

## 制狗脊配方颗粒

## Zhigouji 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】取制狗脊饮片 2000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 25.0%~44.1%），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】本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】取本品 2g，研细，加甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取狗脊对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 50ml”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 4 $\mu$ l、对照药材溶液 15 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（3：5：6：1）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，在与对照药材色谱相应的位置上，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；以乙腈为流动相 A，以 0.5%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 260nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~15   | 3→4      | 97→96    |
| 15~28  | 4→5      | 96→95    |
| 28~42  | 5→10     | 95→90    |
| 42~45  | 10       | 90       |

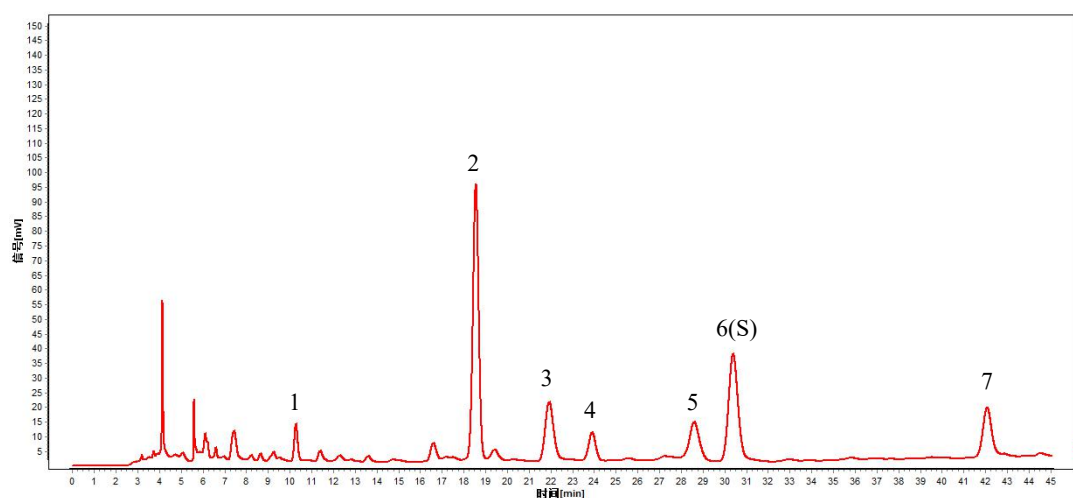
参照物溶液的制备 取制狗脊对照饮片 0.8g，加水 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，取上清液，浓缩至近干，残渣加 30% 甲醇 20ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照饮片参照物溶液。另取原儿茶酸对照品、原儿茶醛对照品适量，精密称定，加 30% 甲醇制成每 1ml 各含 20 $\mu$ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密

加入30%甲醇20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）15分钟，放冷，再称定重量，用30%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现7个特征峰，并应与对照饮片参照物色谱中的7个特征峰保留时间相对应，其中峰6、峰7应分别与原儿茶酸、原儿茶醛对照品参照物峰保留时间相对应。与原儿茶酸参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1~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：0.34（峰1）、0.61（峰2）、0.72（峰3）、0.79（峰4）、0.94（峰5）。



对照特征图谱

峰6（S）：原儿茶酸 峰7：原儿茶醛

**【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】**取本品适量，研细，取约3g，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15.0%。

**【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；以乙腈-0.5%醋酸溶液（8：92）为流动相；检测波长为260nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于5000。

**对照品溶液的制备** 取原儿茶酸对照品适量，精密称定，加30%甲醇溶液制成每1ml含16 $\mu$ g溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入30%甲醇20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）15分钟，放冷，再称定重量，用30%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 $\mu$ 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 0.44mg~2.3mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2g。

**【贮藏】** 密封。