

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021098

牛膝配方颗粒

Niuxi 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】 取牛膝饮片 1300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 39%~55%），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 β -蜕皮甾酮对照品、人参皂苷 Ro 对照品，加甲醇分别制成每 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，吸取上述四种溶液各 4 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 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 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 0.3ml；柱温为 40 $^{\circ}$ C；检测波长为 270nm。理论板数按 β -蜕皮甾酮峰计算应不低于 10000。

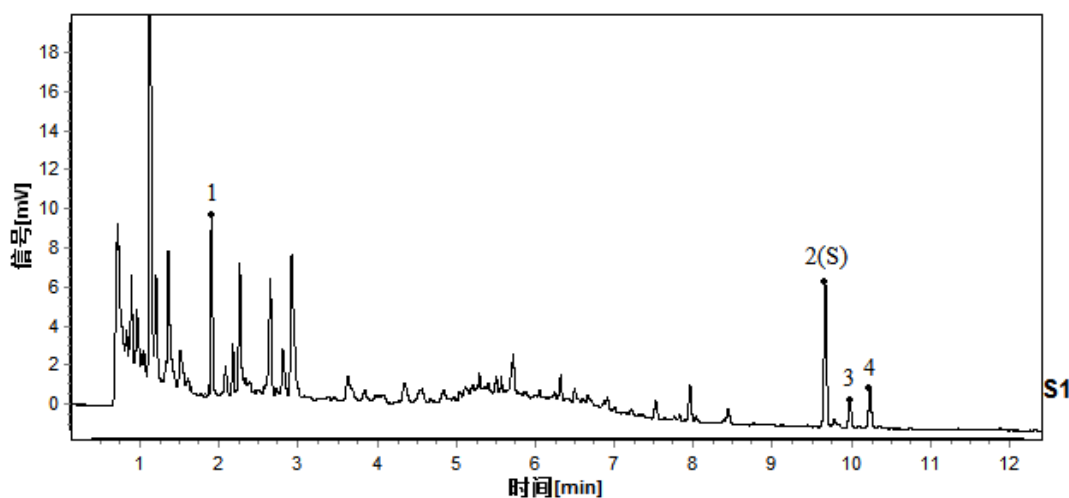
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	0→3.5	100→96.5
3~5	3.5→15	96.5→85
5~10.5	15→20	85→80
10.5~15	20→38	80→62
15~17	38→100	62→0
17~17.01	100→0	0→100
17.01~20	0	100

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,过滤,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 β -蜕皮甾酮对照品适量,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 同(含量测定)项。

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 4 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,与 β -蜕皮甾酮参照物峰相对应的峰为 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: 0.197(峰 1)、1.033(峰 3)、1.060(峰 4);计算峰 4 与峰 3 的峰面积比值,应不低于 1.0。



对照特征图谱

峰 2 (S): β -蜕皮甾酮

色谱柱: CORTECS T3 C18, 2.1mm \times 100mm, 1.6 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 8.0%。

【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 10000。

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 10 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,精密加入水 10ml,称定重量,超声处理(功率 300W,频率 40kHz) 20 分钟,放冷,再称定重量,用水补足减失的重量,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($C_{27}H_{44}O_7$)应为 0.39mg~1.17mg。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.3g

【贮藏】 密封。