

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021119

烫骨碎补配方颗粒

Tanggusuibu 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的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取烫骨碎补饮片 6500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 8%~15%), 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】 本品为浅黄棕色至棕色的颗粒; 气微, 味微苦、微涩。

【鉴别】 取本品适量, 研细, 取 0.2g, 加甲醇 20ml, 超声处理 30 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 2.5g, 加水 100ml, 煎煮 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 含柚皮苷 1mg 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, 吸取供试品溶液 2 μ l、对照药材溶液 4 μ l、对照品溶液 2 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, 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(柱长为 250mm, 内径为 4.6mm, 粒径为 5 μ m); 以乙腈为流动相 A, 以 0.08% 甲酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为 40 $^{\circ}$ C; 检测波长为 260nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于 3000。

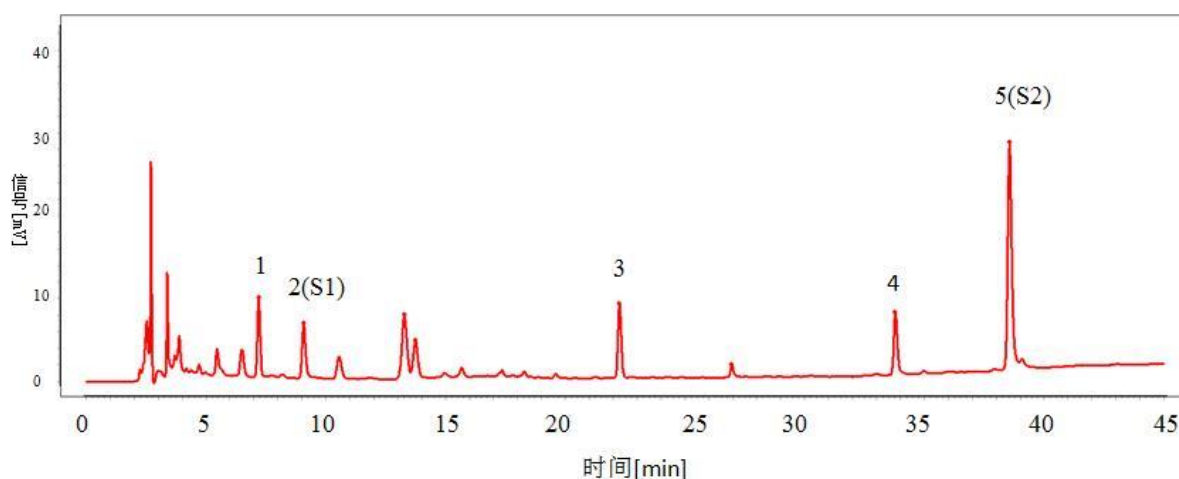
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~7	6	94
7~12	6 \rightarrow 11	94 \rightarrow 89
12~14	11	89
14~45	11 \rightarrow 27	89 \rightarrow 73

参照物溶液的制备 取烫骨碎补对照饮片约 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加 50% 甲醇 50ml, 密塞, 超声处理(功率 600W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照饮片参照物溶液。另取原儿茶酸对照品、柚皮苷对照品适量, 加甲醇制成每 1ml 各含原儿茶酸 30 μ g、柚皮苷 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, 同对照饮片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 5 个特征峰，并应与对照饮片参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中 2 个峰应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应，与原儿茶酸参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1 与 S1 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：0.793（峰 1）。与柚皮苷参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 3、峰 4 与 S2 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：0.577（峰 3）、0.876（峰 4）。



对照特征图谱

峰 2(S1)：原儿茶酸；峰 5(S2)：柚皮苷
色谱柱：ZORBAX SB 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】 取本品适量，研细，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 18.0%。

【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；以甲醇-水-冰醋酸（30：63：3）为流动相；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 60 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，精密加入甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含柚皮苷（C₂₇H₃₂O₁₄）应为 8.0mg~27.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.5g

【贮藏】 密封。