

侧柏炭配方颗粒

Cebaitan Peifangkeli

【来源】 本品为柏科植物侧柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的干燥枝梢和叶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】 取侧柏炭饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~20%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至黄褐色的颗粒；气香，味微苦涩。

【鉴别】 取本品 0.2g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取侧柏炭对照饮片 4g，同法制成对照饮片溶液。再取槲皮素对照品、杨梅素对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 0.3mg 的混合溶液，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。吸取上述三种溶液各 3 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上使成条状，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5：2：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%三氯化铝乙醇试液，在 105℃加热 3 分钟，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照饮片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 2 μ m）；以乙腈为流动相 A，0.05%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 254nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 8000。

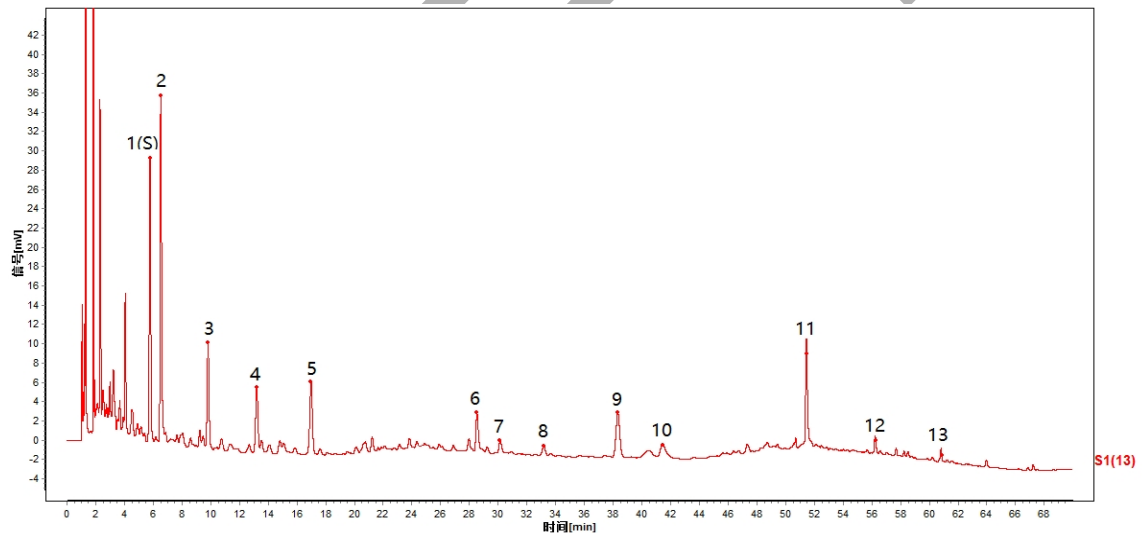
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B(%)
0~15	7→10	93→90
15~20	10→15	90→85
20~22	15→17	85→83
22~40	17	83
40~50	17→30	83→70
50~65	30→50	70→50
65~68	50	50

参照物溶液的制备 取侧柏炭对照饮片 5g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，煎煮 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 10ml，超声处理（功率 250W，频率 53kHz）30 分钟，取出，放冷，滤过，取续滤液，作为对照饮片参照物溶液。另取原儿茶酸、槲皮素、杨梅素、山柰素、穗花杉双黄酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 20 μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液制备 取本品适量，研细，取 0.2g，置具塞锥形瓶中，加甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 53kHz）30 分钟，取出，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 2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 13 个特征峰，并应与对照饮片参照物色谱中 13 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 10~13 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应，与原儿茶酸对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：1.13（峰 2）、1.70（峰 3）、2.29（峰 4）、2.94（峰 5）、4.94（峰 6）、5.22（峰 7）、5.74（峰 8）、6.64（峰 9）。计算 S 峰与峰 11 的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值范围之内，规定值为不得小于 1.0（峰 1）。



对照特征图谱

峰 1 (S)：原儿茶酸；峰 10：杨梅素；峰 11：槲皮素；峰 12：山柰素；峰 13：穗花杉双黄酮

色谱柱：Inertsil ODS-3, 2.1 mm×150mm, 2μm

【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 mg/kg；镉不得过 1 mg/kg；砷不得过 2 mg/kg；汞不得过 0.2 mg/kg；铜不得过 20 mg/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】 取本品，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 40.0%。

【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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈为流动相 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；流速为每分钟 1.0ml，柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B(%)
0~18	30→37	70→63
18~23	37→80	63→20

对照品溶液的制备 取槲皮素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 5 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，精密加入甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 53kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含槲皮素（C₁₅H₁₀O₇）应为 0.18 mg~0.80 mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。