

附件 5：海金沙配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

海金沙配方颗粒

Haijinsha Peifangkeli

【来源】 本品为海金沙科植物海金沙 *Lygodium japonicum* (Thunb.) Sw. 的干燥成熟孢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】 取海金沙饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 3%~6%），加入辅料适量，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】 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品 0.3g，研细，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取海金沙对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 25ml，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 1~2 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲醇-冰醋酸-水（4：1：5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，晾干，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。

【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）。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

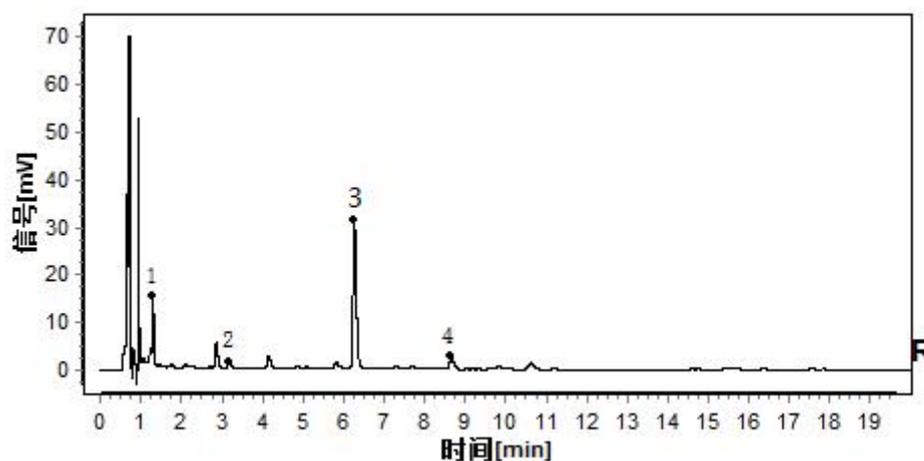
色谱条件与系统适用性试验 检测波长为 220nm；其余同[含量测定]项。

参照物溶液的制备 取海金沙对照药材约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10%甲醇 50ml，称定重量，加热回流 3 小时，取出，放冷，再称定重量，用 10%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取咖啡酸对照品、对香豆酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 80 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 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 50ml，称定重量，加热回流 30 分钟，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 4 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应; 其中峰 3、峰 4 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相一致。



峰 3: 咖啡酸; 峰 4: 对香豆酸

海金沙配方颗粒对照特征图谱

色谱柱: -Triart C18, 2.1mm \times 100mm, 1.9 μ m

【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 1.7 μ m~1.9 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 0.40ml; 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 检测波长为 323nm。理论板数按咖啡酸峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	7 \rightarrow 15	93 \rightarrow 85
5~20	15 \rightarrow 30	85 \rightarrow 70

对照品溶液的制备 取咖啡酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 26 μ g 的溶液, 即得。

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 70%甲醇 50ml，称定重量，加热回流 30 分钟，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含咖啡酸（ $C_9H_8O_4$ ）应为 0.6mg~4.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.0 g

【贮藏】 密封。

标准制定草案公示稿