

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2024012

砂仁（阳春砂）配方颗粒

Sharen (Yangchunsha) Peifangkeli

【来源】 本品为姜科植物阳春砂 *Amomum villosum* Lour. 的干燥成熟果实经炮制并按饮片标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取砂仁（阳春砂）饮片 4500g，加水煎煮，同时收集挥发油适量（以 β -环糊精包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~18%），加入挥发油包合物，干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为红棕色至棕色的颗粒；气芳香，味微辛凉、微苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，加水 30ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 3 次，每次 20 ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取砂仁（阳春砂）对照药材 1g，加水 30ml，加热回流 45 分钟，滤过，同法制成对照药材溶液。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 10 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以乙酸乙酯-甲醇-水（8：4：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 3%三氯化铝溶液，热风吹干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【特征图谱】（1） 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 1.6 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 0.35ml；柱温为 30℃；检测波长为 260nm。理论板数按香草酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~13	2→7	98→93

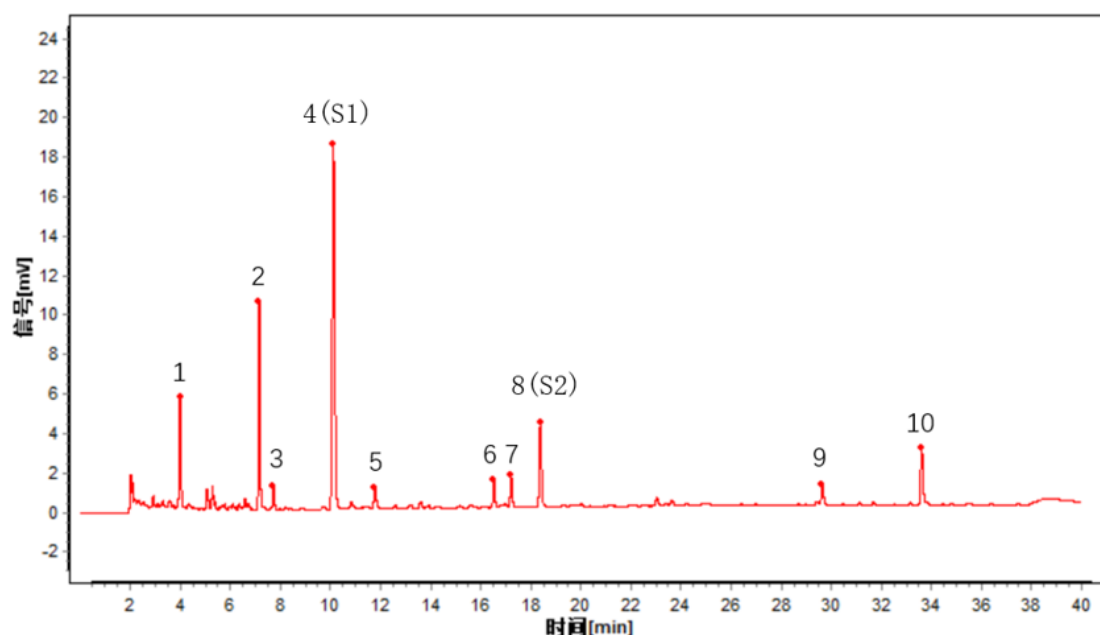
13~36	7→18	93→82
36~40	18	82

参照物溶液的制备 取砂仁（阳春砂）对照药材 2.5g，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 20ml，超声处理（功率 250W，频率 40KHz）45 分钟，摇匀，滤过，滤液作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕香草酸、表儿茶素项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取槲皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 12 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕香草酸、表儿茶素项。

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 10 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 4、峰 8、峰 10 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与香草酸对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2、峰 3、峰 5 的相对保留时间，与表儿茶素对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 6、峰 7、峰 9 的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm$ 10%范围之内，规定值为：0.39（峰 1）、0.70（峰 2）、0.76（峰 3）、1.16（峰 5）、0.90（峰 6）、0.94（峰 7）、1.61（峰 9）。计算峰 4 与峰 10 的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：不得小于 4.4。



对照特征图谱

峰 1：原儿茶酸；峰 4（S1）：香草酸；峰 5：儿茶素；峰 7：原花青素 B2；

峰 8（S2）：表儿茶素；峰 9：异槲皮苷；峰 10：槲皮苷

色谱柱：CORTECS T3，2.1mm×100mm，1.6μm

（2） 照气相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0521）测定。

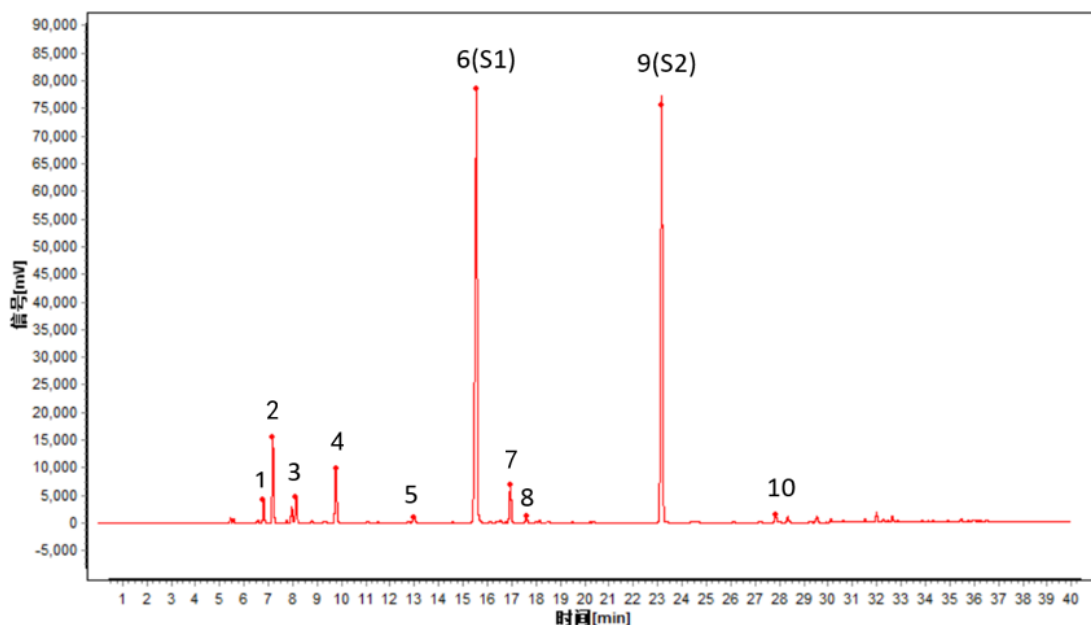
色谱条件与系统适用性试验 DB-1 毛细管柱（100%二甲基聚硅氧烷为固定相）（柱长为 30m，内径为 0.25mm，膜厚度为 0.25μm）；程序升温：初始温度 90℃，以每分钟 0.2℃的速率升温至 93℃，以每分钟 15℃的速率升温至 112℃，以每分钟 2℃的速率升温至 118℃，再以每分钟 4℃的速率升温至 160℃，最后以每分钟 10℃的速率升温至 230℃；进样口温度为 230℃；检测器（FID）温度为 250℃；分流比为 10：1。理论板数按乙酸龙脑酯峰计算应不低于 10000。

参照物溶液的制备 取〔含量测定〕乙酸龙脑酯项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取 α-蒎烯对照品、莰烯对照品、樟脑对照品、天然冰片（右旋龙脑）对照品适量，精密称定，加正己烷制成每 1ml 含 α-蒎烯 60μg、莰烯 40μg、樟脑 150μg、天然冰片（右旋龙脑）100μg 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〕乙酸龙脑酯项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1μl，注入气相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰，其中峰 1、峰 2、峰 6、峰 7、峰 9 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与樟脑对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 3、峰 4、峰 5、峰 8 与 S1 峰的相对保留时间，与乙酸龙脑酯对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 10 与 S2 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：0.52（峰 3）、0.63（峰 4）、0.83（峰 5）、1.13（峰 8）、1.20（峰 10）。



对照特征图谱

峰 1: α -蒎烯; 峰 2: 苈烯; 峰 3: β -月桂烯; 峰 4: D-柠檬烯;

峰 6(S1): 樟脑; 峰 7: 天然冰片 (右旋龙脑); 峰 9(S2): 乙酸龙脑酯

色谱柱: DB-1, 0.25mm×30m, 0.25 μ 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】 取本品研细，取约 2g，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 10.0%。

【含量测定】 挥发油 照挥发油测定法（中国药典 2020 年版通则 2204 甲法）测定。本品含挥发油应为 0.9%~2.5%（ml/g）。

香草酸、表儿茶素 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 1.6 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 30℃；检测波长为 260nm。理论板数按香草酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	7→15	93→85
5~6	15→30	85→70
6~9	30	70

对照品溶液的制备 取香草酸对照品、表儿茶素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含香草酸 12μg、表儿茶素 40μg 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，精密加入 70%甲醇 25ml，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 70%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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含香草酸（C₈H₈O₄）应为 0.60mg~2.4mg，含表儿茶素（C₁₅H₁₄O₆）应为 0.80mg~2.9mg。

乙酸龙脑酯 照气相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0521）测定。

色谱条件与系统适用性试验 DB-1 毛细管柱（100%二甲基聚硅氧烷为固定相）（柱长为 30m，内径为 0.25mm，膜厚度为 0.25μm）；程序升温：初始温度 100℃，保持 20 分钟，以每分钟 20℃的速率升温至 230℃；进样口温度为 230℃；检测器（FID）温度为 250℃；分流比为 10：1。理论板数按乙酸龙脑酯峰计算应不低于 10000。

对照品溶液的制备 取乙酸龙脑酯对照品适量，精密称定，加正己烷制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品约 50g，精密称定，置圆底烧瓶中，加水 300ml，照挥发油测定法（中国药典 2020 年版通则 2204 甲法），自测定器上端加水使充满刻度部分，并溢流入烧瓶时为止，再加正己烷 5ml，连接回流冷凝管，加热并保持微沸 3 小时，放冷，静置使分层，分取正己烷液，置 10ml 量瓶中，测定管再用正己烷分次洗涤，洗液并入同一量瓶中，加正己烷稀释至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 20ml 量瓶中，加正己烷至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1μl，注入气相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含乙酸龙脑酯（C₁₂H₂₀O₂）应为 3.8mg~11.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处。