

【一】品种说明

【来源】本品为蔷薇科植物西伯利亚杏 *Prunus sibirica* L. 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。

【制法】取苦杏仁饮片 6000 g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成膏膏 (干浸膏出膏率为 9% ~ 16%), 加辅料适量, 干燥 (或干燥, 粉碎), 再加辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000 g, 即得。

【性状】本品为类白色至浅黄色颗粒; 气微, 味微苦。

【二】特征图谱

1、样品制备

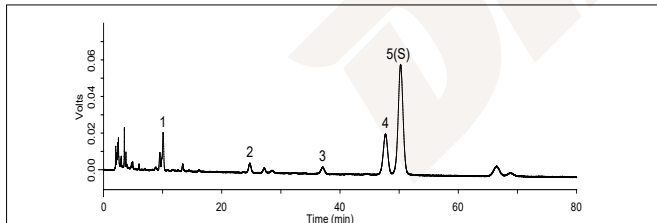
制备方法	参照物溶液 取苦杏仁对照药材 0.5 g, 加入 50 mL 沸水中, 煎煮 30 分钟, 放冷, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。取苦杏仁苷对照品适量, 精密称定, 加 50% 甲醇制成每 1 mL 含 50 μ g 的溶液, 作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量, 研细, 取约 0.2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 25 mL, 称定重量, 超声处理 30 分钟, 取出, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 离心 (转速为每分钟 4000 转以上) 10 分钟, 精密量取上清液 2 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® C18(2), 4.6 mm x 250 mm, 5 μ m (Cat# 99603)
流动相	乙腈: 0.1% 磷酸溶液 = 6 : 94
流速	1 mL/min
进样量	10 μ L
柱温	25 $^{\circ}$ C
检测波长	207 nm
仪器	岛津 LC-20A

3、实验图谱

对照药材图谱

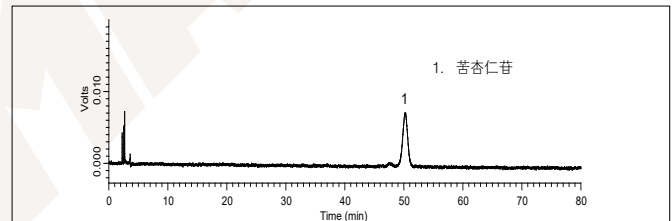


峰 4: L- 苦杏仁苷; 峰 5(S): 苦杏仁苷
色谱柱: Diamonsil® C18(2), 4.6 mm x 250 mm, 5 μ m

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	10.077	296226	10884	—
2	24.751	153622	16985	25.61
3	37.047	157958	16479	12.84
4	47.696	1146352	18624	8.34
5	50.227	3392412	17745	1.74

* 理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于 7000。

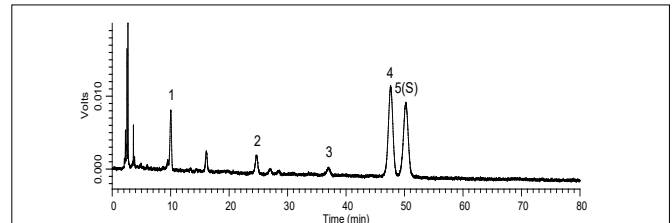
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	50.223	434534	15585	—

* 理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于 7000。

供试品图谱



峰 4: L- 苦杏仁苷; 峰 5(S): 苦杏仁苷
色谱柱: Diamonsil® C18(2), 4.6 mm x 250 mm, 5 μ m

峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值	规定值 \pm 10% 的范围	峰面积 (μ V*s)	相对峰面积	理论塔板数 *	分离度
1	10.001	—	—	—	130724	0.24	7177	—
2	24.694	0.49	0.50	0.45~0.55	77560	—	13648	22.30
3	36.966	0.74	0.71	0.64~0.78	42883	—	30727	14.53
4	47.609	0.95	0.95	0.86~1.04	661059	1.19	17432	9.31
5	50.227	—	1.00	—	555561	1.00	18600	1.79

* 理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于 7000。

注: 标准规定, 峰 1、峰 4 与 S 峰 (苦杏仁苷峰) 的相对峰面积应在规定范围内, 规定范围为: 峰 1 不得低于 0.080, 峰 4 为 0.40 ~ 1.50。

4、实验结果

使用色谱柱 Diamonsil® C18(2), 4.6 mm x 250 mm, 5 μ m (Cat# 99603) 检测苦杏仁配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 5 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应; 计算峰 2、峰 3、峰 4 与 S 峰 (苦杏仁苷峰) 的相对保留时间分别为 0.49 (峰 2)、0.74 (峰 3)、0.95 (峰 4), 在规定值的 \pm 10% 范围之内; 计算峰 1、峰 4 与苦杏仁苷峰的相对峰面积分别为 0.24 (峰 1)、1.19 (峰 4), 在规定范围内, 符合方法要求。

【三】含量测定

1、样品制备

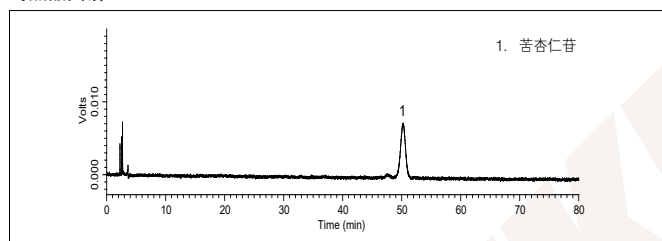
制备方法 **对照品溶液** 取苦杏仁苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1 mL含50 μg的溶液,即得。
供试品溶液 取本品适量,研细,取约0.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入50%甲醇25 mL,称定重量,超声处理30分钟,取出,放冷,再称定重量,用50%甲醇补足减失的重量,摇匀,离心(转速为每分钟4000转以上)10分钟,精密量取上清液2 mL,置25 mL量瓶中,加50%甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® C18(2), 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99603)
流动相	乙腈:0.1%磷酸溶液 = 6:94
流速	1 mL/min
进样量	10 μL
柱温	25 °C
检测波长	207 nm
仪器	岛津 LC-20A

3、实验图谱

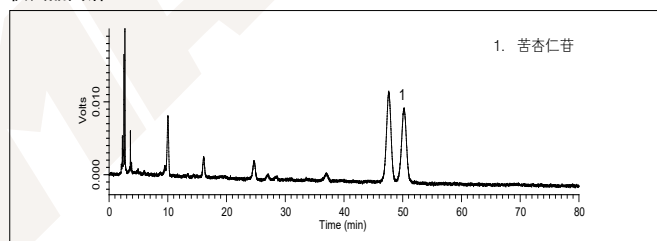
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	50.223	434534	15585	—

* 理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于7000。

供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	50.227	555561	18600	—

* 理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于7000。

4、实验结果

经测定本品每1 g含苦杏仁苷(C₂₀H₂₇NO₁₁)为99.9 mg,在方法规定的范围(60.0 mg~120.0 mg)内。