

骨碎补配方颗粒

Gusuibu Peifangke

【来源】 本品为水龙骨科植物槲蕨 *Drynaria fortunei* (Kunze) J.Sm.的干燥根茎经炮制并按标准汤剂主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取骨碎补饮片 6500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8.0%~12.5%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅灰棕色至深棕色的颗粒；气微，味淡、微涩。

【鉴别】 取本品 0.1g，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。另取骨碎补对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。再取柚皮苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水（1：12：2.5：3）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，热风吹干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【特征图谱】 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 250mm，内径 4.6mm，粒径为 5 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 1ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 283nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于 3000。

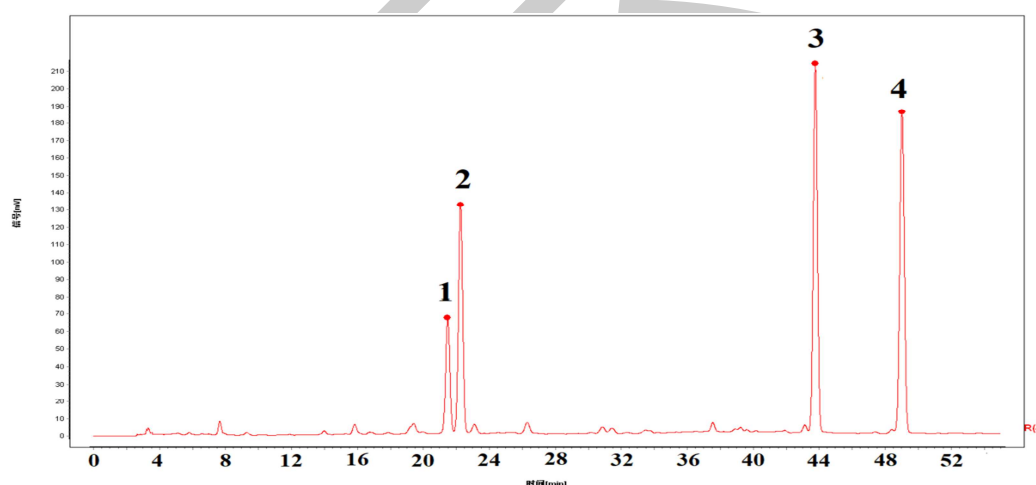
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	10	90
5~15	10→20	90→80
15~27	20→25	80→75
27~35	25→35	75→65
35~50	35→45	65→55

参照物溶液的制备 取骨碎补对照药材0.5g，置具塞锥形瓶中，加入50%甲醇25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）40分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取柚皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含60 μ g的溶液，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，同“对照药材参照物溶液”制备方法制成供试品溶液。

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

供试品色谱中应呈现 4 特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰相对应，其中峰 4 保留时间应与柚皮苷对照品对照物峰保留时间相对应。与柚皮苷参照物相应的峰为 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 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：0.44（峰 1）、0.45（峰 2）、0.89（峰 3）。



对照特征图谱

峰 4：柚皮苷

色谱柱 Hanbon Megres C18, 4.6mm \times 250mm, 5 μ m

【检查】 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 20.0%。

【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 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-醋酸-水（35:4:65）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；检测波长为 283nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取柚皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 70 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，密塞，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 50%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 含柚皮苷（ $C_{27}H_{32}O_{14}$ ）应为 12.0mg~30.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.5g。

【贮藏】 密封。