

酒川牛膝配方颗粒

Jiuchuanniuxi 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加工制成的配方颗粒。

【制法】 取酒川牛膝饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 40%-60%），加入辅料适量，混匀，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，味甘。

【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，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，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，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 5 μ l，对照品溶液 3 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-甲醇-水（10:1:2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，热风吹干，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 1.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2%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 0.3 ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 266nm。理论板数按杯苋甾酮峰计算应不低于 8000。

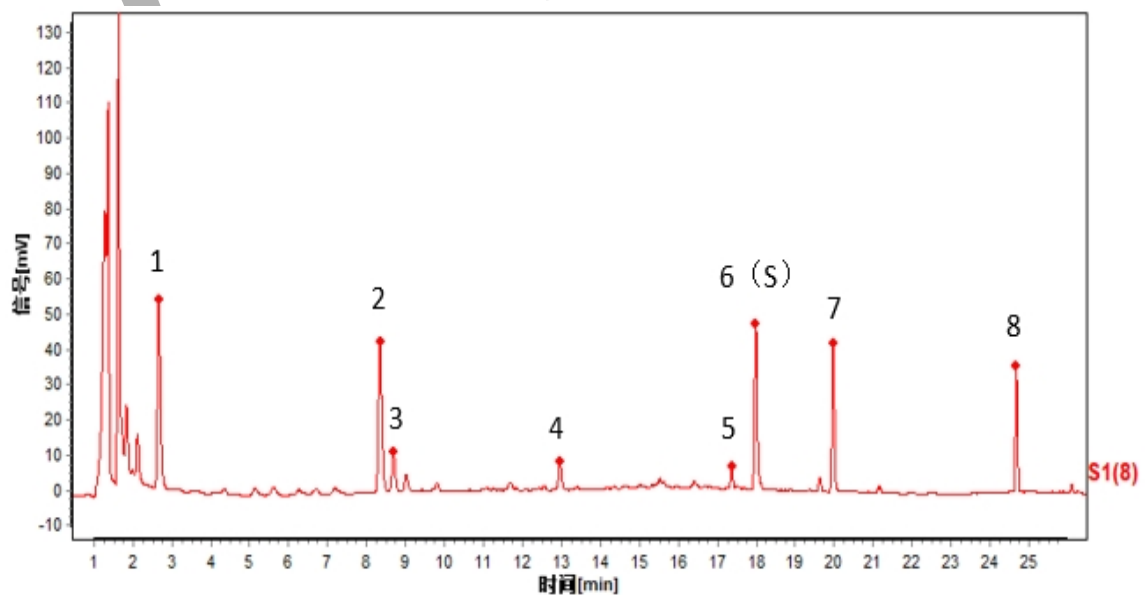
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~4	5→10	95→90
4~9	10→15	90→85
9~12	15→20	85→80
12~20	20→30	80→70

参照物溶液的制备 取川牛膝对照药材 2g，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，放冷，残渣加 30%甲醇 25 ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 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 5-羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。再取（含量测定）项下对照品溶液，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 1g，加 30%甲醇 25 ml，密塞，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，取出，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 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，除峰 1 外，应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 6 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应，与杯苋甾酮对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 2~峰 8 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 0.47（峰 2）、0.49（峰 3）、0.72（峰 4）、0.97（峰 5）、1.11（峰 7）、1.37（峰 8）。计算峰 1、峰 7、峰 8 与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：0.10-1.65（峰 1）、不得小于 0.19（峰 7）、不得小于 0.15（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1:5-羟甲基糠醛；峰 6 (S)：杯苋甾酮

色谱柱：ACQUITY BEH C18； 2.1mm×150mm，1.7μm

【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】 取本品适量研细，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 9.0%。

【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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5μm）；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(%)
0~5	10	90
5~15	10→35	90→65
15~35	35	65
35~36	35→100	65→0

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 25μg 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 20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，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 10μl，注入液相色谱仪，测定。

本品每 1g 含杯苋甾酮（C₂₉H₄₄O₈）应为 0.40mg~1.6mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。