

## 附件 3：白及配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

### 白及配方颗粒

#### Baiji Peifangkeli

**【来源】** 本品为兰科植物 *Bletilla striata* (Thunb.) Reichb.f. 的干燥块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】** 取白及饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11.0%~19.5%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为浅灰白色至灰黄色的颗粒；气微，味微苦。

**【鉴别】** 取本品 2g，研细，加 70% 甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，挥至 1ml，作为供试品溶液。另取白及对对照药材 1g，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，吸取上述两种溶液各 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲醇（6：2.5：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

**【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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 2.2 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.01% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 280nm。理论板数按 1，4-二[4-（葡萄糖氧）苄基]-2-异丁基苹果酸酯峰计算应不低于 5000。

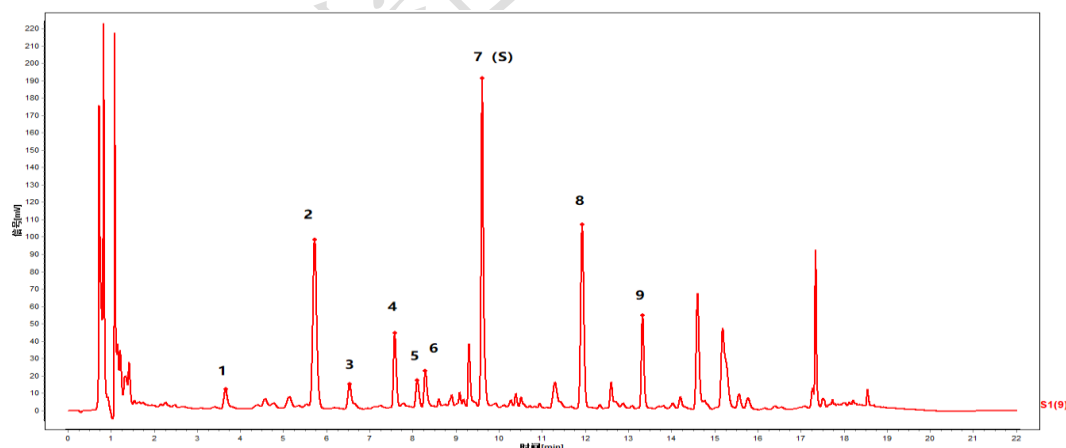
| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~4    | 15→20    | 85→80    |
| 4~6    | 20→30    | 80→70    |
| 6~14   | 30→39    | 70→61    |
| 14~15  | 39→80    | 61→20    |
| 15~16  | 80       | 20       |

**参照物溶液的制备** 取白及对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，浓缩至近干，残渣加 80% 甲醇 20ml 溶解，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，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 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 80% 甲醇 20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 80% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液 4 $\mu$ l、供试品溶液 2 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应呈现 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰相对应，其中峰 7 应与 1, 4-二[4-（葡萄糖氧）苄基]-2-异丁基苹果酸酯对照品参照物色谱峰保留时间一致。与 1, 4-二[4-（葡萄糖氧）苄基]-2-异丁基苹果酸酯参照物相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$  之内，规定值为：0.65（峰 2）、0.72（峰 3）、0.81（峰 4）、0.86（峰 5）、0.88（峰 6）、1.24（峰 8）、1.42（峰 9）。



对照特征图谱

峰 2: 4-(葡萄糖氧基)-肉桂酸葡萄糖氧基苄酯；峰 4: 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-异丁基苹果酸酯-2-葡萄糖苷；峰 5: 1-[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-异丁基苹果酸；峰 6: 1-[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-异丁基苹果酸异构体；峰 7\* (S): 1, 4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-异丁基苹果酸酯；峰 8: 4,7-二羟基-2-甲氧基-9,10-二氢菲（\*经对照品指认）

色谱柱: Acclaim<sup>TM</sup> RSLC 120 C18 (Thermo, 2.1 mm $\times$ 100 mm, 2.2 $\mu$ 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】** 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，用乙醇作溶剂，不得少于 13.0%。

**【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（22:78）为流动相；检测波长为 223nm。理论板数按 1，4-二[4-（葡萄糖氧）苄基]-2-异丁基苹果酸酯计算应不低于 2000。

**对照品溶液的制备** 取 1，4-二[4-（葡萄糖氧）苄基]-2-异丁基苹果酸酯对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1ml 含 0.15mg 的溶液，摇匀，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，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 1 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含 1，4-二[4-（葡萄糖氧）苄基]-2-异丁基苹果酸酯应为 25.0mg~75.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g。

**【贮藏】** 密封。