

附件 5: 莲子心配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

莲子心配方颗粒

Lianzixin Peifangkeli

【来源】 本品为睡莲科植物莲 *Nelumbo nucifera* Gaertn. 的成熟种子中的干燥幼叶及胚根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】 取莲子心饮片 3100g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏 (干浸膏出膏率为 16.5%~32%), 加辅料适量, 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】 本品为浅黄色至黄色的颗粒; 气微, 味苦。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加甲醇 30ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取莲子心对照药材 1g, 加甲醇 30ml, 同法制成对照药材溶液。再取莲心碱高氯酸盐对照品, 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 (通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液 10 μ l、对照药材溶液 5 μ l、对照品溶液 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-二乙胺 (5 : 4 : 1) 为展开剂, 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 150mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.6 μ m); 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 0.3ml; 柱温为 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 282nm。理论板数按甲基莲心碱峰计算应不低于 3000。

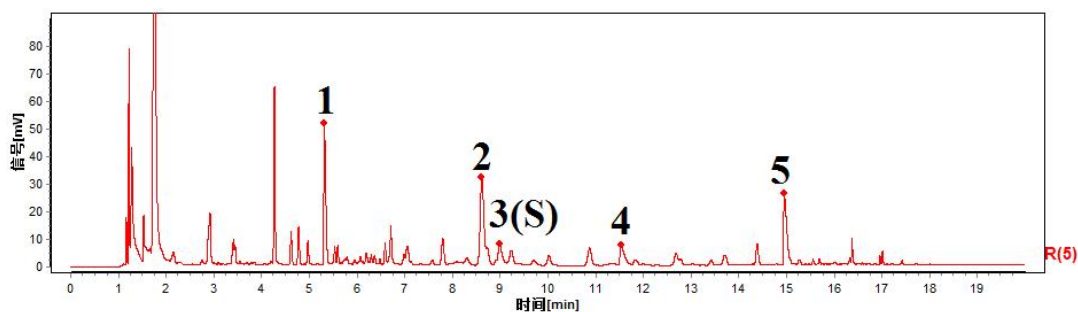
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0 ~ 1	3→10	97→90
1 ~ 3	10→12	90→88
3 ~ 4	12→16	88→84
4 ~ 6	16→14	84→86
6 ~ 10	14→15	86→85
10 ~ 13	15→20	85→80
13 ~ 17	20→40	80→60
17 ~ 20	40	60

参照物溶液的制备 取莲子心对照药材 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加入水 25ml, 加热煎煮 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取莲心季铵碱对照品、莲心碱高氯酸盐对照品、异莲心碱对照品、甲基莲心碱对照品适量, 分别加甲醇制成每 1ml 含莲心季铵碱 100 μ g、莲心碱 20 μ g、异莲心碱 120 μ g、甲基莲心碱 100 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 0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 20ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 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, 应与对照药材参照物色谱峰中 5 个特征峰的保留时间相对应。其中峰 1、峰 3、峰 4、峰 5 应分别与莲心季铵碱对照品、莲心碱高氯酸盐对照品、异莲心碱对照品、甲基莲心碱对照品参照物峰的保留时间相对应。与莲心碱参照物相应的峰为 S 峰, 计算峰 2 与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围内, 规定值为: 0.96 (峰 2)。



对照特征图谱

峰 1: 莲心季铵碱 峰 3 (S): 莲心碱 峰 4: 异莲心碱 峰 5: 甲基莲心碱

色谱柱: CORTECS T3 2.1×150mm, 1.6μm

【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 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 1.8μm);以乙腈-0.015mol/L 十二烷基磺酸钠-冰醋酸(56:43:1)为流动相;检测波长为 282nm。理论板数按莲心碱峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备取莲心碱高氯酸盐对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含莲心碱 50μg 的溶液,摇匀,即得(莲心碱重量=莲心碱高氯酸盐重量 / 1.3587)。

供试品溶液的制备取本品适量,研细,取约 0.5g,精密称定,精密加入甲醇 25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 40kHz)45 分钟,取出,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 2μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

以莲心碱含量对应峰面积为对照,以相对校正因子分别计算异莲心碱、甲基莲心碱的含量,用待测成分的色谱峰与莲心碱色谱峰的相对保留时间确定。异莲心碱、甲基莲心碱的峰位,其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内(若相对保留时间超过 10%,则应以相应的被替代的对照品确证为准),即得。相对保留时间及相对校正因子见下表。

待测成分	相对保留时间	相对校正因子
莲心碱	1.00	1.00
异莲心碱	1.10	1.06
甲基莲心碱	1.27	1.05

本品每 1g 含莲心碱($C_{37}H_{42}N_2O_6$)、异莲心碱($C_{37}H_{42}N_2O_6$)、甲基莲心碱($C_{38}H_{44}N_2O_6$) 总量应为 10.0mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.1g。

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿