

# 巴戟天配方颗粒

## Bajitian 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】** 取巴戟天饮片 1400g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 36%~45%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为黄棕色至棕褐色颗粒；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两次，每次 15ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 2ml 溶解，作为供试品溶液。另取巴戟天对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 溶解，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5 $\mu$ 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，在紫外光灯（365nm）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 2015 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 $\mu$ 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 6000。

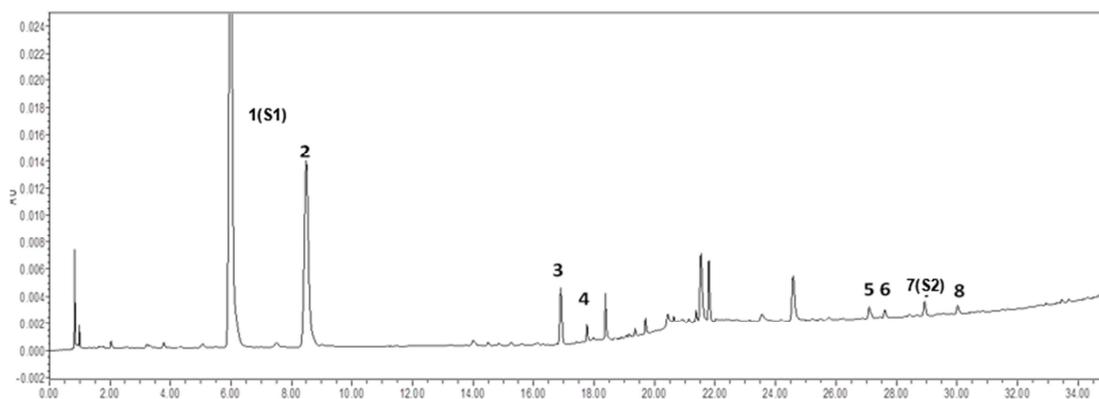
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	1	99
8~10	1 $\rightarrow$ 7	99 $\rightarrow$ 93
10~15	7 $\rightarrow$ 10	93 $\rightarrow$ 90
15~20	10 $\rightarrow$ 48	90 $\rightarrow$ 52
20~30	48 $\rightarrow$ 75	52 $\rightarrow$ 25
30~35	75 $\rightarrow$ 90	25 $\rightarrow$ 10

**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(功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 取出, 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〕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, 精密称定, 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 $\mu$ 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, 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, 其中峰 1、峰 7 应分别与水晶兰苷、甲基异茜草素-1-甲醚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 S<sub>1</sub> 峰, 计算峰 2、峰 3、峰 4 与 S<sub>1</sub> 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 1.42 (峰 2)、2.82 (峰 3)、2.96 (峰 4); 与甲基异茜草素-1-甲醚参照物峰相对应的峰为 S<sub>2</sub> 峰, 计算峰 5、峰 6、峰 8 与 S<sub>2</sub> 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的 $\pm$ 10% 之内。规定值为: 0.94 (峰 5)、0.95 (峰 6)、1.04 (峰 8)。



对照特征图谱

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

色谱柱 HSS T3 C18, 2.1mm $\times$ 100mm, 1.8 $\mu$ m

**寡糖类** 照高效液相色谱法 (中国药典 2015 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 $\mu$ 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；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 2000。

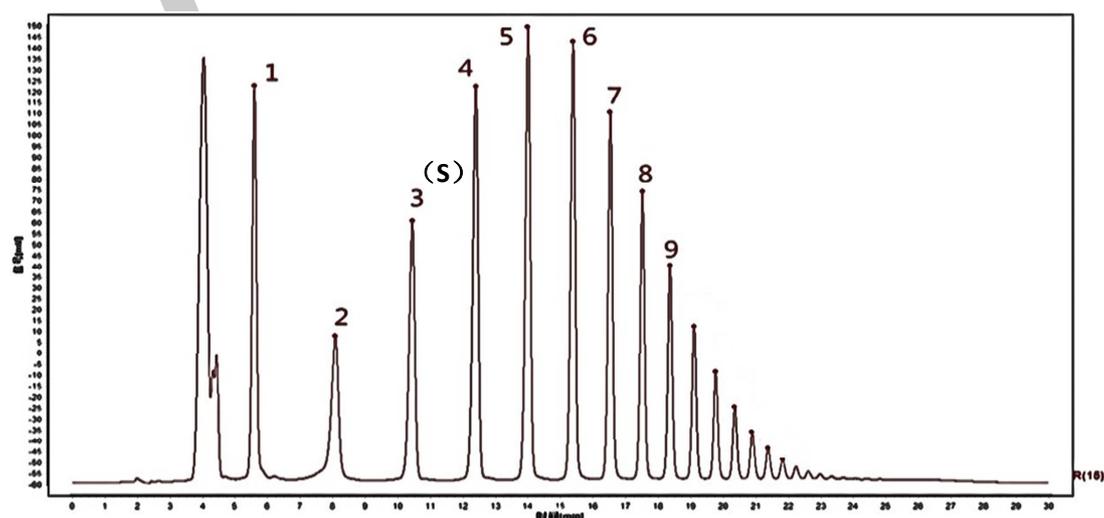
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	22	78
5~20	22→40	78→60
20~24	40	60
24~26	40→22	60→78
26~30	22	78

**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，滤液蒸干，残渣加 70%乙醇溶解，置 15ml 容量瓶中，加 70%乙醇至刻度，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及供试品溶液各 10 $\mu$ l，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，并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，与耐斯糖参照物峰相对应的峰为 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 $\pm$ 5%范围之内，规定值为 0.54（峰 1）、0.77（峰 2）、1.19（峰 4）、1.34（峰 5）、1.47（峰 6）、1.58（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：耐斯糖（S） 峰 4：巴戟天寡糖 5 聚糖  
色谱柱 Venusil HILIC, 4.6mm $\times$ 150mm, 5 $\mu$ m

**【检查】 重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2015 年版 通则 2321）测定。本品含铅不得过 5mg/kg；含镉不得过 0.3mg/kg；含砷不得过 2mg/kg；含汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

**其他** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版通则 0104）。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2015 年版 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 10.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0512）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 同（特征图谱）环烯醚萜及蒽醌类项。

**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 $\mu$ 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 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含水晶兰苷（C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub>）应为 2.6mg~16.8mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g。

**【贮藏】** 密封。