

## 白及配方颗粒

## Baiji Peifangkeli

【来源】本品为兰科植物白及 *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 12000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 4.4%~8.3%), 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 1000g, 即得。

【性状】本品为类白色至淡黄色的颗粒; 气微, 味苦。

【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。另取白及对照药材 2g, 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℃ 加热数分钟, 放置 30~60 分钟, 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。

【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; 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; 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 (%)
0~13	15→20	85→80
13~22	20→30	80→70
22~50	30→39	70→61

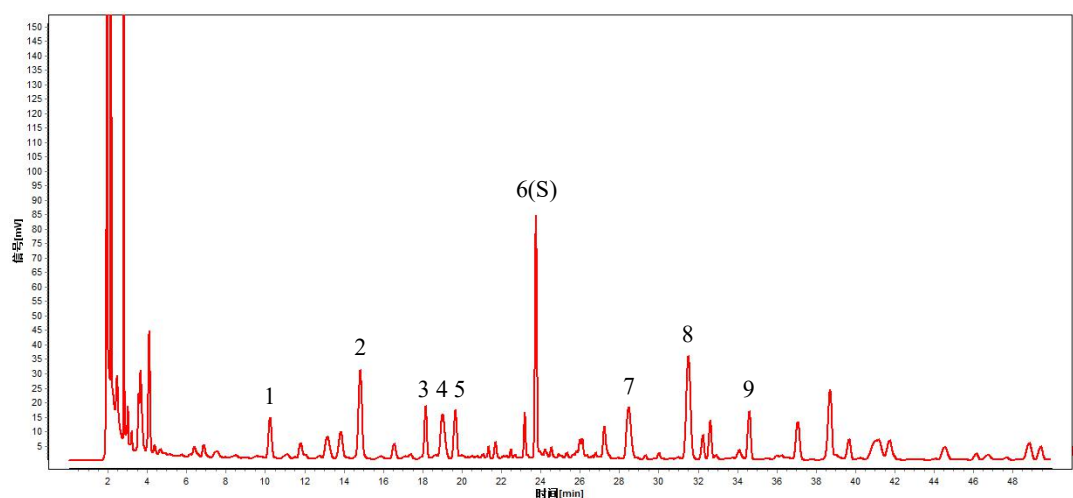
参照物溶液的制备 取白及对照药材 0.6g, 加水 25ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 浓缩至近干, 残渣加 80% 甲醇 25ml 使溶解, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取 1, 4-二[4-(葡萄糖氧) 苄基]-2-异丁基苹果酸酯对照品适量, 精密称定, 加 80% 甲醇制成每 1ml 含 0.8mg 的溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 80% 甲醇 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 1130W, 频率 37kHz) 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，即得。

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

供试品色谱中应呈现9个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的9个特征峰保留时间相对应，其中峰6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峰保留时间相对应。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：0.43（峰1）、0.63（峰2）、0.76（峰3）、0.80（峰4）、0.83（峰5）、1.20（峰7）、1.33（峰8）、1.46（峰9）。



对照特征图谱

峰6（S）：1，4-二[4-（葡萄糖氧）苄基]-2-异丁基苹果酸酯

**【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3g，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20.0%。

**【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-异丁基苹果酸酯峰计算应不低于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，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300W，频率37kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用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 5 $\mu$ 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(C<sub>34</sub>H<sub>46</sub>O<sub>17</sub>)应为 29.0mg～100.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12g。

**【贮藏】** 密封。