

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021012

补骨脂配方颗粒 Buguzhi Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物补骨脂 *Psoralea corylifolia* L. 的干燥成熟果实经炮制并按标汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取补骨脂饮片 6700g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 11%~14.8%), 干燥(或干燥, 粉碎), 加辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒; 气微香, 味微苦。

【鉴别】 取本品 0.2g, 研细, 加乙醇 20ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取补骨脂对照药材 0.5g, 同法制成对照药材溶液。再取补骨脂素对照品和异补骨脂素对照品, 加乙酸乙酯制成每 1ml 各含 2mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。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 4 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯(4:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 氢氧化钾甲醇溶液, 置紫外光灯(365nm) 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。

【指纹图谱】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512) 测定。

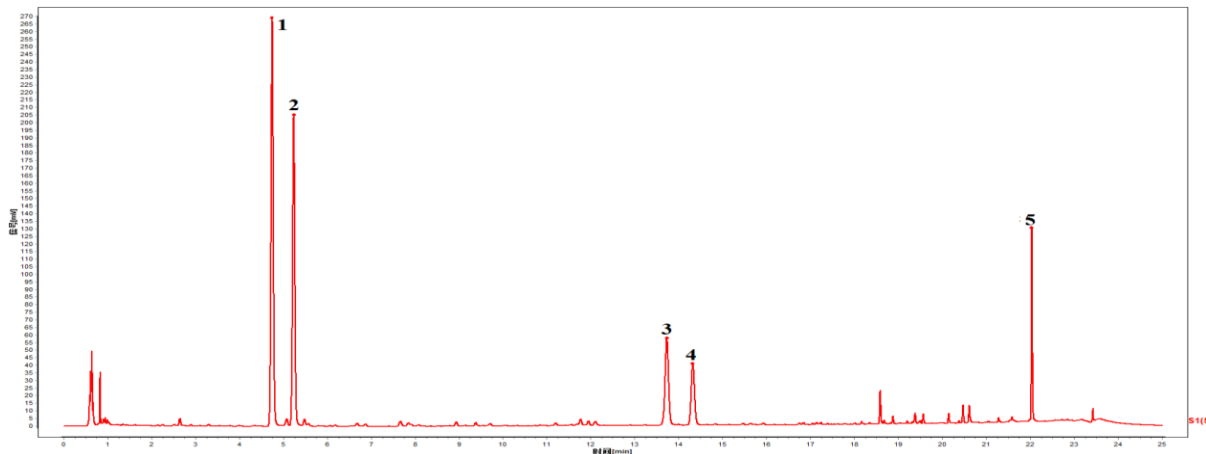
色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定) 项。

参照物溶液的制备 同(含量测定) 项。

供试品溶液的制备 同(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。

供试品指纹图谱中应呈现与参照物色谱峰保留时间相同的色谱峰。按中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算, 采用 Mark 峰匹配, 供试品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度不得低于 0.90。



对照指纹图谱

峰 1: 补骨脂苷; 峰 2: 异补骨脂苷; 峰 3: 补骨脂素;

峰 4: 异补骨脂素; 峰 5: 补骨脂酚

色谱柱: ZORBAX Eclipse Plus C18 Rapid Resolution HD, 2.1mm×100mm, 1.8μm

【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 21.0%。

【含量测定】 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 1.8μm);以乙腈为流动相 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 0.35ml;柱温为 30°C;检测波长为 246nm。理论板数按补骨脂素峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~6	11→17	89→83
6~15	17→36	83→64
15~19	36→70	64→30
19~21	70→95	30→5
21~22	95	5
22~22.1	95→11	5→89
22.1~25	11	89

对照品溶液的制备 取补骨脂素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 15μg 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 70%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 70%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 1μl,注入液相色谱仪,测定。

以补骨脂素对照品为参照,以其相应的峰为 S 峰,计算补骨脂苷、异补骨脂苷、异补骨脂素的相对保留时间,其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内(若相对保留时间偏离超过 10%,则应以相应的被替代对照品确证为准)。相对保留时间及校正因子见下表:

待测成分(峰)	相对保留时间(RT)	相对校正因子(F)
补骨脂苷	0.34	2.50
异补骨脂苷	0.37	2.72
补骨脂素(S)	1.00	1.00
异补骨脂素	1.04	1.03

以补骨脂素的峰面积为对照,分别乘以相对校正因子,计算补骨脂苷、异补骨脂苷、补骨脂素、异补骨脂素的含量。

本品每 1g 含补骨脂苷 ($C_{17}H_{18}O_9$)、异补骨脂苷 ($C_{17}H_{18}O_9$)、补骨脂素 ($C_{11}H_6O_3$) 和异补骨脂素 ($C_{11}H_6O_3$) 的总量应为 80.0mg~150.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.7g

【贮藏】 密封。