

附件

中药配方颗粒四川省标公示稿（第十四批）

1. 白英配方颗粒
2. 百合（百合）配方颗粒
3. 苍耳子配方颗粒
4. 炒黑芝麻配方颗粒
5. 醋艾叶配方颗粒
6. 稻芽配方颗粒
7. 冬瓜皮配方颗粒
8. 赶黄草配方颗粒
9. 谷精草配方颗粒
10. 贯众炭配方颗粒
11. 红毛五加皮（红毛五加）配方颗粒
12. 黄荆子（牡荆）配方颗粒
13. 藿香配方颗粒
14. 景天三七配方颗粒
15. 酒乌梢蛇配方颗粒
16. 六神曲配方颗粒
17. 蜜百合（百合）配方颗粒
18. 乌梢蛇配方颗粒
19. 制黄精（多花黄精）配方颗粒
20. 槐花炭（槐花）配方颗粒（更名）

21. 水蛭（蚂蟥）配方颗粒（修订）
22. 烫水蛭（蚂蟥）配方颗粒(修订)

中药配方颗粒四川省标准公示稿

白英配方颗粒

Baiying Peifangkeli

【来源】 本品为茄科植物白英 *Solanum lyratum* Thunb. 的干燥全草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】 取白英饮片 6600g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.0%~15.1%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味苦、微涩。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加水 25ml 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 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取白英对照药材 1g，加水 40ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液自“用乙酸乙酯振摇提取 2 次”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，吸取供试品溶液 5 μ l、对照药材溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇（4：4：2：0.5）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 同〔含量测定〕项。

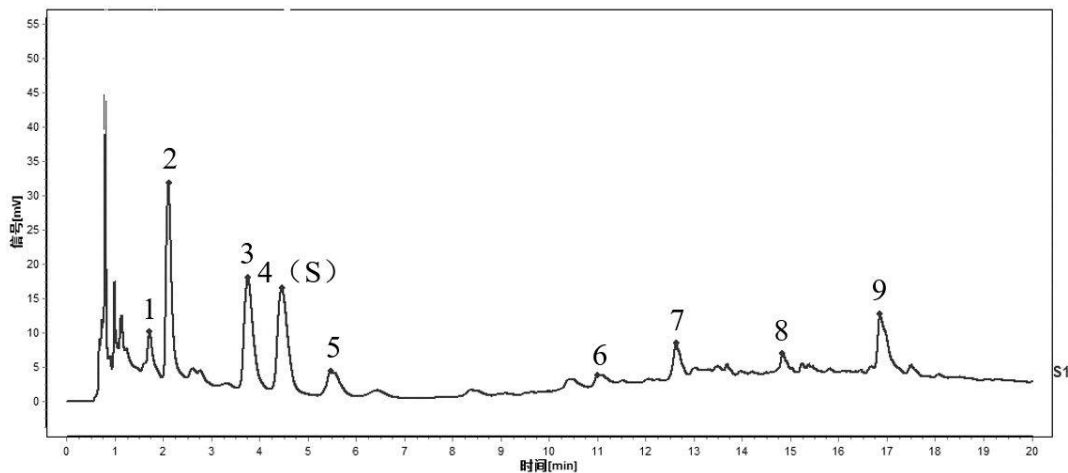
参照物溶液的制备 取白英对照药材 0.2g，加 75%甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取新绿原酸对照品适量，精密称定，加 75%甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，作为新绿原酸对照品参照物溶液。再取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为绿原酸对照品参照物溶液。

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 2 μ 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峰中的 9 个特

征峰保留时间相对应,其中 2 个峰应分别与相应对照品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 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: 0.84 (峰 3)、1.23 (峰 5)。



对照特征图谱

峰 2: 新绿原酸; 峰 3: 隐绿原酸; 峰 4 (S): 绿原酸; 峰 5: 咖啡酸
色谱柱: BEH Shield RP18, 100 $\times$ 2.1mm, 1.7 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 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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 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；检测波长为 325nm，流速为每分钟 0.30ml；柱温为 35℃。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（%）
0~6	10	90
6~20	10→35	90→65
20~22	35→100	65→0
22~25	100→10	0→90
25~30	10	90

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量，精密称定，加 75%甲醇制成每 1ml 含 10 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 75%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 500W，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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）应为 0.30mg~1.70mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.6g

【贮藏】 密封。

百合（百合）配方颗粒

Baihe (Baihe) Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物百合 *Lilium brownii* F. E. Brown var. *viridulum* Baker 的干燥肉质鳞叶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】 取百合（百合）饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.0%~22.2%），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】 本品为类白色至浅黄棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加甲醇 50ml，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。另取百合（百合）对照药材 4g，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 50ml，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 10 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-甲酸（15:5:1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液，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 0.1% 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 0~15 分钟为 205nm，15~35 分钟为 310nm；流速为每分钟 0.80ml，柱温为 25℃。理论板数按王百合苷 A 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	6→12	94→88
10~15	12→18	88→82
15~23	18	82

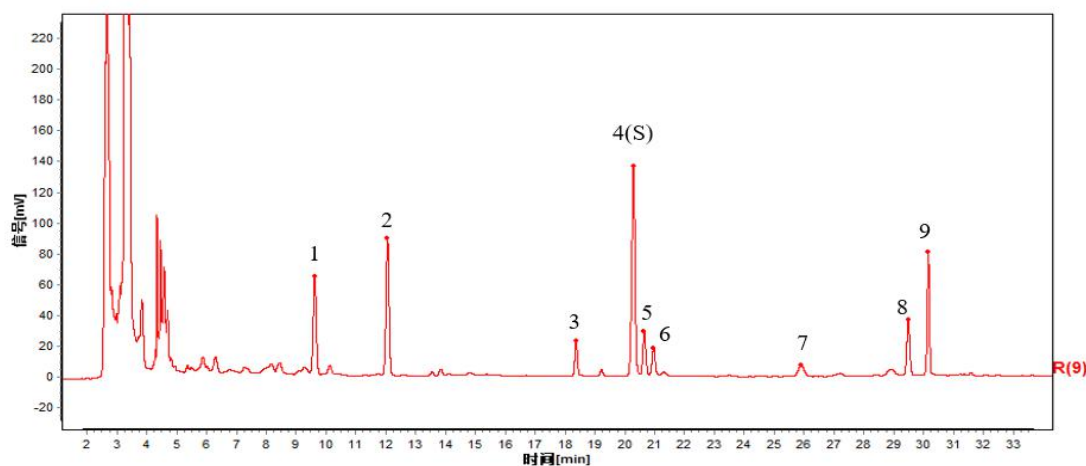
23~30	18→40	82→60
30~35	40→70	60→30

参照物溶液的制备 取百合（百合）对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%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 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 4 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与王百合苷 A 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：0.48（峰 1）、0.62（峰 2）、0.90（峰 3）、1.02（峰 5）、1.04（峰 6）、1.29（峰 7）、1.41（峰 8）、1.43（峰 9）。



对照特征图谱

峰 4（S）：王百合苷 A

色谱柱：Ultimate XB-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 5.0%。

【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；检测波长为 312nm；柱温为 25℃。理论板数按王百合苷 A 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	13	87
25~27	13→70	87→30
27~30	70→13	30→87
30~40	13	87

对照品溶液的制备 取王百合苷 A 对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 20μg 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 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 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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含王百合苷 A（ $C_{18}H_{24}O_{10}$ ）应为 0.50mg~2.80mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封。

苍耳子配方颗粒

Cang' erzi Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物苍耳 *Xanthium sibiricum* Patr. 的干燥成熟带总苞的果实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】 取苍耳子饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5.5%~10.0%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.2g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取苍耳子对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 5ml 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 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，吸取上述三种溶液各 5 μ l，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（1：15：1：2：2）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（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；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 290nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30℃。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

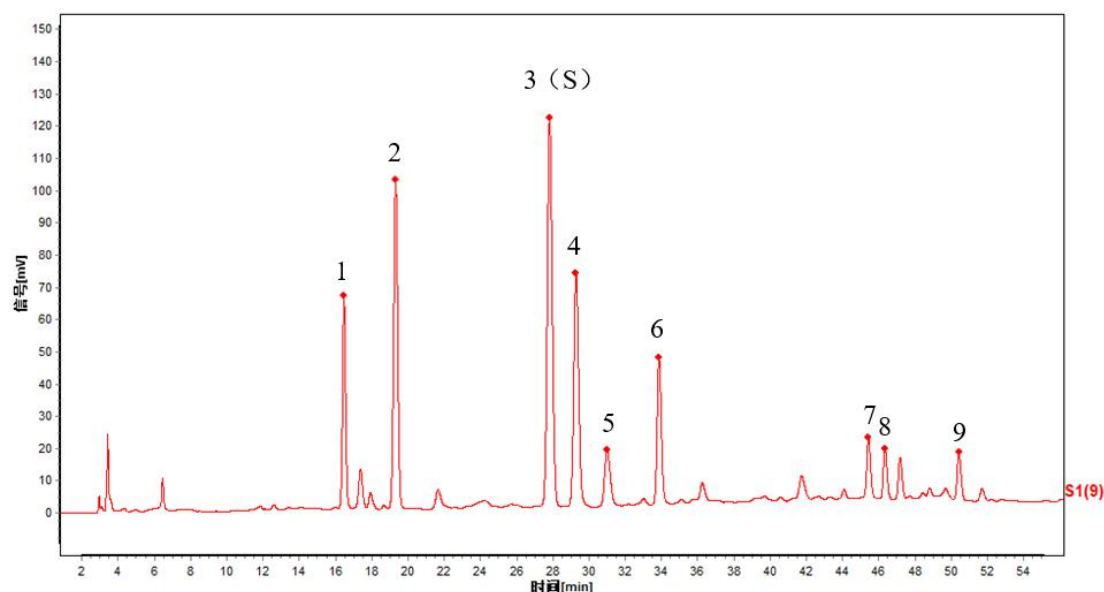
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	5	95
5~10	5→18	95→82
10~25	18→27	82→73
25~45	27→47	73→53
45~55	47→55	53→45

参照物溶液的制备 取苍耳子对照药材约 2g,加水 50ml,加热回流 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加含 5%甲酸的 50%甲醇 50ml,超声处理 30 分钟,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 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 20 μ 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 个特征峰的保留时间相对应,其中 6 个峰应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。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: 0.59 (峰 1)、1.63 (峰 7)、1.81 (峰 9)。



对照特征图谱

峰 2: 新绿原酸; 峰 3 (S): 绿原酸; 峰 4: 隐绿原酸; 峰 5: 咖啡酸;

峰 6: 1,3-O-二咖啡酰基奎宁酸; 峰 8: 3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸

色谱柱: Atlantis® T3, 250 $\times$ 4.6 mm, 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 15.0%。

【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，以磷酸盐缓冲溶液（称取磷酸二氢钠 1.56g，加水使溶解成 1L，再以 1%磷酸溶液调节 pH 值至 3.8）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长 327nm。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（%）
0~10	10	90
10~15	10→18	90→82
15~30	18	82
30~32	18→35	82→65
32~40	35→55	65→45
40~42	55→65	45→35

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、新绿原酸对照品、隐绿原酸对照品、咖啡酸对照品、1,3-O-二咖啡酰基奎宁酸对照品、3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸对照品适量，精密称定，加 25%甲醇制成每 1ml 含绿原酸 60μg、新绿原酸和隐绿原酸各 30μg、咖啡酸 15μg、1,3-O-二咖啡酰基奎宁酸 4μg、3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸 9μg 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，精密加入含 5%甲酸的 50%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 360W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用含 5%甲酸的 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 20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含酚酸类以绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）、新绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）、隐绿原酸（ $C_{16}H_{18}O_9$ ）、咖啡酸（ $C_9H_8O_4$ ）、1, 3-O-二咖啡酰基奎宁酸（ $C_{25}H_{24}O_{12}$ ）、3, 5-O-二咖啡酰基奎宁酸（ $C_{25}H_{24}O_{12}$ ）的总量计，应为 15.0mg~37.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。

炒黑芝麻配方颗粒

Chaoheizhima Peifangkeli

【来源】 本品为脂麻科植物脂麻 *Sesamum indicum* L. 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】 取炒黑芝麻饮片10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为5%~10%），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】 本品为浅灰色至灰褐色的颗粒；气微，味淡，有油香气。

【鉴别】 取本品0.5g，研细，加三氯甲烷10ml，浸渍2小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黑芝麻对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。再取芝麻素对照品、 β -谷甾醇对照品，加甲醇分别制成每1ml各含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，吸取供试品溶液和对照药材溶液各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，以环己烷-乙醚-乙酸乙酯（20：5.5：2.5）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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点；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250mm，内径为4.6mm，粒径为5 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1.0ml；柱温为35℃。理论板数按芝麻素峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	5	95
6~13	5→15	95→85
13~25	15→25	85→75
25~35	25→30	75→70

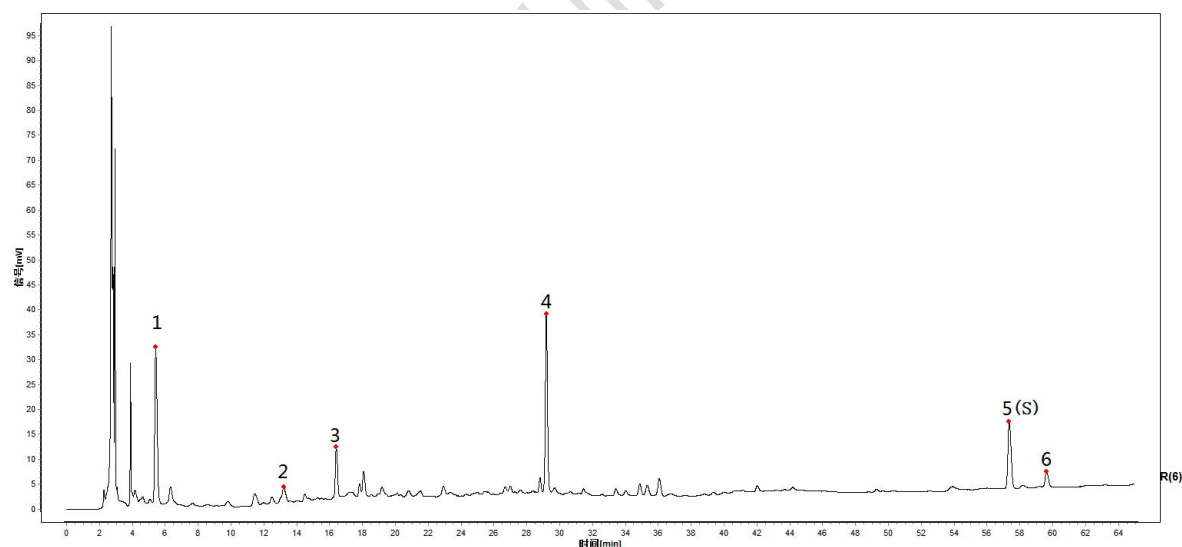
35~60	30→70	70→30
60~65	70	30

参照物溶液的制备 取黑芝麻对照药材1g，加水50ml，煮沸，保持微沸30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加70%甲醇50ml，超声处理30分钟，放冷，摇匀，滤过，取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，作为芝麻素对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取0.1g，加70%甲醇50ml，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5应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与芝麻素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：0.09（峰1）、0.23（峰2）、0.29（峰3）、0.51（峰4）、1.04（峰6）。



对照特征图谱

峰5(S)：芝麻素；峰6：芝麻林素

色谱柱：XSelect® HSS T3，250×4.6mm，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12.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典2020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236nm。理论塔板数按芝麻素峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取芝麻素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含25μg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10ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）15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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含芝麻素（C₂₀H₁₈O₆）应为0.40mg～3.40mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片10g

【贮藏】 密封。

醋艾叶配方颗粒

Cuaiye Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物艾 *Artemisia argyi* Lévl.et Vant. 的干燥叶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】 取醋艾叶饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.5%~25.0%），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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加 60% 甲醇 5ml，超声处理 10 分钟，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取艾叶对照药材 1g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 60% 甲醇 5ml，同法制成对照药材溶液。再取东莨菪内酯对照品，加甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 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 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-甲苯-乙酸乙酯（1：3：2）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 同〔含量测定〕绿原酸项。

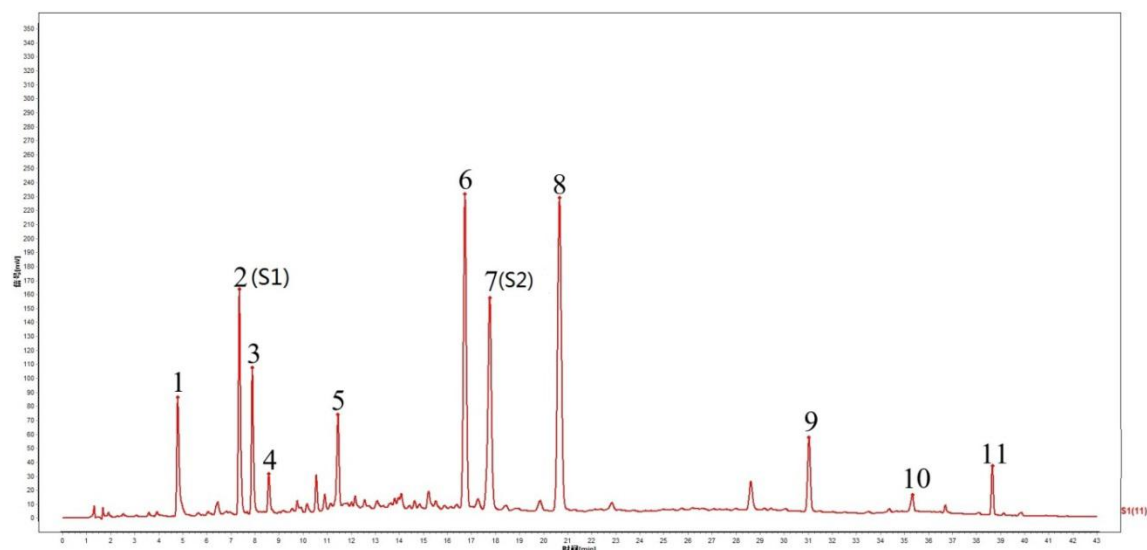
参照物溶液的制备 取艾叶对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 80% 甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液作为对照药材参照物溶液。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、异绿原酸 A 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 70 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕绿原酸项。

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 11 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 11 个特征峰保留时间相对应，其中 3 个峰应分别与相应对照品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 S1 峰，计算峰 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：1.07（峰 3）、1.17

(峰 4)、1.56 (峰 5)。与异绿原酸 A 参照物峰相应的峰为 S2 峰, 计算峰 6、峰 8~峰 11 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: 0.94 (峰 6)、1.16 (峰 8)、1.75 (峰 9)、1.99 (峰 10)、2.18 (峰 11)。



对照特征图谱

峰 1: 新绿原酸; 峰 2 (S1): 绿原酸; 峰 3: 隐绿原酸; 峰 4: 咖啡酸; 峰 5: 夏佛塔苷; 峰 6: 异绿原酸 B; 峰 7 (S2): 异绿原酸 A; 峰 8: 异绿原酸 C; 峰 10: 棕矢车菊素

色谱柱: HSS T3 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 20.0%。

【含量测定】 总黄酮 对照品溶液的制备 取芹菜素对照品适量, 精密称定, 加 80% 甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液, 即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.5ml、1.0ml、2.0ml、4.0ml、6.0ml、8.0ml、10.0ml, 分别置 25ml 量瓶中, 加 80% 甲醇至刻度, 摇匀。以相应试剂为空白, 照紫外-可见分光光度法 (中国药典 2020 年版通则 0401), 在 338nm 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。

测定法 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 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，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密吸取续滤液 5ml，置 25ml 量瓶中，加稀乙醇至刻度，摇匀，作为供试品溶液。精密吸取供试品溶液 1ml，置 25ml 量瓶中，加稀乙醇至刻度，摇匀，照标准曲线的制备项下方法，自“以相应试剂为空白”起同法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芹菜素的重量（mg），计算，即得。

本品每 1g 含总黄酮以芹菜素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）计，应为 48.0mg~118.0 mg。

绿原酸 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 325nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 35℃。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（%）
0~2	8	92
2~4	8→10	92→90
4~8	10→15	90→85
8~12	15→18	85→82
12~18	18→19	82→81
18~22	19→21	81→79
22~32	21→30	79→70
32~37	30→45	70→55
37~40	45→50	55→50
40~43	50	50

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 0.1mg 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 80%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 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（C₁₆H₁₈O₉）应为 2.0mg~9.7mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒四川省标准公示稿

稻芽配方颗粒

Daoya Peifangkeli

【来源】 本品为禾本科植物稻 *Oryza sativa* L.的成熟果实经发芽干燥的炮制加工品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】 取稻芽饮片 8000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.3%~12.5%），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】 本品为黄白色至黄色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加水 60ml 使溶解，再加盐酸 10ml，加热回流 2 小时，放冷，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 40ml，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。另取稻芽对照药材 4g，加水 100ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 60ml，自“加盐酸 10ml”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，吸取供试品溶液 15 μ l，对照药材溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸（5：5：0.2）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。

【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 0.5%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 300nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30℃。理论板数按 4-香豆酸峰计算应不低于 6000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	5→10	95→90
15~17	10→14	90→86
17~45	14→20	86→80

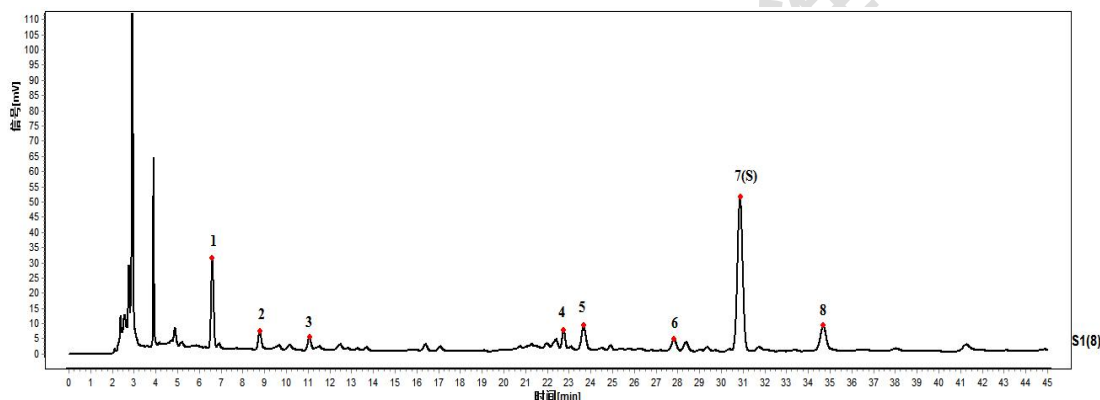
参照物溶液的制备 取稻芽对照药材 2g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 10ml，超声处理 15 分钟，放冷，摇匀，滤过，

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 取本品 1g，研细，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 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 7 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。与 4-香豆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：0.21（峰 1）、0.28（峰 2）、0.36（峰 3）、0.74（峰 4）、0.77（峰 5）、0.90（峰 6）、1.12（峰 8）。



对照特征图谱

峰 7(S): 4-香豆酸; 峰 8: 阿魏酸

色谱柱: Shim-pack GIST 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 6.5%。

【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-0.5%醋酸溶液（15：85）为流动相；检测波长为 300nm。理论板数按 4-香豆酸峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取 4-香豆酸对照品适量，精密称定，加 70%乙醇制成

每 1ml 含 10 μ 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 70%乙醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用 70%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 4-香豆酸（C₉H₈O₃）应为 0.10mg~0.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8g

【贮藏】 密封。

冬瓜皮配方颗粒

Dongguapi Peifangkeli

【来源】 本品为葫芦科植物冬瓜 *Benincasa hispida* (Thunb.) Cogn. 的干燥外层果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】 取冬瓜皮饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14%~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】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气香，味酸、微苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，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。另取冬瓜皮对照药材 0.5g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 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 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 4 μ l、对照药材溶液 6 μ l，分别点于同一高效硅胶 H 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-甲酸乙酯（4：1）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 250 mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.5%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 270nm；柱温为 35℃。理论板数按牡荆素鼠李糖苷峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	10	90
5~45	10→12	90→88
45~105	12→13	88→87

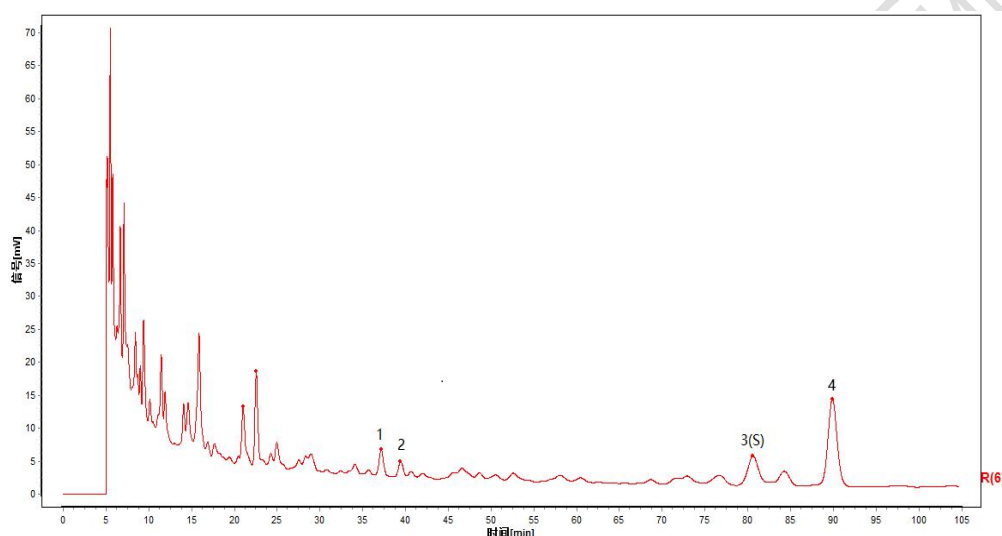
参照物溶液的制备 取冬瓜皮对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 2ml 使溶解，滤过，取续滤液作为对照药材参照物溶液。另取牡荆素鼠李糖苷对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 2g，研细，加 50%甲醇 10ml，超声处理 45 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 10 μ 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。与牡荆素鼠李糖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：0.46（峰 1）、0.49（峰 2）、1.12（峰 4）。



对照特征图谱

峰 3（S 峰）：牡荆素鼠李糖苷；峰 4：异牡荆素-2''-O-鼠李糖苷

色谱柱：Dikma Platisil ODS，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 12.0%。

【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 1.8 μ m）；以乙腈-0.1%甲酸溶液（12：88）为流动相；检测波长为 338 nm；流速为每分钟 0.40ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C。理论板数按异牡荆素-2''-O-鼠李糖苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取异牡荆素-2''-O-鼠李糖苷对照品适量，精密称定，

加 80%甲醇制成每 1 ml 含 20 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.4 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 80%甲醇 40 ml，称定重量，超声处理（功率 350 W，频率 40 kHz）45 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 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 3 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含异牡荆素-2''-O-鼠李糖苷（C₂₇H₃₀O₁₄）应为 0.20mg~0.70mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。

赶黄草配方颗粒

Ganhuangcao Peifangkeli

【来源】 本品为虎耳草科植物扯根菜 *Penthorum chinense* Pursh 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】 取赶黄草饮片 6700g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10.0%~14.9%），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，味微苦。

【鉴别】 取本品粉末 0.5g，加入 80%甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取乔松苷对照品，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，吸取供试品溶液 10 μ l 及对照品溶液 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-甲醇-甲酸（8：1：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%三氯化铝乙醇溶液，晾干，置紫外光灯（365 nm）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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 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 220nm；流速为每分钟 0.80ml；柱温为 30℃。理论塔板数按没食子酸峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	5→12	95→88
10~25	12→35	88→65
25~45	35→55	65→45
45~48	55→95	45→5
48~53	95	5

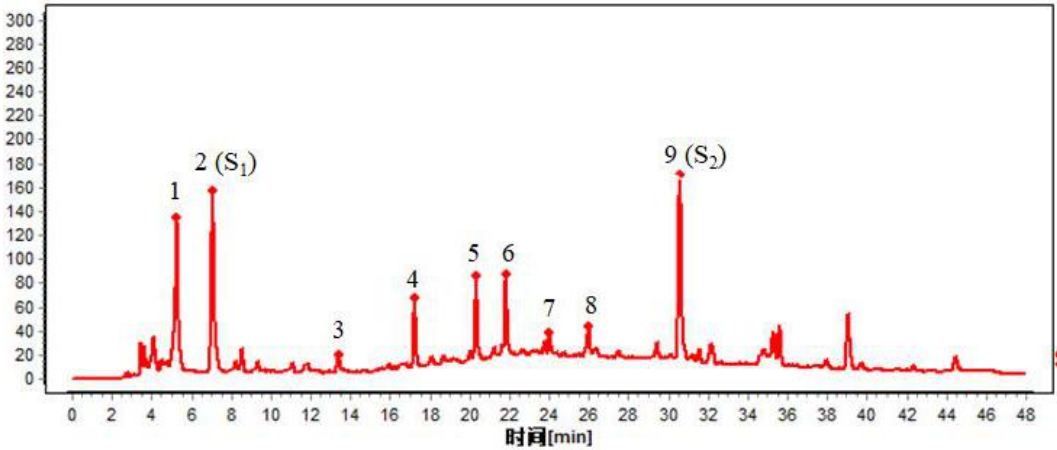
参照物溶液的制备 取没食子酸对照品、乔松苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇分别制成每 1ml 含没食子酸 30 μ g、乔松苷 50 μ g 的溶液，即得。

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 9 个特征峰，其中 2 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与没食子酸参照物峰相应的峰为 S₁ 峰，计算峰 1、峰 3 与 S₁ 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 0.69（峰 1）、1.89（峰 3）；与乔松苷参照物峰相应的峰为 S₂ 峰，计算峰 4~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±10%范围之内，规定值为 0.56（峰 4）、0.65（峰 5）、0.73（峰 6）、0.80（峰 7）、0.85（峰 8）。



对照特征图谱

峰 2（S₁）：没食子酸；峰 7：槲皮苷；峰 9（S₂）：乔松苷

色谱柱：XTERRA[®]MS C18，250×4.6mm，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】 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 15.0%。

【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 220nm。理论塔板数按没食子酸峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	5	95
8~11	5→90	95→10
11~17	90	10

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 30μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.15g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，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 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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含没食子酸（C₇H₆O₅）应为 3.0mg~22.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.7g

【贮藏】 密封。

谷精草配方颗粒

Gujingcao Peifangkeli

【来源】 本品为谷精草科植物谷精草 *Eriocaulon buergerianum* Koern.的干燥带花茎的头状花序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】 取谷精草饮片 7100g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8%~14%），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】 本品为灰棕色至棕褐色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加水 20ml 使溶解，加乙酸乙酯 20ml 振摇提取，分取乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取谷精草对照药材 1g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 20ml，加乙酸乙酯 20ml，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，吸取供试品溶液 10μl、对照药材溶液 20μl，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（6：4：0.2）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 1.8μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.3%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 260nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 33℃。理论板数按香草酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B(%)
0~5	1	99
5~32	1→16	99→84
32~40	16→17	84→83
40~45	17→21	83→79
45~50	21→23	79→77
50~55	23→27	77→73

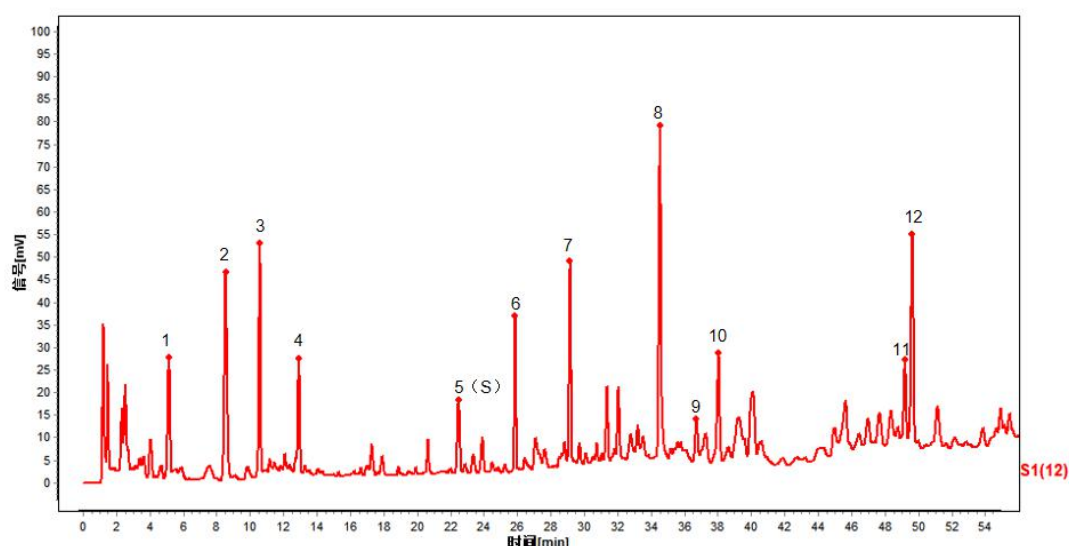
参照物溶液的制备 取谷精草对照药材 2g，加水 50ml，加热回流 100 分钟，滤过，60℃减压浓缩至干，残渣加 50%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取尿苷对照品、鸟苷对照品、

腺苷对照品、香草酸对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 各含 20 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和供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 12 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应，其中 4 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与香草酸参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 4、峰 6~峰 12 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：0.56（峰 4）、1.15（峰 6）、1.29（峰 7）、1.53（峰 8）、1.63（峰 9）、1.69（峰 10）、2.16（峰 11）、2.18（峰 12）。



对照特征图谱

峰 1：尿苷；峰 2：腺苷；峰 3：鸟苷；峰 4：原儿茶酸；峰 5（S）：香草酸；峰 9：芦丁

色谱柱：ACQUITY UPLC[®]HSS T3，150 $\times$ 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，应不得少于 22.0%。

【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 1.6~1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.3%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 260nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 33 $^{\circ}$ C。理论板数按香草酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B(%)
0~20	10	90
20~23	10→100	90→0
23~25	100→10	0→90

对照品溶液的制备 取香草酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 20 μ 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 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和供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含香草酸（ $C_8H_8O_4$ ）应为 0.20mg~0.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.1g

【贮藏】 密封。

贯众炭配方颗粒

Guanzhongtan Peifangkeli

【来源】 本品为乌毛蕨科植物单芽狗脊 *Woodwardia unigemmata*(Makino.) Nakai. 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】 取贯众炭饮片 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】 本品为浅黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 10ml，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。另取原儿茶酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 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 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以二氯甲烷-甲醇-冰醋酸（25：3：1）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 1.6 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；检测波长为 250nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 35℃。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	1	99
8~18	1→15	99→85
18~35	15→25	85→75
35~50	25→26	75→74

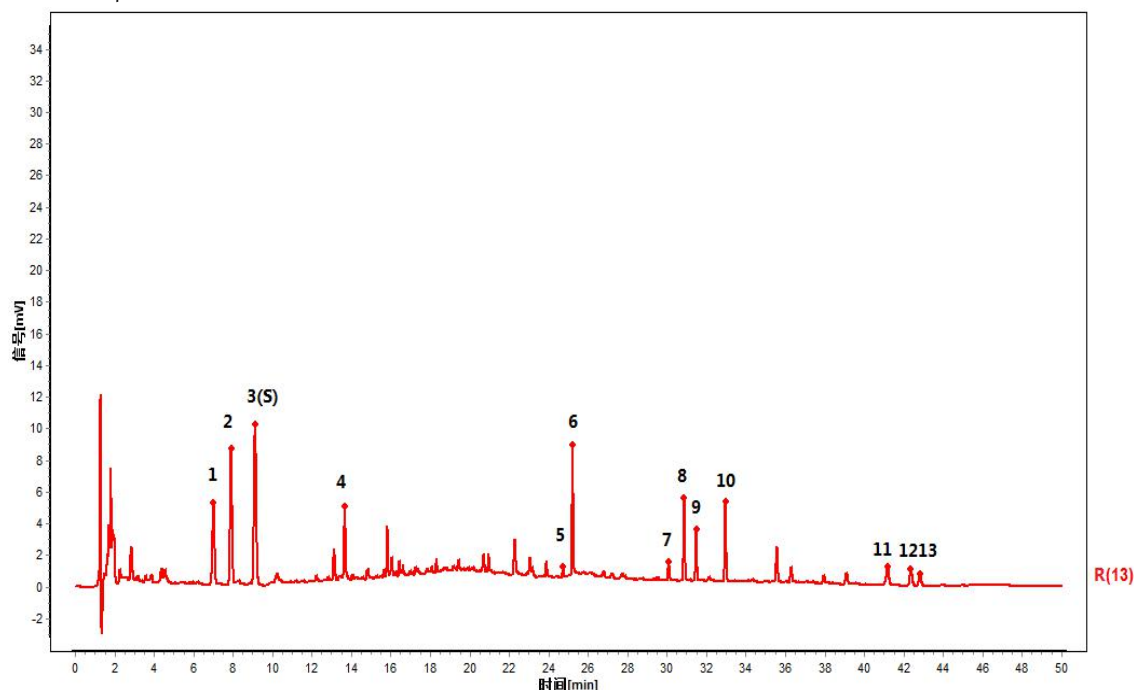
参照物溶液的制备 取贯众对照药材 1g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 25ml，超声处理 15 分钟，摇匀，滤过，取续滤液作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为原儿茶酸对照品参照物溶液。

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 13 个特征峰，除峰 1、峰 2 外，均应与对照药材参照物色谱中的 11 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的保留时间相对应。与原儿茶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：0.77（峰 1）、0.87（峰 2）、1.50（峰 4）、2.72（峰 5）、2.77（峰 6）、3.30（峰 7）、3.39（峰 8）、3.46（峰 9）、3.62（峰 10）、4.53（峰 11）、4.65（峰 12）、

4.70（峰 13）。



对照特征图谱

峰 1：5-羟甲基糠醛；峰 3（S）：原儿茶酸

色谱柱：CORTECS®UPLC®T3 150×2.1mm, 1.6μm

【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 9.0%。

【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 1.6μm）；以甲醇-0.1%甲酸溶液（3：97）为流动相；检测波长为 260nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取原儿茶酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 20μg 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 600W，频率 40kHz）15 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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得

本品每 1g 含原儿茶酸（C₇H₆O₄）应为 0.50mg~3.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。

红毛五加皮（红毛五加）配方颗粒

Hongmaowujiapi (hongmaowujia) Peifangkeli

【来源】 本品为五加科植物红毛五加 *Acanthopanax giraldii* Harms. 密生刺毛的干燥茎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】 取红毛五加皮（红毛五加）饮片8000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为6.8%~12.5%），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】 本品为黄褐色至棕褐色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品0.5g，研细，加50%甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液浓缩至5ml，作为供试品溶液。另取刺五加苷E对照品适量，加50%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版通则0502）试验，吸取供试品溶液12 μ l、对照品溶液10 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（6：3：1）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，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。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230nm；流速为每分钟0.30ml；柱温为30℃。理论板数按绿原酸峰计算应不低于7000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~3	2	98
3~10	2→3	98→97
10~21	3→6	97→94
21~31	6→11	94→89
31~40	11→19	89→81
40~45	19→21	81→79

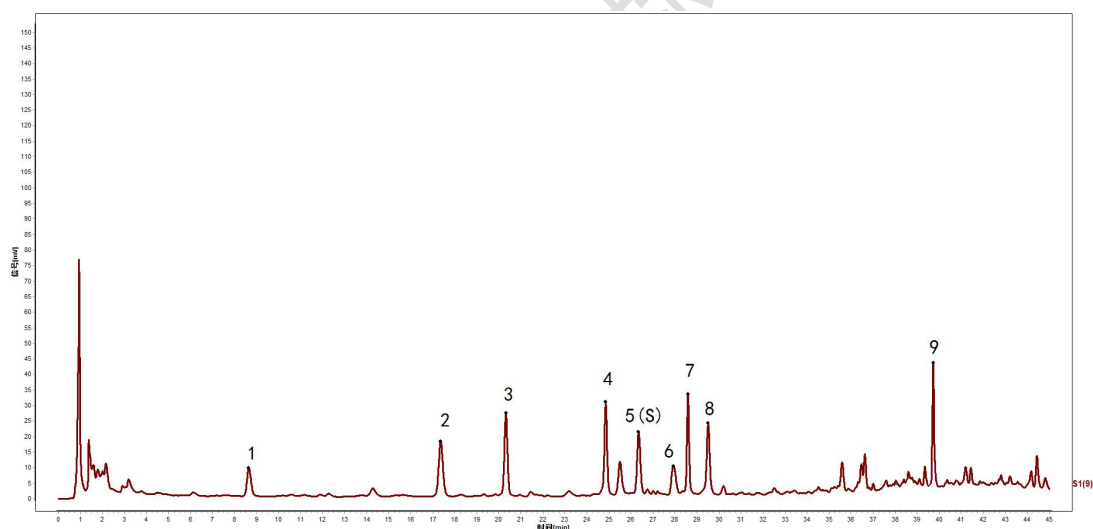
参照物溶液的制备 取红毛五加皮（红毛五加）对照药材1g，加水50ml，

煮沸，保持微沸30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加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。另取绿原酸对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含20 μ g的溶液，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2 μ 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。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）、0.63（峰2）、0.75（峰3）、0.95（峰4）、1.05（峰6）、1.10（峰7）、1.13（峰8）、1.55（峰9）。



对照特征图谱

峰1：原儿茶酸；峰2：新绿原酸；峰5（S）：绿原酸；峰8：隐绿原酸；峰9：刺五加苷E

色谱柱：Endeavorsil C18，100 $\times$ 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；以乙腈

-0.05%磷酸溶液（13：87）为流动相；检测波长为207nm。理论板数按刺五加苷E峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取刺五加苷E对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含20μg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，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5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含刺五加苷E（C₃₄H₄₆O₁₈）应为1.9 mg ~8.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片8g

【贮藏】 密封。

黄荆子（牡荆）配方颗粒

Huangjingzi (mujing) Peifangkeli

【来源】 本品为马鞭草科植物牡荆 *Vitex negundo* L.var.*Cannabifolia*(Sieb. et Zucc.)Hand.-Mazz.的干燥成熟果实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】 取黄荆子（牡荆）饮片 9000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.0%~11.1%），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】 本品为浅褐色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦、涩。

【鉴别】 取本品 1g，研细，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。另取黄荆子（牡荆）对照药材 3g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，放冷，离心，取上清液蒸干，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 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 2μl、对照药材溶液 8μl，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以乙酸丁酯-甲醇-水（6：1：1）的上层溶液为展开剂，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。

【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 4μm）；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；检测波长为 254nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 25℃。理论板数按对羟基苯甲酸峰计算应不低于 5000。

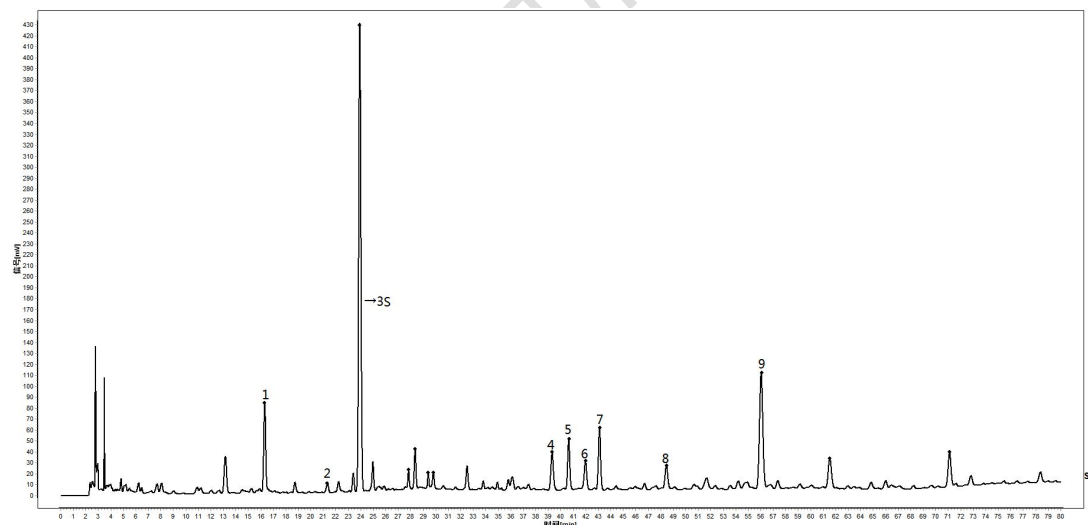
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	3	97
6~12.5	3→6	97→94
12.5~15	6	94
15~18	6→7	94→93
18~25	7→12	93→88
25~30	12→13	88→87
30~65	13→20	87→80
65~80	20→27	80→73

参照物溶液的制备 取黄荆子（牡荆）对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 5ml，超声使充分溶解，滤过，取续滤液作为对照药材参照物溶液。另取原儿茶酸对照品、对羟基苯甲酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含原儿茶酸 30 μ g、对羟基苯甲酸 20 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 取本品适量，研细，取约 0.3g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，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 μ 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 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 1、峰 3 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与对羟基苯甲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：0.89（峰 2）、1.64（峰 4）、1.70（峰 5）、1.75（峰 6）、1.80（峰 7）、2.02（峰 8）、2.34（峰 9）。



对照特征图谱

峰 1:原儿茶酸；峰 2:新绿原酸；峰 3(S):对羟基苯甲酸；峰 5:异荭草苷；峰 6:荭草苷；峰 9:6-羟基-4-(4-羟基-3-甲氧基苯基)-3-羟基甲基-7-甲氧基-3,4-二氢-2-萘甲醛

色谱柱：Poroshell 120 EC-C18，250 $\times$ 4.6mm，4 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 18.0%。

【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；检测波长为 254nm。理论板数按对羟基苯甲酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	5→8	95→92
15~35	8	92

对照品溶液的制备 取原儿茶酸对照品、对羟基苯甲酸对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含原儿茶酸 5μg、对羟基苯甲酸 30μg 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，精密加入水 50ml，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）15 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，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 含原儿茶酸（C₇H₆O₄）和对羟基苯甲酸（C₇H₆O₃）的总量应为 2.6mg~17.1mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 9g

【贮藏】 密封。

藿香配方颗粒

Huoxiang Peifangkeli

【来源】 本品为唇形科植物藿香 *Agastache rugosa* (Fich. et Mey.) Q. Ktze. 花初开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】 取藿香饮片 7200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 7.0%~13.8%），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】 本品为棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.2g，研细，加稀乙醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，作为供试品溶液。另取藿香对照药材 1g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加稀乙醇 10ml，同法制成对照药材溶液。再取金合欢素-7-*O*-葡萄糖对照品，加稀乙醇制成每 1ml 含 0.1mg 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，吸取上述三种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（8：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在 105℃加热数分钟，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 同〔含量测定〕项。

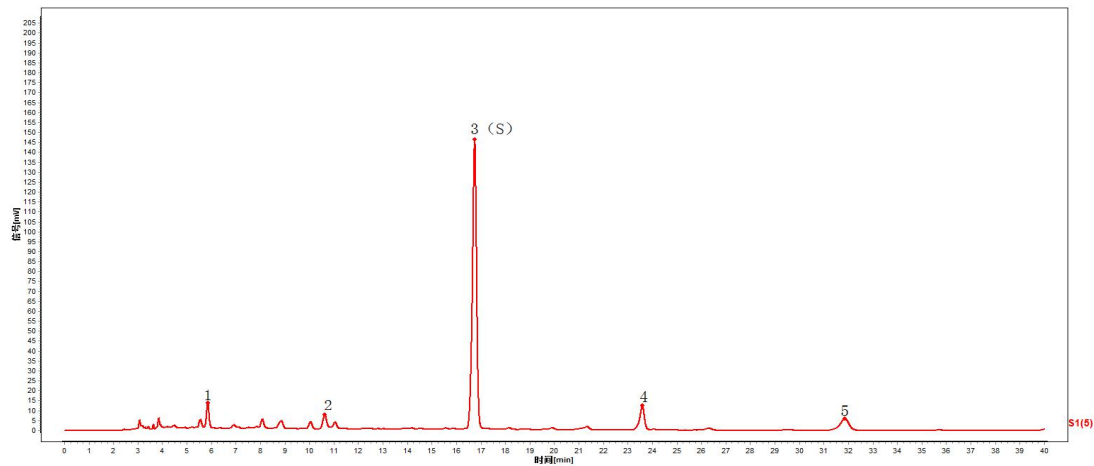
参照物溶液的制备 取藿香对照药材 1g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为金合欢素-7-*O*-葡萄糖对照品参照物溶液。

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 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 3 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与金合欢素-7-*O*-葡萄糖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：0.36（峰 1）、0.66（峰 2）、1.41（峰 4）、1.96（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：咖啡酸；峰 2：迷迭香酸；峰 3（S）：金合欢素-7-*O*-葡萄糖；峰 5：金合欢素

色谱柱：TC-C18（2）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 12.0%。

【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 1%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 330nm，流速为每分钟 1.0ml，柱温为 35℃。理论板数按金合欢素-7-*O*-葡萄糖峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	20→30	80→70
10~20	30→40	70→60
20~30	40	60
30~40	40→70	60→30

对照品溶液的制备 取金合欢素-7-*O*-葡萄糖对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，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 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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含金合欢素-7-*O*-葡萄糖 (C₂₂H₂₂O₁₀) 应为 12.0mg~34.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.2g

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒四川省标准公示稿

景天三七配方颗粒

Jingtiansanqi Peifangkeli

【来源】 本品为景天科植物景天三七 *Sedum aizoon* L. 的干燥全草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】 取景天三七饮片 3300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 18.1%~28.3%），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】 本品为棕黄色至棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 （1）取本品 1g，研细，加水适量，煮沸，保持微沸 10 分钟，滤过，滤液浓缩至 15ml，加乙酸乙酯 15ml 振摇提取，分取乙酸乙酯液，蒸干，残渣加水 4ml 使溶解，滤过，取滤液 1ml，加碳酸钾少许，显黄绿色；取滤液 1ml，加浓氨试液适量，显橙红色。

（2）取本品 0.2g，研细，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。另取没食子酸对照品，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 2~5 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷-甲酸乙酯-甲酸（5：5：1）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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 2.2 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 300nm；流速为每分钟 0.35ml；柱温为 25℃。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 2000。

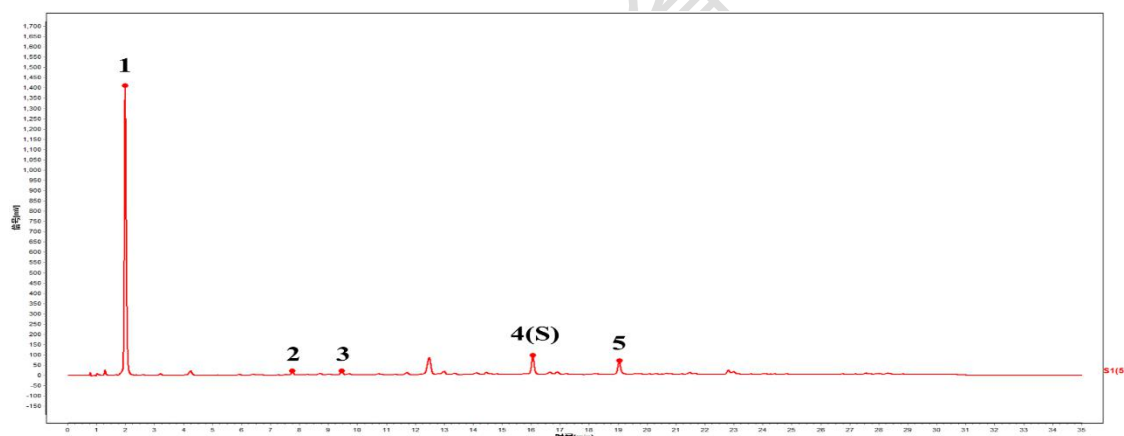
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	5	95
3~6	5→10	95→90
6~17	10→20	90→80
17~24	20→27	80→73

参照物溶液的制备 取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为没食子酸对照品参照物溶液。另取杨梅苷对照品、槲皮苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 各含 40 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 2g，研细，置具塞锥形瓶中，加入 70%乙醇 25ml，超声处理 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 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 80%甲醇 5ml 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 1 μ 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，其中 3 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与杨梅苷参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 3 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：0.49（峰 2）、0.60（峰 3）。



对照特征图谱

峰 1：没食子酸；峰 4：杨梅苷；峰 5：槲皮苷

色谱柱：Acclaim C18，100 $\times$ 2.1mm，2.2 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 15.0%。

【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 1.6~2.2 μ m)；以甲醇-0.1%磷酸溶液（5：95）为流动相；检测波长为 272nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 40℃。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 20 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 30%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 30%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 含没食子酸（C₇H₆O₅）应为 3.0mg~18.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.3g

【贮藏】 密封。

酒乌梢蛇配方颗粒

Jiuwushaoshe Peifangkeli

【来源】 本品为游蛇科动物乌梢蛇 *Zaocys dhumnades* (Cantor) 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】 取酒乌梢蛇饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14.5%~23.0%），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】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气腥，味淡。

【鉴别】 （1）取本品 0.5g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取乌梢蛇对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 2 μ l、对照药材溶液 8 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-乙醇-冰醋酸-水（4：1：1：0.2）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。

（2）聚合酶链式反应法

模板 DNA 提取 取本品 1g，充分研磨使成粉末，取 100mg，置 2.0ml 离心管中，加入 CTAB 沉淀液[2%十六烷基三甲基溴化铵，100mmol/L Tris-盐酸 pH=8.0，20mmol/L 乙二醇四乙酸二钠 pH=8.0]1.2ml，涡旋震荡，65℃水浴加热 1 小时（中间震荡混匀 2~3 次），离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟，弃去上清液；再加入 CTAB 沉淀液 1.2ml，涡旋震荡，65℃水浴加热 30 分钟（中间震荡混匀 2~3 次），离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟，弃去上清液；再加入 CTAB 提取液[2%十六烷基三甲基溴化铵，100mmol/L Tris-盐酸 pH=8.0，20mmol/L 乙二醇四乙酸二钠 pH=8.0，2.5mol/L 氯化钠，2%PVP40]1.2ml、蛋白酶 K（20mg/ml）10 μ l 和 β -巯基乙醇 10 μ l，涡旋震荡混匀，56℃水浴加热过夜（中间翻转混匀 3~5 次），取出，离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟，吸取上

清液置另一 2.0ml 离心管中，加入等体积的三氯甲烷-异戊醇（24：1）溶液（约 800 μ l），充分混匀，4℃离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟；吸取上清液置另一 2.0ml 离心管中，加入等体积的三氯甲烷-异戊醇（24：1）溶液（约 900 μ l），充分混匀，4℃离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟；吸取上清液置另一 2.0ml 离心管中，加入等体积的三氯甲烷-异戊醇（24：1）混合溶液（约 800 μ l），充分混匀，4℃离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟；吸取上清液置另一 1.5ml 离心管中，加入等体积异丙醇（约 500 μ l），在零下 20℃静置 60~90 分钟；离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟，弃上清液；沉淀用 75%乙醇 700 μ l 震荡 1 分钟，离心（转速为每分钟 12000 转）3 分钟，弃上清液；再同法操作两次；沉淀再用无水乙醇 700 μ l 震荡 1 分钟，离心（转速为每分钟 12000 转）3 分钟，弃上清液；置 37℃下金属浴挥干溶剂，加灭菌水 50 μ l 使溶解，作为供试品溶液，置 4℃保存或零下 20℃长期保存。

另取乌梢蛇对照药材适量，充分研磨使成细粉，取 100mg，置 2.0ml 离心管中，加入消化液[细胞核裂解液 200 μ l，0.5mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 50 μ l，蛋白酶 K（20mg/ml）20 μ l，RNA 酶溶液 5 μ l]275 μ l，在 56℃水浴加热 2 小时，加入裂解缓冲液 250 μ l，混匀，加到 DNA 纯化柱中，离心（转速为每分钟 10000 转）3 分钟；弃去过滤液，加入洗脱液[5mol/L 醋酸钾溶液 26 μ l，1mol/L Tris-盐酸溶液（pH=7.5）18 μ l，0.5mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液（pH=8.0）3 μ l，无水乙醇 480 μ l，灭菌双蒸水 273 μ l]800 μ l，离心（转速为每分钟 10000 转）1 分钟；弃去过滤液，用上述洗脱液反复洗脱 3 次，每次离心（转速为每分钟 10000 转）1 分钟；弃去过滤液，再离心（转速为每分钟 10000 转）2 分钟，将 DNA 纯化柱转移入另一离心管中，加入无菌双蒸水 50 μ l，室温放置 2 分钟后，离心（转速为每分钟 10000 转）2 分钟，取上清液，作为供试品溶液，置零下 20℃保存备用。

PCR 反应 鉴别引物：上游 5'-GCGAAAGCTCGACCTAGCAAGGGGACCACA-3' 和下游 5'-CAGGCTCCTCTAGGTTGTTATGGGGTACCG-3'。PCR 反应体系：在 100 μ l 离心管中进行，反应总体积为 25 μ l，反应体系包括 10 $\times$ Fast Buffer (Mg²⁺plus)

2.5 μ l, dNTP(2.5mmol/L) 2 μ l, 鉴别引物 (10 μ mol/L) 各 0.3 μ l, SpeedSTAR DNA 聚合酶 0.3 μ l, 模板 (100~400 ng) 1 μ l, 灭菌水 18.6 μ l。将离心管置 PCR 仪上, PCR 反应参数: 95℃预变性 5 分钟; 循环反应 30 次 (95℃ 30 秒, 63℃ 45 秒), 72℃延伸 5 分钟。另取无菌超纯水同上述 PCR 反应法操作, 作为空白对照。

电泳检测 照琼脂糖凝胶电泳法 (中国药典 2020 年版通则 0541), 胶浓度为 1.5%, 胶中加入核酸凝胶染色剂 GelRed; 供试品与对照药材 PCR 反应溶液的上样量分别为 6 μ l, DNA 分子量标记上样量为 6 μ l (0.09 μ g/ μ l)。电泳结束后, 取凝胶片在凝胶成像仪上或紫外透射仪上检视。供试品凝胶电泳图谱中, 在与对照药材凝胶电泳图谱相应的位置上, 在 300~400bp 应有单一 DNA 条带。

【特征图谱】 照高效液相色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0512) 测定。

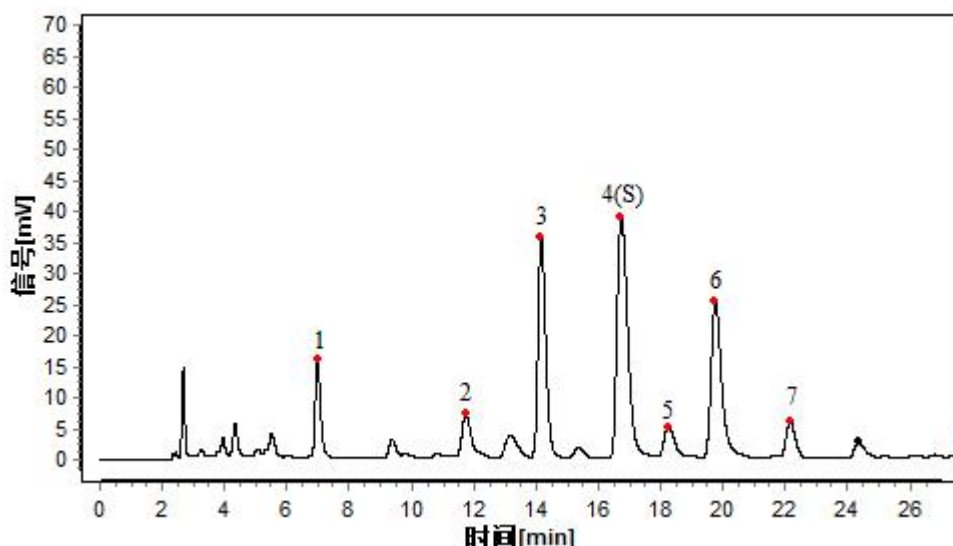
色谱条件与系统适用性试验 同 (含量测定) 项。

参照物溶液的制备 取乌梢蛇对照药材约 1g, 加 10%甲醇 25ml, 超声处理 30 分钟, 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, 作为次黄嘌呤对照品参照物溶液。再取尿嘧啶对照品、鸟嘌呤对照品、黄嘌呤对照品、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 10 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 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 1、峰 3~峰 7 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与次黄嘌呤参照物峰相应的峰为 S 峰, 计算峰 2 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: 0.69 (峰 2)。



对照特征图谱

峰 1: 尿嘧啶; 峰 3: 鸟嘌呤; 峰 4(S): 次黄嘌呤; 峰 5: 黄嘌呤; 峰 6: 肌苷; 峰 7: 鸟苷

色谱柱: ZORBAX SB-Aq, 250×4.6mm, 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】 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】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适应性试验 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）；以乙腈为流动相 A，以 0.3%乙酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 254nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 25℃。理论板数按次黄嘌呤峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~9	0	100
9~22	0→3	100→97
22~26	3→7	97→93
26~30	7→13	93→87
30~35	13→20	87→80

对照品溶液的制备 取次黄嘌呤对照品适量，精密称定，加 10%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 10%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 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 含次黄嘌呤（ $C_5H_4N_4O$ ）应为 1.5mg~5.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】 密封。

六神曲配方颗粒

Liushenqu Peifangkeli

【来源】 本品为苦杏仁、赤小豆与面粉、麦麸混匀，与辣蓼、青蒿、苍耳草经煎煮浓缩后的清膏拌匀并经发酵制成的干燥曲块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】 取六神曲饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12~22%），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】 本品为浅黄色至棕黄色颗粒；气微香，味微苦酸。

【鉴别】 取本品 5g，研细，加石油醚（30~60℃）20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取青蒿对照药材 1g，加水 40ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液减压浓缩至干，残渣加石油醚（30~60℃）20ml，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，吸取供试品溶液 14 μ l、对照药材溶液 7 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙醚（4:5）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。

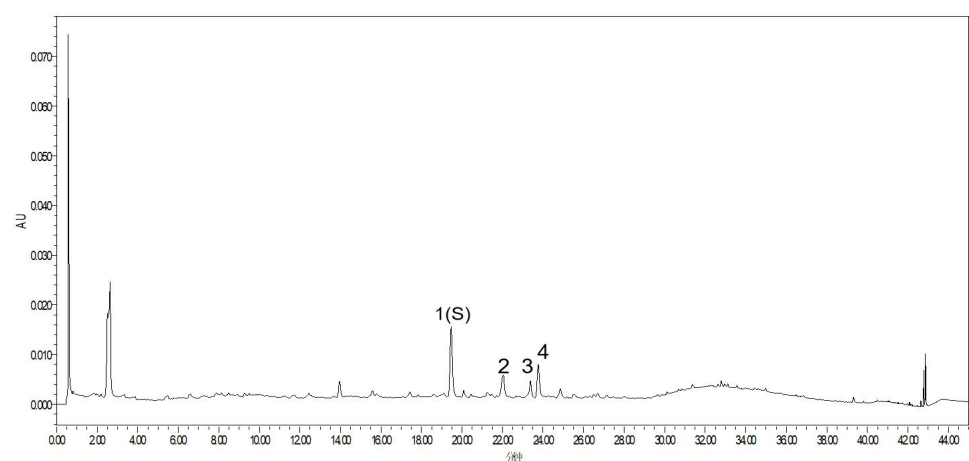
参照物溶液的制备 取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为阿魏酸对照品参照物溶液。

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 2 μ 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，其中峰 1 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与阿魏酸参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 2~峰 4 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：1.15（峰 2）、1.22（峰

3)、1.23 (峰 4)。



对照特征图谱

峰 1 (S)：阿魏酸

色谱柱：CORTEC C18，100×2.1mm，1.6μm

【检查】 黄曲霉毒素 照黄曲霉毒素测定法（中国药典 2020 年版通则 2351）测定。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5μg，含黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 的总量不得过 10μg。

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 18.0%。

【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 1.6μm）；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 322nm；流速为每分钟 0.40ml；柱温为 30℃。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	0	100
1~28	0→15	100→85
28~39	15→40	85→60
39~41	40→90	60→10
41~42	90	10

对照品溶液的制备 取阿魏酸对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每

1ml 含 20 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 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 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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含阿魏酸（C₁₀H₁₀O₄）应为 0.010mg~0.15mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【贮藏】 密封。

蜜百合（百合）配方颗粒

Mibaihe (baihe) Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物百合 *Lilium brownii* F. E. Brown var. *viridulum* Baker 的干燥肉质鳞叶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】 取蜜百合（百合）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15%~25%），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】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加甲醇 50ml，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。另取百合（百合）对照药材 4g，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 50ml，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 10 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-甲酸（15：5：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液，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 0.1% 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 0~15 分钟为 205nm，15~35 分钟为 310nm；流速为每分钟 0.80ml；柱温为 25℃。理论板数按王百合苷 A 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	6→12	94→88
10~15	12→18	88→82
15~23	18	82

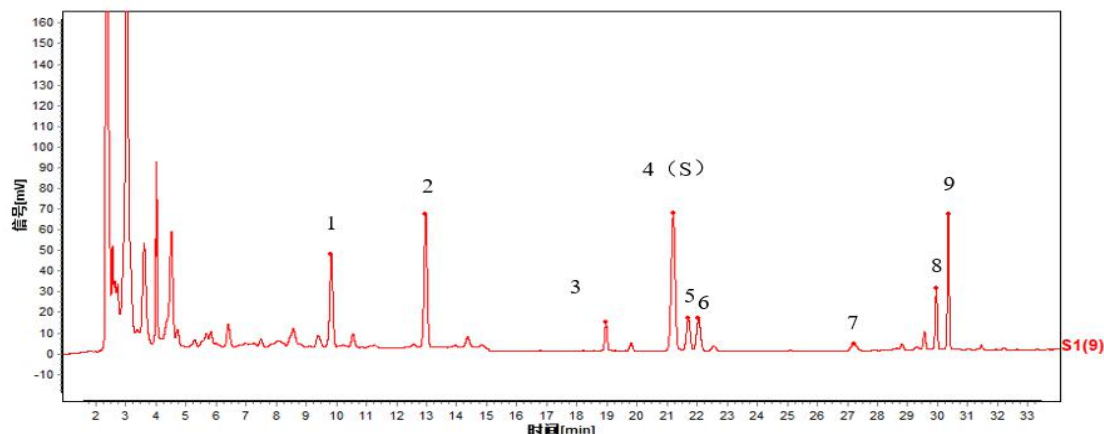
23~30	18→40	82→60
30~35	40→70	60→30

参照物溶液的制备 取百合（百合）对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%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 9 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 4 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与王百合苷 A 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：0.47（峰 1）、0.61（峰 2）、0.89（峰 3）、1.02（峰 5）、1.04（峰 6）、1.28（峰 7）、1.41（峰 8）、1.43（峰 9）。



对照特征图谱

峰 4 (S)：王百合苷 A

色谱柱：Ultimate XB-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 7.0%。

【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；检测波长 312nm，柱温为 25℃。理论板数按王百合苷 A 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	13	87
25~27	13→70	87→30
27~30	70→13	30→87
30~40	13	87

对照品溶液的制备 取王百合苷 A 对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 20μg 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 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 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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含王百合苷 A（ $C_{18}H_{24}O_{10}$ ）应为 0.40mg~2.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。

乌梢蛇配方颗粒

Wushaoshe Peifangkeli

【来源】 本品为游蛇科动物乌梢蛇 *Zaocys dhumnades* (Cantor) 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】 取乌梢蛇饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14.5%~21.0%），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】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气腥，味淡。

【鉴别】 （1）取本品 0.5g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取乌梢蛇对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 1 μ l、对照药材溶液 8 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-乙醇-冰醋酸-水（4：1：1：0.2）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。

（2）聚合酶链式反应法

模板 DNA 提取 取本品 1g，充分研磨使成粉末，取 100mg，置 2.0ml 离心管中，加入 CTAB 沉淀液[2%十六烷基三甲基溴化铵，100mmol/L Tris-盐酸 pH=8.0，20mmol/L 乙二胺四乙酸二钠 pH=8.0]1.2ml，涡旋震荡，65℃水浴加热 1 小时（中间震荡混匀 2~3 次），离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟，弃去上清液；再加入 CTAB 沉淀液 1.2ml，涡旋震荡，65℃水浴加热 30 分钟（中间震荡混匀 2~3 次），离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟，弃去上清液；再加入 CTAB 提取液[2%十六烷基三甲基溴化铵，100mmol/L Tris-盐酸 pH=8.0，20mmol/L 乙二胺四乙酸二钠 pH=8.0，2.5mol/L 氯化钠，2%PVP40]1.2ml、蛋白酶 K（20mg/ml）10 μ l 和 β -巯基乙醇 10 μ l，涡旋震荡混匀，56℃水浴加热过夜（中间翻转混匀 3~5 次），取出，离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟，吸取上清液置另一 2.0ml 离心管中，加入等体积的三氯甲烷-异戊醇（24：1）溶液（约

800 μ l)，充分混匀，4℃离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟；吸取上清液置另一 2.0ml 离心管中，加入等体积的三氯甲烷-异戊醇（24：1）溶液（约 900 μ l），充分混匀，4℃离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟；吸取上清液，加入等体积的三氯甲烷-异戊醇（24：1）混合溶液（约 800 μ l），充分混匀，4℃离心（转速为每分钟 12000 转）10 分钟；吸取上清液置另一 1.5ml 离心管中，加入等体积异丙醇（约 500 μ l），在零下 20℃静置 60~90 分钟；离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟，弃上清液；沉淀用 75%乙醇 700 μ l 震荡 1 分钟，离心（转速为每分钟 12000 转）3 分钟，弃上清液；再同法操作两次；沉淀再用无水乙醇 700 μ l 震荡 1 分钟，离心（转速为每分钟 12000 转）3 分钟，弃上清液；置 37℃下金属浴挥干溶剂，加灭菌水 50 μ l 使溶解，作为供试品溶液，置 4℃保存或零下 20℃长期保存。

另取乌梢蛇对照药材适量，充分研磨使成细粉，取 100mg，置 2.0ml 离心管中，加入消化液[细胞核裂解液 200 μ l，0.5mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 50 μ l，蛋白酶 K（20mg/ml）20 μ l，RNA 酶溶液 5 μ l]275 μ l，在 56℃水浴加热 2 小时，加入裂解缓冲液 250 μ l，混匀，加到 DNA 纯化柱中，离心（转速为每分钟 10000 转）3 分钟；弃去过滤液，加入洗脱液[5mol/L 醋酸钾溶液 26 μ l，1mol/L Tris-盐酸溶液（pH=7.5）18 μ l，0.5mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液（pH=8.0）3 μ l，无水乙醇 480 μ l，灭菌双蒸水 273 μ l]800 μ l，离心（转速为每分钟 10000 转）1 分钟；弃去过滤液，用上述洗脱液反复洗脱 3 次，每次离心（转速为每分钟 10000 转）1 分钟；弃去过滤液，再离心（转速为每分钟 10000 转）2 分钟，将 DNA 纯化柱转移入另一离心管中，加入无菌双蒸水 50 μ l，室温放置 2 分钟后，离心（转速为每分钟 10000 转）2 分钟，取上清液，作为供试品溶液，置零下 20℃保存备用。

PCR 反应 鉴别引物：上游 5'-GCGAAAGCTCGACCTAGCAAGGGGACCACA-3' 和下游 5'-CAGGCTCCTCTAGGTTGTTATGGGGTACCG-3'。PCR 反应体系：在 100 μ l 离心管中进行，反应总体积为 25 μ l，反应体系包括 10 $\times$ Fast Buffer (Mg²⁺⁺plus) 2.5 μ l，dNTP(2.5mmol/L) 2 μ l，鉴别引物（10 μ mol/L）各 0.3 μ l，SpeedSTAR DNA

聚合酶 0.3 μ l, 模板 (100~400 ng) 1 μ l, 灭菌水 18.6 μ l。将离心管置 PCR 仪上, PCR 反应参数: 95 $^{\circ}$ C 预变性 5 分钟; 循环反应 30 次 (95 $^{\circ}$ C 30 秒, 63 $^{\circ}$ C 45 秒), 72 $^{\circ}$ C 延伸 5 分钟。另取无菌超纯水同上述 PCR 反应法操作, 作为空白对照。

电泳检测 照琼脂糖凝胶电泳法 (中国药典 2020 年版通则 0541), 胶浓度为 1.5%, 胶中加入核酸凝胶染色剂 GelRed; 供试品与对照药材 PCR 反应溶液的上样量分别为 6 μ l, DNA 分子量标记上样量为 6 μ l (0.09 μ g/ μ l)。电泳结束后, 取凝胶片在凝胶成像仪上或紫外透射仪上检视。供试品凝胶电泳图谱中, 在与对照药材凝胶电泳图谱相应的位置上, 在 300~400bp 应有单一 DNA 条带。

【特征图谱】 照高效液相色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0512) 测定。

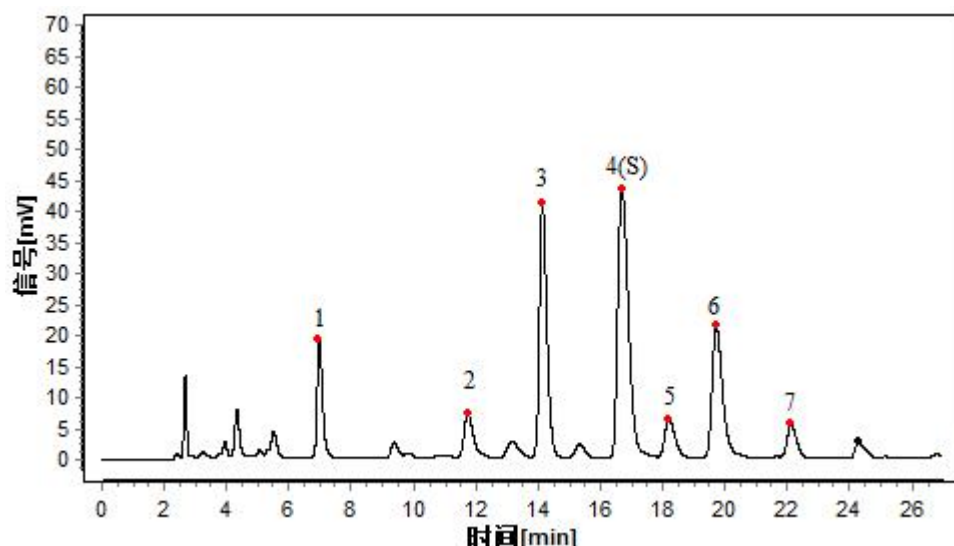
色谱条件与系统适用性试验 同 (含量测定) 项。

参照物溶液的制备 取乌梢蛇对照药材约 1g, 加 10% 甲醇 25ml, 超声处理 30 分钟, 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, 作为次黄嘌呤对照品参照物溶液。再取尿嘧啶对照品、鸟嘌呤对照品、黄嘌呤对照品、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 10 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 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 1、峰 3~峰 7 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与次黄嘌呤参照物峰相应的峰为 S 峰, 计算峰 2 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: 0.69 (峰 2)。



对照特征图谱

峰 1: 尿嘧啶; 峰 3: 鸟嘌呤; 峰 4(S): 次黄嘌呤; 峰 5: 黄嘌呤; 峰 6: 肌苷; 峰 7: 鸟苷

参考色谱柱: ZORBAX SB-Aq; 250×4.6mm, 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】 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。

色谱条件与系统适应性试验 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）；以乙腈为流动相 A，以 0.3%乙酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 254nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 25℃。理论板数按次黄嘌呤峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~9	0	100
9~22	0→3	100→97
22~26	3→7	97→93
26~30	7→13	93→87
30~35	13→20	87→80

对照品溶液的制备 取次黄嘌呤对照品适量，精密称定，加 10%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 10%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 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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含次黄嘌呤（ $C_5H_4N_4O$ ）应为 1.5mg~5.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

【贮藏】 密封。

制黄精（多花黄精）配方颗粒

Zhihuangjing (Duohuahuangjing) Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物多花黄精 *Polygonatum cyrtonema* Hua 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】 取制黄精（多花黄精）饮片 1250g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 40%~60%），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】 本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味甜。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加乙醇 50ml，超声处理 40 分钟，滤过，取续滤液 25ml，加石油醚（60~90℃）25ml，加盐酸 9ml，置 90℃水浴中加热回流 2 小时，立即冷却，用石油醚（60~90℃）振摇提取 3 次，每次 30ml，合并石油醚液，蒸干，残渣加乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黄精（多花黄精）对照药材 2g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 50ml，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，吸取供试品溶液 5μl、对照药材溶液 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯（15:1）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 5μm）；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 260nm；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 15℃。理论板数按 5-羟甲基糠醛峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	0	100
3~20	0→5	100→95
20~39	5→12	95→88

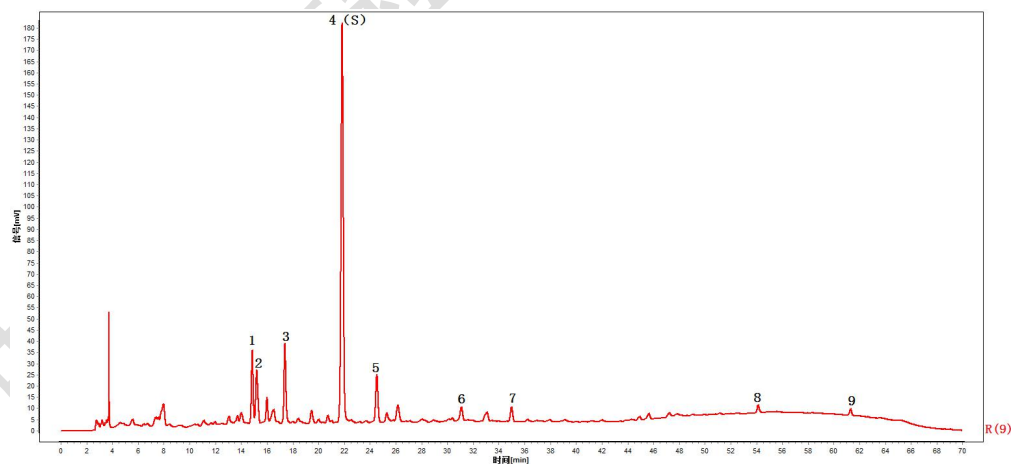
39~61	12→25	88→75
61~70	25	75

参照物溶液的制备 取黄精（多花黄精）对照药材 1g，加水 50ml，煮沸，保持微沸 30 分钟，离心，取上清液蒸干，残渣加 30%甲醇 5ml，超声处理 20 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 5-羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加 30%甲醇制成每 1ml 含 40μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 0.5g，研细，置具塞锥形瓶中，加入 30%甲醇 10ml，超声处理 20 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 5μl，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，除峰 4、峰 6、峰 8、峰 9 外，其余 5 个特征峰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，峰 4 应与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与 5-羟甲基糠醛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：0.68（峰 1）、0.70（峰 2）、0.80（峰 3）、1.12（峰 5）、1.42（峰 6）、1.60（峰 7）、2.49（峰 8）、2.82（峰 9）。



对照特征图谱

峰 1：尿苷；峰 4（S）：5-羟甲基糠醛；峰 8：大豆苷

色谱柱：Ultimate AQ-C18，250×4.6mm，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】 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 36.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适应性试验 以两性离子键合硅胶为填充剂（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 2.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 5mmol/L 醋酸铵溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；蒸发光散射检测器检测；流速为每分钟 0.50ml；柱温为 35℃。理论板数按果糖峰计算应不低于 1500。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	95	5
1~3	95→90	5→10
3~10	90→80	10→20

对照品溶液的制备 取果糖对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 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 20ml，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 2 μ l、4 μ l，供试品溶液 1~2 μ l，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含果糖（C₆H₁₂O₆）应为 200.0mg~380.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.25g

【贮藏】 密封。

槐花炭（槐花）配方颗粒

Huaihuatan Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物槐 *Sophora japonica* L. 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】 取槐花炭（槐花）饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 25%~40%），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】 本品为黄褐色至棕褐色的颗粒；气焦香、味微苦涩。

【鉴别】 取本品 0.2g，研细，加甲醇 10ml，振摇 10 分钟，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取芦丁对照品，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，吸取上述两种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-水（8:1:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，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。

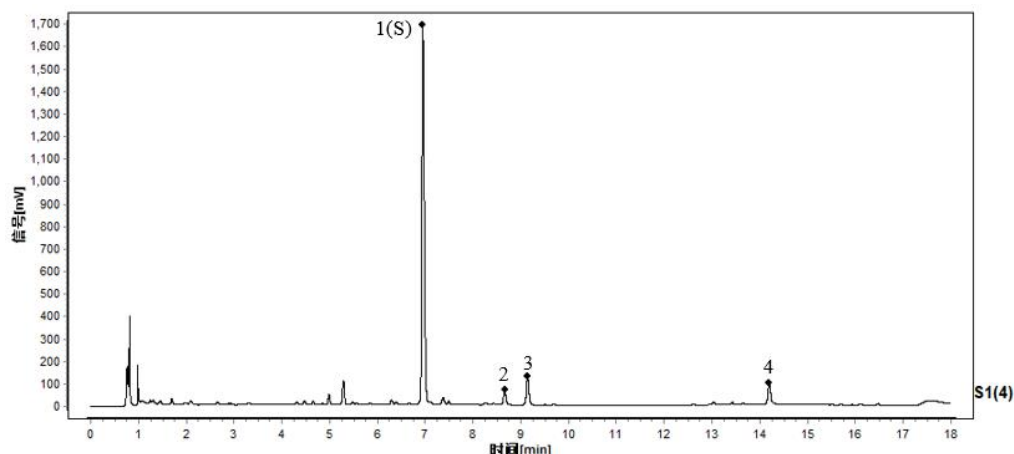
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取槐花（槐花）对照药材 1g，加 70% 甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，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 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰的保留时间相对应。与芦丁参照物峰相应的峰为 S 峰，计算其余特征峰与 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：1.25（峰 2）、1.32（峰 3）、2.08（峰 4）。



对照特征图谱

峰 1 (S)：芦丁

色谱柱：BEH C18, 100×2.1mm, 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 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（ACQUITY UPLC BEH C18 100×2.1mm, 1.7μm 或效能相当的色谱柱）；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；检测波长为 257nm；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 35℃。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（%）
0~7	10→18	90→82
7~10	18	82
10~15	18→35	82→65
15~17	35→50	65→50

对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.75mg 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）10 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（C₂₇H₃₀O₁₆）应为 68.0mg~107.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒四川省标准公示稿

水蛭（蚂蟥）配方颗粒

Shuizhi (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】 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒；气微腥，味淡。

【鉴别】 取本品 1g，研细，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，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙醇 30ml”起，同法制成对照药材溶液。再取缬氨酸对照品和丙氨酸对照品，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 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 2~3 μ 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。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

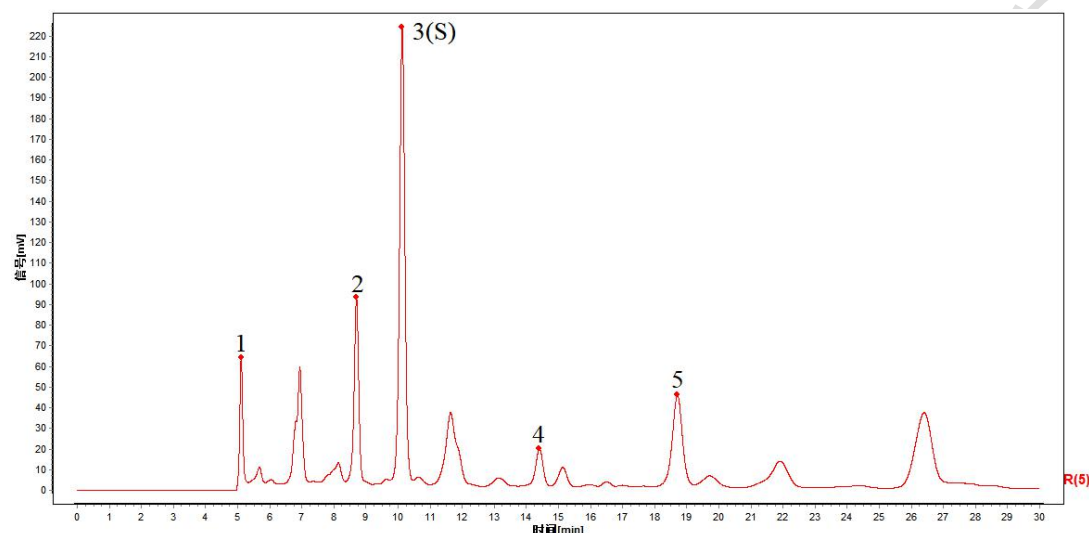
色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈-0.2%磷酸溶液（0.5:99.5）为流动相；检测波长为 270nm；流速为每分钟 0.8ml；柱温为 25℃。理论板数按次黄嘌呤峰计算应不低于 5000。

参照物溶液的制备 取水蛭（蚂蟥）对照药材 1.5g，置具塞锥形瓶中，加水 20ml，加热回流 1 小时，放冷，离心（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，精密称定，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 0.3g，研细，置具塞锥形瓶中，加水 10ml，超声处理（功率 200W，频率 53kHz）10 分钟，放冷，离心（每分钟 10000 转）10 分钟，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 10 μ 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中的 5 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 2、峰 3 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与次黄嘌呤对照品参照物相应的峰为 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 $\pm 10\%$ 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

色谱柱：Platisil ODS C18，250 $\times$ 4.6mm，5 μ m

【检查】 酸碱度 取本品 0.25g，研细，加入 0.9%氯化钠溶液 10ml，充分搅拌，浸渍 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 年版通则 2351）测定。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5 μ g，含黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 的总量不得过 10 μ 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】 抗凝血酶活性 取本品适量，研细，取 0.45g，精密称定，精密加入 0.9%氯化钠溶液 5ml，充分搅拌，浸渍 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，摇匀，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，取凝血酶试剂适量，加生理盐水配制成每 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；

C₁ 为凝血酶溶液的浓度，U/ml；

C₂ 为供试品溶液的浓度，g/ml；

V₁ 为消耗凝血酶溶液的体积，μl；

V₂ 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。

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】 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒；气微腥，味淡。

【鉴别】 取本品 1g，研细，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，煮沸，保持微沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙醇 30ml”起，同法制成对照药材溶液。再取缬氨酸对照品和丙氨酸对照品，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 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 2~3 μ 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。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

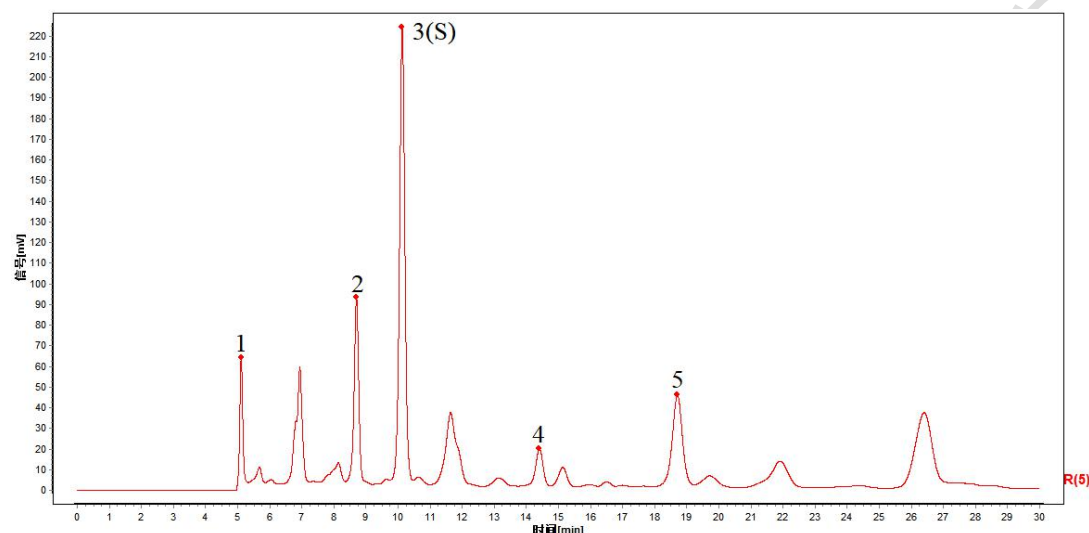
色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈-0.2%磷酸溶液（0.5:99.5）为流动相；检测波长为 270nm；流速为每分钟 0.8ml；柱温为 25℃。理论板数按次黄嘌呤峰计算应不低于 5000。

参照物溶液的制备 取水蛭（蚂蟥）对照药材 1.5g，置具塞锥形瓶中，加水 20ml，加热回流 1 小时，放冷，离心（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，精密称定，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 0.3g，研细，置具塞锥形瓶中，加水 10ml，超声处理（功率 200W，频率 53kHz）10 分钟，放冷，离心（每分钟 10000 转）10 分钟，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 10 μ 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中的 5 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 2、峰 3 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应，与次黄嘌呤参照物相应的峰为 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 $\pm 10\%$ 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

色谱柱：Platisil ODS C18，250 $\times$ 4.6mm，5 μ m

【检查】 酸碱度 取本品 0.25g，研细，加入 0.9%氯化钠溶液 10ml，充分搅拌，浸渍 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 年版通则 2351）测定。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B₁ 不得过 5 μ g，含黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 的总量不得过 10 μ 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 9.0%。

【含量测定】 抗凝血酶活性 取本品适量，研细，取 0.45g，精密称定，精密加入 0.9%氯化钠溶液 5ml，充分搅拌，浸渍 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，摇匀，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，取凝血酶试剂适量，加生理盐水配制成每 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；

C₁ 为凝血酶溶液的浓度，U/ml；

C₂ 为供试品溶液的浓度，g/ml；

V₁ 为消耗凝血酶溶液的体积，μl；

V₂ 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。