

风湿骨痛片

Fengshi Gutong Pian

【处方】 制川乌 90g 制草乌 90g
 红 花 90g 甘 草 90g
 木 瓜 90g 乌 梅 90g
 麻 黄 90g

【制法】 以上七味，取制川乌、制草乌、甘草粉碎成细粉，过筛，混匀；其余红花等四味加水煎煮二次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至稠膏状，加入上述细粉，混匀，制粒，干燥，加辅料适量，压制成 1000 片，或包薄膜衣，即得。

【性状】 本品为黄褐色的片，或为薄膜衣片，除去包衣后显黄褐色；味微苦、酸。

【鉴别】 (1) 取本品，置显微镜下观察：石细胞长方形或类方形，壁稍厚（制川乌、制草乌）。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维（甘草）。

(2) 取本品 6 片，研细，加 50% 甲醇 40ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 30ml 使溶解，加盐酸调节 pH 值至 2~3，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，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 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取甘草苷对照品，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 2015 年版通则 0502)试验，吸取供试品溶液与对照品溶液各 10 μ l、对照药材溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸(5: 1: 0.1)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，在日光下检视。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) 在〔含量测定〕麻黄项下的色谱图中，供试品色谱应呈现与盐酸麻黄碱对照品和盐酸伪麻黄碱对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

【检查】 双酯型生物碱 照〔含量测定〕制川乌和制草乌项下色谱条件和供试品溶液的制备方法试验。

对照品溶液的制备 取乌头碱对照品、次乌头碱对照品、新乌头碱对照品适量，精密称定，加流动相（A:B=15:85）制成每1ml各含20 μ g的混合溶液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与[含量测定]制川乌和制草乌项下供试品溶液各10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含双酯型生物碱以乌头碱(C₃₄H₄₇NO₁₁)、次乌头碱(C₃₃H₄₅NO₁₀)和新乌头碱(C₃₃H₄₅NO₁₁)的总量计，不得过72 μ g。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(中国药典2015年版通则0101)。

【含量测定】制川乌和制草乌 照高效液相色谱法(中国药典2015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-四氢呋喃（25：15）为流动相A，以0.1mol/L醋酸铵溶液（每1000ml加冰醋酸0.5ml）为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为235nm。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于2000。

时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B (%)
0~48	15→26	85→74
48~49	26→35	74→65
49~58	35	65
58~65	35→15	65→85

对照品溶液的制备 取苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品、苯甲酰新乌头原碱对照品适量，精密称定，加流动相（A:B=15:85）制成每1ml含苯甲酰乌头原碱20 μ g、苯甲酰次乌头原碱50 μ g、苯甲酰新乌头原碱0.1mg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，精密称定，研细，取约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入0.1mol/L盐酸溶液25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率400W，频率40kHz）40分钟，放冷，再称定重量，用0.1mol/L盐酸溶液补足减失的重量，摇匀，离心，精密量取上清液10ml，加在固相萃取柱（以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂，150mg或200mg，容量为6ml，预先依次用乙腈、水各6ml洗脱）上，依次以水3ml、氨溶液（5→100）、水、甲醇、乙腈各5ml洗脱，待洗脱液流尽后，放置5分钟，继用乙腈-浓氨试液（90：10）的混合溶液10ml

洗脱, 收集洗脱液, 于40℃以下减压回收溶剂至干, 精密加入流动相(A:B=15:85) 3ml使溶解, 滤过, 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。

本品每片含制川乌和制草乌以苯甲酰乌头原碱(C₃₂H₄₅NO₁₀)、苯甲酰次乌头原碱(C₃₁H₄₃NO₉)和苯甲酰新乌头原碱(C₃₁H₄₃NO₁₀)的总量计, 应为 0.081~0.198mg。

麻黄 照高效液相色谱法(中国药典 2015 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-0.1%磷酸溶液(用三乙胺调 pH 值至 3.0)(5: 95)为流动相; 检测波长为 207nm。理论板数按盐酸麻黄碱峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取盐酸麻黄碱对照品、盐酸伪麻黄碱对照品适量, 精密称定, 加流动相制成每1ml含盐酸麻黄碱20 μ g、盐酸伪麻黄碱10 μ g的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备 精密量取(含量测定)制川乌和制草乌项下的供试品溶液 1ml 至 10mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 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。

本品每片含麻黄以盐酸麻黄碱(C₁₀H₁₅NO HCl)和盐酸伪麻黄碱(C₁₀H₁₅NO HCl)的总量计, 不得少于0.27mg。

甘草 照高效液相色谱法(中国药典 2015 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; 以甲醇-水-冰醋酸-三乙胺(62: 38: 1: 0.3)为流动相; 检测波长为 270nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取甘草酸铵对照品适量, 精密称定, 加50%甲醇制成每1ml含30 μ g的溶液, 即得(甘草酸重量=甘草酸铵重量/1.0207)。

供试品溶液的制备 取本品 10 片, 精密称定, 研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加 50%甲醇 40ml, 超声处理(功率 400W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 用 50%甲醇稀释至刻度, 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。

本品每片含甘草以甘草酸（C₄₂H₆₂O₁₆）计，不得少于0.68mg。

【功能与主治】 温经散寒，通络止痛。用于寒湿闭阻经络所致的痹病，症见腰脊疼痛、四肢关节冷痛；风湿性关节炎见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次 2~4 片，一日 2 次。

【注意】 本品含毒性药，不可多服；孕妇忌服。

【规格】 (1) 素片每片重 0.37g (2) 薄膜衣片 每片重 0.36g

【贮藏】 密封。