

酒牛膝配方颗粒

Jiuniuxi Peifangkeli

【来源】 本品为苋科植物牛膝 *Achyranthes bidentata* Bl. 的干燥根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】 取酒牛膝饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 38%~60%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微甜而稍苦涩。

【鉴别】 取本品 3g，研细，加 80%甲醇 50ml，加热回流 3 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 15ml，微热使溶解，加在 D101 型大孔吸附树脂柱（内径为 1.5cm，柱高为 15cm）上，用水 100ml 洗脱，弃去水液，再用 20%乙醇 100ml 洗脱，弃去洗脱液，继用 80%乙醇 100ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加 80%甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取牛膝对照药材 3g，加水 100ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 80%甲醇 50ml，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷 Ro 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 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 1~2 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水-甲酸（7：3：0.5：0.05）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。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，显相同颜色的斑点。

【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】 取本品研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，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，不得少于 13.0%。

【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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.05%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 40℃；检测波长为 270nm。理论板数按 β -蜕皮甾酮峰计算应不低于 5000。

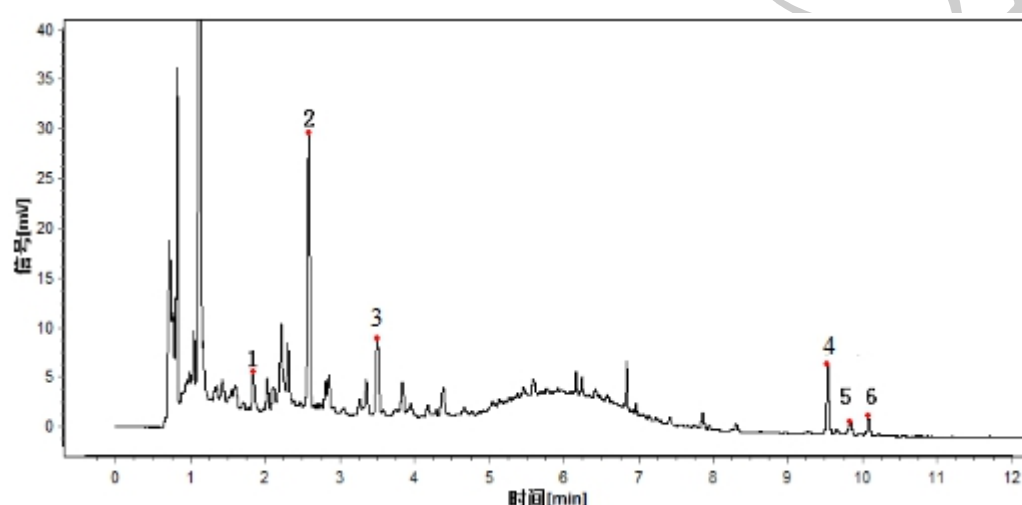
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	0→3.5	100→96.5
3~5	3.5→15	96.5→85
5~10.5	15→20	85→80
10.5~15	20→38	80→62
15~17	38→100	62→0

参照物溶液的制备 取牛膝对照药材 1.0g，加水 20ml，煮沸 30 分钟，滤过，取续滤液，蒸干，加水 10ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）20 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[含量测定]项下对照品溶液，再取 5-羟甲基糠醛对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 8 μ g 的对照品溶液，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，置具塞锥形瓶中，加 10%甲醇 10ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 4 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相一致。



对照特征图谱

峰 3: 5-羟甲基糠醛; 峰 4: β -蜕皮甾酮

色谱柱: Waters CORTECS T3 (100mm \times 2.1mm, 1.6 μ m)

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 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-水-甲酸（16:84:0.1）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 250nm。理论板数按 β -蜕皮甾酮峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取 β -蜕皮甾酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 2.5 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，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）20 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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含 β -蜕皮甾酮（C₂₇H₄₄O₇）为 0.5mg~1.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【注意】 孕妇慎用。

【贮藏】 密封。

甘肃省配方颗粒公示稿