

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021194

制巴戟天配方颗粒

Zhibajitian Peifangkeli

【来源】 本品为茜草科植物巴戟天 *Morinda officinalis* How 的干燥根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】 取制巴戟天饮片 1300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 40%~55%），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，味甘而微涩。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加水 15ml 溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 15ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取制巴戟天对照饮片 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 15ml，同法制成制巴戟天对照饮片。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（8:2:0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与制巴戟天对照饮片色谱相应的位置上，分别显相同颜色的荧光斑点。

【特征图谱】 环烯醚萜及蒽醌类 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

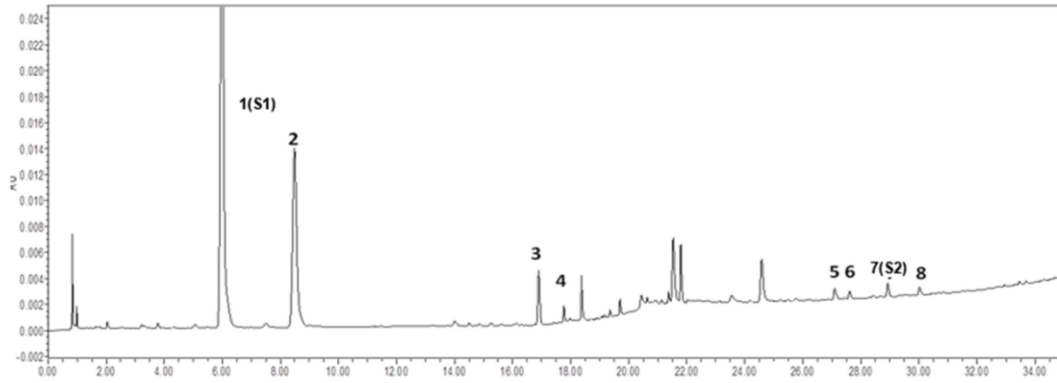
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）水晶兰苷项。

参照物溶液的制备 取巴戟天对照药材 0.5g，加 30% 甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照溶液。另取（含量测定）水晶兰苷项下对照品溶液，作为水晶兰苷对照品参照物溶液。再取甲基异茜草素-1-甲醚对照品适量，加 30% 甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为甲基异茜草素-1-甲醚对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同（含量测定）水晶兰苷项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1~3 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中 2 个峰应分别与相应对照品参照物色谱峰保留时间相对应。与水晶兰苷参照物峰相对应的峰为 S₁ 峰，计算峰 2、3、4 与 S₁ 峰的相对保留时间；与甲基异茜草素-1-甲醚参照物峰相对应的峰为 S₂ 峰，计算峰 5、6、8 与 S₂ 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：1.41（峰 2）、2.83（峰 3）、2.99（峰 4）、0.94（峰 5）、0.95（峰 6）、1.04（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1 (S₁): 水晶兰苷; 峰 2: 去乙酰车叶草苷酸; 峰 7 (S₂): 甲基异茜草素-1-甲醚

色谱柱: HSST3, 100mm×2.1mm, 1.8μm

寡糖类 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)测定。

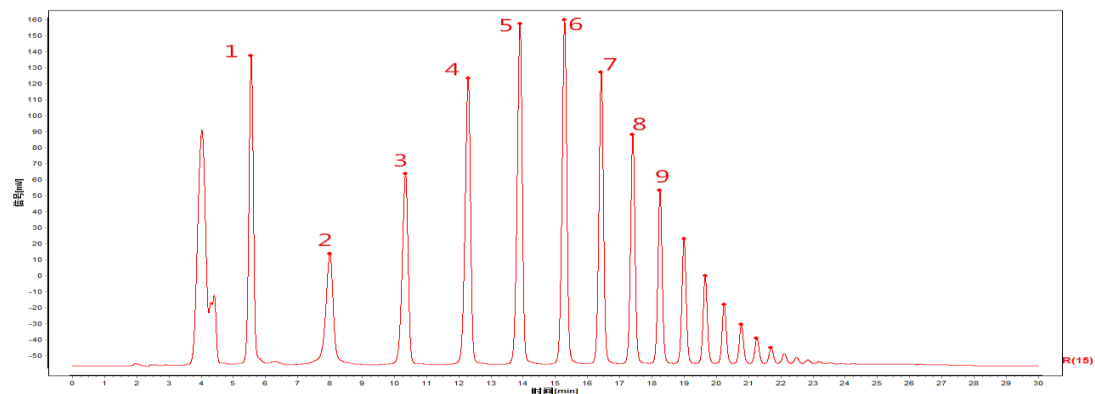
色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定)耐斯糖项。

参照物溶液的制备 取巴戟天对照药材 1g, 加水 18ml, 加热回流 30 分钟, 取出, 放冷, 摇匀, 滤过, 减压蒸干, 残渣加 70%乙醇溶解, 置 15ml 量瓶中, 加 70%乙醇至刻度, 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)耐斯糖项下对照品溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同(含量测定)耐斯糖项。

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

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 3 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与耐斯糖参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算其他各特征峰与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内, 规定值为: 0.54(峰 1)、0.77(峰 2)、1.19(峰 4)、1.34(峰 5)、1.48(峰 6)、1.59(峰 7)、1.68(峰 8)、1.76(峰 9)。



对照特征图谱

峰 1: 蔗糖; 峰 2: 1-蔗果三糖; 峰 3 (S): 耐斯糖; 峰 4: 巴戟天寡糖 5 聚糖

色谱柱: Agela Venusil HILIC, 150mm×4.6mm, 5μm

【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 13.0%。

【含量测定】 水晶兰苷 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 1.8 μ m）；以甲醇为流动相 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；流速为每分钟 0.3ml，柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长：0~22 分钟为 235nm，22.1~35 分钟为 280nm。理论板数按水晶兰苷峰计算应不低于 6 000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	1	99
8~10	1→7	99→93
10~15	7→10	93→90
15~20	10→48	90→52
20~30	48→75	52→25
30~35	75→90	25→10

对照品溶液的制备 取水晶兰苷对照品适量，精密称定，加 30% 甲醇制成每 1ml 含 75 μ g 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 30% 甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）60 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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含水晶兰苷（C₁₆H₂₂O₁₁）应为 6.0mg~16.0mg。

耐斯糖 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 以中性酰胺基键合硅胶为填充剂（柱长为 150mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以水为流动相 A，以乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 30 $^{\circ}$ C；蒸发光散射检测器检测。理论板数按耐斯糖峰计算应不低于 2 000。

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	22	78
5~20	22→40	78→60
20~24	40	60
24~26	40→22	60→78

对照品溶液的制备 取耐斯糖对照品适量，精密称定，加 80% 乙腈制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，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 70%乙醇 15ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 10 μ l、20 μ l，供试品溶液 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含耐斯糖（C₂₄H₄₂O₂₁）应为 25.0mg~50.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.3g

【贮藏】 密封。