

附件：风湿定胶囊国家药品标准草案公示稿

风湿定胶囊

Fengshiding Jiaonang

【处方】 八角枫 3000g 白芷 100g
徐长卿 300g 甘草 40g

【制法】 以上四味，取徐长卿 30g 及白芷粉碎成细粉，过筛；剩余的徐长卿加 8 倍量水，用水蒸汽蒸馏 6 小时，收集丹皮酚后，药渣与八角枫、甘草加 8 倍量水，煎煮二次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩成相对密度为 1.28~1.32 (80℃) 稠膏，与上述粉末混匀，干燥，研成细粉，加适量辅料，加入收集的丹皮酚(用适量乙醇溶解)，混匀，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为棕黑色的粉末；气香，味苦、微咸。

【鉴别】 (1) 取本品内容物 3g，加乙醚 15ml，密塞，振摇，浸渍 1 小时，滤过，滤渣备用，滤液挥干，残渣加丙酮 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取丹皮酚对照品，加乙醇制成每 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，吸取上述两种溶液各 10 μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯(4:1) 为展开剂，展开，取出，晾干，喷以盐酸酸性的 5%三氯化铁乙醇溶液，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，显相同的蓝褐色斑点。

(2) 取**【鉴别】**(1) 项下的备用滤渣，挥尽乙醚，加甲醇 50ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 1%盐酸溶液 25ml 使溶解，用三氯甲烷振摇提取 2 次，每次 15ml，弃去三氯甲烷液，水层用浓氨试液调节 pH 值至 10，用三氯甲烷振摇提取 3 次，每次 15ml，合并三氯甲烷液，用无水硫酸钠脱水，蒸干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取八角枫对照药材 10g，加水适量，煮沸 1 小时，滤过，滤液浓缩至约 10ml，用盐酸调节 pH 值至 2，自“用三氯甲烷振摇提取 2 次”起，同法制成对照药材溶液。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 10 μl、对照药材溶液 8 μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(9:1:0.1) 为展开剂，展开，取出，晾干，喷以碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3) 取本品内容物 1.5g, 加乙醚 30ml, 密塞, 浸渍 1 小时, 时时振摇, 滤过, 滤液挥干, 残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取白芷对照药材 1.5g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年版通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-乙醚(3:2) 为展开剂, 在 25 $^{\circ}$ C 以下展开, 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。

【检查】 总生物碱限量 取本品 10 粒, 研细, 精密称取细粉 1.5g, 置索氏提取器中, 加甲醇-浓氨试液(95:5) 混合溶液适量, 加热回流提取至近无色, 挥干甲醇, 残渣用 3% 硫酸溶液 10ml 溶解, 再用 3% 硫酸溶液 10ml, 分次洗涤容器, 洗液并入酸液中, 加三氯甲烷振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并三氯甲烷液, 用 3% 硫酸溶液 10ml 振摇提取, 弃去三氯甲烷液, 合并前后两次的酸液, 加浓氨试液调节 pH 值至 9~10, 再用三氯甲烷振摇提取 4 次, 每次 10ml, 合并三氯甲烷液, 通过铺有无水硫酸钠 1g 的漏斗, 滤过, 滤液置于 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的蒸发皿中, 水浴上蒸干, 残渣在 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重, 计算, 即得。

本品每粒含总生物碱不得过 2.4mg。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(中国药典 2020 年版通则 0103)。

【含量测定】 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; 甲醇-水(68:32) 为流动相; 检测波长为 288nm。理论板数按丹皮酚峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取丹皮酚对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 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, 混匀, 取约 1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 甲醇 50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250W, 频率 50kHz) 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每粒含徐长卿以丹皮酚($C_9H_{10}O_3$) 计, 不得少于 0.70mg。

【功能与主治】 活血通络, 除痹止痛。用于风湿性关节炎, 类风湿性关节炎, 颈

肋神经痛，坐骨神经痛。

【用法与用量】 口服。一次 2 粒，一日 2 次，6 天为一疗程。

【注意】 儿童、孕妇、心脏病患者、过度衰弱有并发症者禁服；八角枫（八角枫碱）有明显的横纹肌松弛作用，而且动物试验发现有呼吸抑制、心率减慢等作用，请在医生指导下使用，勿过量服用。

【规格】 每粒装 0.3g

【贮藏】 密封。

提出单位：陕西东泰制药有限公司

复核单位：陕西省食品药品监督检验研究院