

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021042

防己配方颗粒

Fangji Peifangkeli

【来源】 本品为防己科植物粉防己 *Stephania tetrandra* S.Moore 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】 取防己饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~22%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为淡黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 2g，加乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取防己对照药材 5g，同法制成对照药材溶液。再取粉防己碱对照品、防己诺林碱对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 1mg 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，吸取上述三种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液（6:3:1:1:0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）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。

【特征图谱】 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2% 磷酸溶液（含 0.4% 三乙胺）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 282nm。理论板数按防己诺林碱峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~30	10 \rightarrow 20	90 \rightarrow 80
30~70	20	80

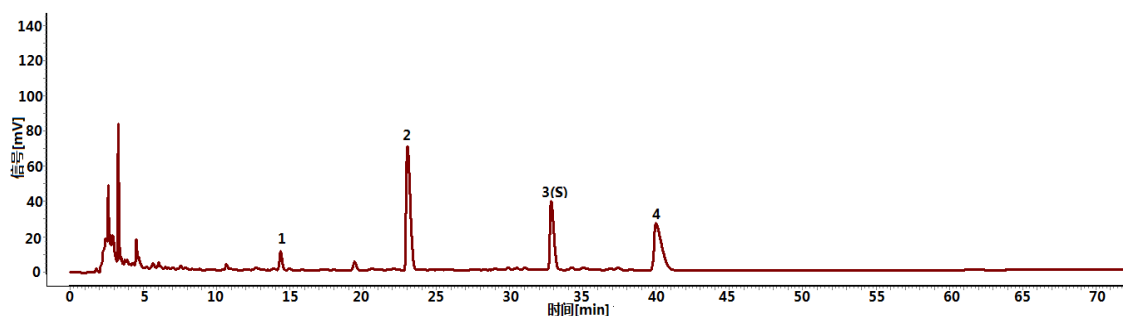
参照物溶液的制备 取防己对照药材 2.5g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，密塞，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取防己诺林碱对照品、粉防己碱对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每 1ml 含防己诺林碱 0.05mg、粉防己碱 0.1mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，同对照药材参照物溶液制备方法制成供试品溶液。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，

其中 2 个峰应分别与相应的对照品参照物峰相对应，与防己诺林碱参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.432（峰 1）、0.695（峰 2）。



对照特征图谱

峰 3 (S)：防己诺林碱；峰 4：粉防己碱

色谱柱：ZORB X Eclipse Plus C18, 4.6mm×250mm, 5μm

【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）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 15.0%。

【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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-甲醇-0.03mol/L 磷酸二氢钠水溶液-三乙胺（40：30：30：0.1）为流动相；检测波长为 282nm。理论板数按粉防己碱峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取粉防己碱对照品、防己诺林碱对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每 1ml 含粉防己碱 0.1mg、防己诺林碱 0.05mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25ml，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含粉防己碱（ $C_{38}H_{42}N_2O_6$ ）和防己诺林碱（ $C_{37}H_{40}N_2O_6$ ）的总量应为 20.0mg ~ 58.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封。