

## 石斛（金钗石斛）配方颗粒

Shihu (jinchaishihu) Peifangkeli

【来源】本品为兰科植物金钗石斛 *Dendrobium nobile* Lindl. 的干燥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】取石斛（金钗石斛）饮片 7500 g，加水煎煮，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 7%~13%），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】本品灰黄色至黄绿色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】取本品 1.0g，研细，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 8μl，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 1.7μm）；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。

梯度洗脱表

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	16~17	84~83
20~25	17~25	83~75

江西省中药配方颗粒标准

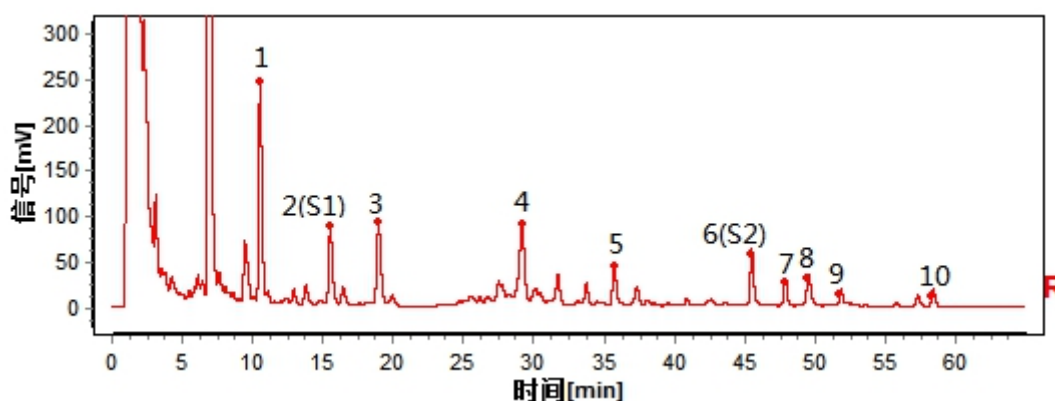
25~30	25	75
30~40	25~30	75~70
40~50	30~35	70~65
50~55	35~36	65~64
55~60	36~40	64~60
60~65	40~45	60~55

**参照物溶液的制备** 取石斛(金钗石斛)对照药材约 2.0g, 置具塞锥形瓶中, 加 70%甲醇 50ml, 超声处理 45 分钟, 离心, 取上清液蒸干, 残渣加 70%甲醇溶解并转移至 5ml 量瓶中, 加 70%甲醇至刻度, 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, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的混合溶液, 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 1.0g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加 70%甲醇 25ml, 称定重量, 超声处理 (功率 300W, 频率 40kHz) 45 分钟, 离心, 取上清液蒸干, 残渣加 70%甲醇适量使溶解, 转移至 5ml 量瓶中, 加 70%甲醇至刻度, 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 2μl, 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; 与石斛苷 G 对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰, 计算峰 1、峰 3~5 的相对保留时间; 以金钗石斛苷 D 对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰, 计算峰 7~10 与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应该在规定值的 ±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)、1.05 (峰 7)、1.09 (峰 8)、1.14 (峰 9)、1.28 (峰 10)。



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

图 7-1 石斛(金钗石斛)配方颗粒对照特征图谱

色谱柱: BEH C18; 2.1mm×150mm, 1.7μm

【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 30.0%。

【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 0.25μm), 程序升温: 初始温度为 80℃, 以每分钟 10℃的速度升温至 250℃, 保持 5 分钟; 进样口温度为 250℃, 检测器温度为 250℃。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 25μg 的溶液, 作为内标溶液。取石斛碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 50μg 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, 加甲醇至刻度, 摇匀, 吸取 1μl, 注入气相色谱仪, 计算校正因子。

## 江西省中药配方颗粒标准

---

**测定法** 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 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，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。吸取 1 $\mu$ 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 5.0mg~25.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g

【贮藏】 密封。

起草单位：江西一方天江药业有限公司

复核单位：天津市药品检验研究院

参与单位：/