

# 附件 1：铁皮石斛粉质量标准草案公示稿

标准编号：鄂 YBZ20210001

## 铁皮石斛粉

### Tiepishihu Fen

本品为兰科植物铁皮石斛 *Dendrobium officinale* Kimura et Migo 的鲜茎的炮制加工品。

**【炮制】** 取铁皮石斛鲜茎，除去叶和须根等杂质，洗净，切成 0.3~0.5cm 的小段，冷冻干燥后，粉碎，过 80 目筛，即得。

**【性状】** 本品为浅黄绿色至绿色的粉末；气微，味淡。

**【鉴别】** (1) 本品粉末浅黄绿色。表皮细胞表面观长多角形或不规则形，壁厚，垂周壁平直或稍弯曲。纤维多成束，无色或淡黄色，壁厚，末端尖或钝圆，有的壁上可见齿状突起。纤维束周围细胞含类圆形硅质块，纵行排列。草酸钙针晶多成束或散在，常见于黏液细胞中。导管主为梯纹导管，少数为螺纹导管。淀粉粒以单粒为主，类圆形或椭圆形，直径 2~16 $\mu$ m，脐点点状、裂缝状或不明显；复粒少数，由 2~4 分粒组成。

(2) 取本品 1g，加三氯甲烷-甲醇 (9:1) 混合溶液 15ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取铁皮石斛对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法 (中国药典 2020 年版四部通则 0502) 试验，吸取上述两种溶液各 2~5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-88%甲酸 (6:3:1) 为展开剂，展开，

取出，烘干，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。

**【检查】 甘露糖与葡萄糖峰面积比** 取葡萄糖对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含 50 $\mu$ g 的溶液，作为对照品溶液。精密吸取 0.4ml，按[含量测定]甘露糖项下方法依法测定。供试品色谱中，甘露糖与葡萄糖的峰面积比应为 2.4~8.0。

**水分** 不得过 10.0%（中国药典 2020 年版四部通则 0832 第二法）。

**总灰分** 不得过 6.0%（中国药典 2020 年版四部通则 2302）。

**微生物限度** 照非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法（中国药典 2020 年版四部通则 1105）和控制菌检查法（中国药典 2020 年版四部通则 1106），应符合规定。沙门氏菌每 10g 不得检出，耐胆盐革兰阴性菌小于 10<sup>4</sup>cfu/g。

**【粒度】** 照单筛分法（中国药典 2020 年版第四部通则 0982）测定，本品粉末过 5 号筛通过率不得少于 80%。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版四部通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 6.5%。

**【含量测定】 多糖** 对照品溶液的制备 取无水葡萄糖对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含 90 $\mu$ g 的溶液，即得。

**标准曲线的制备** 精密量取对照品溶液 0.2ml、0.4ml、0.6ml、0.8ml、1.0ml，分别置 10ml 具塞试管中，各加水补至 1.0ml，精密加入 5% 苯酚溶液 1ml（临用配制），摇匀，再精密加硫酸 5ml，摇匀，置沸水浴中加热 20 分钟，取出，置冰浴中冷却 5 分钟，以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则

0401), 在 488nm 的波长处测定吸光度, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

**供试品溶液的制备** 取本品约 0.3g, 精密称定, 加水 200ml, 加热回流 2 小时, 放冷, 转移至 250ml 量瓶中, 用少量水分次洗涤容器, 洗液并入同一量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 2ml, 置 15ml 离心管中, 精密加入无水乙醇 10ml, 摇匀, 冷冻 1 小时, 取出, 离心 (转速为每分钟 4000 转) 20 分钟, 弃去上清液 (必要时滤过), 沉淀加 80% 乙醇洗涤 2 次, 每次 8ml, 离心, 弃去上清液, 沉淀加热水溶解, 转移至 25ml 量瓶中, 放冷, 加水至刻度, 摇匀, 即得。

**测定法** 精密量取供试品溶液 1ml, 置 10ml 具塞试管中, 照标准曲线制备项下的方法, 自“精密加入 5% 苯酚溶液 1ml”起, 依法测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中无水葡萄糖的量, 计算, 即得。

本品按干燥品计算, 含铁皮石斛多糖以无水葡萄糖 ( $C_6H_{12}O_6$ ) 计, 不得少于 25.0%。

**甘露糖** 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版四部通则 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-0.02mol / L 的乙酸铵溶液 (20:80) 为流动相; 检测波长为 250nm。理论板数按甘露糖峰计算应不低于 4000。

**校正因子测定** 取盐酸氨基葡萄糖适量, 精密称定, 加水制成每 1ml 含 12mg 的溶液, 作为内标溶液。另取甘露糖对照品约 10mg, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 精密加入内标溶液 1ml, 加水适量使溶解

并稀释至刻度，摇匀，吸取 400 $\mu$ l，加 0.5mol / L 的 PMP（1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮）甲醇溶液与 0.3mol / L 的氢氧化钠溶液各 400 $\mu$ l，混匀，70 $^{\circ}$ C 水浴反应 100 分钟。再加 0.3mol / L 的盐酸溶液 500 $\mu$ l，混匀，用三氯甲烷洗涤 3 次，每次 2ml，弃去三氯甲烷液，水层离心后，取上清液 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，计算校正因子。

**测定法** 取本品约 0.12g，精密称定，置索氏提取器中，加 80% 乙醇适量，加热回流提取 4 小时，弃去乙醇液，药渣挥干乙醇，滤纸筒拆开置于烧杯中，加水 100ml，再精密加入内标溶液 2ml，煎煮 1 小时并时时搅拌，放冷，加水补至约 100ml，混匀，离心，吸取上清液 1ml，置安瓿瓶或顶空瓶中，加 3.0mol / L 的盐酸溶液 0.5ml，封口，混匀，110 $^{\circ}$ C 水解 1 小时，放冷，用 3.0mol / L 的氢氧化钠溶液调节 pH 值至中性，吸取 400 $\mu$ l，照校正因子测定方法，自“加 0.5mol / L 的 PMP 甲醇溶液”起，依法操作，取上清液 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含甘露糖（ $C_6H_{12}O_6$ ）应为 13.0%~38.0%。

**【性味与归经】** 甘，微寒。归胃、肾经。

**【功能与主治】** 益胃生津，滋阴清热。用于热病津伤，口干烦渴，胃阴不足，食少干呕，病后虚热不退，阴虚火旺，骨蒸劳热，目暗不明，筋骨萎软。

**【用法与用量】** 6~12g。

**【贮藏】** 密封，置阴凉、通风干燥处，防潮。