

鲜石斛（金钗石斛）配方颗粒

Xianshihu(Jinchaishihu) Peifangkeli

【来源】 本品为兰科植物金钗石斛 *Dendrobium nobile* Lindl. 的新鲜茎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】 取鲜石斛（金钗石斛）饮片 20000 g，加水煎煮，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 1.6%~3.3%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000 g，即得。

【性状】 本品为灰黄色至黄绿色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加甲醇 10ml，超声处理 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取石斛碱对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 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 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-丙酮（7：3）为展开剂，置氨蒸气饱和 20 分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以甲醇-乙腈（3：1）为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.35ml；柱温为 40℃；蒸发光散射检测器。理论板数按金钗石斛苷 D 峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~20 | 16→17 | 84→83 |
| 20~25 | 17→25 | 83→75 |
| 25~30 | 25 | 75 |
| 30~40 | 25→30 | 75→70 |
| 40~50 | 30→35 | 70→65 |
| 50~55 | 35→36 | 65→64 |
| 55~60 | 36→40 | 64→60 |
| 60~65 | 40→45 | 60→55 |

参照物溶液的制备 取石斛（金钗石斛）对照药材 2g，加 70%甲醇 50ml，超声处理 45 分钟，离心，取上清液蒸干，残渣加 70%甲醇使溶解并转移至 5ml 量瓶中，用 70%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得，作为对照药材参照物溶液。另取石斛苷 G 对照品、金钗石斛苷 D 对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 0.2mg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

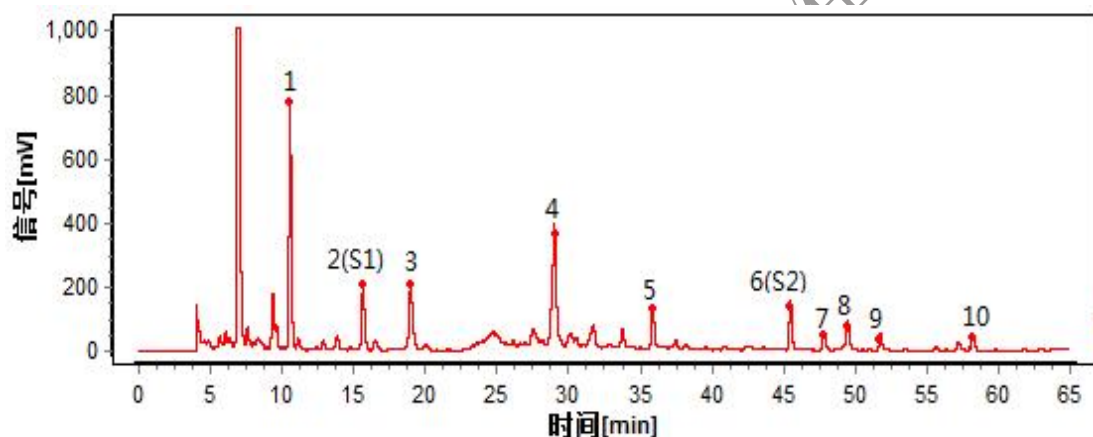
供试品溶液制备 取本品适量，研细，取 1g，加 70%甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，

广东省中药配方颗粒质量标准公示稿

频率 40kHz) 45 分钟, 离心, 取上清液蒸干, 残渣加 70% 甲醇使溶解并转移至 5ml 量瓶中, 用 70% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 2、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与石斛苷 G 参照物峰相对应的峰为 S1 峰, 计算峰 1、峰 3~峰 5 与 S1 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: 0.68 (峰 1)、1.22 (峰 3)、1.85 (峰 4)、2.29 (峰 5)。与金钗石斛苷 D 参照物峰相对应的峰为 S2 峰, 计算峰 7~峰 10 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: 1.05 (峰 7)、1.09 (峰 8)、1.14 (峰 9)、1.28 (峰 10)。



对照特征图谱

峰 2 (S1): 石斛苷 G; 峰 6 (S2): 金钗石斛苷 D; 峰 9: 金钗石斛苷 C; 峰 10: 金钗石斛苷 A
参考色谱柱: BEH C18; 2.1mm \times 150mm, 1.7 μ m

【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】 取本品适量, 研细, 取约 2g, 精密称定, 精密加入乙醇 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 12.0%。

【含量测定】 照气相色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0521) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 DB-1 毛细管柱 (100% 二甲基聚硅氧烷为固定相) (柱长为 30m, 内径为 0.25mm, 膜厚度为 0.25 μ m), 程序升温: 初始温度为 80 $^{\circ}$ C, 以每分钟 10 $^{\circ}$ C 的速度升温至 250 $^{\circ}$ C, 保持 5 分钟; 进样口温度为 250 $^{\circ}$ C, 检测器温度为 250 $^{\circ}$ C。理论板数按石斛碱峰计算不低于 10000。

校正因子测定 取萘对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 25 μ g 的溶液, 作为内标溶液。另取石斛碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液, 作为对照品溶液。精密量取对照品溶液 2ml, 置 5ml 量瓶中, 精密加入内标溶液 1ml, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 吸取 1 μ l, 注入气相色谱仪, 计算校正因子。

测定法 取本品适量, 研细, 取约 0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇

广东省中药配方颗粒质量标准公示稿

25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）45 分钟，取出，放冷，再称定重量，用甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，精密量取续滤液 2ml，置 5ml 量瓶中，精密加入内标溶液 1ml，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。吸取 1 μ l，注入色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含石斛碱（ $C_{16}H_{25}NO_2$ ）应为 2.5mg~12.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g

【贮藏】 密封。