

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.的干燥成熟孢子按标准汤剂主要质量指标制成的配方颗粒。

【制法】取海金沙饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干膏出膏率为 5%~8%），加入辅料适量，干燥，再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为棕色至棕褐色颗粒；气微，味淡。

【鉴别】取本品 0.5g，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，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 0.5 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，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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相 A，以 0.05%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 225nm。理论板数按咖啡酸峰计算应不低于 5000。

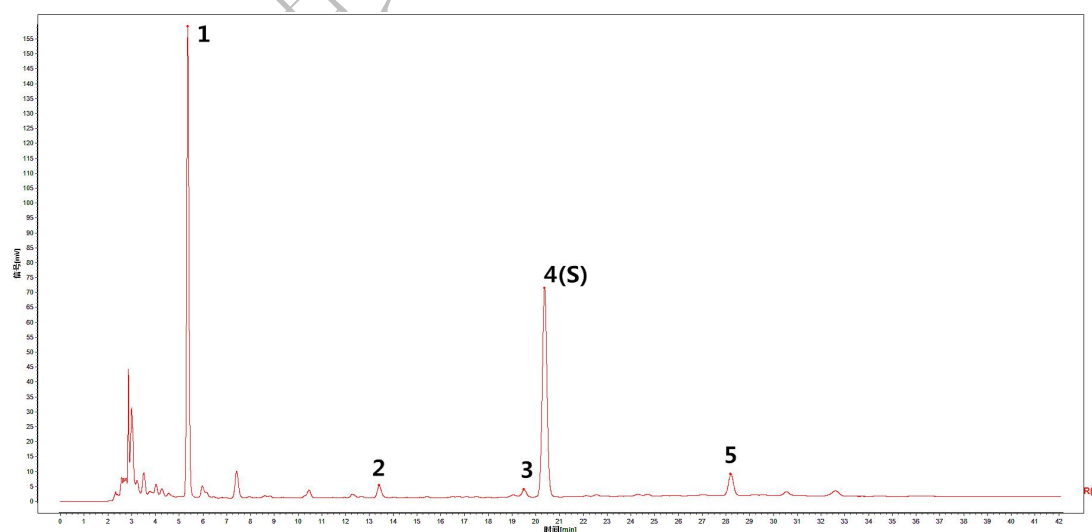
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	15→30	85→70
20~25	30→34	70→66
25~42	34	66

参照物溶液的制备 取海金沙对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，取上清液浓缩至近干，残渣加 70%甲醇 5ml 使溶解，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、4-香豆酸对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含咖啡酸 90 μ g、4-香豆酸 10 μ g 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 0.3g，研细，置具塞锥形瓶中，加入 70%甲醇 25ml，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）15 分钟，放冷，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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中峰 4 和峰 5 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应。与咖啡酸对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1~峰 3 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：0.28（峰 1）、0.67（峰 2）、0.95（峰 3）。



对照特征图谱

峰 2：原儿茶醛； 峰 4（S）：咖啡酸； 峰 5：4-香豆酸

【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】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 21.0%。

【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 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 0.4ml；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→15	93→85
5~20	15→30	85→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 3.0~11.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g。

【贮藏】 密封。