

## 【一】品种说明

【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 4500 g，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 1000 g，即得。

【性状】本品为淡黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦。

## 【二】特征图谱

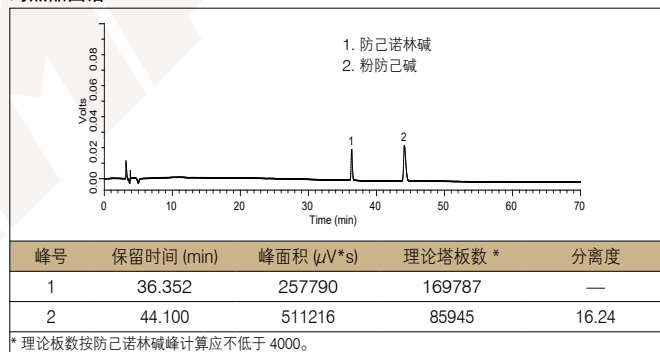
## 1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取防己对照药材 2.5 g，置具塞锥形瓶中，加水 25 mL，密塞，超声处理 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 1 mL 含防己诺林碱 0.05 mg、粉防己碱 0.1 mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.5 g，置具塞锥形瓶中，加水 25 mL，密塞，超声处理 20 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。

## 2、分析条件

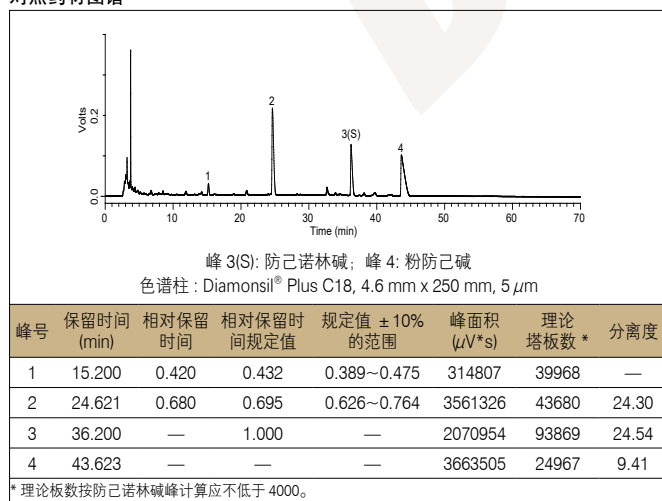
色谱柱	Diamonsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99403)		
流动相	A: 乙腈	B: 0.2% 磷酸溶液 (含 0.4% 三乙胺)	
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~30	10 → 20	90 → 80
	30~70	20	80
流速	1.0 mL/min		
进样量	10 μL		
柱温	25 °C		
检测波长	282 nm		
仪器	岛津 LC-20A		

## 对照品图谱

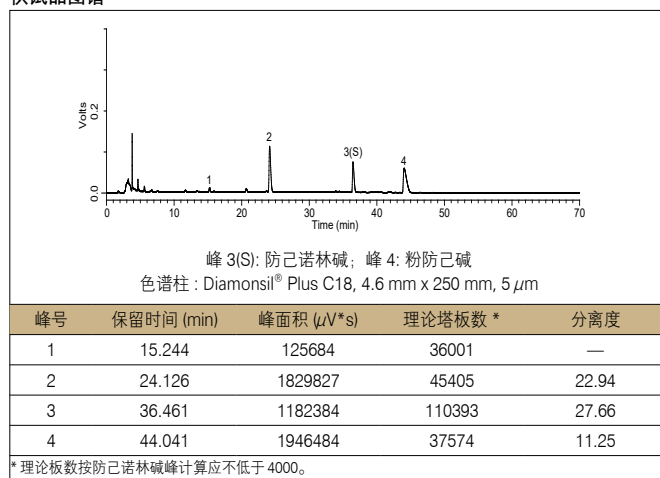


## 3、实验图谱

## 对照药材图谱



## 供试品图谱



## 4、实验结果

使用色谱柱 Diamonsil® Plus C18, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99403) 检测防己配方颗粒的特征峰，供试品色谱中呈现 4 个特征峰，并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 个峰分别与相应的对照品参照物峰相对应；计算峰 1、峰 2 与 S 峰（防己诺林碱峰）的相对保留时间分别为 0.420（峰 1）、0.680（峰 2），均在规定值 ± 10% 范围内，符合方法要求。

## 【三】含量测定

## 1、样品制备

**制备方法** **对照品溶液** 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 1 mL 含粉防己碱 0.1 mg、防己诺林碱 0.05 mg 的混合溶液，即得。

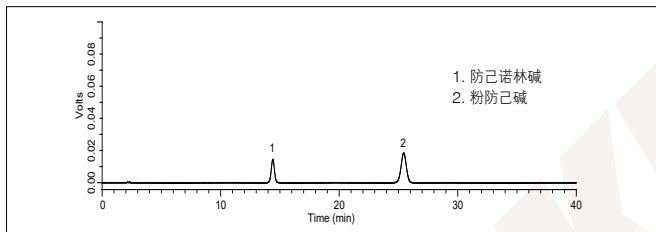
**供试品溶液** 取本品适量，研细，取约 0.1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25 mL，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

## 2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® C18(2), 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99603)
流动相	乙腈: 甲醇: 0.03 mol/L 磷酸二氢钠水溶液: 三乙胺 = 40:30:30:0.1
流速	1.0 mL/min
进样量	10 μL
柱温	25 °C
检测波长	282 nm
仪器	岛津 LC-20A

## 3、实验图谱

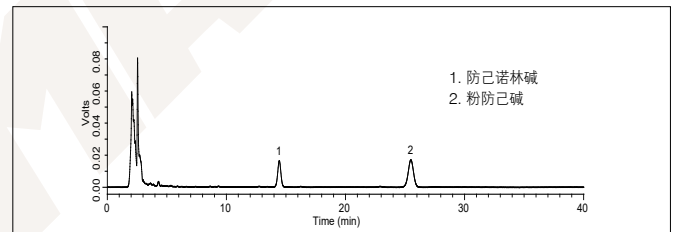
## 对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	USP 拖尾因子	分离度
1	14.392	276064	12956	1.01	—
2	25.435	578677	14931	0.99	16.50

\* 理论板数按粉防己碱峰计算应不低于 4000。

## 供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	USP 拖尾因子	分离度
1	14.431	305352	13267	1.04	—
2	25.488	542290	14959	0.98	16.57

\* 理论板数按粉防己碱峰计算应不低于 4000。

## 4、实验结果

经测定本品每 1 g 含粉防己碱 (C<sub>38</sub>H<sub>42</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) 和防己诺林碱 (C<sub>37</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) 的总量为 37.3 mg，在方法规定的范围内 (20.0 mg~58.0 mg)。