

吉林省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

JLPFKL-2023057

烫狗脊配方颗粒

Tanggouji Peifangkeli

【来源】 本品为蚌壳蕨科植物金毛狗脊 *Cibotium barometz* (L.) J. Sm. 的干燥根茎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】 取烫狗脊饮片 6600g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏 (干浸膏出膏率为 10%~15%), 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】 本品为棕黄色至棕色颗粒; 无臭, 味淡、微涩。

【鉴别】 取本品 1.0g, 研细, 加乙醇 50ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取原儿茶酸对照品、原儿茶醛对照品, 加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 的溶液, 作为对照品混合溶液。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 2~4 μ l、对照品溶液 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 使成条状, 以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸 (12:2:1:0.8) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 三氯化铁溶液-1% 铁氰化钾溶液 (1:1) (临用配制), 放置至斑点显色清晰。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 1.8 μ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.2% 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 0.35ml; 柱温 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 310nm; 理论板数按原儿茶酸计算应均不低于 5000。

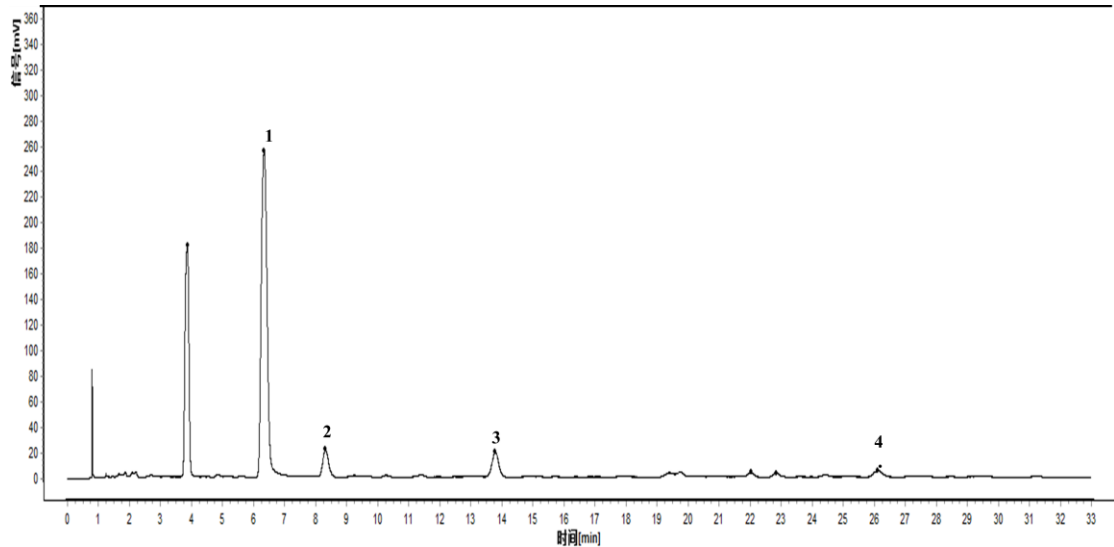
时间 (分钟)	A (%)	B (%)
0~5	1	99
5~15	1 \rightarrow 3	99 \rightarrow 97
15~35	3 \rightarrow 5	97 \rightarrow 95
35~50	5 \rightarrow 20	95 \rightarrow 80
50~52	20 \rightarrow 1	80 \rightarrow 99

参照物溶液的制备 取 (含量测定) 项下对照品溶液, 作为对照品参照物溶液。另取 5-羟甲基糠醛对照品、原儿茶醛对照品、咖啡酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇-1% 冰醋酸溶液 (70:30) 混合溶液分别制成每 1ml 含 5-羟甲基糠醛 0.3mg、原儿茶醛 5 μ g、咖啡酸 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 同 (含量测定) 项。

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品特征图谱中应呈现 4 个特征峰, 其中峰 1、峰 2、峰 3、峰 4 应分别与 5-羟甲基糠醛、原儿茶酸、原儿茶醛、咖啡酸对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 1:5-羟甲基糠醛; 峰 2:原儿茶酸; 峰 3:原儿茶醛; 峰 4:咖啡酸

【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, 浸出物不得少于 20.0%。

【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 1.8 μ m); 以甲醇-0.2%磷酸溶液(3:97)为流动相; 流速为 0.35ml/min; 柱温为 35 $^{\circ}$ C, 检测波长为 260nm; 理论板数按原儿茶酸峰计算应均不低于 5000。

对照品溶液的制备 取原儿茶酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇-1%冰醋酸溶液(70:30)混合溶液制成每 1ml 含 80 μ g 的溶液, 作为对照品溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.4g, 精密称定, 置锥形瓶中, 精密加甲醇-1%冰醋酸溶液(70:30)混合溶液 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇-1%冰醋酸溶液(70:30)混合溶液补足减失的重量, 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 2 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含原儿茶酸($C_7H_6O_4$)的含量应在 1.3mg~6.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.6g。

【贮藏】 密封。