

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

卷柏（垫状卷柏）配方颗粒

Juanbai(Dianzhuangjuanbai) Peifangkeli

【来源】 本品为卷柏科植物垫状卷柏*Selaginella pulvinata*(Hook.et Grev.)Maxim.的干燥全草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】 取卷柏（垫状卷柏）饮片6500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为7.8%~15.0%），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】 本品为灰棕色至棕色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品适量，研细，取0.7g，加水30ml使溶解，滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取卷柏（垫状卷柏）对照药材2g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液同法制成对照药材溶液。再取穗花杉双黄酮对照品，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（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲酸（4：5：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铝乙醇溶液，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。

【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1.7μm）；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℃；检测波长为270nm。理论板数按穗花杉双黄酮峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~5	6	94
5~20	6→10	94→90
20~30	10→15	90→85
30~35	15→20	85→80
35~45	20→23	80→77
45~55	23→35	77→65
55~60	35	65
60~75	35→90	65→10

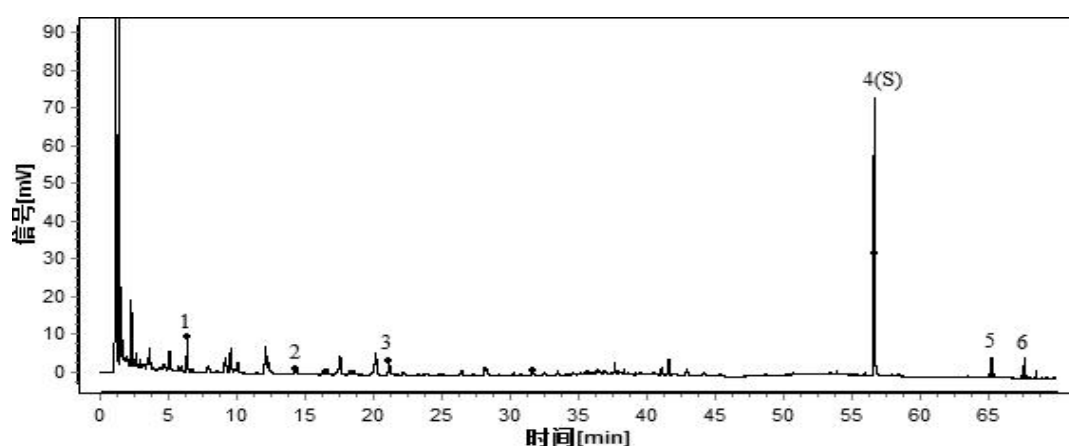
参照物溶液的制备 取卷柏（垫状卷柏）对照药材2g，加甲醇50ml，加热回流3小时，

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]项下的对照品溶液，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0.2g，加甲醇25ml，加热回流60分钟，放冷，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应与对照品参照物峰保留时间相对应。与穗花杉双黄酮参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1~峰3、峰5、峰6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：0.12（峰1）、0.27（峰2）、0.40（峰3）、1.15（峰5）、1.19（峰6）。



对照特征图谱

峰4（S）：穗花杉双黄酮；峰5：扁柏双黄酮
参考色谱柱：BEH C18，2.1mm \times 150mm，1.7 μ m

【检查】 溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法（中国药典2020年版通则0104）检查，加热水200ml，搅拌5分钟（必要时加热煮沸5分钟），立即观察，应全部溶化或轻微浑浊，不得有焦屑。

其他 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15.0%。

【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-0.05%甲酸溶液（37：63）为流动相；检测波长为330nm。理论板数按穗花杉双黄酮峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取穗花杉双黄酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含20 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%乙醇25ml，称定重量，加热回流30分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含穗花杉双黄酮（ $C_{30}H_{18}O_{10}$ ）应为0.5mg~4.5mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片6.5g。

【贮藏】 密封。