

土牛膝配方颗粒

Tuniuxi Peifangkeli

【来源】本品为苋科植物牛膝 *Achyranthes bidentata* Bl.野生品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】取土牛膝饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 22.4%~40.0%），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】本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味微甜。

【鉴别】取本品 2g，研细，加乙醇 20ml，加热回流 40 分钟，放冷，静置，取上清液 10ml，加盐酸 1ml，加热回流 1 小时，取出，放冷，浓缩至约 5ml，加水 10ml，用石油醚（60~90℃）振摇提取 2 次，每次 20ml，合并石油醚液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取土牛膝对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙醇 20ml”起，同法制成对照药材溶液。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 20 μ l、对照药材溶液 15 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（40：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，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。

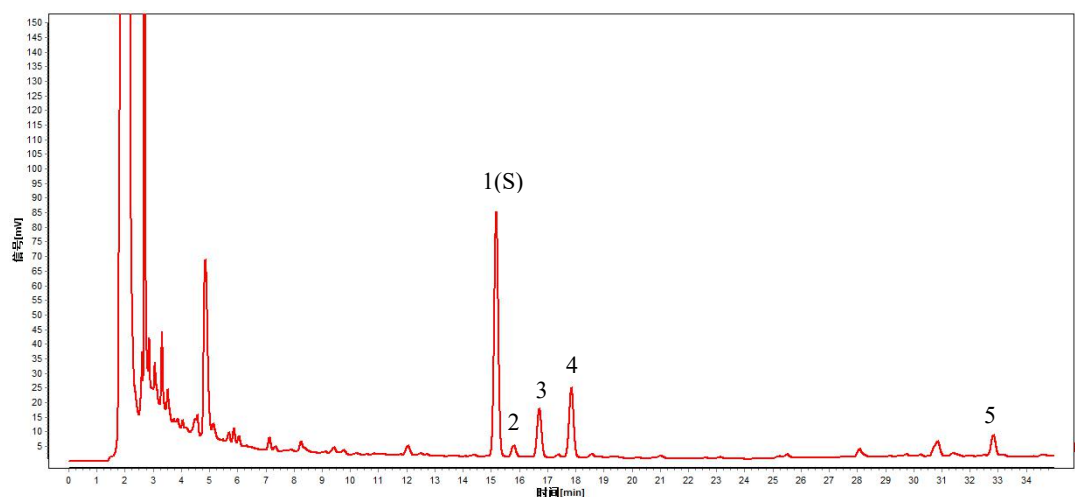
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取土牛膝对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 60 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 60%甲醇 10ml 使溶解，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〕项下的对照品溶液，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1 应与 β -蜕皮甾酮对照品参照物峰保留时间相对应。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：1.04（峰 2）、1.10（峰 3）、1.18（峰 4）、2.16（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1 (S) : β -蜕皮甾酮 峰 3: 25R-牛膝甾酮 峰 4: 25S-牛膝甾酮

【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 3g，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 29.0%。

【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；检测波长为 248nm。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	15	85
3~20	15→18	85→82
20~35	18→28	82→72

对照品溶液的制备 取 β -蜕皮甾酮对照品适量，精密称定，加60%甲醇制成每1ml含40 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入60%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）15分钟，放冷，再称定重量，用60%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10 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 0.50mg~3.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g。

【贮藏】密封。