

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，分别点于同一高效硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，使成 6mm 宽条带状，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（8：2：0.1）为展开剂，预平衡 10 分钟，展开，展至约 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。

【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〔含量测定〕水晶兰苷项。

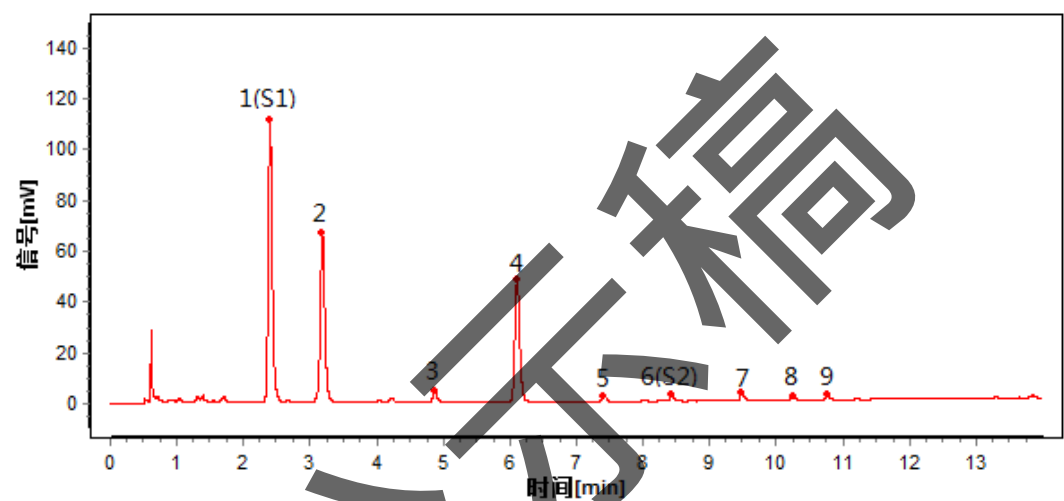
参照物溶液的制备 取巴戟天对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，加热回流 2 小时，放冷，离心，取上清液，蒸干，残渣加 10%甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕水晶兰苷项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取京尼平苷酸对照品适量，精密称定，加 10%甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕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 2 μ 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 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 6 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应；与水晶兰苷对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 2~4 与 S1 峰的相对保留时间；与京尼平苷酸对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 5、峰 7~9 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：1.33（峰 2）、2.05（峰 3）、2.57（峰 4）、0.89（峰 5）、1.13（峰 7）、1.22（峰 8）、1.28（峰 9）。



峰 1（S1）：水晶兰苷；峰 2：去乙酰基车叶草苷酸；峰 6（S2）：京尼平苷酸；

峰 9：车叶草苷酸

色谱柱：Triart C18，2.1mm×100mm，1.9 μ m

寡糖类 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

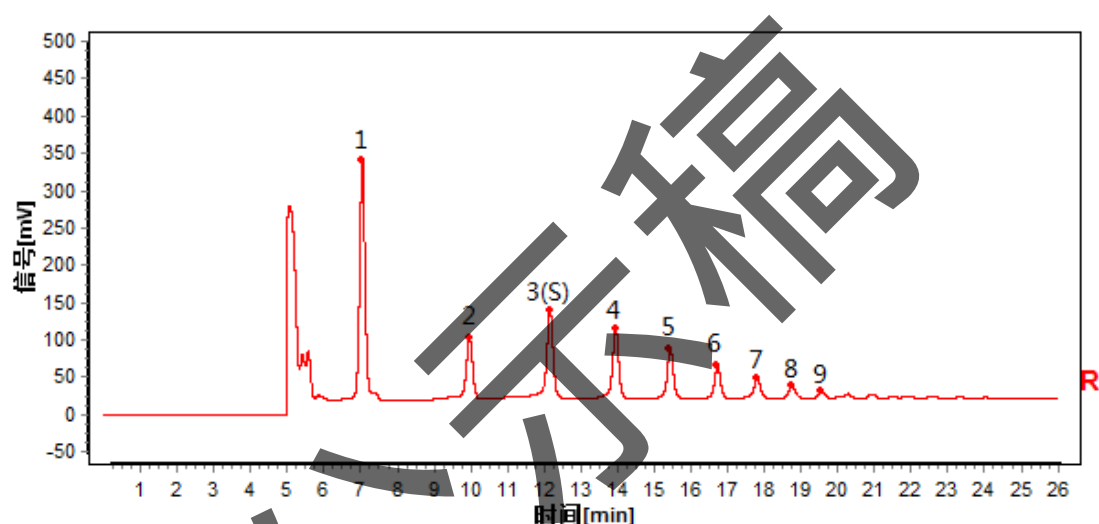
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕耐斯糖项。

参照物溶液的制备 取巴戟天对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，加热回流 1 小时，放冷，离心，取上清液，蒸干，残渣加 70%乙醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，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〕耐斯糖项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。再取蔗糖对照品适量，精密称定，加 80%乙腈制成每 1ml 含 100 μ g 的溶液，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 5 μ 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 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 3 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应；与耐斯糖对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 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：0.82（峰 2）、1.15（峰 4）、1.27（峰 5）、1.38（峰 6）、1.47（峰 7）、1.55（峰 8）、1.62（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；峰 5：蔗果六糖；峰 6：蔗果七糖；峰 7：蔗果八糖；峰 8：蔗果九糖

色谱柱：Venusil HILIC，4.6 mm \times 150mm，5 μ m

【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】 取本品研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法（中国药典 2020 年版通则 2201）测定，不得少于 30.0%。

【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 1.9 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→10	97→90
6~14	10→41	90→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，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 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~15.0mg。

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 0.8ml，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 5000。

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

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 25ml，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 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 2 μ l、5 μ l, 供试品溶液 3~5 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~70.0mg。

【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。

资料稿