

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 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 17%~28%），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】 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取原儿茶醛对照品、原儿茶酸对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 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 10 μ l、对照品溶液 5 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 5% 三氯化铁乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.05% 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 0.38ml；柱温为 30℃；检测波长为 265nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	0→4.5	100→95.5
15~21	4.5→5.5	95.5→94.5
21~31	5.5→9	94.5→91

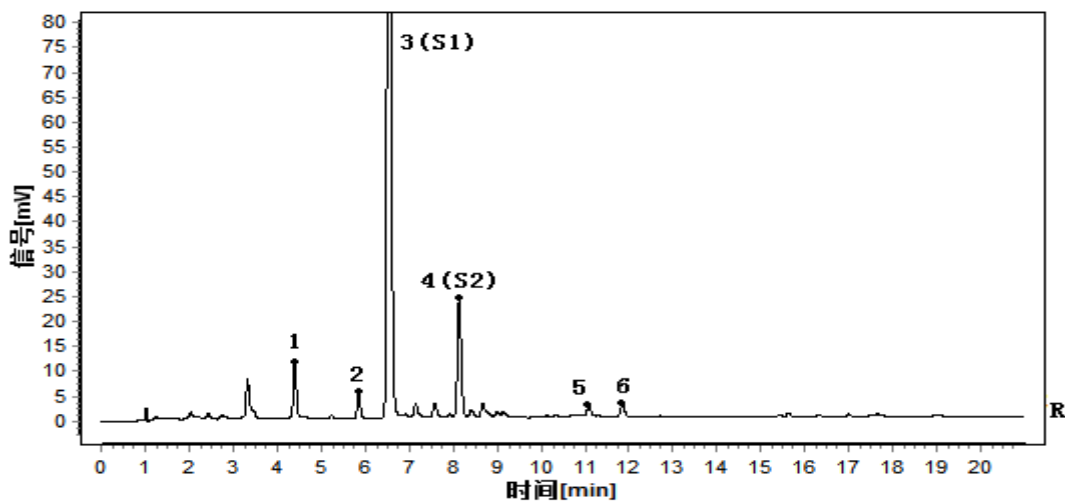
参照物溶液的制备 取原儿茶酸对照品、5-羟甲基糠醛对照品、原儿茶醛对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含原儿茶酸 20 μ g，5-羟甲基糠醛、原儿茶醛各 50 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，置具塞锥形瓶中，加 50% 甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，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 1 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，其中峰 3~4、峰 6 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应。与 5-羟甲基糠醛对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1~2 与 S1 峰的相对保留时间；与原儿茶酸对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 5 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的 $\pm$ 10%范围之内，规定值为 0.64（峰 1）、0.87

(峰 2)、1.35 (峰 5)。计算峰 3 与 S2 峰的相对峰面积, 其相对峰面积应在规定值的范围之内, 规定值为: 3.0~15.0。



对照特征图谱

峰 3 (S1): 5-羟甲基糠醛; 峰 4 (S2): 原儿茶酸; 峰 6: 原儿茶醛

色谱柱: CORTECS T3 C18, 2.1mm×100mm, 1.6μm

【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, 不得少于 23.0%。

【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-1%冰醋酸溶液 (5:95) 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 3000。

对照品溶液的制备 取原儿茶酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 10μg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇-1.0%冰醋酸溶液 (70:30) 混合溶液 50ml, 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 10μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

每 1g 含原儿茶酸 ($C_7H_6O_4$) 应为 0.5mg~3.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5 g

【贮藏】 密封。