

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

绵马贯众配方颗粒

Mianmaguanzhong Peifangkeli

【来源】 本品为鳞毛蕨科植物粗茎鳞毛蕨*Dryopteris crassirhizoma* Nakai的干燥根茎和叶柄残基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】 取绵马贯众饮片5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为10%~20%），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】 本品为浅棕红色至红棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取1g，加热水20ml使溶解，放冷，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，浓缩至1ml，作为供试品溶液。另取绵马贯众对照药材3.5g，加水50ml，煎煮30分钟，放冷，滤过，用乙酸乙酯振摇提取2次，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8μl、对照药材溶液10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-甲酸（12：6：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以香草醛硫酸试液，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 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1.8μm）；以甲醇为流动相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300nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A(%)	流动相B(%)
0~5	7	93
5~20	7→10	93→90
20~30	10	90
30~60	10→45	90→55
60~80	45→60	55→40

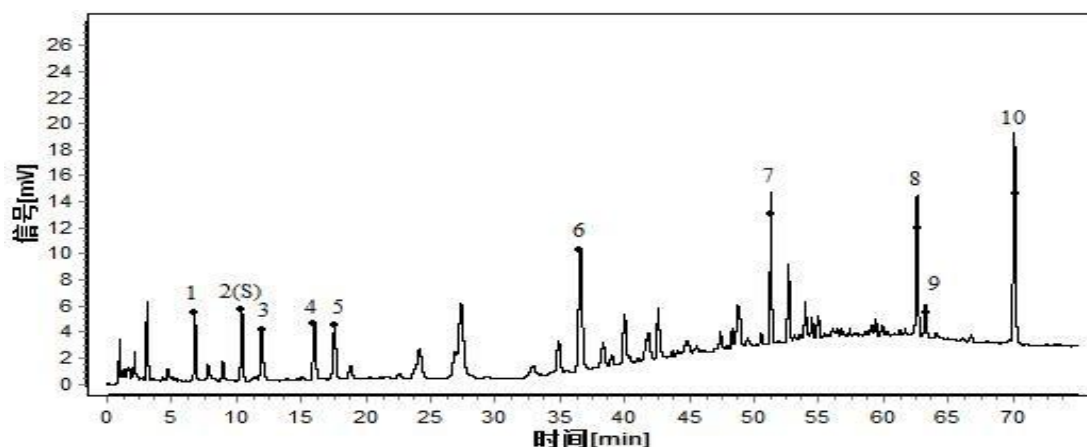
参照物溶液的制备 取绵马贯众对照药材1g，加水25ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加70%甲醇10ml，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取原儿茶酸对照品、原儿茶醛对照品适量，加甲醇制成每1ml各含30μg的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取0.5g，加70%甲醇25ml，超声处理（功率

300W，频率40kHz）30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1μl，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个特征峰保留时间相对应，其中峰1、峰2应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与原儿茶醛参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰3、峰4、峰5与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的±10%范围之内，规定值：1.14（峰3），1.54（峰4），1.68（峰5）。



对照特征图谱

峰1：原儿茶酸；峰2（S）：原儿茶醛；峰3：新绿原酸

参考色谱柱：HSS T3 C18，2.1mm×100mm，1.8μm

**【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25.0%。

**【含量测定】 对照品溶液的制备** 取槲皮素对照品适量，精密称定，加50%乙醇制成每1ml含0.13mg的溶液，即得。

**标准曲线的制备** 精密量取对照品溶液0.5ml、1.0ml、2.0ml、3.0ml、4.0ml、5.0ml，分别置25ml量瓶中，加10%三氯化铝溶液1ml，摇匀，静置5分钟，用50%乙醇稀释至刻度，摇匀。以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典2020年版通则0401），在282nm的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

**测定法** 取本品适量，研细，取约0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%乙醇25ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用50%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液1ml，置25ml量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加10%三氯化铝溶液1ml”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中槲皮素的浓度，计算，即得。

本品每1g含总黄酮以槲皮素（C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>7</sub>）计，应为35.0mg~85.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片5.0g。

**【贮藏】** 密封。