

醋鳖甲配方颗粒

Cubiejia Peifangkeli

【来源】本品为鳖科动物鳖 *Trionyx sinensis* Wiegmann 的背甲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】取醋鳖甲饮片 7500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.7%~13.3%），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】本品为淡黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微咸。

【鉴别】取本品 2g，研细，加乙醇 30ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取醋鳖甲对照饮片 10g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙醇 30ml”起，同法制成对照饮片溶液。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 20 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照饮片色谱相应的位置上，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。

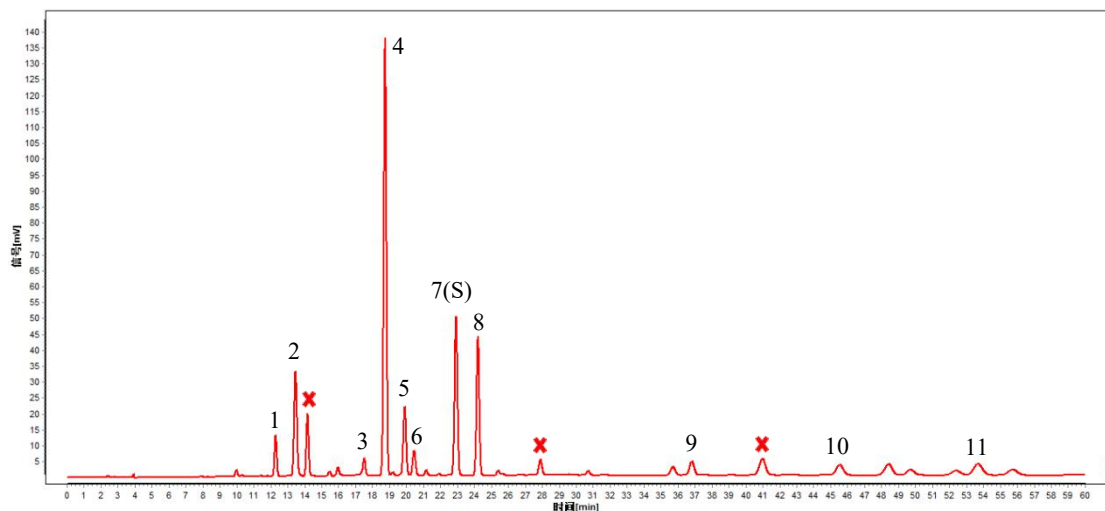
色谱条件与系统适用性试验 检测波长为 254nm；其余同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取醋鳖甲对照饮片 2.5g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml 使溶解，自“精密量取 2ml”起，同供试品溶液的制备方法，制成对照饮片参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，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 分别精密吸取衍生化后的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 11 个特征峰，并应与对照饮片参照物色谱中的 11 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 4、峰 7、峰 8 分别与 L-羟脯氨酸、甘氨酸、L-脯氨酸、丙氨酸对照品参照物峰保留时间相对应。与 L-脯氨酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 3、峰 5、峰 6、峰 9~峰 11 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：0.54（峰 1）、0.76（峰 3）、0.87（峰 5）、0.89（峰 6）、1.61（峰 9）、2.11（峰 10）、2.34（峰 11）。



对照特征图谱

峰 1: 精氨酸 峰 2: L-羟脯氨酸 峰 3: 丝氨酸 峰 4: 甘氨酸 峰 5: 谷氨酸

峰 6: 天门冬氨酸 峰 7 (S): L-脯氨酸 峰 8: 丙氨酸 峰 9: 缬氨酸

峰 10: 亮氨酸 峰 11: 赖氨酸 x: 衍生化试剂信号

【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 1g，精密称定，加入硅藻土 2g，混匀，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 30.0%。

【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；以乙腈流动相A，以0.02%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244nm。理论板数按L-脯氨酸计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	12→35	88→65
25~45	35	65
45~60	35→36	65→64

对照品溶液的制备 取 L-羟脯氨酸对照品、甘氨酸对照品、L-脯氨酸对照品、丙氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含 L-羟脯氨酸 76μg、甘氨酸 0.14mg、L-脯氨酸 78μg、丙氨酸 62μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml，超声处理（功率 300W，频率 37kHz）15 分钟，放冷，摇匀。

精密量取 2ml，置 10ml 西林瓶中，加盐酸 1ml，150℃水解 1 小时，放冷，移至蒸发皿中，用水 10ml 分次洗涤西林瓶，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液使溶解并转移至 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，即得。

精密量取上述对照品溶液和供试品溶液各 5ml，分别置 25ml 量瓶中，各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯（PITC）的乙腈溶液 2ml，1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 2.5ml，摇匀，室温放置 1 小时，加 50% 乙腈至刻度，摇匀。取 10ml，加正己烷 10ml，振摇，放置 10 分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取衍生化后的对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含 L-羟脯氨酸（ $C_5H_9NO_3$ ）应为 35.0mg～175.0mg，含甘氨酸（ $C_2H_5NO_2$ ）应为 80.0mg～400.0mg，含 L-脯氨酸（ $C_5H_9NO_2$ ）应为 45.0mg～225.0mg，含丙氨酸（ $C_3H_7NO_2$ ）应为 35.0mg～175.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g。

【贮藏】 密封。