

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 6700g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8.0%~14.5%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为黄白色至淡黄色的颗粒；气微，味微咸。

【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。另取鳖甲对照药材 1g，加水 100ml，煎煮 2 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，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 μ l、对照药材溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-乙醇-冰醋酸-水（4:1:1:0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 0.5%茚三酮乙醇溶液，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。

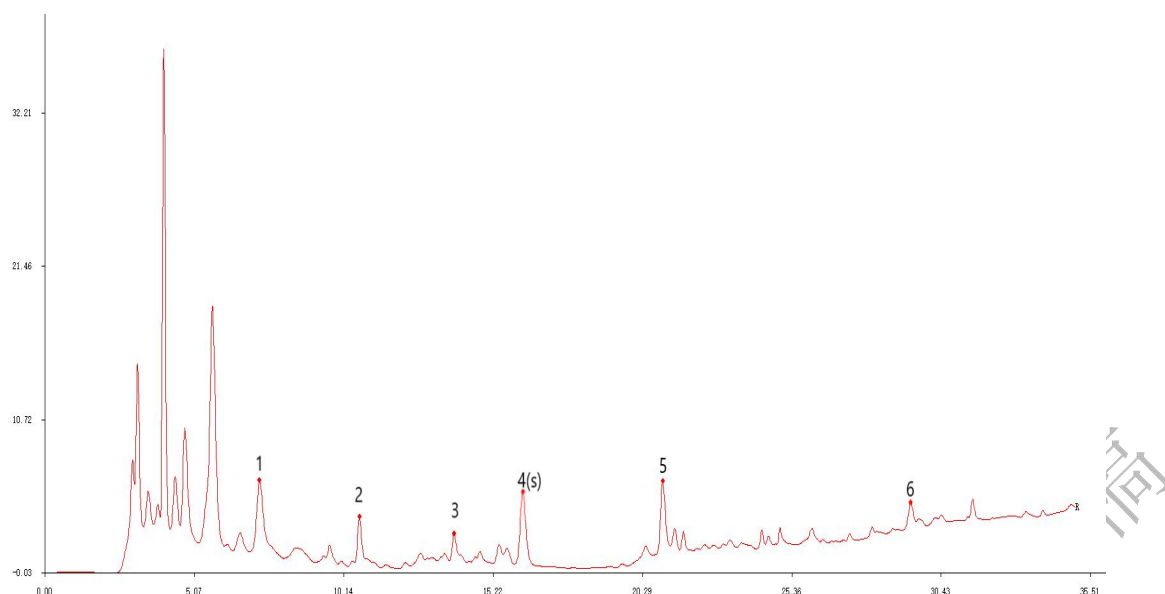
色谱条件与系统适用性试验 检测波长为 254nm，其余同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取鳖甲对照药材 2g，加水 15ml，加热回流 30 分钟，放冷，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 2 μ l，注入超高效液相色谱仪，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。与酪氨酸参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 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）、0.66（峰 2）、0.86（峰 3）、1.30（峰 5）、1.83（峰 6）。



对照特征图谱

峰 4 (S): 酪氨酸

色谱柱: CORTECS T3, 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 4.5%。

【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 1.6μm);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;柱温为 30℃;检测波长为 220nm。理论板数按酪氨酸峰计算应不低于 10000。

时间(分钟)	流速(ml/min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~9	0.08	0	100
9~10	0.08→0.2	0→3	100→97
10~16	0.2	3	97
16~20	0.2	3→10	97→90
20~24	0.2	10→14	90→86
24~34	0.2	14→22	86→78

对照品溶液的制备 取酪氨酸对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 15μg 的溶液,即得。

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，精密加入水 15ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，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 2μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含酪氨酸（ $C_9H_{11}NO_3$ ）应为 0.1mg~0.8mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.7g

【贮藏】 密封。

北京市中药配方颗粒标准征求意见稿