

云南省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

YNPFKL-2023034

松针（马尾松）配方颗粒

Songzhen (Mawaisong) Peifangkeli

【来源】本品为松科植物马尾松 *Pinus massoniana* Lamb. 的干燥针叶的配方颗粒。

【生产用饮片的炮制】 应按照《湖北省中药材质量标准》2018 年版“松针”项下规定的方法炮制。

【制法】 取松针（马尾松）饮片 8000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6%~12%），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】 本品为红棕色至棕褐色的颗粒；气微香，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加甲醇 15ml、盐酸 1ml 摇匀，加热回流 30 分钟，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取槲皮素对照品，加乙醇制成每 1ml 含 0.25mg 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，吸取上述两种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5：4：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%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 100mm，内

径为 2.1mm，粒度为 1.8 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 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 210nm。理论板数按儿茶素峰计算应不低于 8000。

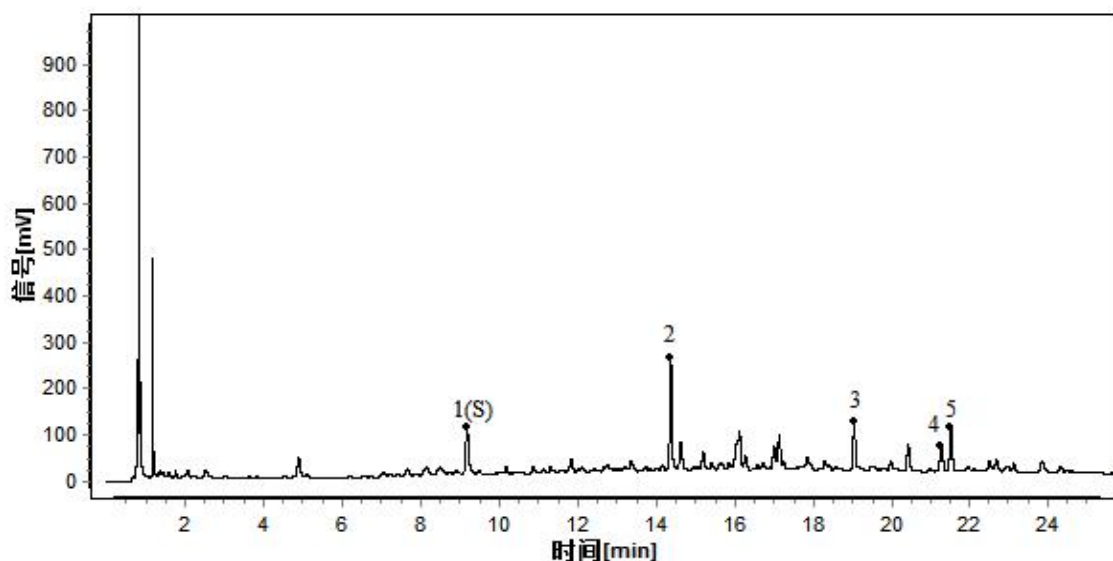
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	3→25	97→75
20~28	25→38	75→62
28~32	38→90	62→10
32~34	90→3	10→97

参照物溶液的制备 取松针（马尾松）对照药材2g，加水60ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加70%甲醇25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取儿茶素对照品适量，加甲醇制成每1ml含50 μ g的溶液，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，置具塞锥形瓶中，加70%甲醇25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30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1 μ l和供试品溶液2 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1应与对照品参照物峰保留时间相对应。以与儿茶素参照物相对应的峰为S峰，计算各特征峰与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：1.56（峰2）、2.07（峰3）、2.32（峰4）、2.34（峰5）。



对照特征图谱

峰 1 (S): 儿茶素

参考色谱柱: Waters HSS T3, 2.1mm×100mm, 1.8 μm

【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 24.0%。

【含量测定】照高效液相色谱法（中国药典 2020 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；检测波长为 255nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	5→9	95→91
25~30	9	91
30~31	9→90	91→10
31~36	90	10

对照品溶液的制备 取原儿茶酸对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 30 μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，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 含原儿茶酸（ $C_7H_6O_4$ ）应为 0.40mg~4.00mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8g

【贮藏】 密封。