

# 骨刺片

## Guci Pian

【处方】	昆布 76.9g	骨碎补 153.8g	党参 76.9g
	桂枝 30.8g	威灵仙 153.8g	煅牡蛎 76.9g
	杜仲叶 769.2g	鸡血藤 153.8g	附片 123.1g
	制川乌 46.2g	制草乌 46.2g	醋延胡索 46.2g
	白芍 46.2g	三七 30.8g	马钱子粉 61.5g

【制法】 以上十五味，鸡血藤加水煎煮三次，第一次3小时，第二、三次各2小时，煎液滤过，滤液合并；昆布、骨碎补、党参、桂枝、威灵仙、煅牡蛎、杜仲叶加水煎煮二次，第一次3小时，第二次2小时，煎液滤过，滤液合并，与上述滤液合并并浓缩至相对密度约为1.35的稠膏。另取附片、制川乌、制草乌、醋延胡索粉碎成粗粉，用酸性乙醇（pH4.5~5.5）浸渍提取，浸提液滤过，滤液回收乙醇并浓缩至稠膏；白芍、三七粉碎成细粉与马钱子粉配研，混匀，与上述两种稠膏合并，混匀，干燥，粉碎成细粉，制成颗粒，加辅料适量，混匀，压制成1000片，包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显棕色至棕褐色；气微，味苦。

【鉴别】（1）取本品，置显微镜下观察：非腺毛单细胞形似纤维，多碎断，基部膨大似石细胞（马钱子粉）。

（2）取本品30片，研细，加二氯甲烷50ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤渣用二氯甲烷洗涤2次，每次10ml，弃去二氯甲烷液，残渣挥干，加乙酸乙酯50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取柚皮苷对照品，加乙醇制成每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，吸取供试品溶液2~4 $\mu$ l、对照品溶液3 $\mu$ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以丙酮-水（1:2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品30片，研细，加甲醇20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，加浓氨试液调节pH值至10，用乙醚振摇提取3次，每次10ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取延胡索对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取延胡索乙素对照品，加甲醇制成每1ml含1mg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，吸取供试品溶液5~10 $\mu$ l、对照药材溶液和对照品溶液各10 $\mu$ l，分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上，以正己烷-二氯甲烷-甲醇（7.5:4:1）为展开剂，展开，取出，晾干，置碘蒸气中熏约2分钟，取出挥尽板上吸附的碘后，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。

（4）取本品20片，研细，加70%乙醇50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸至近干，残渣加水30ml使溶解，滤过，滤液用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次30ml，合并正丁醇液，回收溶剂至干，残渣加水20ml使溶解，通过D<sub>101</sub>型大孔吸附树脂柱（内径为1cm，

柱高为 20cm)，以水 50ml 洗脱，弃去水液，再用 20%乙醇 30ml 洗脱，弃去洗脱液，继用 50%乙醇 100ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加乙醇制成每 1ml 含 1mg 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，吸取上述两种溶液各 10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-冰醋酸-甲酸-水（30:2:2:4）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（5）取本品 10 片，研细，加二氯甲烷 20ml 与浓氨试液 1ml，浸泡 24 小时，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加二氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取土的宁对照品、马钱子碱对照品，加二氯甲烷制成每 1ml 各含 0.5mg 的混合溶液，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，吸取供试品溶液 2~5 $\mu$ l、对照品溶液 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上，以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液（4:5:0.6:0.4）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

**【检查】 乌头碱限量** 取本品 30 片，研细，置具塞锥形瓶中，加入氨试液 5ml、乙醚 50ml，振摇 30 分钟，放置 24 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取乌头碱对照品适量，精密称定，加无水乙醇制成每 1ml 含 1.0mg 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，精密吸取供试品溶液 5 $\mu$ l、对照品溶液 3 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-二乙胺（14:4:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上出现的斑点应小于对照品斑点，或不出现斑点。

**其他** 应符合片剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版通则 0101）

**【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；以乙腈-0.01mol/L 庚烷磺酸钠与 0.02mol/L 磷酸二氢钾等量混合溶液（用 10%磷酸溶液调节 pH 值至 2.8）（21:79）为流动相；检测波长为 260nm。理论板数按土的宁峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取土的宁对照品、马钱子碱对照品适量，精密称定，加三氯甲烷-甲醇（3:7）混合溶液制成每 1ml 分别含 60 $\mu$ g 和 40 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品 10 片，除去包衣，精密称定，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加氢氧化钠试液 3ml，混匀，放置 30 分钟，精密加入三氯甲烷 50ml，密塞，称定重量，置水浴中回流提取 2 小时，放冷，再称定重量，用三氯甲烷补足减失的重量，摇匀，分取三氯甲烷液，置装有少量无水硫酸钠的锥形瓶中，摇匀，放置 5 分钟，精密量取上清液 25ml，回收溶剂至干，残渣用三氯甲烷-甲醇（3:7）混合溶液使溶解，转移至 5ml 量瓶中，加三氯甲烷-甲醇（3:7）混合溶液至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含马钱子粉以土的宁（C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>）计，应为 0.33~0.58mg，以马钱子碱（C<sub>23</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>）计，应为 0.21~0.40mg。

**【功能与主治】** 散风邪，祛寒湿，舒筋活血，通络止痛。用于颈椎、胸椎、腰椎、跟骨等骨关节增生性疾病，对风湿、类风湿性关节炎有一定疗效。

**【用法与用量】** 口服。一次3片，一日3次，饭后服用，或遵医嘱。

**【注意】** 本品含土的宁、乌头碱，应严格在医生指导下服用，不得任意增加服用量，不宜长期连续服用，严重心脏病、高血压、肝、肾疾病及孕妇忌服。

**【规格】** 薄膜衣片 每片重 (1) 0.34g (2) 0.5g

**【贮藏】** 密封。

征求意見稿