

附件 11：盐巴戟天配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

盐巴戟天配方颗粒 Yanbajitian 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】取盐巴戟天饮片 1200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 42%~65%），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】本品为浅灰色至灰棕色的颗粒；气微，味甘，微咸。

【鉴别】取本品 3g，研细，加水 25ml，超声处理 30 分钟使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取巴戟天对照药材 3.5g，加水 40ml，加热回流 60 分钟，放冷，离心，取上清液，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 40ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。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 10 μ l，对照药材溶液 18 μ l，点样条带宽度为 6mm，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 高效薄层板上，预平衡 10 分钟，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（8：2：0.1）为展开剂，展开，展距约为 8cm，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。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。

【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 22.0%。

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

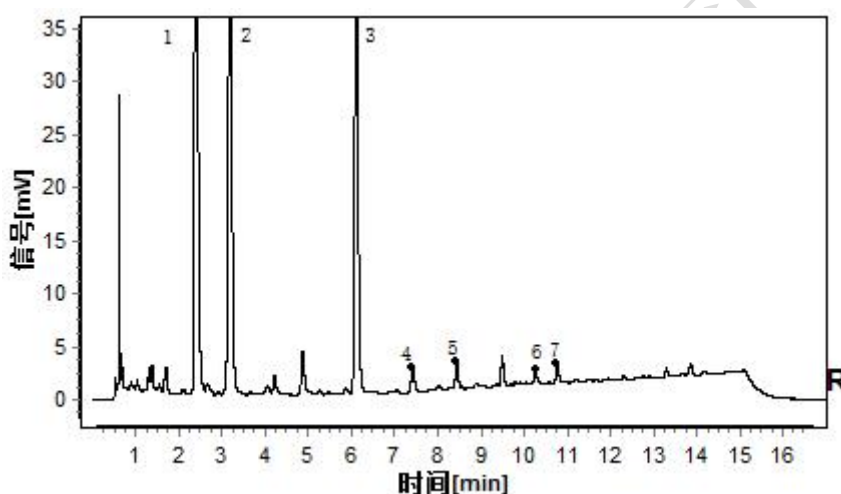
色谱条件与系统适用性试验 同水晶兰苷【含量测定】项。

参照物溶液的制备 取巴戟天对照药材约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10%甲醇 50ml，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 10%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取水晶兰苷【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 同水晶兰苷【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，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应；其中峰 1 应与相应的对照品参照物峰保留时间相一致。



峰 1：水晶兰苷；峰 2：去乙酰基车叶草苷酸

盐巴戟天配方颗粒环烯醚萜类对照特征图谱

色谱柱：Triart C18，2.1mm $\times$ 100mm，1.9 μ m

寡聚糖类 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

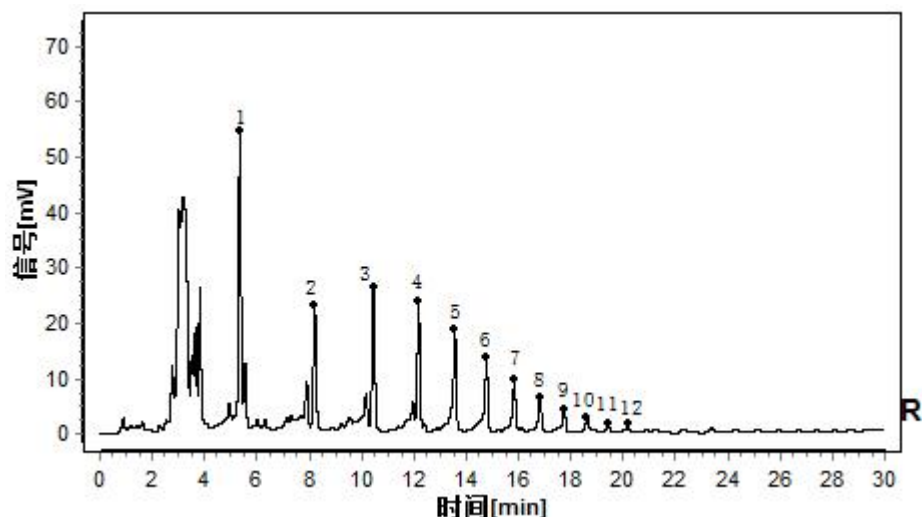
色谱条件与系统适用性试验 同耐斯糖【含量测定】项。

参照物溶液的制备 取巴戟天对照药材约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 3%甲醇 50ml，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 3%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取蔗糖对照品、耐斯糖对照品、巴戟天寡糖 5 聚糖对照品适量，精密称定，加 3%甲醇制成每 1ml 各含 80 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 同耐斯糖【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 1 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 12 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应; 其中 3 个峰应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相一致。



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

盐巴戟天配方颗粒寡聚糖类对照特征图谱

色谱柱: ACQUITY BEH Amide, 2.1mm $\times$ 100mm, 1.7 μ m

【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 1.9 μ m), 以甲醇为流动相 A, 以 0.1%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 0.4ml; 柱温为 35 $^{\circ}$ C; 检测波长为 235nm。理论板数按水晶兰苷峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~1	3	97
1~6	3 $\rightarrow$ 10	97 $\rightarrow$ 90
6~14	10 $\rightarrow$ 41	90 $\rightarrow$ 59

对照品溶液的制备 取水晶兰苷对照品适量, 精密称定, 加 10%甲醇制成每

1ml 含 80 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10%甲醇 50ml，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 10%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 2 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 5.0mg~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 以氨基键合硅胶为填充剂（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）为色谱柱；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 35℃；电雾式检测器检测。理论板数按耐斯糖峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	90→81	10→19
1~7	81→76	19→24
7~13	76→67	24→33
13~30	67→49	33→51

对照品溶液的制备 取耐斯糖对照品适量，精密称定，加 3%甲醇制成每 1ml 含 100 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 3%甲醇 50ml，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 3%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 1 μ l、3 μ l，供试品溶液 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含耐斯糖（C₂₄H₄₂O₂₁）应为 20.0mg~66.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.2g

【贮藏】 置通风干燥处，防霉，防蛀。