

【一】品种说明

【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 1300 g，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 1000 g，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。

【二】特征图谱

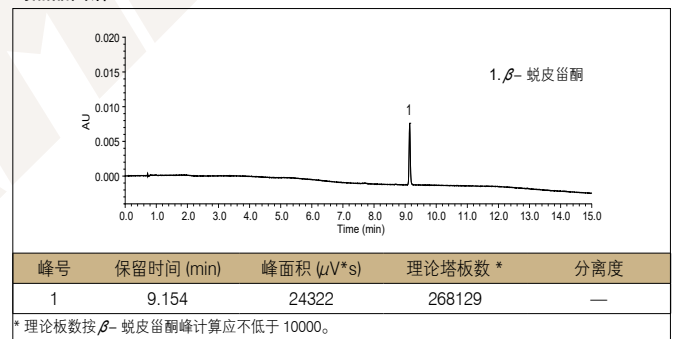
1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取牛膝对照药材 1.0 g，加水 20 mL，煮沸 30 分钟，过滤，滤液蒸干，加水 10 mL，超声处理 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 1 mL 含 25 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 10 mL，称定重量，超声处理 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。

2、分析条件

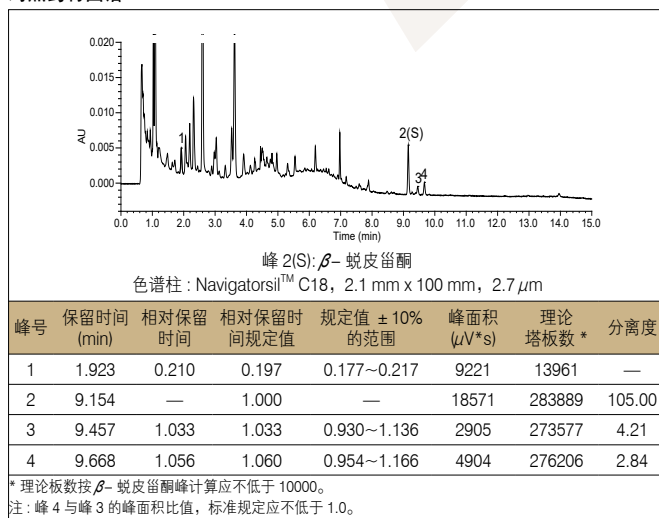
色谱柱	Navigatorsil™ C18, 2.1 mm x 100 mm, 2.7 μ m (Cat# 88003)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.05% 甲酸溶液
	时间 / 分钟	A%	B%
	0~3	0 → 3.5	100 → 96.5
	3~5	3.5 → 15	96.5 → 85
	5~10.5	15 → 20	85 → 80
	10.5~15	20 → 38	80 → 62
	15~17	38 → 100	62 → 0
	17~17.01	100 → 0	0 → 100
17.01~20	0	100	
流速	0.3 mL/min		
进样量	1 μ L		
柱温	40 $^{\circ}$ C		
检测波长	270 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

对照品图谱

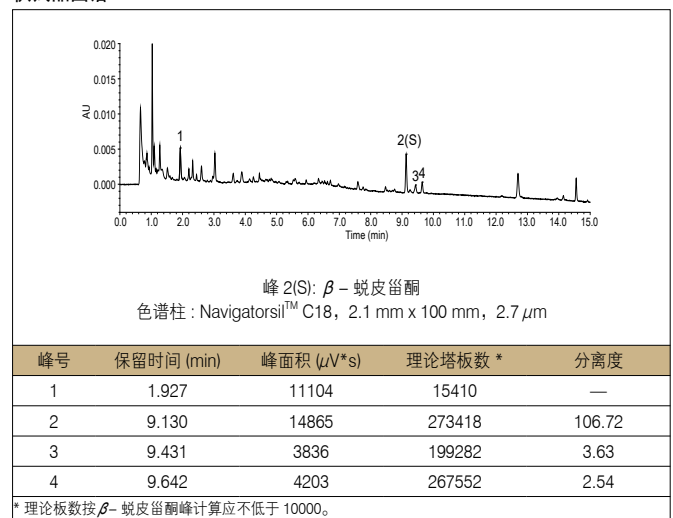


3、实验图谱

对照药材图谱



供试品图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Navigatorsil™ C18, 2.1 mm x 100 mm, 2.7 μ m (Cat# 88003) 检测牛膝配方颗粒, 供试品色谱中呈现 4 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应; 计算各特征峰与 S 峰 (β -蜕皮甾酮峰) 的相对保留时间分别为 0.210 (峰 1)、1.033 (峰 3)、1.056 (峰 4), 均在规定值 \pm 10% 范围内; 计算峰 4 与峰 3 的相对峰面积为 1.7, 符合方法要求。

【三】含量测定

1、样品制备

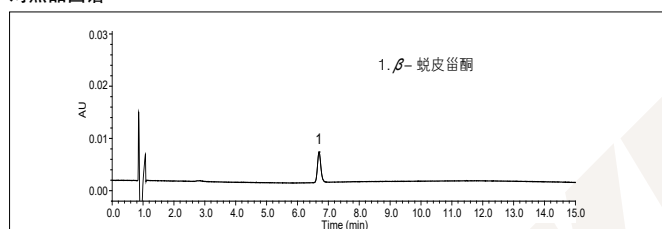
制备方法 对照品溶液 取 β -蜕皮甾酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 10 μ g 的溶液，即得。
供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 10 mL，称定重量，超声处理 20 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil [®] C18, 2.1 x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)
流动相	乙腈:水:甲酸 = 16:84:0.1
流速	0.3 mL/min
进样量	1 μ L
柱温	35 $^{\circ}$ C
检测波长	250 nm
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC

3、实验图谱

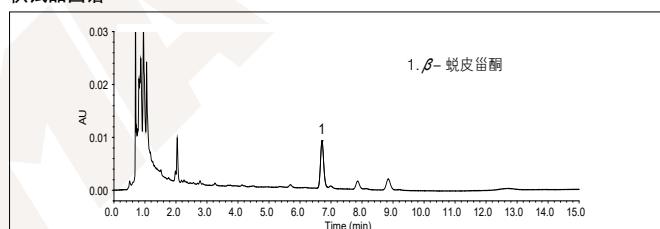
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	USP 拖尾因子	分离度
1	6.700	43847	18423	1.14	—

* 理论板数按 β -蜕皮甾酮峰计算应不低于 10000。

供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	USP 拖尾因子	分离度
1	6.710	63014	20628	1.10	—

* 理论板数按 β -蜕皮甾酮峰计算应不低于 10000。

4、实验结果

经测定本品每 1 g 含 β -蜕皮甾酮 ($C_{27}H_{44}O_7$) 的含量为 0.72 mg，在方法规定的范围内 (0.39 mg~1.17 mg)。