

白矾配方颗粒(试行)

Baifan Peifangkeli

【来源】 本品为硫酸盐类矿物明矾石族明矾石{主含含水硫酸铝钾($KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$)}加工提炼后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】 取白矾饮片 1000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 55%~75%), 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】 本品为白色至黄白色的颗粒; 气微, 味酸、微甘而极涩。

【鉴别】 铝盐 取本品, 研细, 取约 1g, 加水 10ml 使溶解, 溶液显铝盐的鉴别反应(中国药典 2020 版通则 0301)。

钾盐 (1) 取铂丝, 用盐酸湿润后, 蘸取供试品显钾盐鉴别(1)的反应(中国药典 2020 版通则 0301)。

(2) 取本品 2g, 研细, 显钾盐鉴别(2)的反应(中国药典 2020 版通则 0301)。

硫酸盐 取本品, 研细, 取约 2g, 加水 10ml 使溶解, 溶液显硫酸盐的鉴别反应(中国药典 2020 版通则 0301)。

【检查】 铵盐 取本品 0.1g, 研细, 精密称定, 照氮测定法(中国药典 2020 年版通则 0704 第二法或第三法, 无需消解)测定, 含铵盐以总氮(N)计, 不得过 0.3%。

铜盐与锌盐 取本品 1g, 研细, 加水 100ml 与稍过量的氨试液, 煮沸, 滤过, 滤液不得显蓝色, 滤液中加醋酸使成酸性后, 再加硫化氢试液, 不得发生浑浊。

重金属 取本品 1g, 研细, 加稀醋酸 2ml 与水适量使溶解成 25ml, 依法检查(中国药典 2020 年版通则 0821 第一法), 含重金属不得过 20mg/kg。

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)。

【含量测定】 取本品适量, 研细, 置 105℃ 干燥至恒重后, 取约 0.3g, 精密称定, 加水 20ml 溶解后, 加醋酸-醋酸铵缓冲液(pH6.0) 20ml, 精密加入乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L) 25ml, 煮沸 3~5 分钟, 放冷, 加二甲酚橙指示液 1ml, 用锌滴定液(0.05mol/L) 滴定至溶液自黄色转变为红色, 并将滴定

的结果用空白试验校正。每 1ml 的乙二胺四醋酸二钠滴定液 (0.05mol/L) 相当于 12.91mg 的硫酸铝钾 (KAl(SO₄)₂)。

本品每 1g 含硫酸铝钾 (KAl(SO₄)₂) 应为 320mg~670mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1g

【贮藏】 密封。

岗梅配方颗粒(试行)

Gangmei Peifangkeli

【来源】 本品为冬青科植物梅叶冬青 *Ilex asprella* (Hook. et Arn.) Champ.ex Benth. 的干燥根及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】 取岗梅饮片 2500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 2%~4%), 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】 本品为浅灰黄色至黄棕色的颗粒; 气微, 味微苦后甘。

【鉴别】 取本品适量, 研细, 取 0.1g, 加甲醇 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。另取岗梅对照药材 2g, 加水 25ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为对照药材溶液。再取绿原酸对照品, 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 年版通则 0502)试验, 吸取上述三种溶液各 3 μ l, 分别点于同一硅胶 H 高效薄层板上, 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, 在与对照药材色谱和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; 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; 柱温为 20℃; 检测波长为 327nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

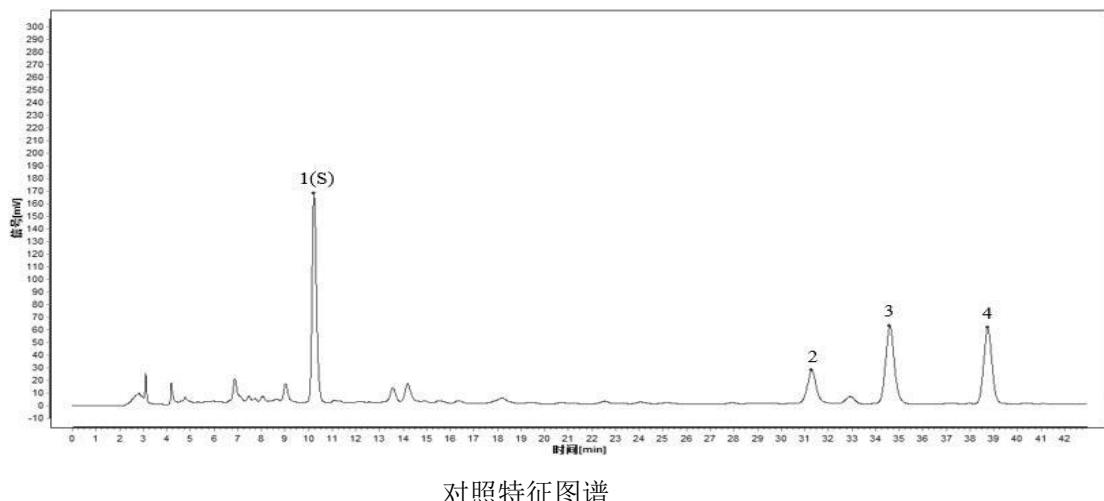
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~10	13→18	87→82
10~15	18	82
15~23	18→20	82→80
23~40	20→25	80→75
40~43	25	75

参照物溶液的制备 取岗梅对照药材 2g, 加水 25ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 70% 甲醇 10ml, 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 $10\mu\text{l}$, 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1应与对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸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: 3.06(峰2)、3.38(峰3)、3.79(峰4)。



对照特征图谱

峰1(S): 绿原酸; 峰2: 3,4-O-二咖啡酰奎宁酸; 峰3: 3,5-O-二咖啡酰奎宁酸;
峰4: 4,5-O-二咖啡酰奎宁酸

参考色谱柱: WondaSil C18 Superb, 4.6mm×250mm, 5μm

【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年版通则2201)项下的热浸法测定, 不得少于26.0%。

【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(8:92)为流动相; 柱温为25℃; 检测波长为327nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量, 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 0.2g，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 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，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 含绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）应为 0.60mg~3.00mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 25g

【贮藏】 密封。

芒硝配方颗粒(试行)

mangxiao Peifangkeli

【来源】 本品为硫酸盐类矿物芒硝族芒硝(主含含水硫酸钠($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$))经加工提炼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】 取芒硝饮片 1000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 40%~50%)，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】 本品为白色至灰白色的颗粒；味咸、苦。

【鉴别】 本品的水溶液显钠盐(中国药典 2020 年版通则 0301)与硫酸盐(中国药典 2020 年版通则 0301)的鉴别反应。

【检查】 铁盐与锌盐 取本品适量，研细，取约 5g，加水 20ml 溶解后，加硝酸 2 滴，煮沸 5 分钟，滴加氢氧化钠试液中和，加稀盐酸 1ml、亚铁氰化钾试液 1ml 与适量的水使成 50ml，摇匀，放置 10 分钟，不得发生浑浊或显蓝色。

镁盐 取本品适量，研细，取约 2g，加水 20ml 溶解后，加氨试液与磷酸氢二钠试液各 1ml，5 分钟内不得发生浑浊。

氯化物 取本品适量，研细，取约 0.20g，依法检查(中国药典 2020 年版通则 0801)，与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较，不得更浓(0.035%)。

重金属 取本品 2.0g，加稀醋酸试液 2ml 与适量的水溶解使成 25ml，依法检查(中国药典 2020 年版通则 0821 第一法)，含重金属不得过 10mg/kg。

砷盐 取本品 0.20g，加水 23ml 溶解后，加盐酸 5ml，依法检查(中国药典 2020 年版通则 0822)，含砷量不得过 10mg/kg。

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)。

【含量测定】 取本品适量，研细，置 105℃ 干燥至恒重后，取约 0.3g，精密称定，加水 200ml 溶解后，加盐酸 1ml，煮沸，不断搅拌，并缓缓加入热氯化钡试液(约 20ml)，至不再生成沉淀，置水浴上加热 30 分钟，静置 1 小时，用无灰滤纸或称定重量的吉氏坩埚滤过，沉淀用水分次洗涤，至洗液不再显氯化物的反应，干燥，并炽灼至恒重，精密称定，与 0.6086 相乘，即得供试品中含有硫酸钠(Na_2SO_4)的重量。

本品每 1g 含硫酸钠 (Na₂SO₄) 应为 380mg~500mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1g

【注意】 孕妇慎用；不宜与硫黄、三棱同用。

【贮藏】 密封。