

附件 2： 山慈菇（独蒜兰）配方颗粒新疆中药配方颗粒标准制定草案公示稿

山慈菇（独蒜兰）配方颗粒
Shancigu (dusuanlan) Peifangkeli

【来源】本品为兰科植物独蒜兰 *Pleione bulbocodioides* (Franch.) Rolfe 的干燥假鳞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】取山慈菇（独蒜兰）饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~19%），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 1000g，即得。

【性状】本品为灰白色至浅灰黄色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】取本品适量，研细，取 0.5g，加适量浓氨溶液使湿润，再加三氯甲烷 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取山慈菇（独蒜兰）对照药材 3g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加适量浓氨溶液使湿润，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 μ l、对照药材溶液 15 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-甲醇-浓氨试液（7:2:0.2:0.1）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，分别置日光及紫外光灯（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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.8ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 224nm。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 3000。

时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~40	10→30	90→70

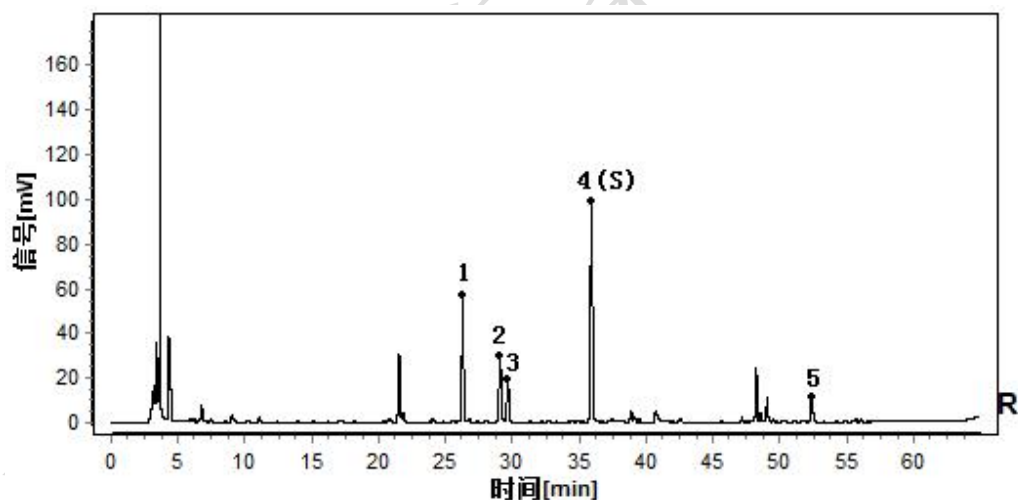
40~50	30→42	70→58
50~60	42→60	58→40
60~61	60→90	40→10

参照物溶液的制备 取山慈菇（独蒜兰）对照药材 0.5g，加稀乙醇 25ml，超声处理 30 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【含量测定】项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【含量测定】项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中峰 4 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。与 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-异丁基苹果酸酯参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.73（峰 1）、0.81（峰 2）、0.82（峰 3）、1.47（峰 5）。



对照特征图谱

峰 4 (S): 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-异丁基苹果酸酯;

色谱柱 Waters Xbridge C18 (4.6mm \times 250mm, 5 μ m)

【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 2 分钟），立即观察，应全部溶化或轻微浑浊，不得有焦屑或异物。

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项下的热浸法（中国药典 2020 年版通则 2201）测定，不得少于 7.0%。

【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-水(25:75)为流动相；检测波长为 224nm。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 3000。

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，加甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，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，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，取出，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 10 μ 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（C₃₄H₄₆O₁₇）应为 6.0mg~42.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g。

【贮藏】 密封。