

附件：痹祺胶囊公示稿

痹祺胶囊

Biqi Jiaonang

【处方】 马钱子粉 24.84g 地龙（制）2.48g

党参 37.27g 茯苓 37.27g

白术 37.27g 川芎 49.69g

丹参 24.84g 三七 24.84g

牛膝 24.84g 甘草 37.27g

【制法】 以上十味，除马钱子粉外，其余九味粉碎成细粉，混匀，与马钱子粉套研，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为浅黄棕色的粉末；味苦。

【鉴别】（1）取本品，置显微镜下观察：不规则分枝状团块无色，遇水合氯醛液溶化；菌丝无色或淡棕色，直径 $4\sim 6\mu\text{m}$ （茯苓）。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维（甘草）。草酸钙砂晶存在于薄壁细胞中（牛膝）。草酸钙针晶细小，长 $10\sim 32\mu\text{m}$ ，不规则地充塞于薄壁细胞中（白术）。非腺毛单细胞，多碎断，基部膨大似石细胞，木化（马钱子粉）。肌纤维无色至淡棕色，微波状弯曲，有时呈垂直交错排列（地龙）。

（2）取本品内容物 4g，加水 4ml，搅匀，加水饱和的正丁醇 20ml，密塞，振摇 10 分钟，放置 2 小时，离心，取上清液，加正丁醇饱和的水 50ml，摇匀，放置使分层（必要时离心），分取正丁醇层，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷 Rb_1 对照品、人参皂苷 Rg_1 对照品及三七皂苷 R_1 对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 2.5mg 的混合溶液，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 $5\sim 10\mu\text{l}$ ，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-乙酸乙酯-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°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的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品内容物 2g，置具塞锥形瓶中，加三氯甲烷 20ml，加浓氨试液

1ml, 摇匀, 放置 24 小时, 充分振摇, 滤过, 滤液用硫酸溶液 (3→100) 提取 3 次, 每次 15ml, 合并硫酸溶液, 加浓氨试液调节 pH 值使呈碱性, 用三氯甲烷振摇提取 4 次, 每次 15ml, 合并三氯甲烷液, 回收溶剂至干, 残渣加三氯甲烷 5ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取马钱子总生物碱对照提取物, 加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.8mg 的溶液, 作为对照提取物溶液。照薄层色谱法 (通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 8 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液 (8:6:0.5:2) 的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中, 在与对照提取物色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

(4) 取本品内容物 1g, 加乙醚 20ml, 超声处理 10 分钟, 滤过, 滤液挥干, 残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取川芎对照药材 1g, 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 1~2 μ l, 分别点于同一硅胶 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的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

(5) 取本品内容物 1g, 加乙醚 40ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 弃去乙醚液, 残渣挥干溶剂, 加甲醇 30ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 滤液回收溶剂至干, 残渣加水 40ml 使溶解, 用正丁醇振摇提取 3 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 用水洗涤 3 次, 每次 20ml, 分取正丁醇液, 回收溶剂至干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取甘草对照药材 1g, 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 1~2 μ l, 分别点于同一用 1% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水 (15:1:1:2) 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】 水分 不得过 10.0% (通则 0832)。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定 (通则 0103)。

【含量测定】 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-磷酸（24：76：0.1）（每 1000ml 中加戊烷磺酸钠 1.74g）为流动相；检测波长为 254nm。理论板数按士的宁峰计算应不低于 6000。士的宁峰与马钱子碱峰的分离度应符合要求。

对照提取物溶液的制备 取马钱子总生物碱对照提取物（已标示士的宁、马钱子碱的含量）适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 50 μg 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 0.3g，精密称定，精密加入三氯甲烷 25ml，加入浓氨试液 2.5ml，密塞，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用三氯甲烷补足减失的重量，摇匀，分取三氯甲烷层，精密量取 15ml，蒸干回收溶剂至干，残渣加流动相使溶解，转移至 5ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照提取物溶液与供试品溶液各 10 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含马钱子粉以士的宁（ $C_{21}H_{22}N_2O_2$ ）计，应为 0.21~0.36mg，马钱子碱（ $C_{23}H_{26}N_2O_4$ ）不得少于 0.09mg。

【功能与主治】 益气养血，祛风除湿，活血止痛。用于气血不足，风湿痹阻，肌肉关节酸痛，关节肿大、僵硬变形或肌肉萎缩，气短乏力；风湿、类风湿性关节炎，腰肌劳损，软组织损伤属上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次 4 粒，一日 2~3 次。

【注意】 孕妇禁服。

【规格】 每粒装 0.3g（相当于饮片 0.3g）

【贮藏】 密封。

附：马钱子粉质量标准

马 钱 子 粉

本品为马钱子的炮制加工品。

〔制法〕 取制马钱子，粉碎成细粉，照马钱子〔含量测定〕项下的方法测定士的宁含量后，加适量淀粉，使含量符合规定，混匀，即得。

〔性状〕 本品为黄褐色粉末；气微香，味极苦。

〔鉴别〕 取本品粉末 0.2g，加三氯甲烷-乙醇（10：1）混合溶液 5ml 与浓氨试液 0.5ml，密塞，振摇 5 分钟，放置 2 小时，滤过，取滤液作为供试品溶液。

另取马钱子总生物碱对照提取物，加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.8mg 的溶液，作为对照提取物溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10 μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液（4：5：0.6：0.4）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照提取物色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

〔检查〕 水分 不得过 14.0%（通则 0832 第二法）。

〔含量测定〕 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-磷酸（24：76：0.1）（每 1000ml 中加戊烷磺酸钠 1.74g）为流动相；检测波长为 254nm。理论板数按土的宁峰计算应不低于 6000。土的宁峰与马钱子碱峰的分离度应符合要求。

对照提取物溶液的制备 取马钱子总生物碱对照提取物（已标示土的宁、马钱子碱的含量）适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 50 μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）约 0.1g，精密称定，精密加入三氯甲烷 25ml，加入浓氨试液 2.5ml，密塞，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用三氯甲烷补足减失的重量，摇匀，分取三氯甲烷层，精密量取 15ml，蒸干，残渣加流动相使溶解，转移至 5ml 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照提取物溶液与供试品溶液各 10 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含土的宁（ $C_{21}H_{22}N_2O_2$ ）应为 1.20%～1.45%，马钱子碱（ $C_{23}H_{26}N_2O_4$ ）不得少于 0.60%。

〔贮藏〕 密闭保存，置干燥处。

〔制剂〕 痹祺胶囊

痹祺胶囊药品标准修订草案起草说明

1. 修订了制剂中马钱子含量测定方法。
2. 修订了所附马钱子粉制法及鉴别方法，修订了含量测定方法及限度。
3. 根据《中成药规格表述技术指导原则》，将规格规范为“每粒装 0.3g（相当于饮片 0.3g）”。