

川牛膝配方颗粒

Chuanniuxi Peifangkeli

【来源】 本品为苋科植物川牛膝 *Cyathula officinalis* Kuan. 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标制成的配方颗粒。

【制法】 取川牛膝饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 35.5%~65%），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】 本品为黄色至黄棕色颗粒；气微，味甜。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，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。另取川牛膝对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取杯苋甾酮对照品，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 2015 年版 通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（5：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，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 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（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 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 0.3ml；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按杯苋甾酮峰计算应不低于 3000。

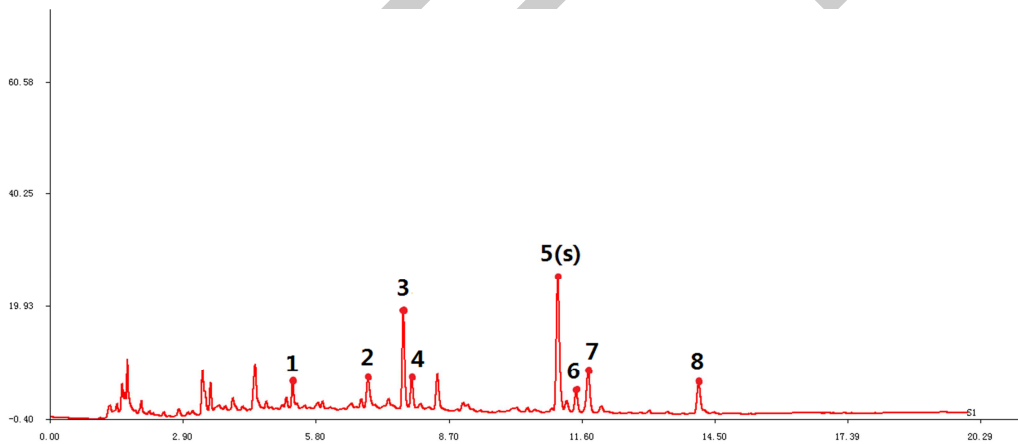
时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~2	5→18	95→82
2~5	18→43	82→57
5~10	43→62	57→38
10~18	62→75	38→25
18~20	75→5	25→95

参照物溶液的制备 取川牛膝对照药材0.5g，置具塞锥形瓶中，加水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。另取杯苋甾酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含25 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0.5g，同“对照药材参照物溶液”制备方法制备供试品溶液。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 5 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。与杯苋甾酮参照物相对应的峰为 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 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.46（峰 1）、0.68（峰 3）、0.70（峰 4）、1.04（峰 6）、1.05（峰 7）、1.27（峰 8）。



对照特征图谱

峰 2：L-色氨酸；峰 5(S)：杯苋甾酮；

色谱柱 Endeavorsil C18，2.1mm \times 150mm，1.8 μ m

【检查】 重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2015 年版 通则 2321）测定。本品含铅不得过 5mg/kg；镉不得过 0.3 mg/kg；砷不得过 2 mg/kg；汞不得过 0.2 mg/kg；铜不得过 20 mg/kg。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版 通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2015 年版 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 15.0%

【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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 2.2 μ m）；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 243nm。理论板数按杯苋甾酮峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B(%)
0~2	10	90
2~3	10→40	90→60
3~10	40	60
10~12	40→100	60→0
12~14	100→10	0→90

对照品溶液的制备 取杯苋甾酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 20 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 70%甲醇 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%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 含杯苋甾酮（C₂₉H₄₄O₈）应为 0.45mg~1.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g。

【贮藏】 密封。