

## 附件 7：酒牛膝配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

### 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】** 取本品适量，研细，取 3g，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，煎煮 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-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，在与对照药材色谱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 $\mu$ 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 $^{\circ}$ C；检测波长为 270nm。理论板数按 $\beta$ -蜕皮甾酮峰计算应不低于 5000。

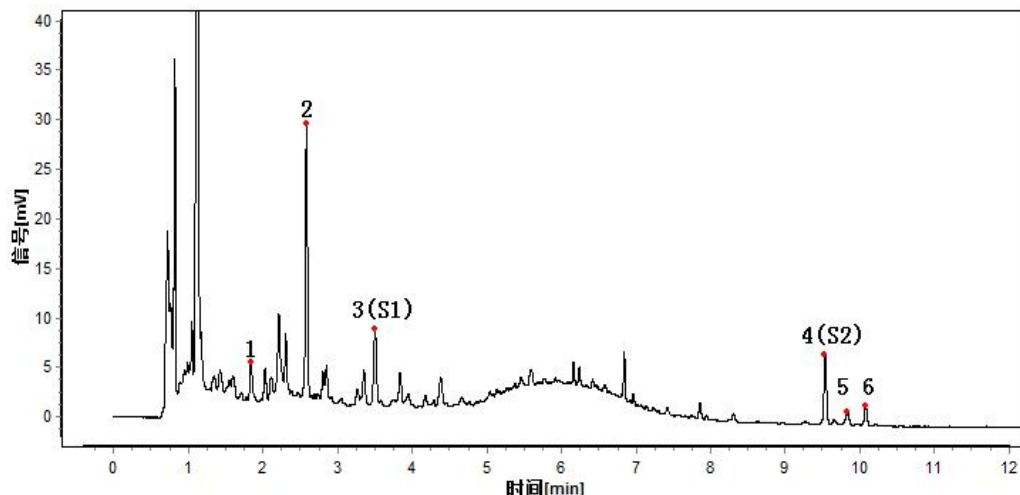
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	0→3.5	100→96.5
3~5	3.5→15	96.5→85
5~10.5	15→20	85→80
10.5~15	20→38	80→62
15~17	38→100	62→0

**参照物溶液的制备** 取牛膝对照药材 1g，加水 20ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，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，加甲醇制成每 1ml 含 8 $\mu$ g 的溶液，作为对照品参照物溶液；再取【含量测定】项下的对照品溶液，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 0.2g，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 $\mu$ 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，其中峰 1、峰 4、峰 5、峰 6 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，且峰 3、峰 4 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与 5-羟甲基糠醛参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2 与 S1 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：0.52（峰 1）、0.73（峰 2）；与 $\beta$ -蜕皮甾酮参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 5、峰 6 与 S2 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：1.03（峰 5）、1.06（峰 6）。



对照特征图谱

峰 3 (S1): 5-羟甲基糠醛; 峰 4 (S2):  $\beta$ -蜕皮甾酮  
 参考色谱柱: Waters CORTECS T3, 2.1mm $\times$ 100mm, 1.6 $\mu$ 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 13.0%。

**【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 $\beta$ -蜕皮甾酮峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备**取 $\beta$ -蜕皮甾酮对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 2.5 $\mu$ 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 $\mu$ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含 $\beta$ -蜕皮甾酮( $C_{27}H_{44}O_7$ )应为 0.5mg~1.0mg。

**【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。