

附件：复方杜仲健骨颗粒公示稿

复方杜仲健骨颗粒

Fufang Duzhong Jiangu Keli

【处方】 杜仲 220g 白芍 220g 续断 220g 黄芪 330g
 枸杞子 220g 牛膝 220g 三七 65g 鸡血藤 220g
 人参 65g 当归 220g 黄柏 130g 威灵仙 130g

【制法】 以上十二味，三七、人参粉碎成粗粉，加 60%乙醇，加热回流提取四次，每次 2 小时，合并提取液，滤过，滤液备用；其余杜仲等十味加水煎煮二次，每次 1.5 小时，合并煎液，滤过，滤液减压浓缩至相对密度为 1.05~1.10（50℃），加乙醇使醇含量达 60%，搅匀，静置过夜，取上清液，与三七和人参的提取液合并，减压回收乙醇并浓缩至适量，加入适量的糊精，混匀，减压干燥，粉碎成细粉，加入适量的糊精，混匀，制颗粒，干燥，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅黄色至棕色颗粒；味微苦。

【鉴别】 （1）取本品 3g，研细，加甲醇 30ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 10ml，合并正丁醇提取液，用水 10ml 洗涤，弃去水洗液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品液。另取芍药苷对照品，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，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（40：5：10：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品 5g，研细，加甲醇 30ml，超声处理 40 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 30ml 使溶解，用石油醚（60~90℃）振摇提取 2 次，每次 20ml，弃去石油醚液，再用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 20ml，合并正丁醇提取液，用氨试液洗涤 2 次，每次 20ml，正丁醇液蒸干，残渣加水 3ml 使溶解，通过 D101 型大孔吸附树脂柱（内径为 1.5cm，柱高为 12cm），用水 40ml 洗脱，弃去洗脱液，再分别用 40%乙醇和 70%乙醇各 30ml 洗脱，收集 70%乙醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品液。另取黄芪甲苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.8mg 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 6 μ l、对照品溶液 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13：6：2）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，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，在与对照品色谱相应位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品 2g，研细，加水 20ml，超声处理 40 分钟，滤过，滤液用石油醚（60~90℃）振摇提取 2 次，每次 20ml，弃去石油醚液，再用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 20ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加水 3ml 使溶解，通过 D101 型大孔吸附树脂柱

(内径为 1.5cm, 柱高为 12cm), 用水 40ml 洗脱, 再分别用 30%乙醇和 70%乙醇各 30ml 洗脱, 收集 70%乙醇洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品液。另取川续断皂苷 VI 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, 吸取两种溶液 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-水(13: 7: 2) 10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应位置上, 显相同颜色的斑点。

(4) 取[鉴别](1) 项下的供试品溶液 1ml, 加在中性氧化铝柱(100~200 目, 2g, 内径为 1cm) 上, 用 70%甲醇 30ml 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品液。另取人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rg1 对照品及三七皂苷 R1 对照品, 加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 的混合溶液, 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, 吸取上述两种溶液各 4 μ l, 分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-水(13: 7: 2) 10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应位置上, 显相同颜色的斑点。

(5) 取[鉴别](4) 项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱对照品, 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, 吸取上述两种溶液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水(7: 1: 2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

(6) 取本品 10g, 研细, 加水 50ml, 超声 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液用乙酸乙酯提取 2 次, 每次 20ml, 提取液通过铺有无水硫酸钠的干燥漏斗滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取枸杞子对照药材 0.5g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟。放冷, 滤过, 滤液加乙酸乙酯提取两次, 每次 20ml, 提取液通过铺有无水硫酸钠的干燥漏斗滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取上述供试品溶液 2 μ l, 对照药材溶液 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-二氯甲烷-甲酸(3: 9: 0.2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应位置上, 应显相同颜色的荧光斑点。

(7) 取本品 15g, 研细, 加 1%碳酸氢钠溶液 50ml, 超声处理 10 分钟, 离心, 取上清液, 用稀盐酸调 pH 至 2~3, 用乙醚振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取当归对照药材 0.5g, 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 6 μ l, 对照药材溶液 2 μ l, 分别点于同一预制硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯(9: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

【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)。

【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 以十八烷基硅烷键和硅胶为填充剂; 以乙腈-水(17: 83) 为流动相; 检测波长为 231nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于 3500。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 30 μ g 的溶

液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，研细，取 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25ml，密塞，称定重量，超声（功率为 250W，频率 33kHz）处理 20 分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 15ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣用甲醇溶解，并转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，用微孔滤膜（0.45 μ m）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。

本品每袋含白芍以芍药苷（C₂₃H₂₈O₁₁）计，不得少于 16.2mg。

【功能与主治】 补益肝肾，养血荣筋，通络止痛。用于肝肾不足、筋脉瘀滞所致的膝关节骨性关节炎，症见关节肿胀、疼痛、功能障碍。

【用法与用量】 开水冲服。一次 12g，一日 3 次。1 个月为一疗程，或遵医嘱。

【注意】 孕妇忌服

【规格】 每袋装 12g（每 1g 相当于饮片 2.26g）

【贮藏】 密封。

复方杜仲健骨颗粒质量标准修订说明：

- 1、修订了性状项。
- 2、修订了续断的薄层鉴别方法。
- 3、增加了枸杞子、当归的薄层鉴别方法。
- 4、修订了含量测定方法。