

# 大黄炭(药用大黄)配方颗粒

Dahuangtan (Yaoyongdahuang) Peifangkeli

**【来源】** 本品为蓼科植物药用大黄 *Rheum officinale* Baill. 的干燥根和根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】** 取大黄炭(药用大黄)饮片5500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(出膏率为10~18%), 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】** 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒; 气微, 味微苦, 微涩。

**【检查】 土大黄昔** 取本品适量, 研细, 取约0.1g, 加甲醇10ml, 超声处理20分钟, 滤过, 取滤液1ml, 加甲醇至10ml, 作为供试品溶液。另取土大黄昔对照品, 加甲醇制成每1ml含10 $\mu$ g的溶液, 作为对照品溶液(临用新制)。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5 $\mu$ l, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以甲苯-甲酸乙酯-丙酮-甲醇-甲酸(30: 5: 5: 20: 0.1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 不得显相同的亮蓝色荧光斑点。

**其他** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则0104)。

**【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19.0%。

**【特征图谱】** 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; 以乙腈为流动相A, 以0.1%磷酸溶液为流动相B, 按下表梯度洗脱; 流速为0.3ml/min; 柱温为25°C; 检测波长为260nm。理论板数按大黄素峰计应不低于3000。

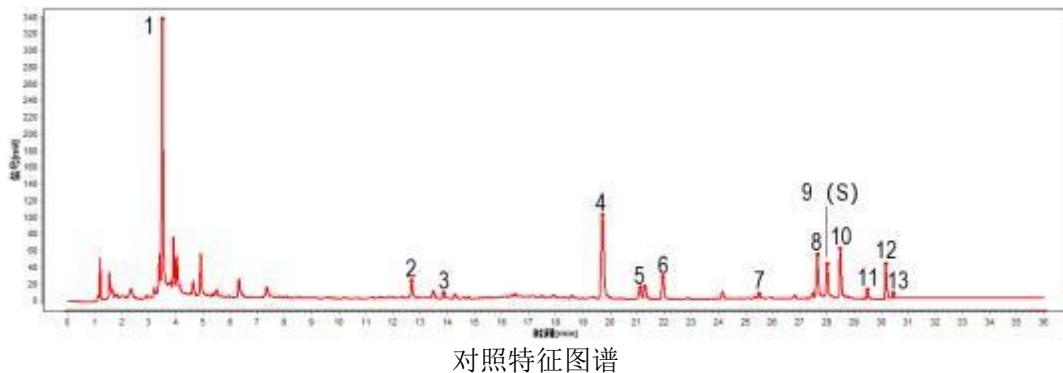
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	2	98
1	11	89
3	11	89
6	15	85
8	15	85
9	18	82
12	19	81
14	25	75
20	27	73
25	40	60
28	100	0
35	100	0

**参照物溶液的制备** 取没食子酸、芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含没食子酸50 $\mu$ g、芦荟大黄素10 $\mu$ g、大黄酸20 $\mu$ g、大黄素5 $\mu$ g、大黄酚12 $\mu$ g、大黄素甲醚3 $\mu$ g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0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇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1 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱图中应呈现13个特征峰，峰1、峰9~13应分别与相对应对照品参照物峰的保留时间相对应。峰2~8与S峰(峰9)的相对保留时间依次约为：0.47、0.49、0.71、0.76、0.79、0.91、0.99。



峰1: 没食子酸; 峰9 (S): 芦荟大黄素; 峰10: 大黄酸; 峰11: 大黄素; 峰12: 大黄酚

峰13: 大黄素甲醚

色谱柱: CORTECS UPLC T3 (150mm×2.1mm, 1.6μm)

**【含量测定】** 总蒽醌高效液相色谱法(《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(柱长为100mm, 内径2.1mm, 粒径为1.8μm); 以甲醇-乙腈(20: 80)为流动相A, 以0.1%磷酸溶液为流动相B, 按下表梯度洗脱; 流速为0.3ml/min; 柱温为30℃; 检测波长为254nm。理论板数按大黄素峰计应不低于3000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	52	48
15	75	25

**对照品溶液的制备** 同【特征图谱】项下的对照品参照物溶液。

**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, 精密加入甲醇50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率250W, 频率40kHz)60分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摆匀, 滤过。精密量取续滤液5ml, 置烧瓶中, 挥去溶剂, 加8%盐酸溶液10ml, 超声处理2分钟, 再加三氯甲烷10ml, 加热回流1小时, 放冷, 置分液漏斗中, 用少量三氯甲烷洗涤容器, 并入分液漏斗中, 分取三氯甲烷层, 酸液再用三氯甲烷提取3次, 每次10ml, 合并三氯甲烷液, 减压回收溶剂至干, 残渣加甲醇使溶解, 转移至10ml量瓶中, 加甲醇至刻度, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液1~2μl、供试品溶液2μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每1g含总蒽醌以芦荟大黄素( $C_{15}H_{10}O_5$ )、大黄酸( $C_{15}H_8O_6$ )、大黄素( $C_{15}H_{10}O_5$ )、大黄酚( $C_{15}H_{10}O_4$ )和大黄素甲醚( $C_{16}H_{12}O_5$ )的总量计，应为1.2~12.0mg。

**游离蒽醌** 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** 同【含量测定】总蒽醌项。

**对照品溶液的制备** 同【含量测定】总蒽醌项。

**供试品溶液的制备** 同【特征图谱】项。

**测定法** 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各2 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含游离蒽醌以芦荟大黄素( $C_{15}H_{10}O_5$ )、大黄酸( $C_{15}H_8O_6$ )、大黄素( $C_{15}H_{10}O_5$ )、大黄酚( $C_{15}H_{10}O_4$ )和大黄素甲醚( $C_{16}H_{12}O_5$ )的总量计，应为0.9~9.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片5.5g

**【贮藏】** 密封。

# 山慈姑(杜鹃兰)配方颗粒

Shancigu (Dujuanlan) Peifangkeli

**【来源】** 本品为兰科植物杜鹃兰 *Gremastra appendiculata* (D.Don) Makino 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】** 取山慈姑(杜鹃兰)饮片6000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为8.3%~16.6%), 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】** 本品为黄白色至浅黄色的颗粒; 气微, 味淡。

**【鉴别】** 取本品2g, 研细, 加乙酸乙酯30ml, 加热回流30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙酸乙酯1ml使溶解, 作为供试品溶液。另取山慈姑(杜鹃兰)对照药材0.4g, 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20 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯(5:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以5%香草醛硫酸溶液, 在105℃加热至斑点显色清晰。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。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则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年版四部通则2201)项下的热浸法测定, 不得少于5.0%。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0512)测定。

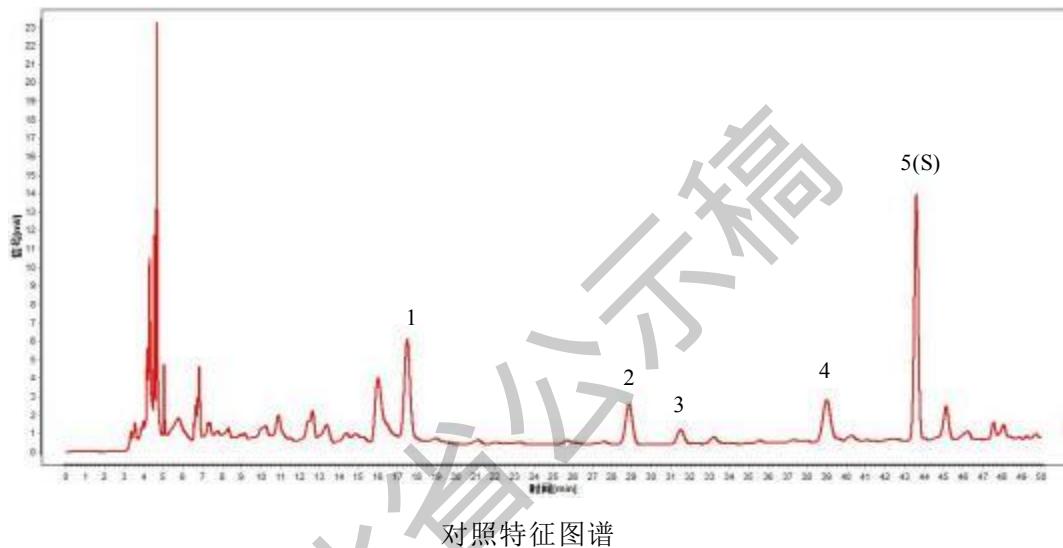
色谱条件与系统适用性试验 同含量测定项。

**参照物溶液的制备** 取山慈姑(杜鹃兰)对照药材2g, 加75%甲醇50ml, 超声处理(功率250W, 频率40kHz)15分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下的对照品溶液, 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 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱图中应呈现5个特征峰，并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5应与Vanilloloside对照品参照物峰保留时间相对应。与Vanilloloside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 $\pm 10\%$ 之内，规定值为：0.39(峰1)、0.66(峰2)、0.72(峰3)、0.89(峰4)。



峰1：酪氨酸；峰3：5-羟甲基糠醛；峰5(S)：Vanilloloside

【含量测定】 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；以乙腈为流动相A，以0.1%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224nm。理论板数按Vanilloloside峰计算应不低于5000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~12	1	99
12~25	1→2	99→98
25~35	2→4	98→96
35~40	4→6	96→94
40~50	6→10	94→90

**对照品溶液的制备** 取Vanilloloside对照品适量，精密称定，加75%甲醇制成每1ml含20 $\mu$ g的溶液，即得。

**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，精密加入75%甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)15分钟，放冷，再称定重量，用75%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 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Vanilloloside( $C_{14}H_{20}O_8$ )应为0.40mg~2.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片6g

**【贮藏】** 密封。

# 千里光配方颗粒

Qianliguang Peifangkeli

**【来源】** 本品为菊科植物千里光 *Senecio scandens* Buch.-Ham.的干燥地上部分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】** 取千里光饮片5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为12%~20%)，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】** 本品为棕色至棕褐色的颗粒；气微，味苦、涩。

**【鉴别】** 取本品适量，研细，取0.5g，加水20ml，微热使溶解，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取千里光对照药材2g，加水100ml，回流提取30分钟，滤过，滤液浓缩至约20ml，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，吸取供试品溶液2 $\mu$ l、对照药材溶液5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯(14:3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，晾干，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位置上，显相同颜色的荧光斑点。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下的有关规定(《中国药典》2020年版四部通则0104)。

**【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16.0%。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0512)测定。

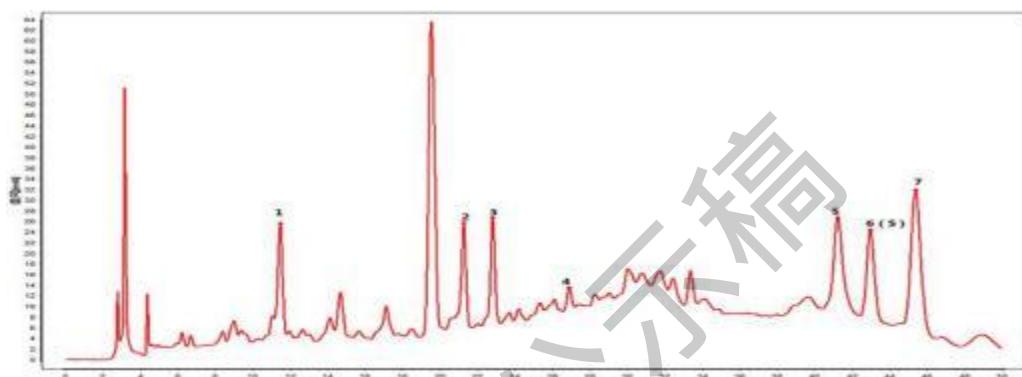
色谱条件与系统适用性试验 同【含量测定】项。

**参照物溶液的制备** 取千里光对照药材3g，加水100ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加75%甲醇25ml，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取金丝桃苷对照品、芦丁对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml分别含金丝桃苷24 $\mu$ g、芦丁50 $\mu$ g的混合溶液，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20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现7个特征峰，应与对照药材参照物色谱中的7个特征峰保留时间相对应，其中峰6、7应与相对对照品参照物峰的保留时间相对应。与芦丁参照物相对应的峰为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：0.27(峰1)、0.50(峰2)、0.53(峰3)、0.63(峰4)、0.96(峰5)。



对照特征图谱

峰6(S): 芦丁；峰7: 金丝桃苷

色谱柱: GL Sciences WondaSil C18 Superb, 4.6mm×250mm, 5 $\mu$ m

【含量测定】 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(4.6mm×250mm, 5 $\mu$ m)；以乙腈为流动相A，0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为30°C；检测波长为360nm。理论板数按金丝桃苷峰计算应不低于5000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~10	8→10	92→90
10~25	10→16	90→84
25~40	16	84
40~50	16→8	84→92

对照品溶液的制备 取金丝桃苷对照品适量，精密称定，加75%甲醇制成每1ml含50 $\mu$ g的溶液，即得。

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75%甲醇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75%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得

本品按干燥品计算，每1g含金丝桃苷( $C_{21}H_{20}O_{12}$ )应为0.30mg~2.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片5g

**【贮藏】** 密封。

湖北省云公示稿

# 毛冬青配方颗粒

Maodongqing Peifangkeli

**【来源】** 本品为冬青科植物毛冬青 *Ilex pubescens* Hooker & Amott的干燥根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】** 取毛冬青饮片8000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为6.3%~11.5%)，加辅料适量，干燥(或干燥，粉碎)，再加辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

**【性状】** 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味苦、涩。

**【鉴别】** 取本品适量，研细，取0.5g，加水50ml，加热使溶解，滤过，滤液置水浴上浓缩至干，放冷，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取毛冬青对照药材1.5g，加水50ml，煎煮并保持微沸30分钟，放冷，滤过，滤液置水浴上浓缩至干，放冷，残渣加甲醇2ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0502)试验，吸取对照药材溶液10 $\mu$ l、供试品溶液5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-甲醇-冰醋酸(16:2:0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸试液，105℃加热至斑点显色清晰。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。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则0104)。

**【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15.5%。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0512)测定。

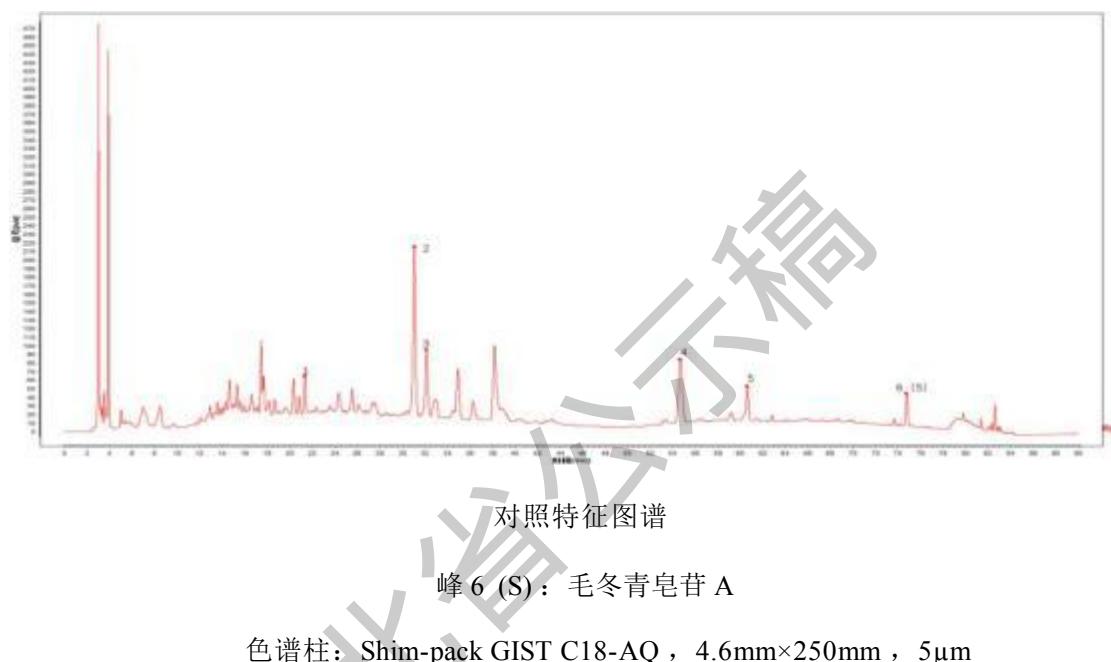
色谱条件与系统适用性试验 同【含量测定】项。

**参照物溶液的制备** 取毛冬青对照药材0.5g，加70%乙醇25ml，超声处理20分钟，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 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应，其中峰6应与对照品参照物峰保留时间相对应。与毛冬青皂苷A参照物相对应的峰为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：0.29(峰1)、0.42(峰2)、0.43(峰3)、0.73 (峰4)、0.81(峰5)。



**【含量测定】** 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(4.6mm×250mm, 5 $\mu$ m)；以乙腈为流动相A，0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为40℃；检测波长为210nm。理论板数按毛冬青皂苷A峰计算应不低于3000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~5	5	95
5~10	5→15	95→85
10~20	15→20	85→80
20~35	20→24	80→76
35~45	24	76
45~60	24→33	76→67
60~75	33→45	67→55
75~80	45→95	55→5
80~85	95→5	5→95
85~90	5	95

**对照品溶液的制备** 取毛冬青皂昔A对照品适量，精密称定，加甲醇制成每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0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇25mL，密塞，称定重量，超声处理(功率300W，频率40kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失重量，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 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，每1g含毛冬青皂昔A( $C_{36}H_{56}O_{11}$ )应为2.3mg~30.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片8g

**【贮藏】** 密封。

# 白茅根配方颗粒

Baimaogen Peifangkeli

**【来源】** 本品为禾本科植物白茅 *Imperata cylindrica* Beauv. var. *major*(Nees) C. E. Hubb. 的干燥根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】** 取白茅根饮片2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为20%~30%)，加辅料适量，干燥(或干燥，粉碎)，再加辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

**【性状】** 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微甜。

**【鉴别】** 取本品1.5g，研细，加稀盐酸0.5ml、乙酸乙酯25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取白茅根对照药材1.5g，加水50ml，煮沸，保持微沸30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加稀盐酸0.5ml”起，同法制成对照药材溶液。再取绿原酸对照品适量，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0502)试验，吸取上述供试品溶液及对照药材溶液各5μl、对照品溶液1μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(2:30:2:2:4)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则0104)。

**【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25.0%。

**【特征图谱】** 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 同〔含量测定〕项。

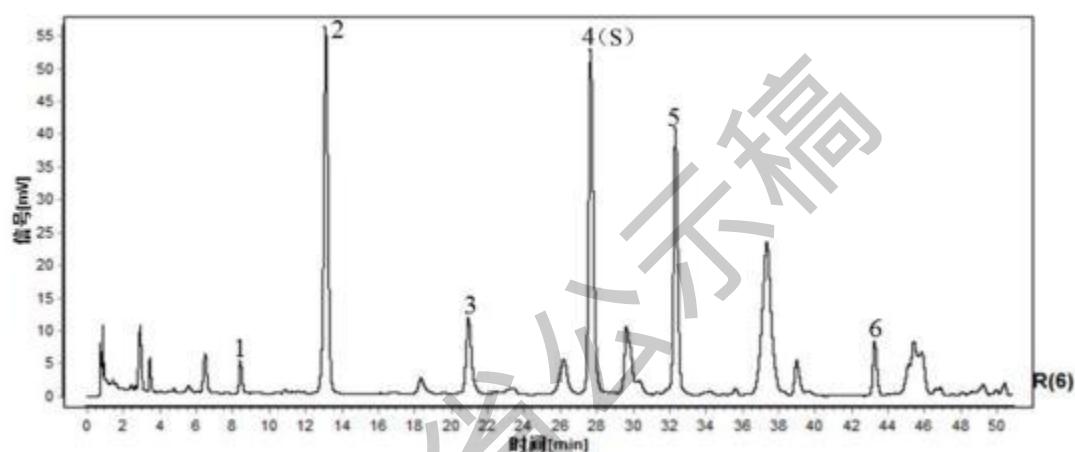
**参照物溶液的制备** 取白茅根对照药材1g，置具塞锥形瓶中，加10%甲醇20ml，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤

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5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相应的峰为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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.31(峰1)、0.48(峰2)、0.76(峰3)、1.17(峰5)、1.56(峰6)。



对照特征图谱

峰2：新绿原酸；峰4(S)：绿原酸；峰5：隐绿原酸

色谱柱：Waters ACQUITY UPLC ®HSST3，100 $\times$ 2.1mm，1.8 $\mu$ m

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2020年版四部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1.8 $\mu$ m）；以甲醇为流动相A，以0.2%醋酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为327nm；柱温为30℃；流速为每分钟0.3ml。理论板数按绿原酸峰计应不低于6000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~20	5→8	95→92
20~50	8→25	92→75
50~52	25→100	75→0
52~54	100~5	0~95

**对照品溶液的制备** 取绿原酸对照品适量，置棕色量瓶中，加30%甲醇制成每1ml含20 $\mu$ g的溶液，即得(10℃以下保存)。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入10%甲醇20ml，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10%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含绿原酸( $C_{16}H_{18}O_9$ )应为0.33mg~1.45mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片2.5g

**【贮藏】** 密封。

# 冬瓜子配方颗粒

Dongguazi Peifangkeli

**【来源】** 本品为葫芦科植物冬瓜 *Benincasa hispida* (Thunb.) Cogn. 的干燥成熟种子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】** 取冬瓜子饮片 6000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏 (干浸膏出膏率为 4.5%~14.0%), 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】** 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒; 气微, 味微苦。

**【鉴别】** 取本品适量, 研细, 取 0.5g, 加甲醇 20ml, 超声处理 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。另取冬瓜子对照药材 2g, 加水 50ml, 煮沸 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣自“加甲醇 20ml”起, 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 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-无水乙醇-冰醋酸-水 (8:2:2:3) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以茚三酮试液, 在 105°C 加热至斑点显色清晰。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。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定 (《中国药典》2020 年版四部通则 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 年版四部通则 2201) 项下的热浸法测定, 不得少于 10.0%。

**【特征图谱】** 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 (柱长为 100mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.8 $\mu$ m); 以乙腈为流动相 A, 以水为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 30°C; 检测波长为 254nm。理论板数按腺苷峰计算应不低于 5000。

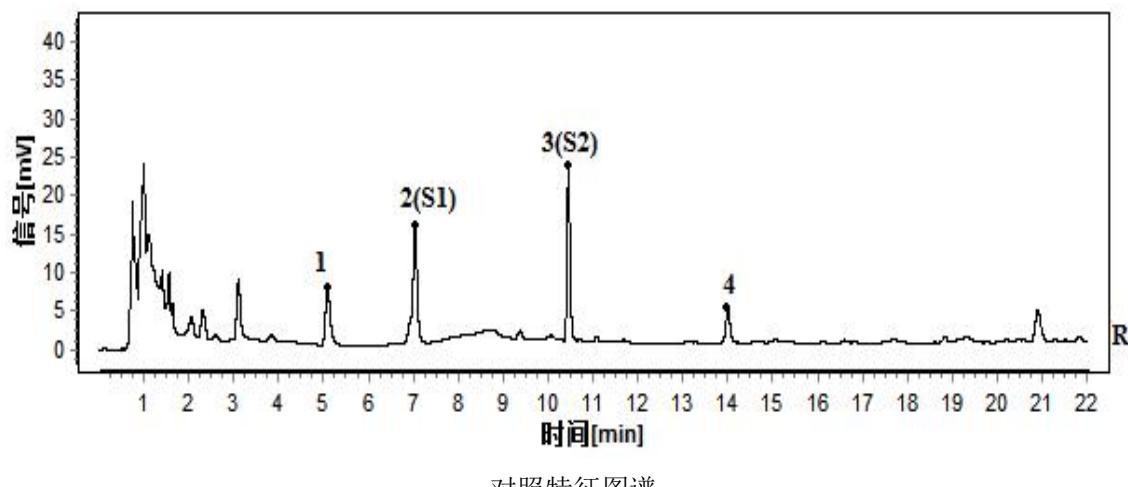
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~3	1	99
3~8	1→5	99→95
8~16	5→11	95→89
16~22	11→17	89→83
22~27	17→90	83→10

**参照物溶液的制备** 取冬瓜子对照药材 2g, 加水 20ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 滤过, 蒸干, 残渣加 10% 甲醇 20ml, 超声处理 30 分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取鸟苷对照品、腺苷对照品适量, 加甲醇制成每 1ml 各含 30 $\mu$ g 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 0.25g, 置具塞锥形瓶中, 加 10% 甲醇 20ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

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

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 2、峰 3 应分别与相对应对照品参照物峰的保留时间相对应。以与鸟苷参照物峰相对应的峰为 S<sub>1</sub> 峰, 计算峰 1 与 S<sub>1</sub> 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: 0.72 (峰 1)。以与腺苷参照物峰相对应的峰为 S<sub>2</sub> 峰, 计算峰 4 与 S<sub>2</sub> 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: 1.36 (峰 4)。



对照特征图谱

峰 2 (S<sub>1</sub>)：鸟苷，峰 3 (S<sub>2</sub>)：腺苷

色谱柱：HSS T3；2.1mm×100mm，1.8μm

**【含量测定】** 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-水（5:95）为流动相；检测波长为260nm。理论板数按腺苷峰计算应不低于5000。

**对照品溶液的制备** 取腺苷对照品适量，精密称定，加10%甲醇制成每1ml含3μg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 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10%甲醇溶液25ml，称定重量，超声处理（功率500W，频率40kHz）10分钟，放冷，再称定重量，用10%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含腺苷（C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>）应为0.20mg~1.00mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片6g

**【贮藏】** 密封。

# 地龙(参环毛蚓)配方颗粒

Dilong(Shenhuanmaoyin) Peifangkeli

**【来源】** 本品为钜蚓科动物参环毛蚓*Pheretima aspergillum* (E.Perrier)的干燥体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】** 取地龙(参环毛蚓)饮片4000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为17%~22%), 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】** 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒; 气腥, 味微咸。

**【鉴别】** 取本品适量, 研细, 取1g, 加乙醇30ml, 超声处理30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇2ml使溶解, 作为供试品溶液。另取地龙(参环毛蚓)对照药材0.3g, 加水50ml, 煮沸30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇30ml, 同法制成对照药材溶液。再取缬氨酸对照品、丙氨酸对照品, 加水制成每1ml各含0.5mg的混合溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0502)试验, 吸取供试品溶液与对照品溶液各1 $\mu$ l、对照药材溶液2 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以水饱和正丁醇-冰醋酸(4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以茚三酮试液, 在105°C加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

**【检查】 黄曲霉毒素** 照真菌毒素测定法(《中国药典》2020年版四部通则2351)测定。

本品每1000g含黄曲霉毒素B<sub>1</sub>不得过5 $\mu$ g, 黄曲霉毒素G<sub>2</sub>、黄曲霉毒素G<sub>1</sub>、黄曲霉毒素B<sub>2</sub>和黄曲霉毒素B<sub>1</sub>的总量不得过10 $\mu$ g。

**其他** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则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年版四部通则2201)项下的热浸法测定, 不得少于13.0%。

**【特征图谱】** 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** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以10mmol/L磷酸二氢钾溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.5ml；柱温为35℃；检测波长为210nm。理论板数按肌苷峰计算应不低于5000。

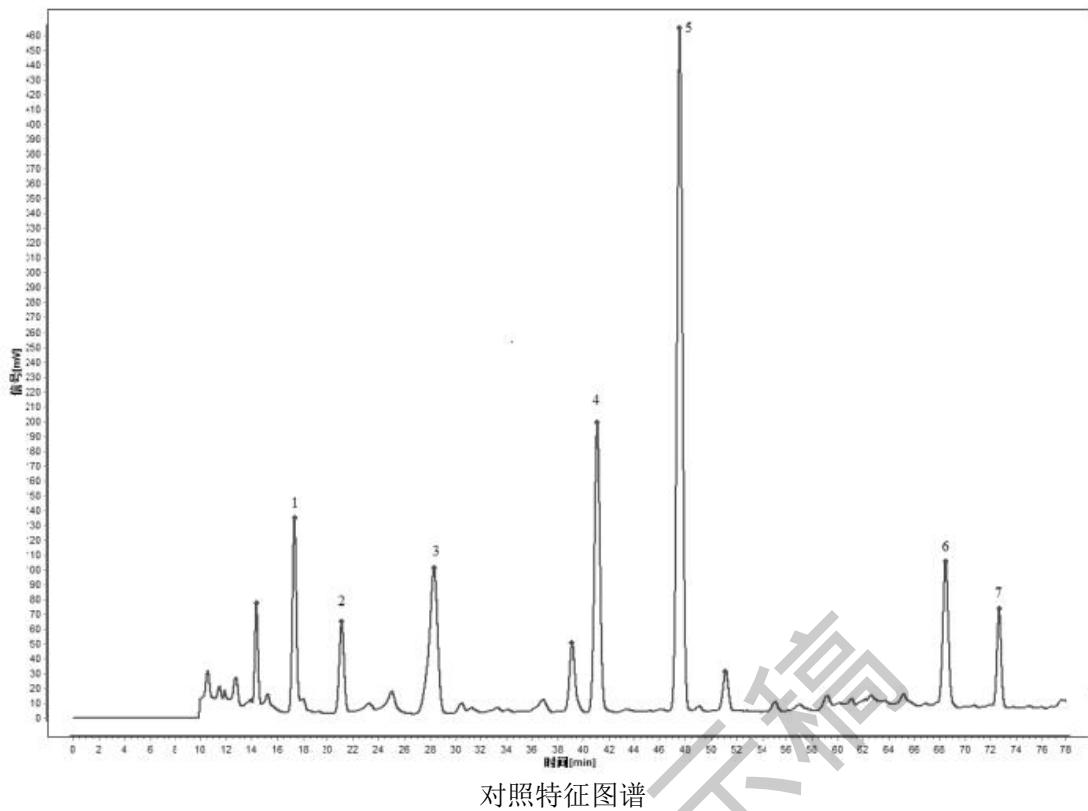
时间(分钟)	流动相A (%)	流动相B(%)
0~15	0	100
15~30	0→1	100→99
30~50	1→2	99→98
50~52	2→4	98→96
52~70	4→5	96→95
70~75	5→50	95→50
75~80	50→0	50→100
80~90	0	100

**参照物溶液的制备** 取地龙(参环毛蚓)对照药材2g，置具塞锥形瓶中，加水100ml，加热回流30分钟，取出，滤过，滤液蒸干，残渣加入30%甲醇25ml，密塞，超声处理(功率250W，频率40kHz)45分钟，取出，放冷，滤过，取续滤液，超滤离心(转速为每分钟15000转)30分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取肌苷对照品适量，精密称定，加30%甲醇制成每1ml含250μg的溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液制备** 取本品适量，研细，取0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入30%甲醇25ml，密塞，超声处理(功率250W，频率40kHz)45分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，超滤离心(转速为每分钟15000转)30分钟，取下层溶液，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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现7个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的7个特征峰保留时间相对应，其中峰5应与相对应对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰1：酪氨酸；峰2：次黄嘌呤；峰3：腺苷酸；峰5：肌苷

参考色谱柱：Intertsustain AQ-C18 4.6mm×250mm，5μm

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0502)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，10mmol/L磷酸二氢钾溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.5ml；柱温为35℃；检测波长为210nm。理论板数按肌苷峰计算应不低于5000。

时间(分钟)	流动相A (%)	流动相B(%)
0~5	2	98
5~15	2→3	98→97
15~35	3→10	97→90
35~37	10→45	90→55
37~42	45	55
42~44	45→2	55→98
44~52	2	98

**对照品溶液的制备** 取肌苷对照品适量，精密称定，加30%甲醇制成每1ml含100 $\mu$ g的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 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30%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，取出，放冷，再称定重量，用30%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，超滤离心(转速为每分钟15000转)30分钟，取下层溶液，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含肌苷( $C_{10}H_{12}N_4O_5$ )应为3.7mg~15.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片4.0g

**【贮藏】** 密封。

# 沉香配方颗粒

Chenxiang Peifangkeli

**【来源】** 本品为瑞香科植物白木香 *Aquilaria Sinensis* (Lour.) Gilg 含有树脂的木材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】** 取沉香饮片10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为2.0%~6.5%)，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】** 本品为浅棕黄色至棕色的颗粒；气芳香，味苦。

**【鉴别】** 取本品适量，研细，取1g，加乙醚30ml，超声处理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。另取沉香对照药材0.5g，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5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙醚(10:1)为展开剂，展开，取出，晾干，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】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则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年版四部通则2201)项下的热浸法测定，不得少于18.0%。

**【特征图谱】** 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；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为35℃；检测波长为252nm。理论板数按沉香四醇峰计算应不低于3000。

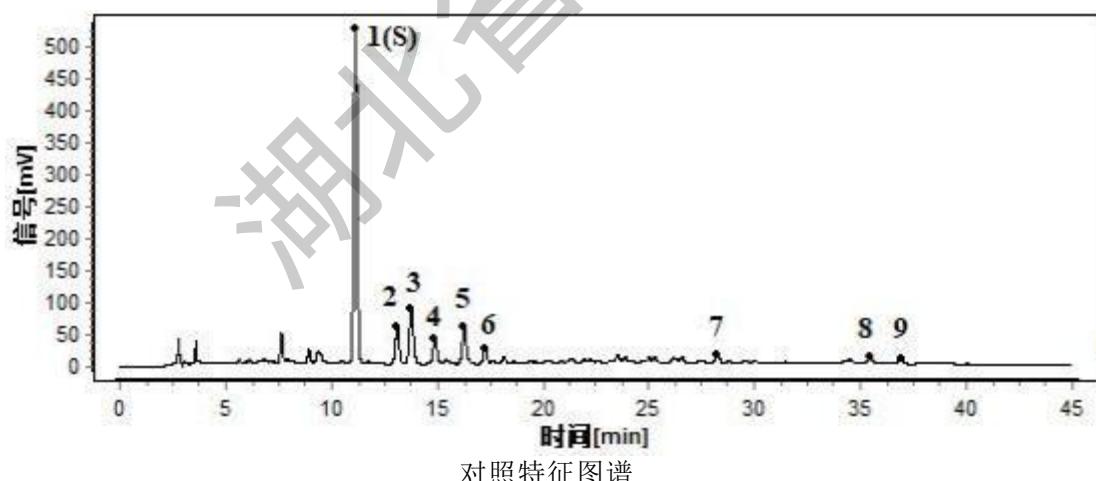
时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~4	13→16	87→84
4~10	16	84
10~22	16→27	84→73
22~35	27→33	73→67
35~45	33	67

**参照物溶液的制备** 取沉香对照药材0.2g, 加水25ml, 加热回流30分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下的对照品溶液, 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 $\mu$ 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1应与对照品参照物峰保留时间相对应。与沉香四醇参照物峰相对应的峰为S峰, 计算峰2~峰6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: 1.18(峰2)、1.24(峰3)、1.35(峰4)、1.46(峰5)、1.55(峰6)。



峰1(S): 沉香四醇; 峰9: 6,4'-二羟基-3'-甲氧基-2-(2-苯乙基)色酮

色谱柱: ZORBAX SB-Aq, 4.6mm×250mm, 5 $\mu$ m

**【含量测定】** 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(柱长为250mm, 内径为4.6mm, 粒径为5 $\mu$ m); 以乙腈为流动相A, 以0.1%甲酸溶液为流

流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为30℃；检测波长为252nm。理论板数按沉香四醇峰计算应不低于3000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~10	15→20	85→80
10~19	20→23	80→77
19~21	23→33	77→67
21~25	33	67
25~25.1	33→95	67→5
25.1~35	95	5

**对照品溶液的制备** 取沉香四醇对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含0.120mg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 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50%甲醇25ml，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50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液10 $\mu$ l与供试品溶液5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含沉香四醇( $C_{17}H_{18}O_6$ )应为15.0mg~75.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片10g

**【贮藏】** 密封。

# 金莲花配方颗粒

Jinlianhu Peifangkeli

**【来源】** 本品为毛茛科植物金莲花 *Trollius chinensis* Bge.的干燥花经炮制加工并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

**【制法】** 取金莲花饮片 2800g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 19%~35%), 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】** 本品为灰褐色至棕褐色的颗粒; 气微, 味微苦。

**【鉴别】** 取本品 0.7g, 研细, 加甲醇 30ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取金莲花对照药材 0.5g, 加水 50ml, 煮沸 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 30ml, 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, 吸取供试品溶液 2 $\mu$ l、对照药材溶液 4 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲醇-水-甲酸(8:1:1:0.1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 三氯化铁乙醇溶液。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。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020 年版四部通则 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 年版四部通则 2201) 项下的热浸法测定, 不得少于 20.0%。

**【特征图谱】** 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 同[含量测定]项。

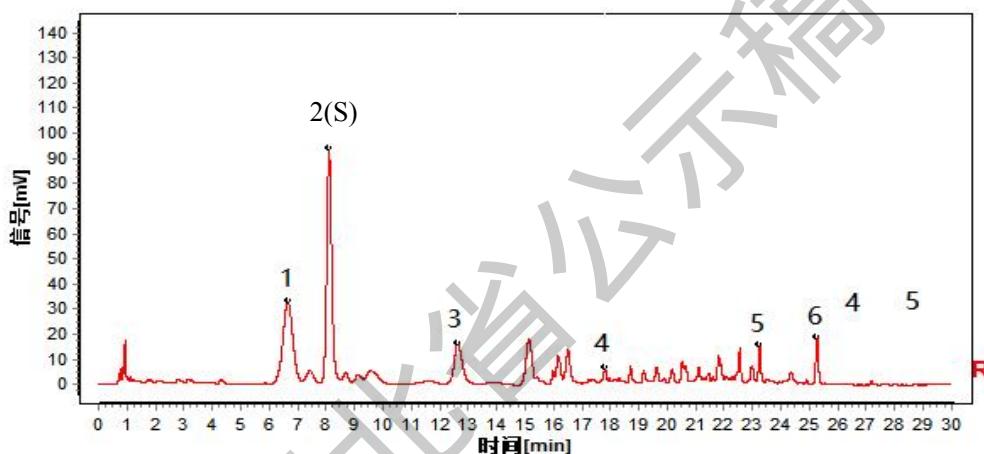
**参照物溶液的制备** 取金莲花对照药材 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加水 25ml, 加热回流 60 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 70% 甲醇 25ml, 超声处理 30 分钟,

放冷，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取荭草昔对照品、牡荆昔对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 含荭草昔 220 $\mu$ g、牡荆昔 50 $\mu$ g 的混合溶液，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和供试品溶液各 1 $\mu$ 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，并应与对照药材参照物色谱峰中的 5 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 3 应分别与相对应对照品参照物峰保留时间相对应。与荭草昔参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10% 范围之内，规定值为：0.82（峰 1）。



对照特征图谱

峰 1：荭草昔-2-O- $\beta$ -L-半乳糖昔；峰 2：荭草昔；峰 3：牡荆昔

色谱柱：ZORBAX SB C18；2.1×100mm，1.8 $\mu$ m

【含量测定】 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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.05% 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 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 340nm。理论板数按荭草昔峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~10	12	88
10~11	12→17	88→83
11~16	17→22	83→78
16~30	22→60	78→40

**对照品溶液的制备** 取荭草苷对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含0.22mg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 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70%甲醇25ml，称定重量，超声处理(功率300W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用70%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含荭草苷( $C_{21}H_{20}O_{11}$ )含量应为7.0mg~40.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片2.8g

**【贮藏】** 密封。

# 狗脊配方颗粒

Gouji Peifangkeli

**【来源】** 本品为蚌壳蕨科植物金毛狗脊 *Cibotium barometz* (L.) J.Sm. 的干燥根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】** 取狗脊饮片5000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为10%~16%), 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】** 本品为黄棕色至深棕褐色的颗粒; 气香, 味微甘。

**【鉴别】** 取本品适量, 研细, 取0.2g, 加甲醇5ml, 超声处理30分钟, 滤过, 取续滤液, 作为供试品溶液。另取狗脊对照药材2g, 加水50ml, 煎煮30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇5ml, 同法制成对照药材溶液。再取原儿茶酸对照品、原儿茶醛对照品, 加甲醇制成每1ml各含50μg的混合溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0502)试验, 吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液8μl、对照品溶液2μl, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以甲苯-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(3:5:6:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以2%三氯化铁溶液-1%铁氰化钾溶液(1:1)(临用配制), 放置至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则0104)。

**【浸出物】** 取本品适量, 研细, 取约2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入乙醇100ml, 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, 不得少于33.0%。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0512)测定。

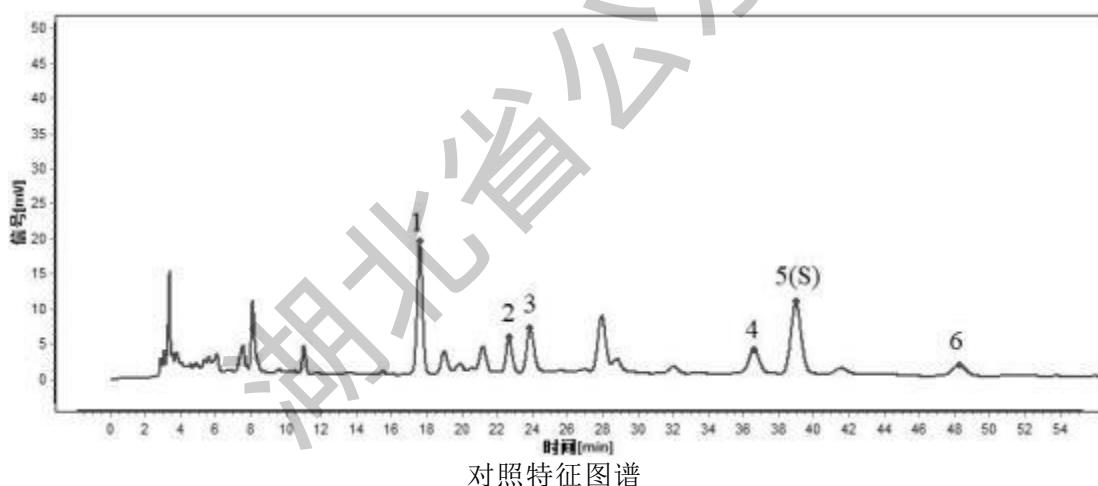
色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定)项。

**参照物溶液制备** 取狗脊对照药材2g, 加水50ml, 加热回流30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇-0.5%冰醋酸溶液(40:60)的混合溶液5ml, 超声处理(功率250W, 频率40kHz)30分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下的对照品溶液, 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 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现6个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应, 其中峰2、峰5应分别与相对应对照品参照物峰保留时间相对应。与原儿茶醛参照物峰相对应的峰为S峰, 计算峰1、峰3、峰4、峰6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: 0.45(峰1)、0.61(峰3)、0.94(峰4)、1.24(峰6)。



峰1: 5-羟甲基糠醛; 峰2: 原儿茶酸; 峰5(S): 原儿茶醛

色谱柱: Diamonsil plus 5um C18-A, 4.6 mm $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m

**【含量测定】** 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0.4%冰醋酸溶液为流动相; 柱温为30℃; 检测波长为280nm。理论板数按原儿茶醛峰计算应不低于3000。

**对照品溶液的制备** 取原儿茶酸、原儿茶醛对照品适量，精密称定，加甲醇-0.5%冰醋酸溶液(40:60)的混合溶液制成每1ml各含50 $\mu$ g的混合溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 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-0.5%冰醋酸溶液(40:60)的混合溶液5ml，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇-0.5%冰醋酸溶液(40:60)的混合溶液补足减失的重量，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 $\mu$ l，注入液相色谱仪中，测定，即得。

本品每1g含原儿茶酸( $C_7H_6O_4$ )和原儿茶醛( $C_7H_6O_3$ )的总量应为0.30mg~1.05mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片5g

**【贮藏】** 密封。

# 炒九香虫配方颗粒

Chaojiuxiangchong Peifangkeli

**【来源】** 本品为蝽科昆虫九香虫 *Aspongopus chinensis* Dallas 的干燥体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】** 取炒九香虫饮片7500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏(出膏率为7%~10%)，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】** 本品为浅棕黄色至棕色的颗粒；气特异，味微苦，微咸。

**【鉴别】** 取本品0.5g，研细，加水10ml，微热使溶解，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取九香虫对照药材0.5g，加水20ml，加热回流30分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。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3 $\mu$ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水(3:1:1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在105℃加热至斑点显色清晰。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。

**【检查】 黄曲霉毒素** 照黄曲霉毒素测定法(《中国药典》2020年版四部通则2351)测定。

本品每1kg含黄曲霉毒素B<sub>1</sub>不得过5 $\mu$ g，黄曲霉毒素G<sub>2</sub>、黄曲霉毒素G<sub>1</sub>、黄曲霉毒素B<sub>2</sub>和黄曲霉毒素B<sub>1</sub>总量不得过10 $\mu$ g。

**其他** 应符合颗粒剂(《中国药典》2020年版四部通则0104)项下有关的各项规定。

**【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21.0%。

**【特征图谱】** 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；以乙腈为流动相A，以0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表梯度洗脱；流速为0.30ml/min；柱温为

35℃；检测波长为254nm。理论板数按1,4-二氢-4-氧代喹啉-2-羧酸峰计应不低于5000。

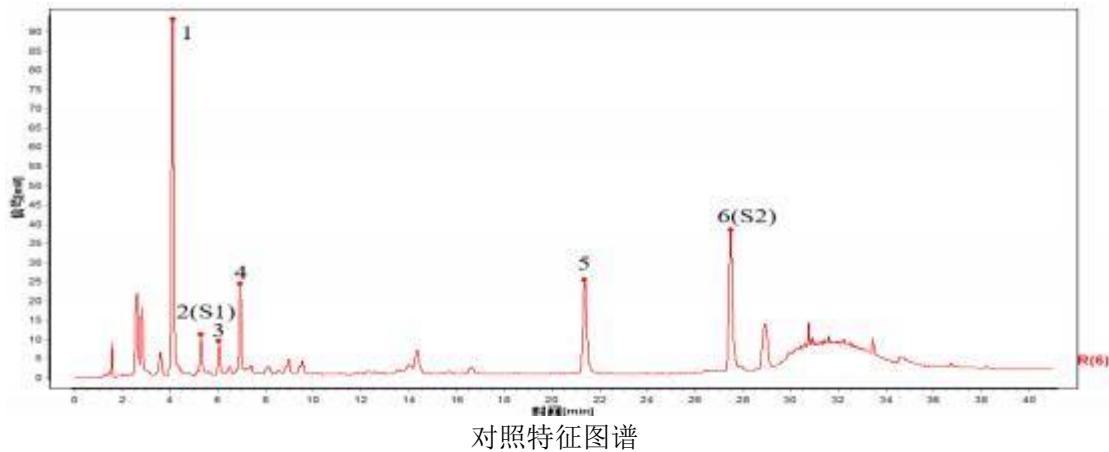
时间(分钟)	流动相A (%)	流动相B (%)
0	0	100
3	1	99
10	3	97
22	6	94
26	10	90
31	40	60
37	50	50
40	50	50

**参照物溶液的制备** 取九香虫对照药材0.2g，置具塞锥形瓶中，加入50%甲醇20ml，超声处理(功率250W，频率40kHz)45分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取1,4-二氢-4-氧代喹啉-2-羧酸对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含40μg的溶液，作为1,4-二氢-4-氧代喹啉-2-羧酸对照品参照物溶液。再取黄嘌呤、腺苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml分别含20μg的混合溶液，作为混合对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇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50%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1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱图中应呈现与对照药材参照物色谱图中6个保留时间相对应的特征峰，峰2、峰4、峰6应分别与相对应对照品参照物峰的保留时间相对应。峰1、峰3与S<sub>1</sub>峰(峰2)的相对保留时间依次约为：0.76、1.15。峰5与S<sub>2</sub>峰(峰6)的相对保留时间约为：0.77。



峰1: 尿酸; 峰2 (S<sub>1</sub>): 黄嘌呤; 峰4: 腺苷; 峰6 (S<sub>2</sub>): 1,4-二氢-4-氧代喹啉-2-羧酸

色谱柱: HSS T3 (150mm×2.1mm, 1.8μm)

**【含量测定】** 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检 检测波长为240nm, 其余色谱条件同【特征图谱】项。

**对照品溶液的制备** 同【特征图谱】项下的1,4-二氢-4-氧代喹啉-2-羧酸对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 同【特征图谱】项。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每1g含1,4-二氢-4-氧代喹啉-2-羧酸(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>3</sub>)应为2.0~7.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片7.5g

**【贮藏】** 密封。

# 南方红豆杉配方颗粒

Nanfanghongdoushan Peifangkeli

**【来源】** 本品为红豆杉科植物南方红豆杉 *Taxus mairei* (leme et levl.) S.Y.Hu ex Liu 栽培品的带叶枝条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】** 取南方红豆杉饮片 3750g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 13.5%~26.6%)，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】** 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；味苦，微涩。

**【鉴别】** 取本品 2g，研细，加甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取南方红豆杉对照药材 5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣自“加甲醇 50ml”起，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 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇(8:12:0.8)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 110℃ 加热至斑点显色清晰。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。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020 年版四部通则 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 年版四部通则 2201)项下的热浸法测定，不得少于 35.0%。

**【特征图谱】** 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；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 227nm。理论板数按 10-脱乙酰基巴卡亭 III 峰计算应不低于 5000。

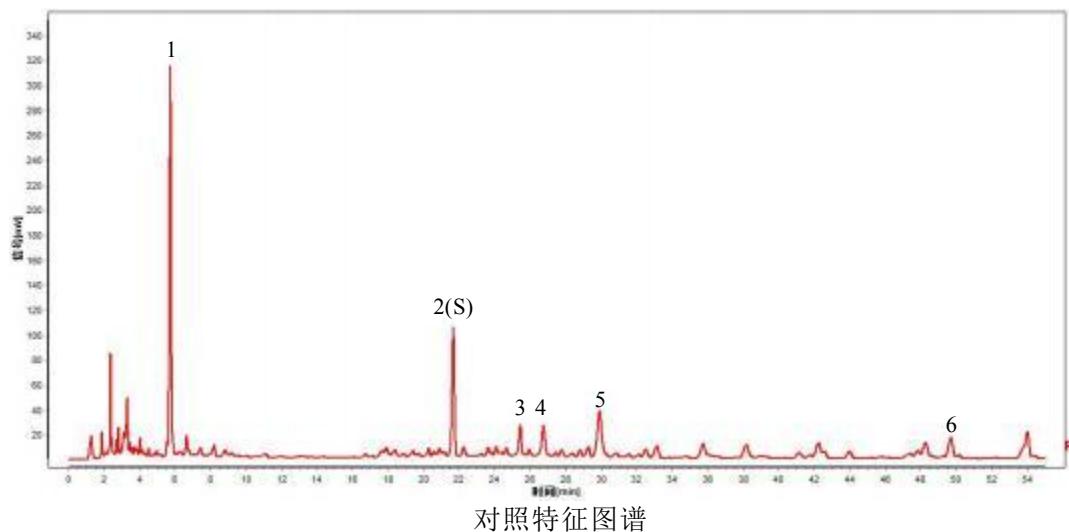
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~12	20	80
12~22	20→30	80→70
22~30	30	70
30~55	30→40	70→60

**参照物溶液的制备** 取南方红豆杉对照药材 1g, 加水 30ml, 加热回流 2 小时, 放冷, 滤过, 滤液用二氯甲烷振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并二氯甲烷液, 蒸干, 残渣加 50% 甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摆匀, 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** 取本品适量, 研细, 取约 1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加二氯甲烷超声处理(功率 300W, 频率 35kHz) 2 次, 每次 30ml, 每次 30 分钟, 滤过, 用少量二氯甲烷分次洗涤容器和残渣, 滤过, 合并滤液和洗液, 蒸干, 残渣加 50% 甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摆匀, 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 6 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 2 与 10-脱乙酰基巴卡亭 III 对照品参照物峰保留时间相对应。与 10-脱乙酰基巴卡亭 III 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: 0.26(峰 1)、1.17(峰 3)、1.23(峰 4)、1.38(峰 5)、2.29(峰 6)。



峰 2 (S): 10-脱乙酰基巴卡亭III

**【含量测定】** 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-水(30:70)为流动相；检测波长为232nm。理论板数以10-脱乙酰巴卡亭III峰计算应不低于2500。

**对照品溶液的制备** 取40℃以下减压干燥12小时的10-脱乙酰巴卡亭III对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得。

**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，加甲醇40℃以下超声处理(功率300W，频率50kHz)3次(50ml、30ml、20ml)，每次30分钟，滤过，用少量甲醇洗涤容器和残渣，滤过，合并滤液和洗液，减压蒸干，残渣加水-二氯甲烷(1:2)45ml混合溶液分次溶解并转移至分液漏斗中，分取二氯甲烷液，水层用二氯甲烷振摇提取3次，每次20ml，合并二氯甲烷液，40℃以下减压蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至10ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。本品每1g含10-脱乙酰巴卡亭III( $C_{29}H_{36}O_{11}$ )应为0.80mg~3.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片3.75g

**【贮藏】** 密封。

# 穿破石（构棘）配方颗粒

Chuanposhi(Gouji) Peifangkeli

**【来源】** 本品为桑科植物构棘 *Maclura cochinchinensis*(Loureiro) Corner. 的干燥根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】** 取穿破石(构棘)饮片12500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为4%~7.5%), 加辅料适量, 干燥(或干燥, 粉碎), 再加辅料适量, 混匀, 制粒, 制成1000g, 即得。

**【性状】** 本品为灰黄色至黄色的颗粒; 气微, 味淡。

**【鉴别】** 取本品适量, 研细, 取1g, 加甲醇20ml, 超声处理20分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇1ml使溶解, 作为供试品溶液。另取穿破石(构棘)对照药材5g, 加水50ml, 煮沸30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇20ml, 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, 吸取供试品溶液2 $\mu$ l、对照药材溶液5 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇(12:5:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 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】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则0104)。

**【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24.0%。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0512)测定。

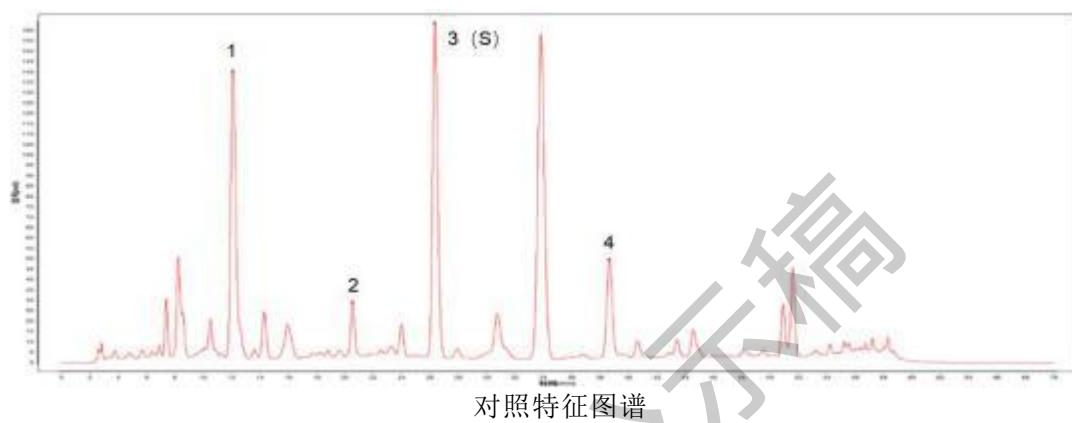
色谱条件与系统适用性试验 同【含量测定】项。

**参照物溶液的制备** 取穿破石(构棘)对照药材0.5g, 加70%甲醇25ml, 超声处理30分钟, 放冷, 摆匀, 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】。

**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4个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的4个特征峰保留时间相对应，其中峰3应与对照品参照物峰保留时间相对应。与花旗松素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：0.46(峰1)、0.78(峰2)、1.47(峰4)。



色谱柱：Shim-pack GIST C18，4.6mm×250mm，5 $\mu$ m

**【含量测定】** 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(4.6mm×250mm，5 $\mu$ m)，以甲醇为流动相A，0.1%磷酸溶液为流动相B，按下列表中的规定进行梯度洗脱；柱温为30℃；检测波长为290nm。理论板数按花旗松素峰计算应不低于3000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~5	20→25	80→75
5~10	25	75
10~20	25→32	75→68
20~30	32	68
30~40	32→40	68→60
40~50	40→50	60→50
50~55	50→70	50→30
55~60	70→20	30→80
60~70	20	80

**对照品溶液的制备** 取花旗松素对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含70 $\mu$ 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70%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率300w，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品按干燥品计算，每1g含花旗松素( $C_{15}H_{12}O_7$ )应为2.5mg~78.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片12.5g

**【贮藏】** 密封。

# 烫水蛭(蚂蟥)配方颗粒

Tangshuizhi(Mahuang) Peifangkeli

**【来源】** 本品为水蛭科动物蚂蟥 *Whitmania pigra* Whitman 的干燥全体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】** 取烫水蛭(蚂蟥)饮片4000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为12%~20%), 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】** 本品为灰黄色至浅棕褐色的颗粒; 气微腥, 味淡。

**【鉴别】** 取本品适量, 研细, 取1g, 加乙醇30ml, 超声处理30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇1ml使溶解, 作为供试品溶液。另取水蛭(蚂蟥)对照药材1g, 加水25ml, 煎煮30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇30ml, 同法制成对照药材溶液。再取缬氨酸对照品、丙氨酸对照品, 加水制成每1ml各含0.5mg的混合溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0502)试验, 吸取供试品溶液2 $\mu$ l、对照药材溶液8 $\mu$ l、对照品溶液3 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以水饱和正丁醇-冰醋酸(4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以茚三酮试液, 在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

**【检查】 酸碱度** 取本品适量, 研细, 取0.25g, 加0.9%氯化钠溶液10ml, 充分搅拌, 浸提30分钟, 并时时振摇, 离心, 取上清液, 照pH值测定法(《中国药典》2020年版四部通则0631)测定, 应为5.0~7.5。

**重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法(《中国药典》2020年版四部通则2321)原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法)测定, 铅不得过10mg/kg; 镉不得过1mg/kg; 砷不得过20mg/kg; 汞不得过1mg/kg。

**黄曲霉毒素** 照真菌毒素测定法(《中国药典》2020年版四部通则2351)测定。

本品每1000g含黄曲霉毒素B<sub>1</sub>不得过5 $\mu$ g; 含黄曲霉毒素G<sub>2</sub>、黄曲霉毒素G<sub>1</sub>、黄曲霉毒素B<sub>2</sub>和黄曲霉毒素B<sub>1</sub>的总量不得过10 $\mu$ g。

**其他** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则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年版四部通则2201)项下的热浸法测定, 不得少于9.0%。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0512)测定。

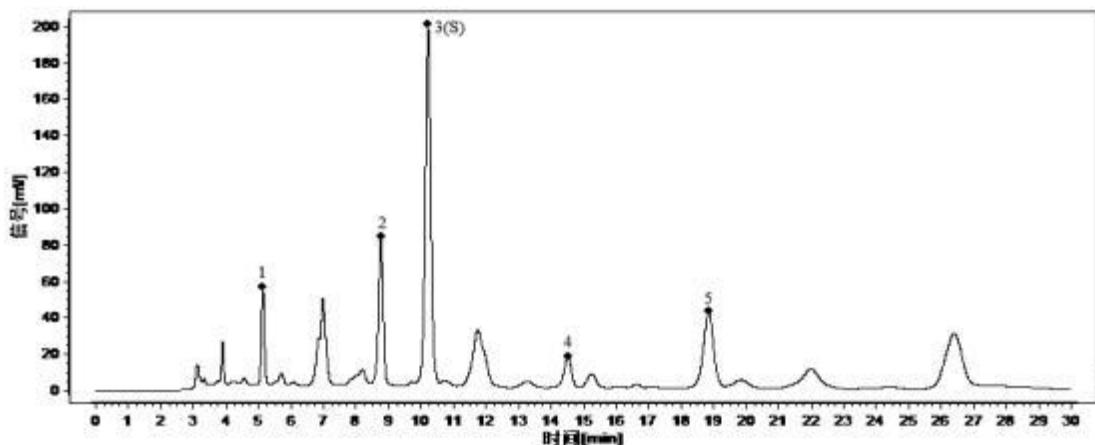
**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为250mm, 内径为4.6mm, 粒径为5μm); 以乙腈-0.2%磷酸溶液(0.5:99.5)为流动相; 流速为每分钟0.8ml; 柱温为25℃; 检测波长为270nm。理论板数按次黄嘌呤峰计算应不低于5000。

**参照物溶液的制备** 取水蛭(蚂蟥)对照药材1.5g, 加水20ml, 加热回流1小时, 放冷, 离心处理(转速为每分钟10000转)10分钟, 取上清液, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取次黄嘌呤对照品、尿嘧啶对照品适量, 加10%甲醇制成每1ml各含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0.3g, 加水10ml, 超声处理(功率250W, 频率53kHz)10分钟, 放冷, 离心处理(转速为每分钟10000转)10分钟, 取出, 取上清液, 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10μl, 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, 并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2、峰3应分别与相对应对照品参照物峰保留时间相对应。与次黄嘌呤参照物峰相对应的峰为S峰, 计算峰1、峰4、峰5与S峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内, 规定值为: 0.51(峰1)、1.41(峰4)、1.82(峰5)。



对照特征图谱

峰2: 尿嘧啶; 峰3(S): 次黄嘌呤

参考色谱柱: Platisil ODS C18, 4.6mm×250mm, 5μm

**【含量测定】** 取本品适量, 研细, 取约0.45g, 精密称定, 精密加入0.9%氯化钠溶液5ml, 充分搅拌, 浸提30分钟, 并时时振摇, 离心, 精密量取上清液100μl, 置试管(8mm×38mm)中, 加入含0.5%(牛)纤维蛋白原(以凝固物计)的三羟甲基氨基甲烷盐酸缓冲液(临用配制, 取0.2mol/l三羟甲基氨基甲烷溶液25ml与0.1mol/L盐酸溶液40ml, 加水至100ml, 调节pH值至7.4)200μl, 摆匀, 置水浴中(37℃±0.5℃)温浸5分钟, 滴加每1ml中含10单位的凝血酶溶液(临用配制, 取凝血酶试剂, 加生理盐水制成每1ml含凝血酶10个单位的溶液)(每4分钟滴加1次, 每次2μl, 边滴加边轻轻摇匀)至凝固, 记录消耗凝血酶溶液的体积, 按下式计算:

$$U = \frac{C_1 V_1}{C_2 V_2}$$

式中 U为每1g含凝血酶活性单位, U/g;

$C_1$ 为凝血酶溶液的浓度, U/ml;

$C_2$ 为供试品溶液的浓度, g/ml;

$V_1$ 为消耗凝血酶溶液的体积, μl;

$V_2$ 为供试品溶液的加入量, μl。

中和一个单位的凝血酶的量, 为一个抗凝血酶活性单位。

本品每1g含抗凝血酶活性应为4.0U~13.5U。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片4g

**【贮藏】** 密封。

# 鹿角胶(马鹿)配方颗粒

Lujiaojiao (Malu) Peifangkeli

**【来源】** 本品为鹿科动物马鹿 *Cervus elaphus* Linnaeus 已骨化的角或锯茸后翌年春季脱落的角基经水煎煮、浓缩制成的固体胶再按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

**【制法】** 取鹿角胶(马鹿)饮片1000g, 加水煎煮烊化, 滤过, 即得清膏(出膏率为83~92%), 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】** 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒; 气微, 味微甜。

**【鉴别】** (1)取本品0.5g, 研细, 加入70%乙醇15ml, 超声处理20分钟, 滤过, 取滤液作为供试品溶液。另取鹿角胶对照药材0.5g, 加入70%乙醇5ml, 超声处理20分钟, 滤过, 取滤液作为对照药材溶液。再取甘氨酸对照品, 加水制成每1ml含1mg的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020年版四部通则0502)试验, 吸取上述三种溶液各4 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以正丁醇-乙醇-冰醋酸-水(4:1:1:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以0.2%茚三酮乙醇溶液, 在105°C加热至斑点清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

(2)照高效液相色谱法-质谱法(《中国药典》2020年版四部通则0512和通则0431)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1.7 $\mu$ m); 以乙腈为流动相A, 以0.1%甲酸溶液为流动相B, 按下表梯度洗脱; 流速为0.3ml/min; 柱温为40°C。采用质谱检测器, 电喷雾正离子模式(ESI<sup>+</sup>), 进行多反应监测(MRM), 选择下表中离子对进行检测, 其MRM色谱峰的信噪比均应大于3:1。

名称	检测离子对	
	母离子	子离子
肽1	765.4 (双电荷)	554.0 733.0
肽G1	850.4 (三电荷)	515.4 656.2
肽R	845.0 (三电荷)	507.3 535.9

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	10	90
5	90	10

**参照物溶液的制备** 取鹿角胶对照药材0.1g, 置具塞锥形瓶中, 加1%碳酸氢铵溶液50ml, 超声处理30分钟, 滤过, 取上清液500 $\mu$ l, 转移至离心管中, 加胰蛋白酶溶液(取序列分析用胰蛋白酶, 加1%碳酸氢铵溶液制成每1ml中含0.1mg的溶液, 临用时配制)500 $\mu$ l, 摆匀, 超声酶解(功率250W, 频率40kHz)30分钟, 离心(每分钟12000转)5分钟, 作为对照药材参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 取本品适量, 研细, 取约0.1g, 精密称定, 同“对照药材参照物溶液的制备”制成供试品溶液。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各5 $\mu$ l, 注入高效液相色谱-质谱联用仪, 测定。

以质荷比(m/z)554.0(双电荷) $\rightarrow$ 733.0、m/z515.4(三电荷) $\rightarrow$ 656.2和m/z507.3(三电荷) $\rightarrow$ 535.9离子对提取的供试品离子流色谱中, 应同时呈现与对照药材色谱保留时间一致的色谱峰。以特征肽R为参照, 计算特征肽G1与特征肽R的相对峰面积, 其相对峰面积应在规定值范围之内, 规定值为: 不得小于3.0(特征肽G1)。

**【检查】** 应符合颗粒剂(《中国药典》2020年版四部通则0104)项下有关的各项规定。

**【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12.0%。

【特征图谱】 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-0.1mol/L醋酸钠溶液(用醋酸调节pH值至6.5)(7: 93)为流动相A，以乙腈-水(4:1)为流动相B，按下表梯度洗脱；柱温为43℃；检测波长为254nm。理论板数按L-羟脯氨酸峰计应不低于4000。

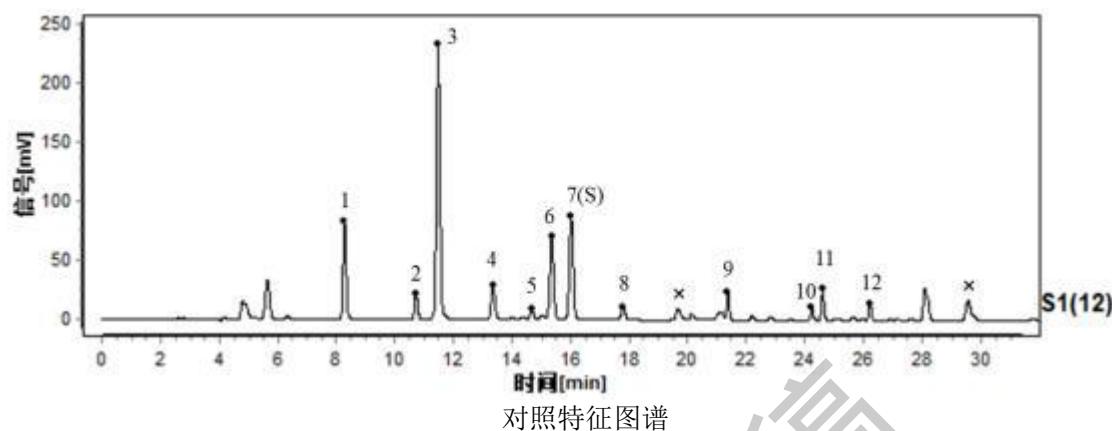
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	100	0
11	93	7
13.9	88	12
14	85	15
29	66	34
30	0	100

**参照物溶液的制备** 取鹿角胶(马鹿)对照药材0.25g，置具塞锥形瓶中，加入0.1mol/L盐酸溶液25ml，密塞，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，摇匀。照供试品溶液的制备项下的方法，自“精密量取2ml”起同法操作，作为对照药材参照物溶液。另取L-羟脯氨酸、甘氨酸、丙氨酸、L-脯氨酸对照品适量，精密称定，加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml含L-羟脯氨酸70μg、甘氨酸0.14mg、丙氨酸60μg、L-脯氨酸70μg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0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入0.1mol/L盐酸溶液15ml，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0.1mol/L盐酸溶液补足减失的重量，摇匀。精密量取2ml，置5ml安瓿瓶中，加盐酸2ml，150℃水解1小时，放冷，移至蒸发皿中，用水10ml分次洗涤，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加0.1mol/L盐酸溶液溶解，转移至25ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

**测定法** 精密量取上述对照品溶液和供试品溶液各5ml，分别置25ml量瓶中，各加0.1mol/L异硫氰酸苯酯(PITC)的乙腈溶液2.5ml，1mol/L三乙胺的乙腈溶液2.5ml，摇匀，室温放置1小时后，加10%乙腈至刻度，摇匀。取10ml，加正己烷10ml，振摇，放置10分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液，精密吸取上述两种溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱图中应呈现与对照药材参照物色谱图中12个保留时间相对应的特征峰, 峰1、峰3、峰6~7应分别与相对应对照品参照物峰的保留时间相对应。峰2、峰4~5、峰8~12与S峰(峰7)的相对保留时间依次约为: 0.64、0.82、0.90、1.10、1.40、1.61、1.64、1.76。



峰 1: L-羟脯氨酸; 峰 2: 丝氨酸; 峰 3: 甘氨酸; 峰 5: 苏氨酸; 峰 6: 丙氨酸

峰 7 (S): L-脯氨酸; 峰 11: 亮氨酸; ×: 衍生化试剂

色谱柱: Kromasil 100-5-C18 (250 mm×4.6 mm, 5μm)

**【含量测定】** 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 同【特征图谱】项。

对照品溶液的制备 同【特征图谱】项下的对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【特征图谱】项。

**测定法** 精密吸取衍生化后的对照品溶液和供试品溶液各5μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每1g含L-羟脯氨酸( $C_5H_9NO_3$ )应为50~90mg、含甘氨酸( $C_2H_5NO_2$ )应为0.10~0.18g、含丙氨酸( $C_3H_7NO_2$ )应为45~85mg、含L-脯氨酸( $C_5H_9NO_2$ )应为60~110mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片1g

**【贮藏】** 密封。

# 醋没药(天然没药)配方颗粒

Cumoyao(Tianranmoyao) Peifangkeli

**【来源】** 本品为橄榄科植物地丁树 *Commiphora myrrha* Engl.或哈地丁树 *Commiphora molmol* Engl.的干燥树脂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】** 取醋没药(天然没药)饮片2800g，加水煎煮(干浸膏出膏率为11%~20%)，滤过，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】** 本品为浅棕黄色至棕色的颗粒；气微香，味苦。

**【鉴别】** 取本品适量，研细，取0.2g，加甲醇10ml，超声处理20分钟，滤过，滤液60℃以下蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取没药(天然没药)对照药材0.2g，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5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二甲苯-乙酸乙酯(19:1)为展开剂，展开，取出，晾干，立即喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃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。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(《中国药典》2020年版四部通则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年版四部通则2201)项下的热浸法测定，不得少于14.0%。

**【特征图谱】** 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(柱长为150mm，内径为2.1mm，粒径为1.8μm)；以甲醇为流动相A，以水为流动相B，按

下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml；柱温为35℃；检测波长为240nm。理论板数按没药酮峰计算应不低于5000。

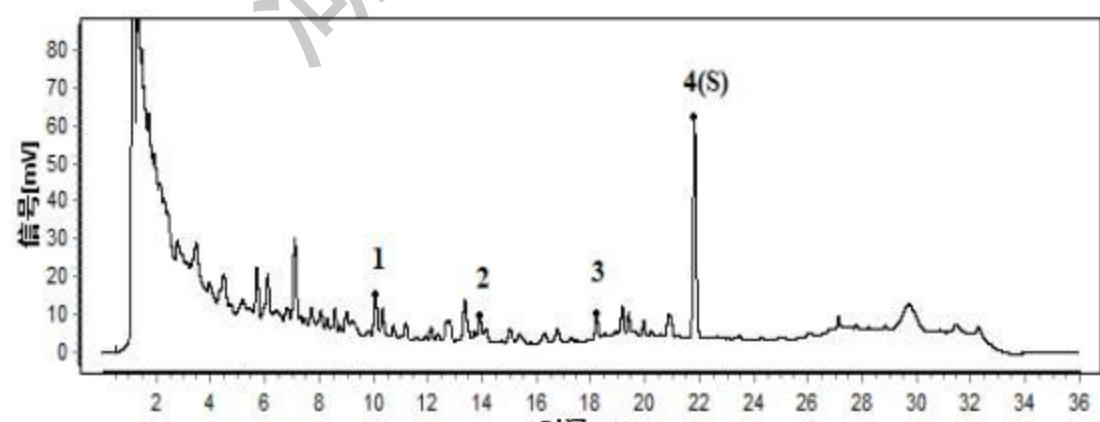
时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~6	50→60	50→40
6~15	60→62	40→38
15~17	62→70	38→30
17~23	70	30
23~25	70→77	30→23
25~30	77	23

**参照物溶液的制备** 取没药(天然没药)对照药材1g，加甲醇25ml，超声处理(功率250W，频率40kHz)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)项下的对照品溶液，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3μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现4个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的4个特征峰保留时间相对应，其中峰4应与没药酮对照品参照物峰保留时间相对应。与没药酮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±10%范围之内，规定值为：0.51(峰1)、0.63(峰2)、0.83(峰3)。



峰4(S): 没药酮

参考色谱柱: ZORBAX SB-C18 RRHD, 2.1mm×150mm, 1.8μm

**【含量测定】 挥发油** 照挥发油测定法(《中国药典》2020年版四部通则2204乙法)测定。本品含挥发油应为0.2%~2.0%(ml/g)。

**没药酮** 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(柱长为100mm, 内径为2.1mm, 粒径为1.8 $\mu$ m); 以甲醇-水(65:35)为流动相; 检测波长为240nm。理论板数按没药酮峰计算应不低于4000。

**对照品溶液的制备** 取没药酮对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1ml含10 $\mu$ g的溶液, 即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量, 研细, 取约0.3g, 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250W, 频率40kHz)30分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摆匀, 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1~2 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每1g含没药酮( $C_{15}H_{16}O_2$ )应为0.10mg~0.70mg。

**【规格】** 每1.0g配方颗粒相当于饮片2.8g

**【贮藏】** 密封。

# 醋芫花配方颗粒

Cuyuanhua Peifangkeli

**【来源】** 本品为瑞香科植物芫花*Daphne genkwa* Sieb. et Zucc.的干燥花蕾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】** 取醋芫花饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 20.9%~36.5%），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】** 本品为黄棕色的颗粒；气微香，味微酸、微有麻舌感。

**【鉴别】** 取本品适量，研细，取 0.1g，加甲醇 15ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芫花对照药材 1g，加甲醇 25ml，同法制成对照药材溶液。再取芫花素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 4 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（8:4:0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版四部通则 0104）。

**【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，应为 28.3%~69.2%。

**【特征图谱】** 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（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 $\mu$ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.05% 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 238nm；柱温为 35℃；流速为每分钟 1.0ml。理论板数按芫花素峰计算应不低于 6000。

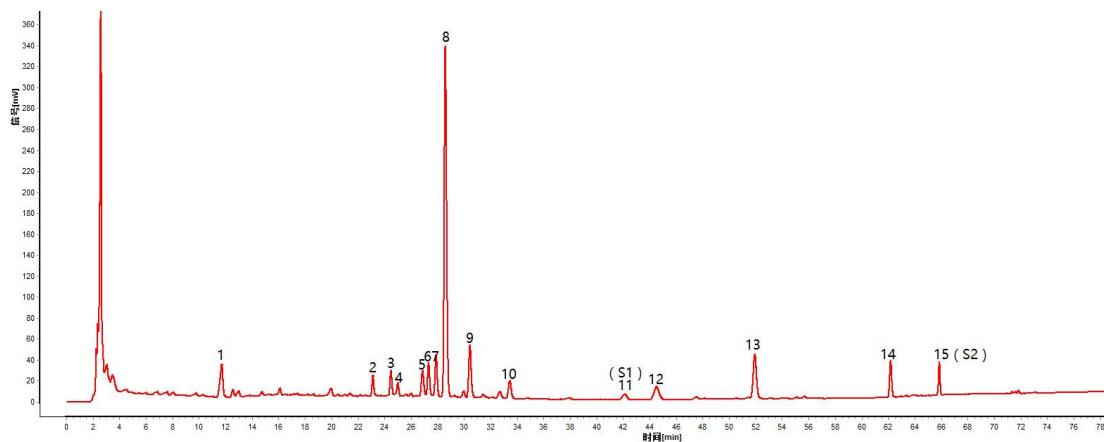
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	15→22	85→78
5~9	22→24	78→76
9~12	24→30	76→70
12~22	30→41	70→59
22~29	41→45	59→55
29~41	45	55
41~57	45→60	55→40
57~66	60→83	40→17
66~76	83→93	17→7
76~78	93	7

**参照物溶液的制备** 取茺花对照药材约 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加入 70% 甲醇 50ml, 加热回流 1 小时, 取出, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取木犀草素、椴树苷、芹菜素、茺花素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 各含 20 $\mu$ g 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 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 甲醇 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 1 小时, 放冷, 再称定重量, 用 70% 甲醇补足减失的重量, 摆匀, 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 20 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 15 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 14 个特征峰保留时间相对应 (除峰 5 外), 其中峰 11、峰 12、峰 13 和峰 15 应分别与相对对照品参照物峰保留时间相对应。与木犀草素参照物峰相对应的峰为 S1 峰, 计算特征峰 1 与 S1 峰的相对保留时间, 与茺花素参照物峰相对应的峰为 S2 峰, 计算特征峰 2~14 与 S2 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: 0.28 (峰 1)、0.35 (峰 2)、0.37 (峰 3)、0.38 (峰 4)、0.41 (峰 5)、0.41 (峰 6)、0.42 (峰 7)、0.43 (峰 8)、0.46 (峰 9)、0.51 (峰 10)、0.64 (峰 11)、0.68 (峰 12)、0.79 (峰 13)、0.94 (峰 14)。



醋芫花配方颗粒对照特征图谱

峰 9：芫花素-5-O-茜草苷；峰 11（S1）：木犀草素；峰 12：椴树苷；

峰 13：芹菜素；峰 14：羟基芫花素；峰 15（S2）：芫花素

色谱柱：Kromasil 100-5C<sub>18</sub>，4.6mm×250mm，5μm

**【含量测定】** 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；以甲醇-水-冰醋酸（65:35:0.8）为流动相；检测波长为 338nm。理论板数按芫花素峰计算应不低于 6000。

**对照品溶液的制备** 取芫花素对照品、芹菜素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含芫花素 10μg、芹菜素 20μg 的混合溶液，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，精密加入甲醇 50ml，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含芫花素（C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>）应为 0.5mg～1.1mg，芹菜素（C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>）应为 0.5mg～5.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g。

**【贮藏】** 密封。

**【注意】** 孕妇禁用；不宜与甘草同用。