

## 海藻（羊栖菜）配方颗粒

## Haizao (Yangqicai) Peifangkeli

【来源】本品为马尾藻科植物羊栖菜 *Sargassum fusiforme* (Harv.) Setch. 的干燥藻体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】取海藻（羊栖菜）饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 17.4%~33.3%），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】本品为棕色至棕褐色的颗粒；气腥，味咸。

【鉴别】取本品 3g，研细，加乙酸乙酯 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取海藻（羊栖菜）对照药材 10g，加水 100ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙酸乙酯 30ml”起，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，吸取供试品溶液 20 $\mu$ l、对照药材溶液 15 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（10：1：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。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。

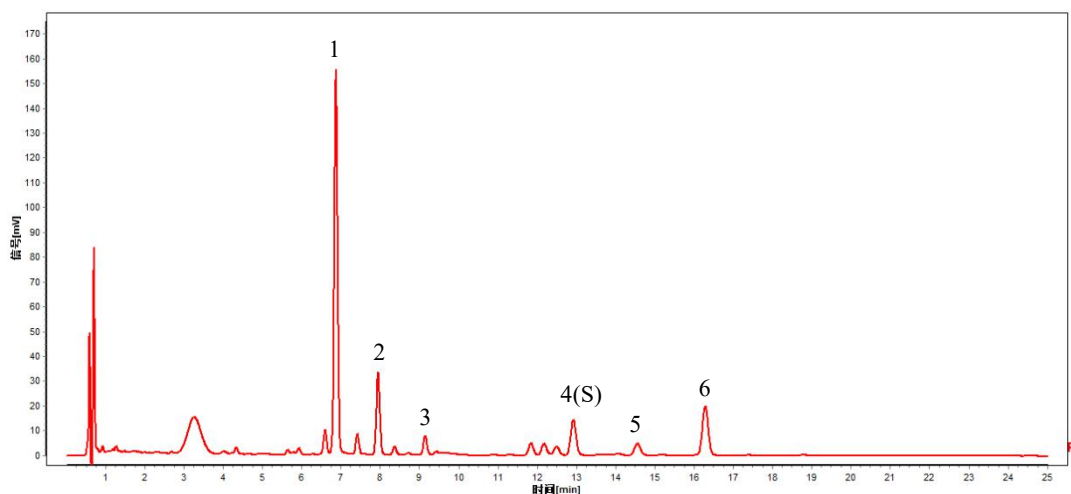
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取海藻（羊栖菜）对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，离心（转速为每分钟 4000 转）10 分钟，取上清液 1ml，置西林瓶中，加 2mol/L 三氟乙酸溶液 1ml，密封，置 110℃水解 4 小时，放冷，加 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5~6，转移至 10ml 量瓶中，用少量水分次洗涤容器和残渣，洗液并入同一量瓶中，加水至刻度，摇匀，离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟。取上清液 200 $\mu$ l，按〔含量测定〕项下对照品溶液的制备方法，自“加 0.5mol/L 的 PMP 甲醇溶液”起同法操作，取上清液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应，其中峰 4 应与 D-半乳糖对照品参照物峰保留时间相对应。与 D-半乳糖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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.53（峰 1）、0.62（峰 2）、0.71（峰 3）、1.13（峰 5）、1.26（峰 6）。



对照特征图谱

峰 4 (S) : D-半乳糖衍生物 峰 5: D- (+) -木糖衍生物

【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】取本品适量，研细，取约 3g，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 8.0%。

【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；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸和 5mmol/L 醋酸铵溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 246nm。理论板数按 D-半乳糖峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~9	15→18.5	85→81.5
9~13	18.5	81.5
13~25	18.5→25	81.5→75

**对照品溶液的制备** 取D-半乳糖对照品适量，精密称定，加水制成每1ml含12μg的溶液。精密量取200μl，精密加入0.5mol/L的PMP（1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮）甲醇溶液与0.2mol/L的氢氧化钠溶液各160μl，混匀，70℃水浴反应30分钟，放冷，再精密加入0.2mol/L的盐酸溶液160μl，混匀，用三氯甲烷洗涤3次，每次1ml，弃去三氯甲烷液，水层离心后，取上清液，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，精密加入水25ml，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，离心（转速为每分钟4000转）10分钟。精密量取上清液1ml，

置西林瓶中，加2mol/L三氟乙酸溶液1ml，密封，110℃水解4个小时，放冷，加2mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至5~6，转移至10ml量瓶中，用少量水分次洗涤容器和残渣，洗液并入同一量瓶中，加水至刻度，摇匀，离心（转速为每分钟12000转）5分钟。精密量取上清液200μl，按对照品溶液的制备方法，自“精密加入0.5mol/L的PMP甲醇溶液”起，同法操作，取上清液，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。

本品每 1g 含 D-半乳糖（ $C_6H_{12}O_6$ ）应为 5.8mg~35.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g。

**【贮藏】** 密封。

## 红景天配方颗粒

### Hongjingtian Peifangkeli

【来源】本品为景天科植物大花红景天 *Rhodiola crenulata* (Hook. f. et Thoms.) H. Ohba 的干燥根和根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】取红景天饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 20.0%~33.3%），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】本品为浅黄棕色至红棕色的颗粒；气芳香，味微苦涩、后甜。

【鉴别】取本品 0.4g，研细，加甲醇 10ml，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。另取红景天对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 10ml”起，同法制成对照药材溶液。再取红景天苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 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，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 3 $\mu$ l，对照品溶液 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-丙酮-水(6:3:1:1)的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置碘蒸气中熏。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；以乙腈为流动相 A，以 0.3%乙酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 275nm。理论板数按红景天苷峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	7→11	93→89
10~13	11→13	89→87
13~38	13→36	87→64

参照物溶液的制备 取红景天对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入甲醇 10ml，超声处理（功率 250W，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〔含量测定〕项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。