

# 国家药品监督管理局

## 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021027

### 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 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述三种溶液各 5 $\mu$ 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 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 150mm,内径为 2.1mm,粒径为 1.8 $\mu$ 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。

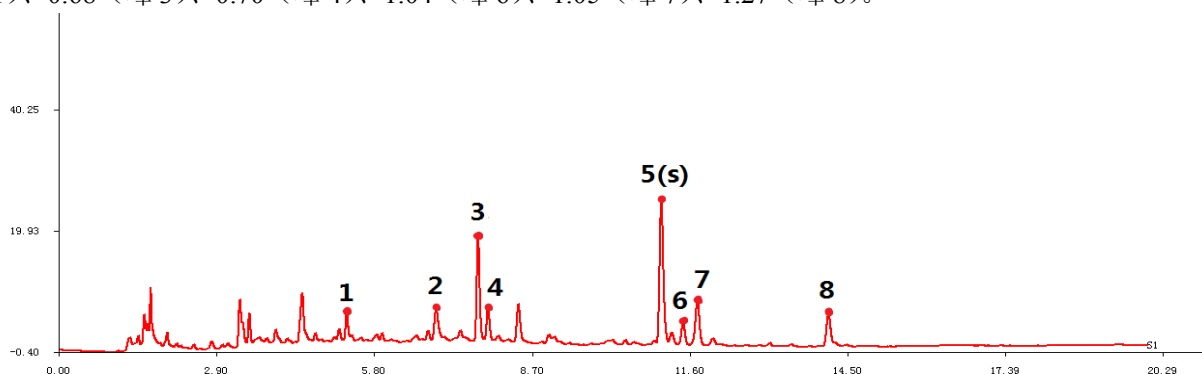
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~2	5 $\rightarrow$ 18	95 $\rightarrow$ 82
2~5	18 $\rightarrow$ 43	82 $\rightarrow$ 57
5~10	43 $\rightarrow$ 62	57 $\rightarrow$ 38
10~18	62 $\rightarrow$ 75	38 $\rightarrow$ 25
18~20	75 $\rightarrow$ 5	25 $\rightarrow$ 95

**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 L-色氨酸对照品、杯苋甾酮对照品适量,精密称定,加甲醇分别制成每 1ml 各含 25 $\mu$ 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 $\mu$ 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。与杯菟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±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): 杯菟甾酮;

色谱柱: Endeavorsil C18, 2.1mm×150mm, 1.8μm

【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 15.0%。

【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 2.2μm); 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。理论板数按杯菟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 取杯菟甾酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 20μg 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 2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含杯菟甾酮（C<sub>29</sub>H<sub>44</sub>O<sub>8</sub>）应为 0.45mg~1.50mg。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。