

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2024014

芡实配方颗粒

Qianshi Peifangkeli

【来源】 本品为睡莲科植物芡 *Euryale ferox* Salisb. 的干燥成熟种仁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】 取芡实饮片 12500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5%~8%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅黄白色至灰黄色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芡实对照药材 6g，加水 120ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液减压浓缩至干，残渣加甲醇 60ml，同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品，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 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 15 μ l、对照药材溶液 20 μ l 与对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷-甲酸乙酯-甲酸（5：5：1）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】 避光操作。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 150mm，内径为 4.6mm，粒径为 3.0 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.5%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.0ml，柱温为 20 $^{\circ}$ C，检测波长为 258nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	1	99
5~11	1 \rightarrow 2	99 \rightarrow 98
11~15	2	98

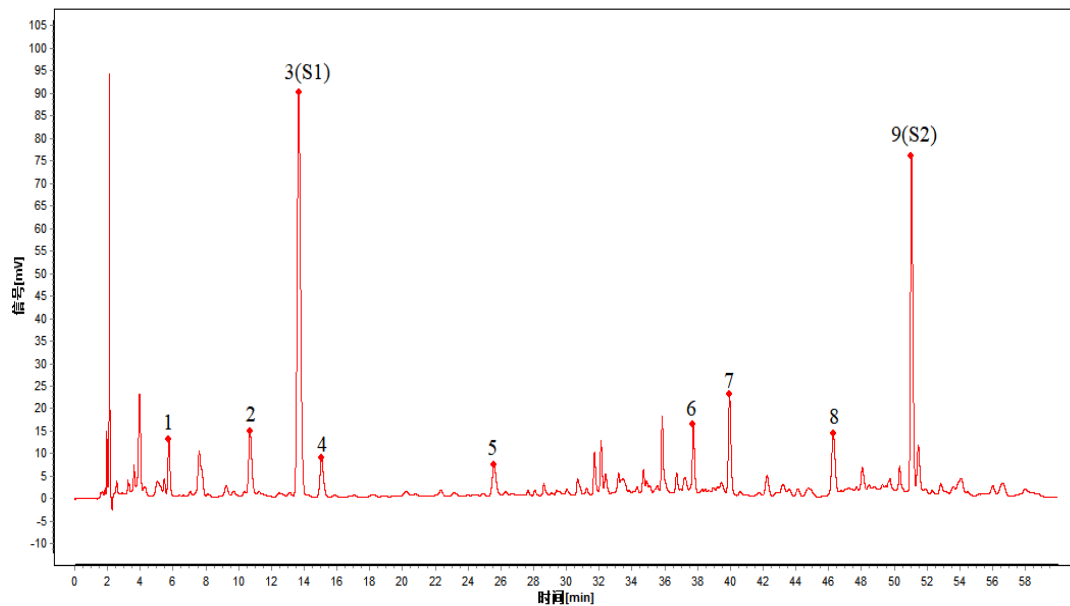
15~20	2→4	98→96
20~35	4→15	96→85
35~42	15	85
42~46	15→21	85→79
46~58	21→22	79→78

参照物溶液的制备 取芡实对照药材 2.5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液减压浓缩至干，残渣加 50%甲醇 5ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取没食子酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。再取鞣花酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 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 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 5ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 3、峰 9 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与没食子酸对照品参照峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1~2、峰 4~5 与 S1 峰的相对保留时间，与鞣花酸对照品参照峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 6~8 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：0.42（峰 1）、0.78（峰 2）、1.10（峰 4）、1.87（峰 5）、0.74（峰 6）、0.78（峰 7）、0.91（峰 8）。



对照特征图谱

峰 3 (S1): 没食子酸; 峰 4: 鸟苷; 峰 7: 柯里拉京; 峰 9 (S2): 鞣花酸

色谱柱: Shim-pack GIST C18-AQ, 4.6×150mm, 3.0μm

【检查】 溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法(中国药典 2020 年版通则 0104)检查, 加热水 200ml, 搅拌 5 分钟(必要时加热煮沸 5 分钟), 立即观察, 应全部溶化或轻微浑浊, 不得有焦屑等异物。

其他 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】 取本品研细, 取约 2g, 精密称定, 精密加入 90%乙醇 100ml, 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, 不得少于 10.5%。

【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-0.1%磷酸溶液(2:98)为流动相; 流速为每分钟 1.0ml, 柱温为 25℃; 检测波长为 273nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量, 精密称定, 加 25%甲醇制成每 1ml 含 10μg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.3g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 25%甲醇 20ml, 称定重量, 超声处理(功率 300W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 25%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 含没食子酸(C₇H₆O₅)应为 0.50mg~1.2mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

【贮藏】 密封。