

海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

狗脊配方颗粒

Gouji 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】取狗脊饮片5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为10%~16%)，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】本品为黄棕色至深棕褐色的颗粒；气香，味微甘。

【鉴别】取本品适量，研细，取0.2g，加甲醇5ml，超声处理30分钟，滤过，取续滤液，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，残渣加甲醇5ml，同法制成对照药材溶液。再取原儿茶酸对照品、原儿茶醛对照品，加甲醇制成每1ml各含50 μ g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，吸取供试品溶液5 μ l、对照药材溶液8 μ l、对照品溶液2 μ 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，在与对照药材色谱和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。

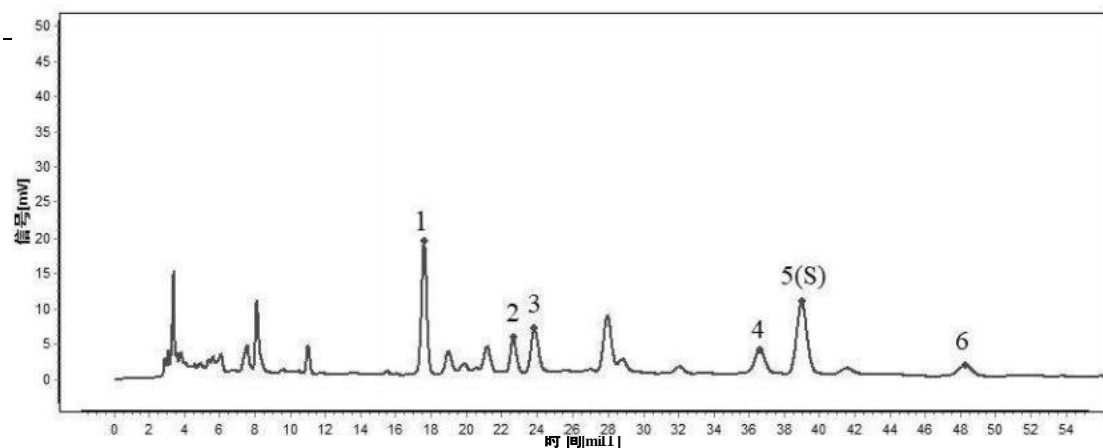
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液制备 取狗脊对照药材2g，加水50ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇-0.5%冰醋酸溶液(40:60)的混合溶液5ml，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，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 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应，其中峰2、峰5应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与原儿茶醛参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1、峰3、峰4、峰6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：0.45(峰1)、0.61(峰3)、0.94(峰4)、1.24(峰6)。



对照特征图谱

峰1:5-羟甲基糠醛; 峰2:原儿茶酸; 峰5 (S): 原儿茶醛
参考色谱柱: Diamonsil plus 5um C18-A, 4.6mm×250mm, 5 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】 取本品适量, 研细, 取约2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 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33.0%。

【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0.4%冰醋酸溶液为流动相; 柱温为30℃; 检测波长为280nm。理论板数按原儿茶醛峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取原儿茶酸、原儿茶醛对照品适量, 精密称定, 加甲醇-0.5%冰醋酸溶液(40:60)的混合溶液制成每1ml 各含50 μg 的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇-0.5%冰醋酸溶液(40:60)的混合溶液5ml, 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-0.5%冰醋酸溶液(40:60)的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10 μl, 注入液相色谱仪中, 测定, 即得。

本品每1g 含原儿茶酸 ($C_7H_6O_4$) 和原儿茶醛 ($C_7H_6O_3$) 的总量应为0.30mg~1.05mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片5.0g。

【贮藏】 密封。