

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021053

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%~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 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,置紫外光灯(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 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;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 \rightarrow 20	90 \rightarrow 80
15~27	20 \rightarrow 25	80 \rightarrow 75
27~35	25 \rightarrow 35	75 \rightarrow 65
35~50	35 \rightarrow 45	65 \rightarrow 55
50~55	45	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。

国家药品监督管理局

发布

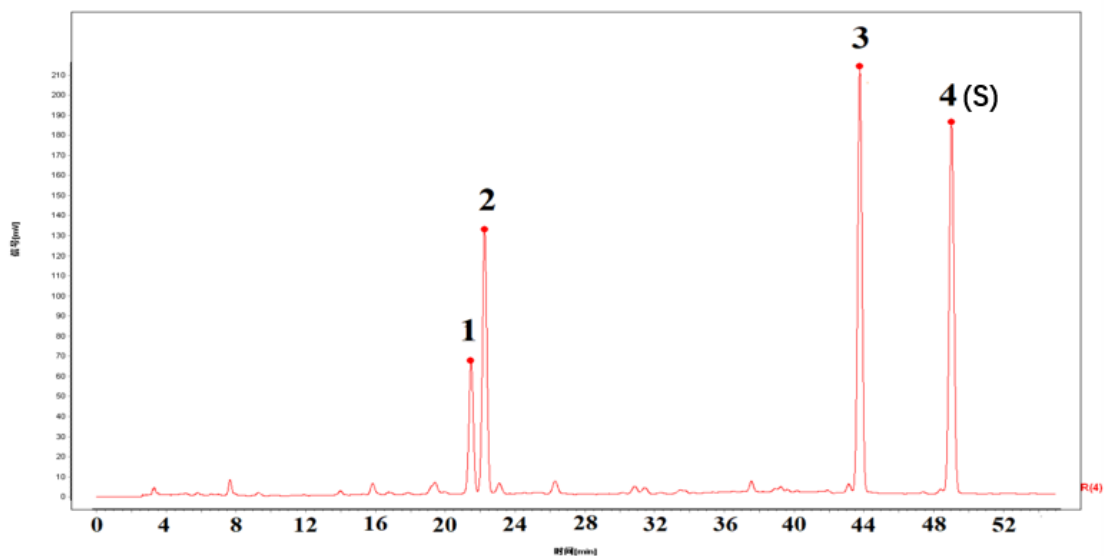
国家药典委员会

审定

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项下。

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 个特征峰，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参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 (S)：柚皮苷

色谱柱：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 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 20.0%。

【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 1.9 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（C₂₇H₃₂O₁₄）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。