

宁夏回族自治区药品监督管理局

中药配方颗粒质量标准

NXPFKL20230138

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 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 17%-28%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为灰棕色至棕褐色颗粒；气腥，味微咸。

【鉴别】 取本品粉末 3g，加乙酸乙酯 30ml，超声处理 30min，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 2g，加水 50ml，煎煮 30min，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、对照药材溶液各 20 μ 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，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】 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。

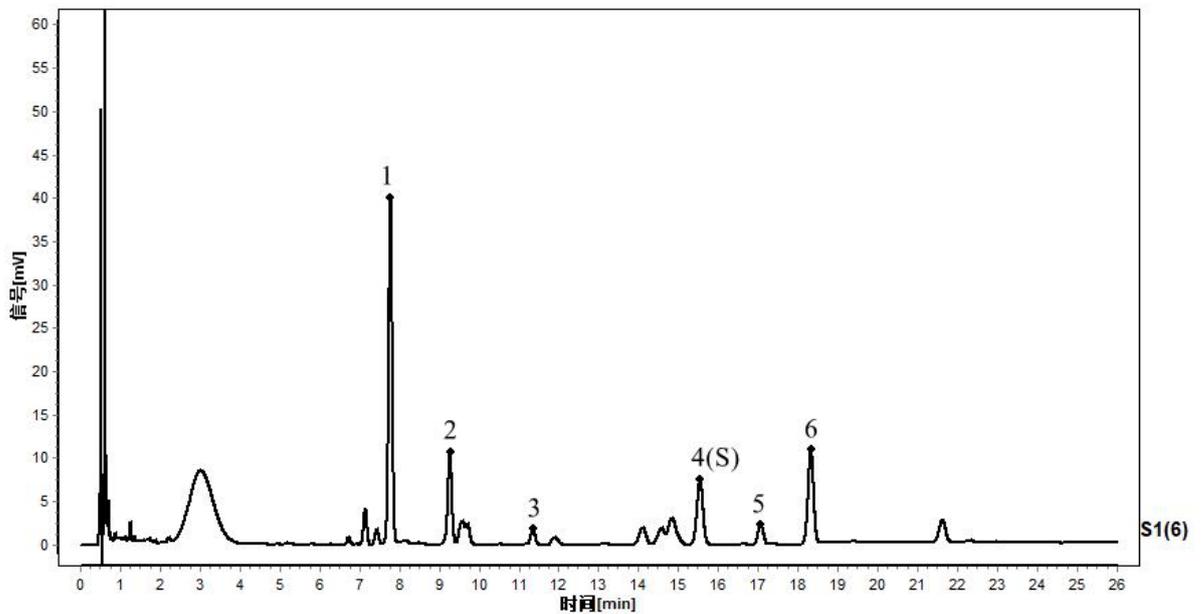
参照物溶液的制备 取海藻（羊栖菜）对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，离心（转速为每分钟 4000 转）10 分钟。取上清液 1ml，置西林瓶中，加 2mol/L 三氟乙酸溶液 1ml，密封，110℃水解 4 个小时，放冷，加 2mol/L 氢氧化钠溶液 880 μ l，转移至 10ml 量瓶中，用少量水分次洗涤容器和残渣，洗液并入同一量瓶中，加水至刻度，摇匀，离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟。取上清液 200 μ l，按〔含量测定〕项下对照品溶液的制备方法，自“加入 0.5mol/L 的 PMP 甲醇溶液”起同法操作，取上清液，作为对照

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 $2\mu\text{l}$ ，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，其中峰 4 应与 D-半乳糖对照品参照物峰保留时间相对应，峰 6 应与岩藻糖对照品参照物峰保留时间相对应。与 D-半乳糖参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 3、峰 5 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：0.50（峰 1）、0.60（峰 2）、0.73（峰 3）、1.10（峰 5）。



对照特征图谱

峰 4 (S): D-半乳糖 峰 5: D-(+)木糖 峰 6: 岩藻糖

色谱柱: BEH C18, $2.1\text{mm}\times 100\text{mm}$, $1.7\mu\text{m}$

【检查】 重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版四部通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过 $5\text{mg}/\text{kg}$ ；镉不得过 $4\text{mg}/\text{kg}$ ；汞不得过 $0.1\text{mg}/\text{kg}$ ；铜不得过 $20\text{mg}/\text{kg}$ 。

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】 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，用乙醇作溶剂，不得少于 13.0% 。

【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（柱长为 100mm ，内径为 2.1mm ，粒径为 $1.7\mu\text{m}$ ）；以乙腈为流动相 A，以 0.1% 甲酸和 $5\text{mmol}/\text{L}$ 醋酸铵溶液为流动

相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.5ml; 柱温为 25℃; 检测波长为 246nm。理论板数按 D-半乳糖峰计算应不低于 10000。

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、岩藻糖对照品适量, 精密称定, 加水制成每 1ml 各含 12 μg 的混合对照品溶液。精密量取混合对照品溶液 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 160 μl, 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 160 μl, 混匀。加入三氯甲烷 1ml, 漩涡混匀 10s 间隔 5s, 重复 3 次后, 静置, 弃去三氯甲烷层, 如此萃取 3 次, 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 250W, 频率 40kHz) 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 880μl, 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 2 μl, 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~14.0mg; 本品每 1g 含岩藻糖 ($C_6H_{12}O_5$) 应为 8.0mg~18.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g。

【贮藏】 密封。