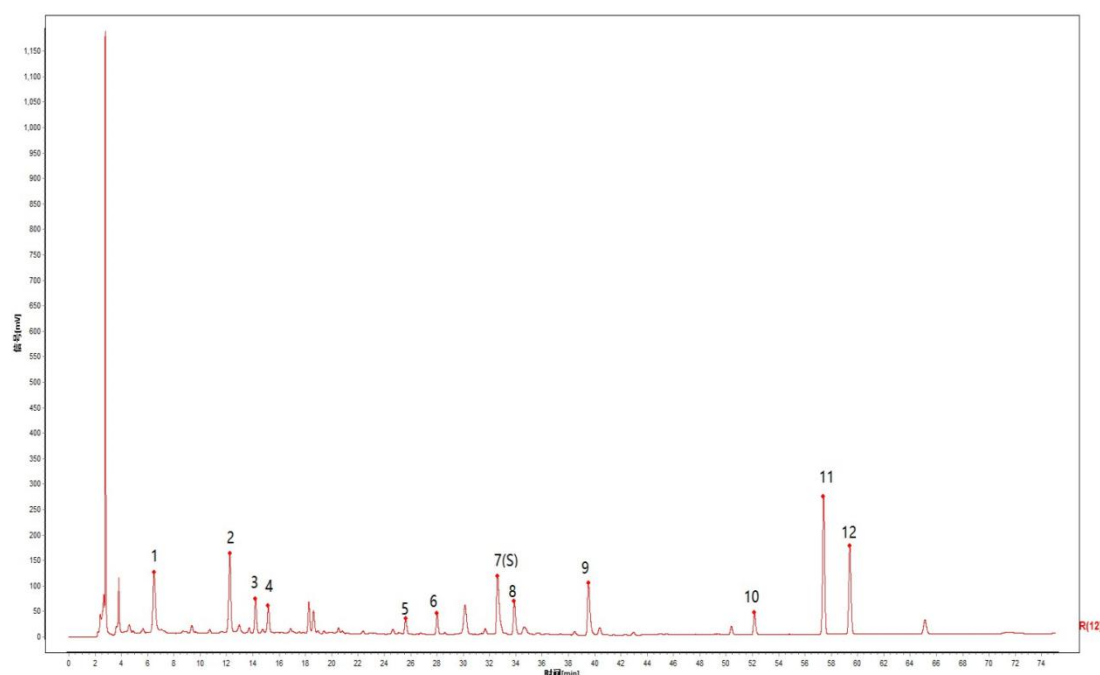
50→45

参照物溶液的制备 取夏天无对照药材1g，置具塞锥形瓶中，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇10ml，超声处理（功率600W，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。另取原阿片碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含50μg的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品0.5g，研细，置具塞锥形瓶中，加入甲醇25ml，超声处理（功率600W，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10μl，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7应与对照品参照物峰的保留时间相对应。与原阿片碱参照物峰相对应的峰为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±10%范围之内。规定值为：0.20（峰1）、0.38（峰2）、0.44（峰3）、0.47（峰4）、0.79（峰5）、0.86（峰6）、1.04（峰8）、1.21（峰9）、1.60（峰10）、1.76（峰11）、1.82（峰12）。



对照特征图谱

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20240041

峰7(S): 原阿片碱; 峰8: 别隐品碱; 峰9: 盐酸巴马汀; 峰10: 四氢药根碱; 峰11:

荷苞牡丹碱; 峰12: 延胡索乙素

色谱柱: Diamosil C18(2), 250mm×4.6mm, 5μm

【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30.0%。

【含量测定】照高效液相色谱法(中国药典2020年版通则0512)测定。

色谱条件及系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为150mm, 内径为4.6mm, 粒径为5μm); 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; 流速为每分钟1.0ml; 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0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率600W, 频率40kHz)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4.30mg-8.00mg, 每1g含盐酸巴马汀应为($C_{21}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)应为1.30mg-3.10mg。

【规格】每1g配方颗粒相当于饮片3.5g。

【贮藏】密封。