

炒没药（胶质没药）配方颗粒

Chaomoyao (jiaozhimoyao) Peifangkeli

【来源】 本品为橄榄科植物地丁树 *Commiphora myrrha* Engl. 的干燥树脂（胶质没药）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】 取炒没药（胶质没药）饮片 1700g，加水煎煮，收集挥发油适量（以 β -环糊精包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 30%~58%），加入挥发油包合物，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】 本品为灰棕色至棕黄色的颗粒；气微香，味苦而微辛。

【鉴别】 取本品 5g，研细，加水 20ml，再加环己烷 10ml，超声处理 30 分钟，离心，分取环己烷液，浓缩至 2ml，作为供试品溶液。另取没药（胶质没药）对照药材 1g，照挥发油测定法（中国药典 2020 年版通则 2204 乙法）加环己烷 2ml，缓缓加热至沸，并保持微沸约 2.5 小时，放置后，分取环己烷液作为对照药材溶液。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 2~4 μ l、对照药材溶液 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙醚（4：1）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，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，显相同颜色的荧光主斑点。

【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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；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；检测波长为 300nm；流速为每分钟 0.20ml；柱温为 30℃。理论板数按芳樟醇峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	30→40	70→60
10~15	40→53	60→47
15~20	53→64	47→36
20~30	64→77	36→23

参照物溶液的制备 取没药（胶质没药）对照药材 1g，加 70%甲醇 25ml，

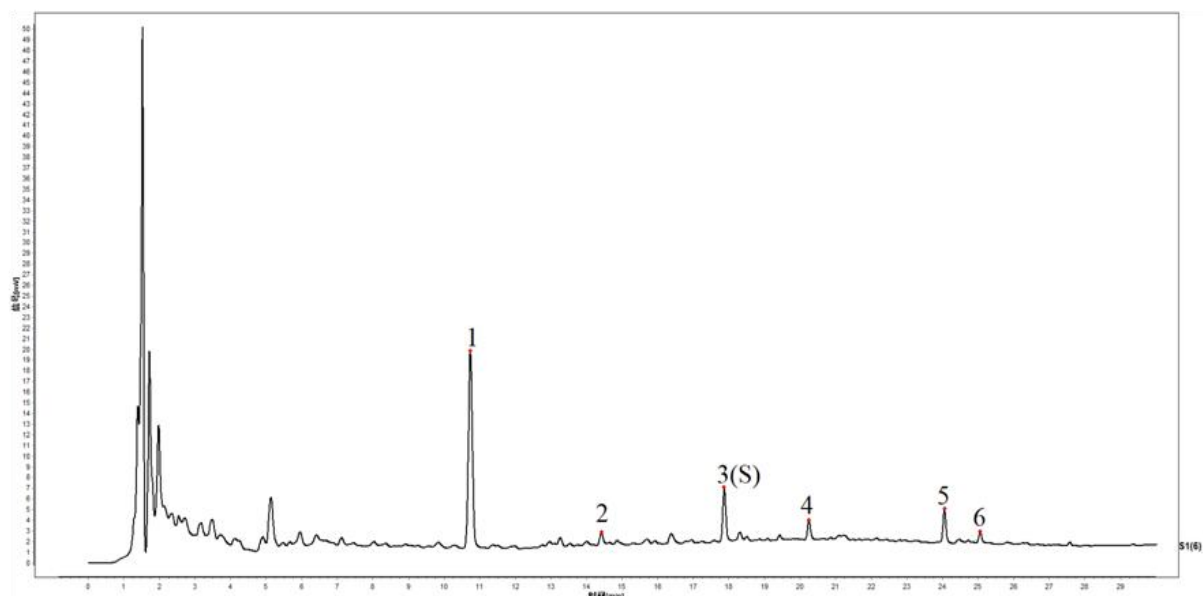
超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为芳樟醇对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 0.3g，研细，置具塞锥形瓶中，加 70%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，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 3 μ 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 3 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与芳樟醇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：0.62（峰 1）、0.82（峰 2）、1.13（峰 4）、1.38（峰 5）、1.43（峰 6）。



对照特征图谱

峰 3（S）：芳樟醇

色谱柱：ZORBAX SB C18, 150 \times 2.1mm, 1.8 μ 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 14.0%。

【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；以甲醇-

水（49：51）为流动相；检测波长为 300nm。理论板数按芳樟醇峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取芳樟醇对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 2.5mg 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 70%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 600W，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含芳樟醇（C₁₀H₁₈O）应为 10.0mg～86.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.7g

【注意】 孕妇及胃弱者慎用。

【贮藏】 密封。

炒乳香（埃塞俄比亚乳香）配方颗粒

Chaoruxiang (Aisaiebiyaruxiang) Peifangkeli

【来源】 本品为橄榄科植物乳香树 *Boswellia carterii* Birdw. 及同属植物 *Boswellia bhaw-dajiana* Birdw. 树皮渗出的树脂（埃塞俄比亚乳香）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】 取炒乳香（埃塞俄比亚乳香）饮片 1300g，加水煎煮，收集挥发油适量（以 β -环糊精包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 41%~65%），加入挥发油包合物，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】 本品为浅灰黄色至灰褐色的颗粒；具特异香气，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加乙醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取乳香对照药材 0.5g，自“加乙醇 20ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 1~2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯（17:2）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，显相同颜色的主斑点。

【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 0.05%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 0~18 分钟为 210nm，18~28 分钟为 250nm，28~55 分钟为 210nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30℃。理论板数按 11-羧基- β -乙酰乳香酸峰计算应不低于 5000。

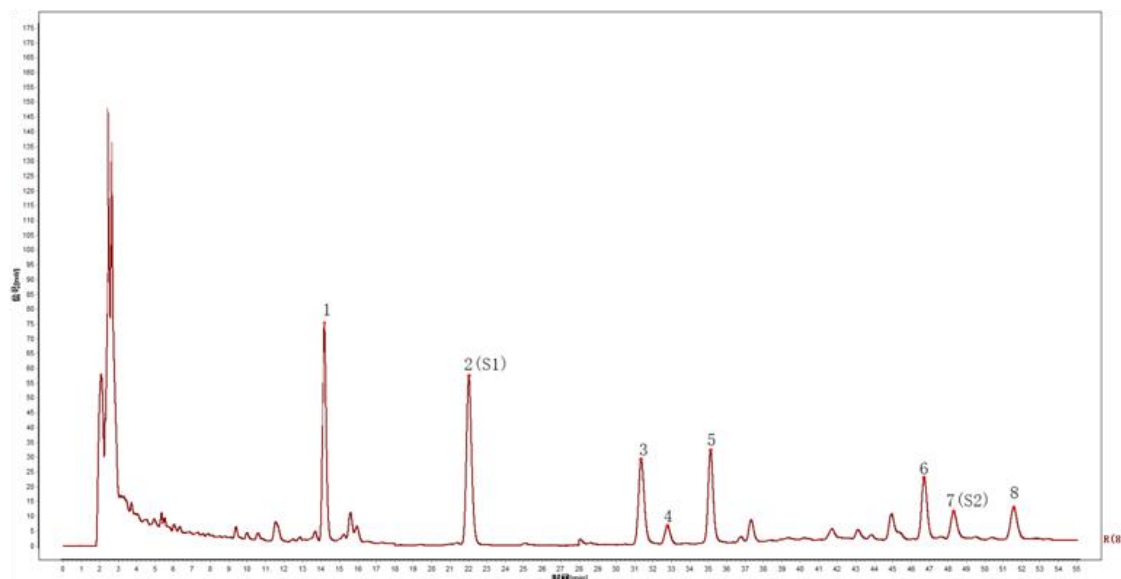
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~18	75→80	25→20
18~28	80→84	20→16
28~35	84→92	16→8
35~55	92→94	8→6

参照物溶液的制备 取乳香对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加甲醇 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 11-羧基- β -乙酰乳香酸对照品、3-乙酰基- α -乳香酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 50 μ 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 0.2g，研细，同对照药材参照物溶液的制备方法制成供试品溶液。

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 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 7 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与 11-羧基- β -乙酰乳香酸参照物峰相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3~峰 5 与 S1 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：0.64（峰 1）、1.42（峰 3）、1.49（峰 4）、1.60（峰 5）；与 3-乙酰基- α -乳香酸参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算峰 6、峰 8 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：0.97（峰 6）、1.07（峰 8）。



对照特征图谱

峰 2（S1）：11-羧基- β -乙酰乳香酸；峰 4： α -乳香酸；峰 5： β -乳香酸；

峰 7（S2）：3-乙酰基- α -乳香酸；峰 8：3-乙酰基- β -乳香酸

色谱柱：XBridge C18，250 \times 4.6mm，5 μ 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 25.0%。

【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；以甲醇为流动相 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 252nm。理论板数按 11-羧基-β-乙酰乳香酸峰计算应不低于 2500。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~7	90→82	10→18
7~30	82→80	18→20

对照品溶液的制备 取 11-羧基-β-乙酰乳香酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 50μg 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，精密加入甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 600W，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 11-羧基-β-乙酰乳香酸（C₃₂H₄₈O₅）应为 6.0mg~32.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.3g

【注意】 孕妇及胃弱者慎用。

【贮藏】 密封。

川银花（细毡毛忍冬）配方颗粒

Chuanyinhua(Xizhanmaorendong) Peifangkeli

【来源】 本品为忍冬科植物细毡毛忍冬 *Lonicera similis* Hemsl. 的干燥花蕾或带初开的花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】 取川银花（细毡毛忍冬）饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 21%~40%），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】 本品为浅黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 0.1g，研细，加乙醇 10ml，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。另取川银花（细毡毛忍冬）对照药材 0.3g，加水 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙醇 10ml”起，同法制成对照药材溶液。再取绿原酸对照品，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 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液与对照药材溶液各 3 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 H 薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水（7：2.5：2.5）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，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，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 检测波长为 240nm，其余同〔含量测定〕项。

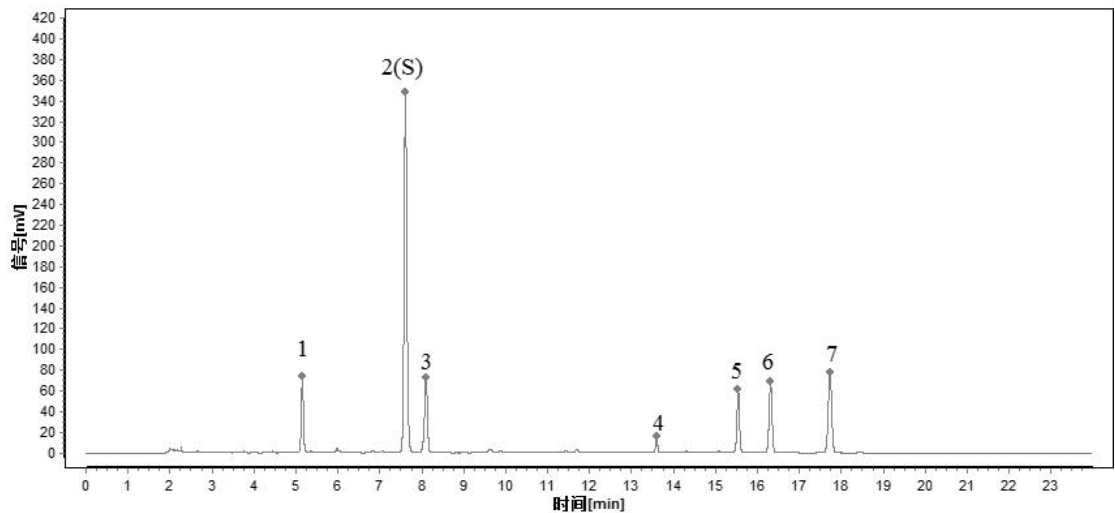
参照物溶液的制备 取川银花（细毡毛忍冬）对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加水 20ml，加热回流 1 小时，放冷，摇匀，滤过，滤液浓缩至近干，残渣加 50%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。再取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为绿原酸对照品、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品参照物溶液。

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 1 μ 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，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 2、峰 6、峰 7 应分别与相应参照物峰的保留时间相

对应。与绿原酸参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 3~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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.68（峰 1）、1.07（峰 3）、1.79（峰 4）、2.04（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸；峰 2（S）：绿原酸；峰 3：隐绿原酸；峰 4：芦丁；峰 5：3,4-*O*-二咖啡酰奎宁酸；
峰 6：3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸；峰 7：4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸

色谱柱：Poroshell SB C18，150×4.6mm，2.7 μ 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 31.0%。

【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（柱长为 150mm，内径为 4.6mm，粒径为 2.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2%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 327nm；流速为每分钟 0.70ml；柱温为 30℃。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	10→14	90→86
6~10	14→20	86→80
10~12	20→23	80→77
12~24	23→25	77→75

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加 50%甲醇制成每 1ml 含绿原酸 0.7mg、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸 0.1mg、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸 0.2mg 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 50%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 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与供试品溶液各 1 μ 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 65.0mg~195.0mg；含酚酸类以绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸（ $C_{25}H_{24}O_{12}$ ）、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸（ $C_{25}H_{24}O_{12}$ ）的总量计，应为 96.0mg~240.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【贮藏】 密封。

煅浮海石配方颗粒

Duanfuhaiishi Peifangkeli

【来源】 本品为胞孔科动物脊突苔虫 *Costazia aculeata* Canu et Bassler 的干燥骨骼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】 取煅浮海石饮片 12500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 0.5%~3.5%），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】 本品为灰褐色至褐色的颗粒；气微腥，味微咸。

【鉴别】 （1）取本品 2g，研细，加稀盐酸 10ml，即有大量气泡产生，气体导入氢氧化钙试液中，即生成白色沉淀。

（2）取鉴别（1）项下反应后的溶液，滤过，滤液加甲基红指示液 2 滴，用氨试液中和，再滴加盐酸至恰呈酸性，加草酸铵试液，即生成白色沉淀；分离，沉淀不溶于醋酸，但可溶于稀盐酸。

【检查】 砷盐 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，加盐酸 2ml，待反应完成后，加水 23ml，混匀，依法检查（中国药典 2020 年版通则 0822 第一法），含砷量不得过 2mg/kg。

其他 除溶化性外，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 5.5%。

【含量测定】 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置锥形瓶中，加稀盐酸 5ml，加热使溶解，加水 100ml 与甲基红指示剂 1 滴，滴加 10% 氢氧化钾溶液至溶液显黄色，继续多加 10ml，再加钙黄绿素指示剂约 20mg，用乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）滴定至溶液的黄绿色荧光消失，并显橙色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）相当于 5.004mg 碳酸钙（CaCO₃）。

本品每 1g 含碳酸钙（CaCO₃）应为 30.5mg~442.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

【贮藏】 密封。

浮海石配方颗粒

Fuhaishi Peifangkeli

【来源】 本品为胞孔科动物脊突苔虫 *Costazia aculeata* Canu et Bassler 的干燥骨骼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】 取浮海石饮片 12500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 0.5%~3.5%），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】 本品为灰白色至灰色的颗粒；气微腥，味微咸。

【鉴别】 （1）取本品 2g，研细，加稀盐酸 10ml，即有大量气泡产生，气体导入氢氧化钙试液中，即生成白色沉淀。

（2）取鉴别（1）项下反应后的溶液，滤过，滤液加甲基红指示液 2 滴，用氨试液中和，再滴加盐酸至恰呈酸性，加草酸铵试液，即生成白色沉淀；分离，沉淀不溶于醋酸，但可溶于稀盐酸。

【检查】 砷盐 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，加盐酸 2ml，待反应完成后，加水 23ml，混匀，依法检查（中国药典 2020 年版通则 0822 第一法），含砷量不得过 2mg/kg。

其他 除溶化性外，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 5.5%。

【含量测定】 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置锥形瓶中，加稀盐酸 5ml，加热使溶解，加水 100ml 与甲基红指示剂 1 滴，滴加 10% 氢氧化钾溶液至溶液显黄色，继续多加 10ml，再加钙黄绿素指示剂约 20mg，用乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）滴定至溶液的黄绿色荧光消失，并显橙色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）相当于 5.004mg 碳酸钙（CaCO₃）。

本品每 1g 含碳酸钙（CaCO₃）应为 23.0mg~417.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

【贮藏】 密封。

葛花（野葛）配方颗粒

Gehua (Yege) Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物野葛 *Pueraria lobata* (Willd.) Ohwi 的干燥花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】 取葛花（野葛）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~25%），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】 本品为棕色至褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加乙醇 20ml，超声处理 20 分钟，放冷，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取葛花（野葛）对照药材 2g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙醇 20ml”起，同法制成对照药材溶液。再取射干苷对照品，加乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。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 3 μ l、对照药材溶液 5 μ l、对照品溶液 4 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以乙酸乙酯-冰醋酸-水（9：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 同〔含量测定〕项。

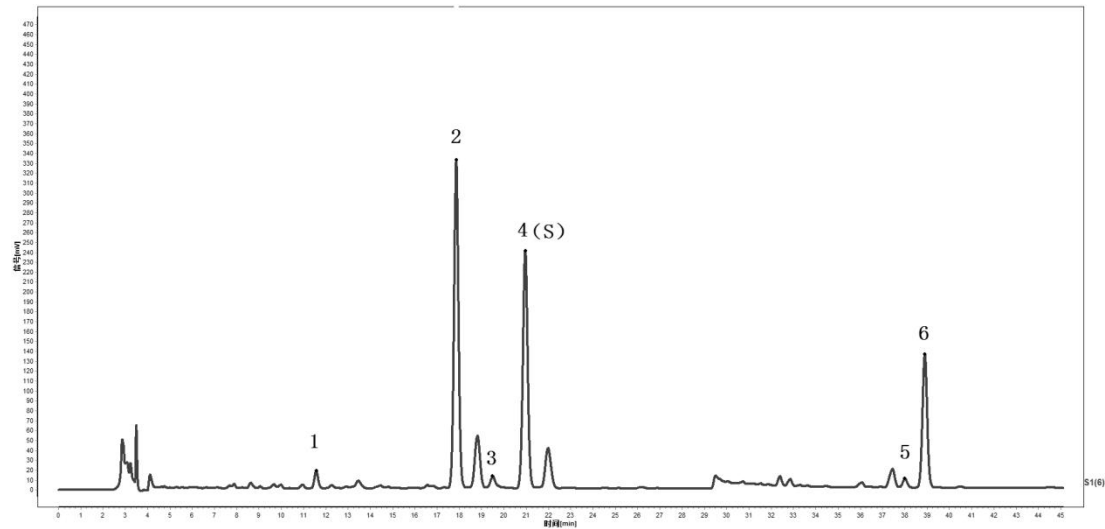
参照物溶液的制备 取葛花（野葛）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加稀乙醇 50ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取鸢尾苷元对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，作为鸢尾苷元对照品参照物溶液。再取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为射干苷对照品参照物溶液。

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 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 4、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对

应。与射干苷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：0.55（峰 1）、0.85（峰 2）、0.93（峰 3）、1.81（峰 5）。



对照特征图谱

峰 4（S）：射干苷；峰 6：鸢尾苷元

色谱柱：5TC-C18，250×4.6mm，5 μ 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 14.0%。

【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（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.4%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 263nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 40℃。理论板数按射干苷峰计算应不低于 8000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	15→21.5	85→78.5
25~25.1	21.5→30	78.5→70
25.1~45	30→34.5	70→65.5

对照品溶液的制备 取射干苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1ml 含 80 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 600W，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含射干苷（C₂₂H₂₂O₁₁）应为 7.0mg～39.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。

没药 (胶质没药) 配方颗粒

Moyao (Jiaozhimoyao) Peifangkeli

【来源】 本品为橄榄科植物地丁树 *Commiphora myrrha* Engl. 的干燥树脂 (胶质没药) 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】 取没药 (胶质没药) 饮片 2000g, 加水煎煮, 收集挥发油适量 (以 β -环糊精包合, 备用), 滤过, 滤液浓缩成清膏 (干浸膏出膏率为 24~45%), 加入挥发油包合物, 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】 本品为灰棕色至棕黄色的颗粒; 有特异香气, 味苦而微辛。

【鉴别】 取本品 5g, 研细, 加水 20ml, 再加环己烷 10ml, 超声处理 30 分钟, 离心, 分取环己烷液, 浓缩至 1ml, 作为供试品溶液。另取没药 (胶质没药) 对照药材 2g, 照挥发油测定法 (中国药典 2020 年版通则 2204 乙法) 加环己烷 2ml, 缓缓加热至沸, 并保持微沸约 2.5 小时, 放置后, 分取环己烷液作为对照药材溶液。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 4 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙醚 (4:1) 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, 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, 显相同颜色的荧光主斑点。

【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 150mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.8 μ m); 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; 检测波长为 300nm; 流速为每分钟 0.20ml; 柱温为 30℃。理论板数按芳樟醇峰计算应不低于 10000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	30→40	70→60
10~15	40→53	60→47
15~20	53→64	47→36
20~30	64→77	36→23

参照物溶液的制备 取没药 (胶质没药) 对照药材 1g, 加 70% 甲醇 25ml,

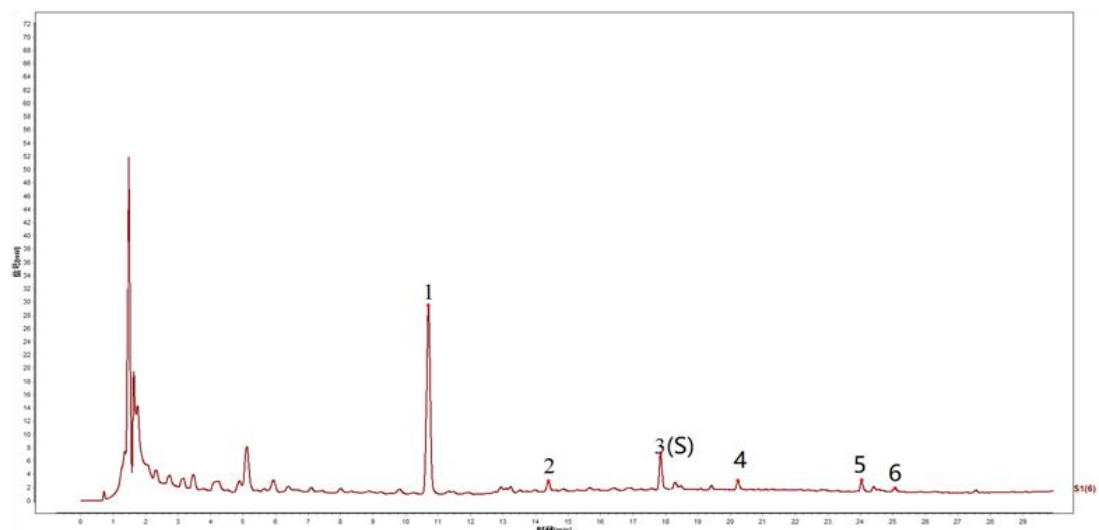
超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为芳樟醇对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 0.3g，研细，置具塞锥形瓶中，加 70%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，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 3 μ 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 3 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与芳樟醇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：0.62（峰 1）、0.82（峰 2）、1.13（峰 4）、1.38（峰 5）、1.43（峰 6）。



对照特征图谱

峰 3（S）：芳樟醇

色谱柱：ZORBAX SB C18，150 \times 2.1mm，1.8 μ 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；以甲醇-水（49：51）为流动相；检测波长为 300nm。理论板数按芳樟醇峰计算应不低于

5000。

对照品溶液的制备 取芳樟醇对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 2.5mg 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 70%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 600W，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含芳樟醇（C₁₀H₁₈O）应为 14.0mg～84.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2g

【注意】 孕妇及胃弱者慎用。

【贮藏】 密封。

青黛 (马蓝) 配方颗粒

Qingdai(Malan) Peifangkeli

【来源】 本品为爵床科植物马蓝 *Baphicacanthus cusia* (Nees) Bremek.的叶或茎叶经加工制得的干燥粉末、团块或颗粒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】 取青黛（马蓝）饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~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】 本品为蓝色至深蓝色的颗粒；微有草腥气，味淡。

【鉴别】 （1）取本品少量，研细，用微火灼烧，有紫红色的烟雾产生。

（2）取本品少量，研细，滴加硝酸，产生气泡并显棕红色或黄棕色。

（3）取本品 0.2g，研细，加三氯甲烷 5ml，充分搅拌，滤过，滤液作为供试品溶液。另取青黛对照药材 0.3g，同法制成对照药材溶液。再取靛蓝对照品、靛玉红对照品，加三氯甲烷制成每 1ml 各含靛蓝 1mg、靛玉红 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 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液与对照药材溶液各 10 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-三氯甲烷-丙酮（5：4：1）为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照药材及对照品色谱相应的位置上，显相同的蓝色和浅紫红色的斑点。

【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，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 260nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30℃。理论板数按靛蓝峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	15→30	85→70
10~20	30→38	70→62
20~30	38→50	62→50

30~50

50→75

50→25

50~60

75

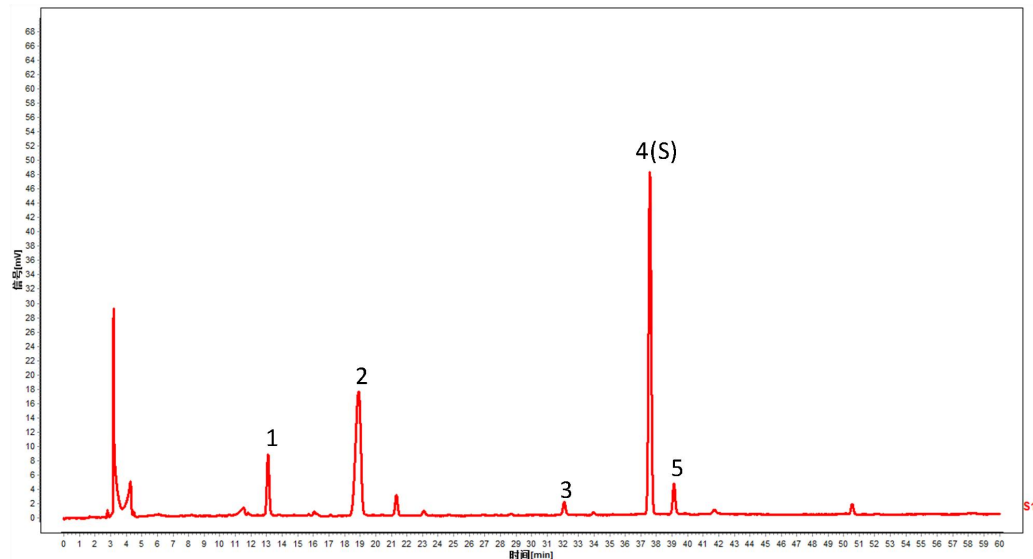
25

参照物溶液的制备 取青黛对照药材 50mg，置具塞锥形瓶中，加 N，N-二甲基甲酰胺 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。另取靛蓝对照品适量，加 N，N-二甲基甲酰胺制成每 1ml 含 10μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 50mg，研细，置具塞锥形瓶中，加入 N，N-二甲基甲酰胺 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，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 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 4 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与靛蓝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±10%范围之内，规定值为：0.35（峰 1）、0.51（峰 2）、0.85（峰 3）、1.04（峰 5）。



对照特征图谱

峰 4（S）：靛蓝；峰 5：靛玉红

色谱柱：Shim-pack GIST C18-AQ 250×4.6mm，5μm

【检查】 除溶化性外，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）。

【含量测定】 靛蓝 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；以甲醇-水（75：25）为流动相；检测波长为 606nm。理论板数按靛蓝峰计算应不低于 1800。

对照品溶液的制备 取靛蓝对照品 2.5mg，精密称定，置 250ml 量瓶中，加 2%水合氯醛的三氯甲烷溶液（取水合氯醛，置硅胶干燥器中放置 24 小时，称取 2.0g，加三氯甲烷至 100ml，放置，出现浑浊，以无水硫酸钠脱水，滤过，即得）约 220ml，超声处理（功率 250W，频率 33kHz）1.5 小时，放冷，加 2%水合氯醛的三氯甲烷溶液至刻度，摇匀，即得。（每 1ml 中含靛蓝 10μg）

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 50mg，精密称定，置 250ml 量瓶中，加 2%水合氯醛的三氯甲烷溶液约 220ml，超声处理（功率 250W，频率 33kHz）30 分钟，放冷，加 2%水合氯醛的三氯甲烷溶液至刻度，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 含靛蓝（ $C_{16}H_{10}N_2O_2$ ）应为 8.0mg～31.0mg。

靛玉红 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；以甲醇-水（70：30）为流动相；检测波长为 292nm。理论板数按靛玉红峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取靛玉红对照品 2.5mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 N，N-二甲基甲酰胺约 45ml，超声处理（功率 250W，频率 33kHz）使溶解，放冷，加 N，N-二甲基甲酰胺至刻度，摇匀；精密量取 10ml，置 100ml 量瓶中，加 N，N-二甲基甲酰胺至刻度，摇匀，即得。（每 1ml 中含靛玉红 5μg）

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 50mg，精密称定，置 25ml 量瓶中，加 N，N-二甲基甲酰胺约 20ml，超声处理（功率 250W，频率 33kHz）30 分钟，放冷，加 N，N-二甲基甲酰胺至刻度，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 含靛玉红（ $C_{16}H_{10}N_2O_2$ ）应为 0.40mg～1.9mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。

石斛（金钗石斛）配方颗粒

Shihu（Jinchaishihu） Peifangkeli

【来源】 本品为兰科植物金钗石斛 *Dendrobium nobile* Lindl. 的干燥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】 取石斛（金钗石斛）饮片 7500 g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 7%~13%），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】 本品为灰黄色至黄绿色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取石斛碱对照品，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 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 8μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-丙酮（7：3）为展开剂，置氨蒸气饱和 20 分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7μm）；以甲醇-乙腈（3：1）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；流速为每分钟 0.35ml；柱温为 40℃；蒸发光散射检测器检测。理论板数按金钗石斛苷 D 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	16→17	84→83
20~25	17→25	83→75
25~30	25	75
30~40	25→30	75→70
40~50	30→35	70→65
50~55	35→36	65→64

55~60

36→40

64→60

60~65

40→45

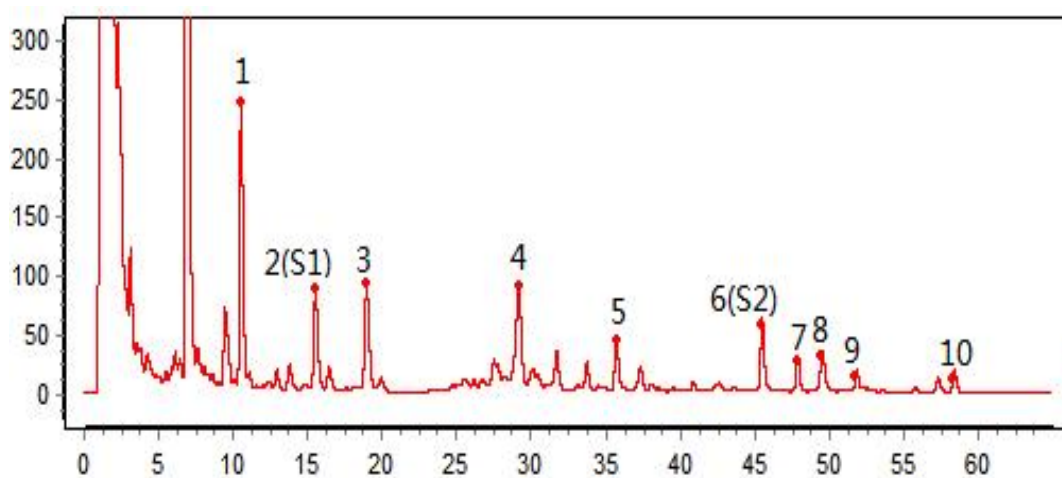
60→55

参照物溶液的制备 取石斛（金钗石斛）对照药材 2g，加 70%甲醇 50ml，超声处理 45 分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣加 70%甲醇 5ml 使溶解，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取石斛苷 G 对照品、金钗石斛苷 D 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 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 1g，研细，加 70%甲醇 25ml，超声处理 45 分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣加 70%甲醇 5ml 使溶解，滤过，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与石斛苷 G 参照物峰相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3~峰 5 与 S1 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：0.68（峰 1）、1.22（峰 3）、1.85（峰 4）、2.29（峰 5）。与金钗石斛苷 D 参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算峰 7~峰 10 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：1.05（峰 7）、1.09（峰 8）、1.14（峰 9）、1.28（峰 10）。



对照特征图谱

峰 2（S1）：石斛苷 G；峰 6（S2）：金钗石斛苷 D；峰 9：金钗石斛苷 C；峰 10：金钗石斛苷 A

色谱柱：BEH C18，150×2.1mm，1.7μm

【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 30.0%。

【含量测定】 照气相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0521）测定。

色谱条件与系统适用性试验 DB-1 毛细管柱（100%二甲基聚硅氧烷为固定相）（柱长为 30m，内径为 0.25mm，膜厚度为 0.25μm）；程序升温：初始温度为 80℃，以每分钟 10℃的速率升温至 250℃，保持 5 分钟；进样口温度为 250℃，检测器温度为 250℃。理论板数按石斛碱峰计算应不低于 10000。

校正因子测定 取萘对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 25μg 的溶液，作为内标溶液。取石斛碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 50μg 的溶液，作为对照品溶液。精密量取对照品溶液 2ml，置 5ml 量瓶中，精密加入内标溶液 1ml，加甲醇至刻度，摇匀，吸取 1μl，注入气相色谱仪，计算校正因子。

测定法 取本品适量，研细，取 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 5ml 量瓶中，精密加入内标溶液 1ml，加甲醇至刻度，摇匀，吸取 1μl，注入气相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含石斛碱（C₁₆H₂₅NO₂）应为 5.0mg～25.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g

【贮藏】 密封。

水牛角配方颗粒

Shuiniujiao Peifangkeli

【来源】 本品为牛科动物水牛 *Bubalus bubalis* Linnaeus 的角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】 取水牛角饮片 12500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 0.8%~3.5%），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】 本品为灰白色至浅黄色的颗粒；气微腥，味淡。

【鉴别】 （1）取本品 1g，研细，加 70%乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 2ml，作为供试品溶液。另取水牛角对照药材 2g，加水 40ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%乙醇 2ml，超声使溶解，作为对照药材溶液。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 1~2 μ l、对照药材溶液 4~10 μ 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，显相同颜色的主斑点。

（2）水牛角 照高效液相色谱-质谱法（中国药典 2020 年版通则 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 50mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；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；流速为 0.30ml/min；柱温为 35℃；采用质谱检测器：电喷雾离子化（ESI）正离子模式下多反应监测（MRM），选择质荷比（m/z）544.8（双电荷）→663.5 和 544.8（双电荷）→734.6 作为检测离子对，取水牛角对照药材溶液，进样 5 μ l，按上述检测离子对测定的 MRM 色谱峰的信噪比均应大于 3：1。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	5→20	95→80
8~12	20→50	80→50

参照物溶液的制备 取水牛角对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，加热回流 3 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水 5ml 使溶解，取适量转移至离心管中，离心（12000 转/分钟）10 分钟，取上清液 500 μ 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 μ l，摇匀，超声处理 30 分钟，离心（12000 转/分钟）5 分钟，取上清液，作为对照药材参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 0.5g，研细，置具塞锥形瓶中，加 1%碳酸氢铵溶液 10ml，超声处理 30 分钟，取适量转移至离心管中，离心（12000 转/分钟）10 分钟，取上清液 500 μ l，转移至离心管中，加胰蛋白酶溶液（同参照物溶液制备）500 μ l，摇匀，超声处理 30 分钟，离心（12000 转/分钟）5 分钟，取上清液，即得。

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定。

以质荷比（m/z）544.8（双电荷） \rightarrow 663.5 和（m/z）544.8（双电荷） \rightarrow 734.6 离子对提取的供试品离子流色谱图中，应同时呈现与对照药材色谱保留时间一致的色谱峰。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2025 年版通则 0512）测定。

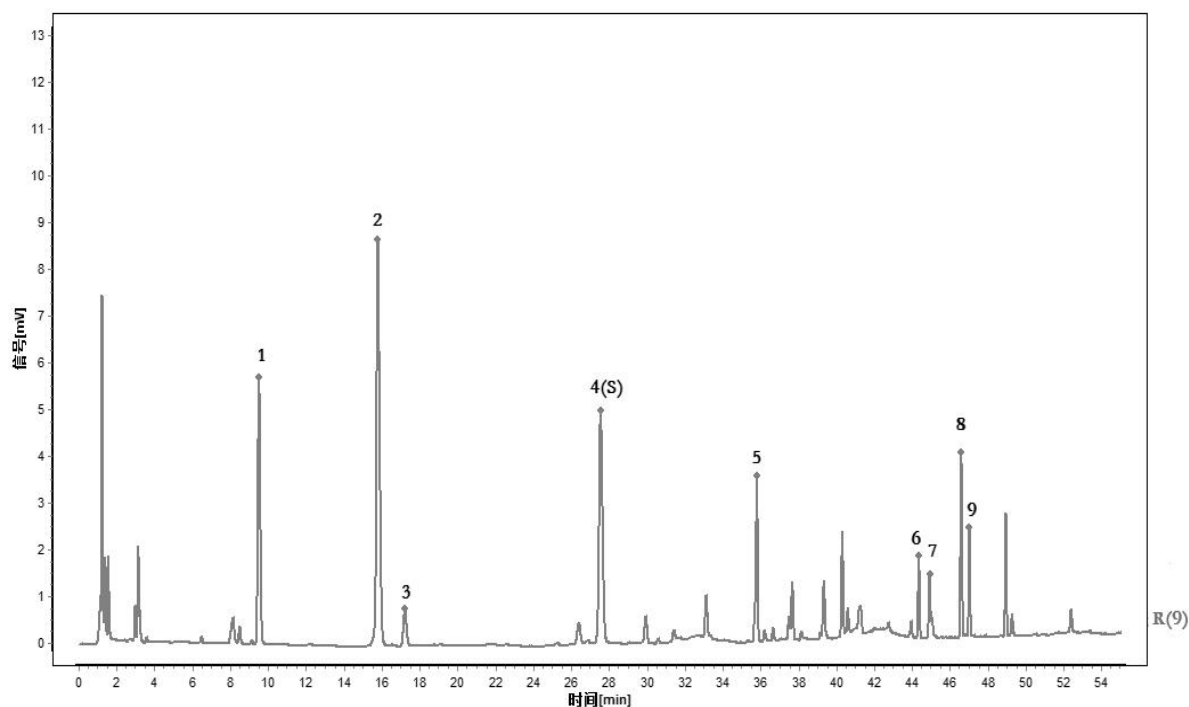
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取水牛角对照药材 2g，置具塞锥形瓶中，加 25%甲醇 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 1 μ l，注入液相色谱仪，按所附自动柱前衍生化程序进行测定，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 2、峰 4 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与丙氨酸参照物峰相应的峰为 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：0.36（峰 1）、0.63（峰 3）、1.30（峰 5）、1.61（峰 6）、1.63（峰 7）、1.69（峰 8）、1.71（峰 9）。



对照特征图谱

峰 2: 甘氨酸; 峰 4 (S): 丙氨酸

色谱柱: Poroshell 120 EC-C18, 150×3.0mm, 2.7μm

【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 8.0%。

【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（柱长为 150mm，内径为 3.0mm，粒径为 2.7μm）；以乙腈-甲醇-100mmol/L 醋酸钠溶液（用 2%冰醋酸调 pH 至 7.2）（7：9：4）为流动相 A，以四氢呋喃-11mmol/L 醋酸钠溶液（每 1ml 加入 0.2μl 三乙胺溶液，混匀，用 2%冰醋酸调 pH 至 7.2）（3：500）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 334nm；流速为每分钟 0.5ml；柱温为 20℃。理论板数按甘氨酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	2→10	98→90
10~21	10→11	90→89
21~55	11→70	89→30

对照品溶液的制备 取甘氨酸对照品、丙氨酸对照品适量，精密称定，加 25%甲醇制成每 1ml 各含 16μg 的混合溶液，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 25%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 25%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 1μl，注入液相色谱仪，按所附自动柱前衍生化程序进行测定，即得。

本品每 1g 含甘氨酸（C₂H₅NO₂）和丙氨酸（C₃H₇NO₂）的总量应为 0.40mg～5.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

【贮藏】 密封。

附：自动柱前衍生化程序

硼酸盐缓冲液（0.4mol/L）：取硼酸，配制成 0.4mol/L 的溶液，用 40%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 10.2，即得（本液需冷藏）。

OPA 衍生液：取邻苯二甲醛（OPA）80mg，加入硼酸盐缓冲液（0.4mol/L）7ml 使溶解，再加乙腈 1ml 和 3-巯基丙酸 125μl 混匀，即得（临用时配制，需冷藏）。

- （1）吸取硼酸盐缓冲液（0.4mol/L）2.5μl；
- （2）吸取样品溶液 1μl；
- （3）清洗针头；
- （4）将 3.5μl 混合液混合 5 次；
- （5）等待 0.2 分钟；
- （6）吸取 OPA 衍生液 0.5μl；
- （7）清洗针头；
- （8）将 4μl 混合液混合 10 次；
- （9）等待 0.2 分钟；
- （10）进样。

烫刺猬皮（刺猬）配方颗粒

Tangciweipi(cawei) Peifangkeli

【来源】 本品为刺猬科动物刺猬 *Erinaceus europaeus* Linnaeus.的干燥带刺毛的皮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】 取烫刺猬皮（刺猬）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.5%~12.0%），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】 本品为棕黄色至棕色的颗粒；气微腥，味微苦。

【鉴别】 （1）取本品 1g，研细，加水 50ml，煮沸，保持微沸 10 分钟，滤过，取滤液 1ml，加入茚三酮试液 2~3 滴，摇匀，在沸水浴中加热数分钟，冷却后溶液应呈蓝色或蓝紫色。

（2）取本品 0.4g，研细，加 70%乙醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 1ml，作为供试品溶液。另取刺猬皮(刺猬)对照药材 0.4g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%乙醇 10ml，自“超声处理 30 分钟”起，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 3 μ 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，显相同颜色的主斑点。

【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 0.05%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 250nm；流速为每分钟 0.5ml；柱温为 20℃。理论板数按鸟嘌呤峰计算应不低于 5000。

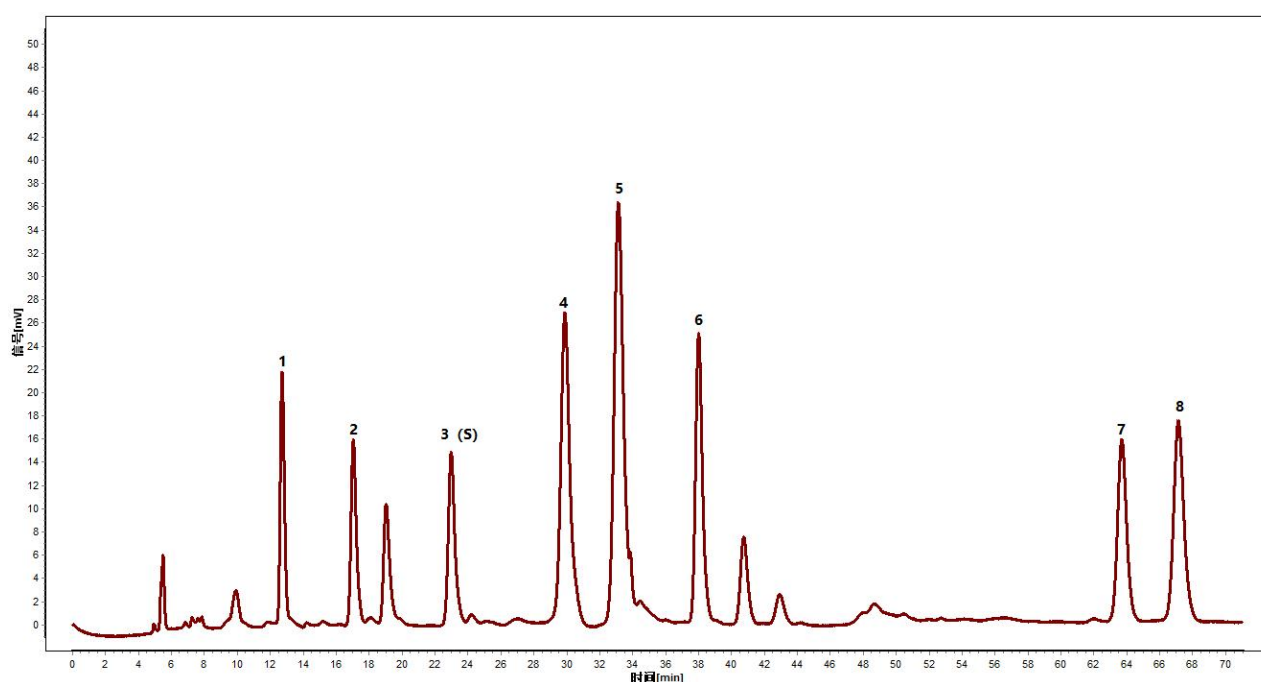
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	0	100
20~21	0→1	100→99
21~35	1	99

35~38	1→2.5	99→97.5
38~70	2.5	97.5

参照物溶液的制备 取刺猬皮（刺猬）对照药材 1g，具塞锥形瓶中，加 10% 甲醇 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。另取鸟嘌呤对照品、肌苷对照品、鸟苷对照品适量，精密称定，加 10% 甲醇制成每 1ml 各含 40 μ 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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 7、峰 8 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与鸟嘌呤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：0.54（峰 1）、0.75（峰 2）、1.32（峰 4）、1.46（峰 5）、1.67（峰 6）。



对照特征图谱

峰 2：尿嘧啶；峰 3（S）：鸟嘌呤；峰 5：次黄嘌呤；峰 6：黄嘌呤；峰 7：肌苷；峰 8：鸟苷

色谱柱：AtlantisTM T3，250 \times 4.6mm，5 μ 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 17.0%。

【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-0.05%醋酸溶液（4：96）为流动相；检测波长为 252nm。理论板数按鸟苷峰计算应不低于 5000。

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

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 10%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 600W，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含鸟苷（C₁₀H₁₃N₅O₅）应为 0.20mg ~1.10mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【注意】 孕妇忌用。

【贮藏】 密封。

天仙藤（北马兜铃）配方颗粒

Tianxianteng (beimadouling) Peifangkeli

【来源】 本品为马兜铃科植物北马兜铃 *Aristolochia contorta* Bge. 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】 取天仙藤（北马兜铃）饮片 6300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 7%~15%），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】 本品为棕黄色至棕色的颗粒；气清香，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加乙醇 50ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，加乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取天仙藤（北马兜铃）对照药材 3g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙醇 50ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述供试品溶液 2~5 μ l、对照药材溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（35：30：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2%香草醛硫酸溶液-乙醇（4：1）混合溶液，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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【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 同〔含量测定〕项。

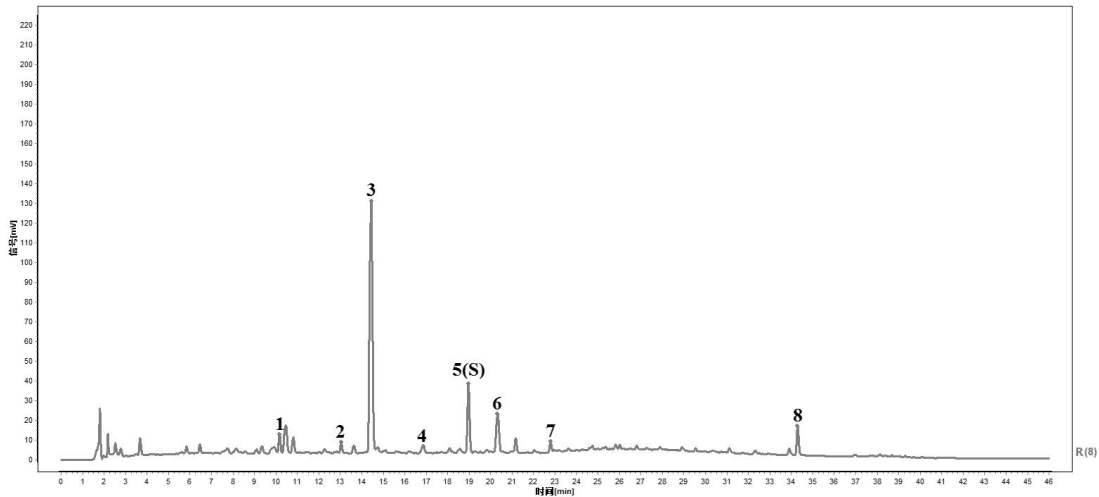
参照物溶液的制备 取天仙藤（北马兜铃）对照药材 1g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 70% 甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为芦丁对照品参照物溶液。

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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 5 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与芦丁

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±10%范围之内，规定值为：0.54（峰 1）、0.69（峰 2）、0.76（峰 3）、0.89（峰 4）、1.07（峰 6）、1.20（峰 7）、1.81（峰 8）。



对照特征图谱

峰 5（S）：芦丁；峰 8：马兜铃酸 D

色谱柱：CORTECS T3，150×2.1mm，1.6μm

【检查】 马兜铃酸 I 限量 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 1%冰醋酸溶液-0.3%三乙胺溶液（10：1）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 250nm。理论板数按马兜铃酸 I 峰计算应不低于 7000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～13	35	65
13～14	35→45	65→55
14～27	45→47	55→53
27～28	47→100	53→0

对照品溶液的制备 取马兜铃酸 I 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 1μg 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，精密加入甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）20

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 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含马兜铃酸 I ($C_{17}H_{11}NO_7$) 不得过 0.03mg。

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】 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 16.0%。

【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（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；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 354nm；流速为每分钟 0.20ml；柱温为 30℃。理论板数按芦丁峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~4	5→10	95→90
4~20	10→20	90→80
20~30	20→35	80→65
30~35	35→45	65→55
35~40	45→100	55→0
40~46	100	0

对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 30 μ 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 70%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 600W，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 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含芦丁 ($C_{27}H_{30}O_{16}$) 应为 0.25mg~1.70mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.3g

【注意】 本品含有马兜铃酸，可引起肾脏损害等不良反应；儿童及老年人慎用；孕妇、婴幼儿及肾功能不全者禁用。

【贮藏】 密封。

鲜地黄配方颗粒

Xiandihuang Peifangkeli

【来源】 本品为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的新鲜块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】 取鲜地黄饮片 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】 本品为灰黄色至灰棕色的颗粒；气微，味微甜、微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取约 0.1g，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取梓醇对照品、地黄苷 D 对照品，分别加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述供试品溶液 10 μ l、对照品溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（12:8:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚香醛试液，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，在与对照品色谱相应的位置上，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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；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 203nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 30℃。理论板数按地黄苷 D 峰计算应不低于 8000。

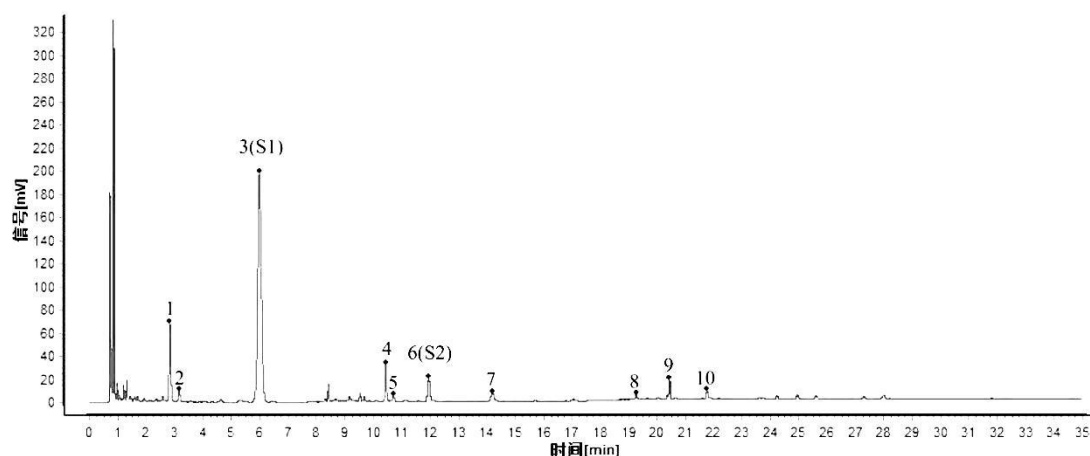
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	0	100
5~7	0→5	100→95
7~10	5	95
10~16	5→11	95→89
16~18	11→16	89→84
18~35	16→30	84→70

参照物溶液的制备 取梓醇对照品、地黄苷 D 对照品、益母草苷对照品适量，精密称定，加 0.1%磷酸溶液制成每 1ml 各含 100 μ 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 0.2g，研细，加入 60%甲醇 25ml，超声处理 60 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液 10ml，浓缩至近干，残渣加 0.1%磷酸溶液 10ml 使溶解，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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰，其中 3 个峰应与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与梓醇参照物峰相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2 与 S1 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：0.47（峰 1）、0.53（峰 2）；与益母草苷参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算峰 5、峰 7~峰 10 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：0.90（峰 5）、1.17（峰 7）、1.57（峰 8）、1.66（峰 9）、1.77（峰 10）。



对照特征图谱

峰 3（S1）：梓醇；峰 4：地黄苷 D；峰 6（S2）：益母草苷

色谱柱：HSS T3，100 \times 2.1mm，1.8 μ 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 10.0%。

【含量测定】梓醇 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 1.8 μ m）；以甲醇-0.1%磷酸溶液（1：99）为流动相；检测波长为 210nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 30℃。理论板数按梓醇峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取梓醇对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 0.5mg 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 60%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 60%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml（其余续滤液备用），浓缩至近干，残渣加流动相使溶解，转移至 5ml 量瓶中，加流动相稀释至刻度，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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含梓醇（C₁₅H₂₂O₁₀）应为 30.0mg～60.0mg。

地黄苷 D 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 1.8 μ m）；以乙腈-0.1%磷酸溶液（5：95）为流动相；检测波长为 203nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 30℃。理论板数按地黄苷 D 峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取地黄苷 D 对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 100 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取梓醇项下备用续滤液 5ml，浓缩至近干，残渣加流动相溶解，转移至 5ml 量瓶中，加流动相稀释至刻度，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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含地黄苷 D（C₂₇H₄₂O₂₀）应为 2.0mg～4.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。

鲜石斛（金钗石斛）配方颗粒

Xianshihu (Jinchaishihu) Peifangkeli

【来源】 本品为兰科植物金钗石斛 *Dendrobium nobile* Lindl. 的新鲜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】 取鲜石斛（金钗石斛）饮片 20000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 1.6%~3.3%），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】 本品为灰黄色至黄绿色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取石斛碱对照品，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 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10~15 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-丙酮（7:3）为展开剂，置氨蒸气饱和 20 分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以甲醇-乙腈（3:1）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；流速为每分钟 0.35ml；柱温为 40℃；蒸发光散射检测器检测。理论板数按金钗石斛苷 D 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	16→17	84→83
20~25	17→25	83→75
25~30	25	75
30~40	25→30	75→70
40~50	30→35	70→65
50~55	35→36	65→64

55~60

36→40

64→60

60~65

40→45

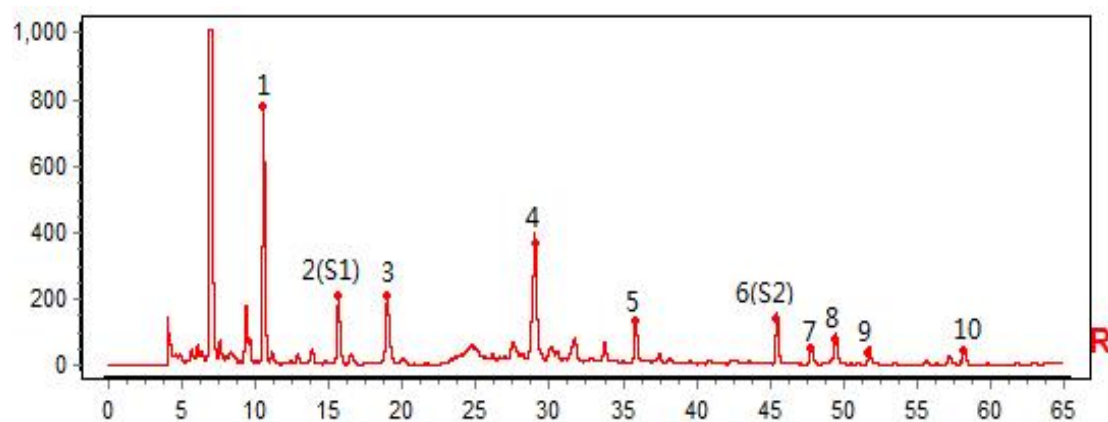
60→55

参照物溶液的制备 取石斛（金钗石斛）对照药材 2g，加 70%甲醇 50ml，超声处理 45 分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣加 70%甲醇 5ml 使溶解，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取石斛苷 G 对照品、金钗石斛苷 D 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 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 1g，研细，加 70%甲醇 25ml，超声处理 45 分钟，离心，取上清液，蒸干，残渣加 70%甲醇 5ml 使溶解，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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 10 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与石斛苷 G 参照物峰相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3~峰 5 与 S1 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：0.68（峰 1）、1.22（峰 3）、1.85（峰 4）、2.29（峰 5）。与金钗石斛苷 D 参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算峰 7~峰 10 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：1.05（峰 7）、1.09（峰 8）、1.14（峰 9）、1.28（峰 10）。



对照特征图谱

峰 2（S1）：石斛苷 G；峰 6（S2）：金钗石斛苷 D；峰 9：金钗石斛苷 C；峰 10：金钗石斛苷 A

色谱柱：BEH C18，150×2.1mm，1.7μm

【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 12.0%。

【含量测定】 照气相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0521）测定。

色谱条件与系统适用性试验 DB-1 毛细管柱（100%二甲基聚硅氧烷为固定相）（柱长为 30m，内径为 0.25mm，膜厚度为 0.25μm）；程序升温：初始温度为 80℃，以每分钟 10℃的速率升温至 250℃，保持 5 分钟；进样口温度为 250℃，检测器温度为 250℃。理论板数按石斛碱峰计算应不低于 10000。

校正因子测定 取萘对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 25μg 的溶液，作为内标溶液。取石斛碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 50μg 的溶液，作为对照品溶液。精密量取对照品溶液 2ml，置 5ml 量瓶中，精密加入内标溶液 1ml，加甲醇至刻度，摇匀，吸取 1μl，注入气相色谱仪，计算校正因子。

测定法 取本品适量，研细，取 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 5ml 量瓶中，精密加入内标溶液 1ml，加甲醇至刻度，摇匀，吸取 1μl，注入气相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含石斛碱（C₁₆H₂₅NO₂）应为 2.5mg～12.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g

【贮藏】 密封。

郁李仁（欧李）配方颗粒

Yuliren(Ouli) Peifangkeli

【来源】 本品为蔷薇科植物欧李 *Prunus humilis* Bge. 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】 取郁李仁（欧李）饮片 7500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 7.1%~13.3%），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，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取苦杏仁苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 4mg 的溶液，作为对照品溶液。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 4 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上。以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）10℃以下放置 12 小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以磷钼酸硫酸溶液（取磷钼酸 2g，加水 20ml 使溶解，再缓缓加入硫酸 30ml，混匀），在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 同〔含量测定〕项。

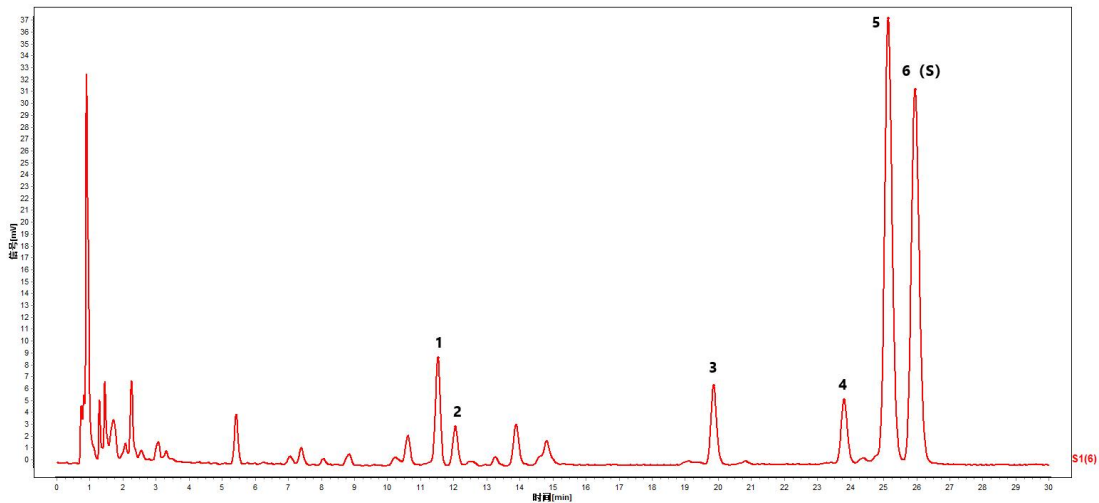
参照物溶液的制备 取郁李仁（欧李）对照药材 0.3g，置具塞锥形瓶中，加甲醇 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为苦杏仁苷对照品参照物溶液。

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 1 μ 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 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与苦杏仁苷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：0.44（峰 1）、0.46（峰 2）、0.77（峰 3）、0.92（峰 4）、0.97（峰 5）。



对照特征图谱

峰 6 (S)：苦杏仁苷

色谱柱：SB-C18，100×2.1mm，2.7 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 5 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】 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 19.0%。

【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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 2.7 μ m）；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 210nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 25℃。理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	1→3	99→97
10~22	3→5	97→95
22~30	5	95

对照品溶液的制备 取苦杏仁苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml

含 0.2mg 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，精密加入甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 600W，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 含苦杏仁苷（ $C_{20}H_{27}NO_{11}$ ）应为 27.0mg~61.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g

【注意】 孕妇慎用。

【贮藏】 密封。