

附件：祛风止痛胶囊药典标准草案公示稿

祛风止痛胶囊

Qufeng Zhitong Jiaonang

【处方】老鹳草	334g	槲寄生	167g
续断	167g	威灵仙	83g
独活	83g	制草乌	83g
红花	83g		

【制法】以上七味，威灵仙、独活粉碎成细粉，过筛；其余槲寄生等五味加水煎煮二次，每次 3 小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩成相对密度为 1.18~1.20（80℃）的清膏，喷雾干燥，干粉与上述细粉混匀，用 70%乙醇制成颗粒，沸腾干燥，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】本品为硬胶囊，内容物为棕黄色至棕褐色的粉末；味苦、涩。

【鉴别】（1）取本品内容物 2g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，离心，取上清液，浓缩至约 2ml，加入 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 30%乙醇 100ml 洗脱，收集洗脱液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取槲寄生对照药材 2g，加水 25ml，同法制成对照药材溶液。再取紫丁香苷对照品，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（通则 0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各 10 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（15：4：0.2）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，置日光下检视。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，显相同颜色的斑点。

（2）取本品内容物 2g，加甲醇 50ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 30ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 30ml，合并正丁醇提取液，用氨试液 60ml 洗涤，再用正丁醇饱和的水 60ml 洗涤，取正丁醇液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取续断对照药材 0.5g，加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。再取川续断皂苷 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（通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁

醇-醋酸-水（4：1：5）的上层溶液为展开剂，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，置日光下检视。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，显相同颜色的斑点。

（3）取本品内容物 6g，加乙醇 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加无水乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。取威灵仙对照药材 2g，加乙醇 30ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-三氯甲烷-乙酸乙酯（4：1：1）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，置日光下检视。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。

（4）取本品内容物 2g，加乙醚 30ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取独活对照药材 0.2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（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，以正己烷-甲苯-乙酸乙酯（2：1：1）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的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】乌头碱限量 取本品 36 粒，倾出内容物，置 250ml 锥形瓶中，加氨试液 30ml，摇匀，再加乙醚 100ml，振摇 10 分钟，超声处理 15 分钟，放置过夜，分取乙醚液，残渣及滤器用适量乙醚洗涤，洗涤液与滤液合并，回收溶剂至干，残渣用三氯甲烷溶解并转移至 2ml 量瓶中，加三氯甲烷至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取乌头碱对照品，精密称定，加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（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，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（6.4：3.6：2）为展开剂，置氨蒸气饱和 20 分钟的展开缸内展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，置日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上出现的斑点应小于对照品的斑点或不出现斑点。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（通则 0103）。

【含量测定】老鹳草 照高效液相色谱法（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；以甲醇-0.2% 磷酸溶液（5：95）为流动相；检测波长为 266nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品内容物约 2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 50kHz) 30 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 5 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含老鹳草以没食子酸(C₇H₆O₅)计,不得少于 0.30mg。

续断 照高效液相色谱法(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(30:70)为流动相;检测波长为 212nm。理论板数按川续断皂苷 VI 峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备 取川续断皂苷 VI 对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品内容物约 2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 50kHz) 30 分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25ml,蒸干,残渣加水 25ml 使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次(50ml, 30ml, 30ml),合并正丁醇提取液,用氨试液 100ml 洗涤,再用正丁醇饱和的水 100ml 洗涤,取正丁醇液,回收溶剂至干,残渣加甲醇溶解并转移至 25ml 量瓶中,加甲醇至刻度,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。

本品每粒含续断以川续断皂苷 VI(C₄₇H₇₆O₁₈)计,不得少于 1.5mg。

【功能与主治】祛风寒,补肝肾,壮筋骨。用于风寒湿邪闭阻、肝肾亏虚所致的痹病,症见关节肿胀、腰膝疼痛、四肢麻木。

【用法与用量】口服。一次 6 粒,一日 2 次。

【注意】孕妇忌服。

【规格】每粒装 0.3g(相当于饮片 1g)

【贮藏】密封。

起草单位:陕西步长制药有限公司

复核单位:陕西省食品药品检验研究院、四川省药品检验研究院

主要起草人及联系方式:刘勇 13892916020

祛风止痛胶囊标准草案起草说明

1. 【鉴别】拟修订榭寄生的薄层鉴别方法，并将齐墩果酸对照修订为紫丁香苷对照。威灵仙鉴别保留原描述。
2. 【规格】拟按照《中成药规格表述技术指导原则》规范。

国家药典委员会