

附件 2

四川省中药配方颗粒试行标准公示稿 (第一批)

1. 阿胶配方颗粒（试行）
2. 蚕沙配方颗粒（试行）
3. 炒冬瓜子配方颗粒（试行）
4. 炒谷芽配方颗粒（试行）
5. 炒建曲配方颗粒（试行）
6. 当归尾配方颗粒（试行）
7. 豆蔻（爪哇白豆蔻）配方颗粒（试行）
8. 煅磁石配方颗粒（试行）
9. 煅牡蛎（近江牡蛎）配方颗粒（试行）
10. 煅瓦楞子（毛蚶）配方颗粒（试行）
11. 煅自然铜配方颗粒（试行）
12. 粉萆薢配方颗粒（试行）
13. 茯神配方颗粒（试行）
14. 龟甲胶配方颗粒（试行）
15. 鬼箭羽配方颗粒（试行）
16. 海风藤配方颗粒（试行）
17. 黑豆衣配方颗粒（试行）
18. 滑石配方颗粒（试行）
19. 淮小麦配方颗粒（试行）

20. 黄芩炭配方颗粒（试行）
21. 火炭母（火炭母）配方颗粒（试行）
22. 焦六神曲配方颗粒（试行）
23. 金雀根配方颗粒（试行）
24. 橘叶配方颗粒（试行）
25. 苦棟皮（棟）配方颗粒（试行）
26. 宽筋藤（宽筋藤）配方颗粒（试行）
27. 莲须配方颗粒（试行）
28. 六月雪（白马骨）配方颗粒（试行）
29. 马勃（大马勃）配方颗粒（试行）
30. 马齿苋配方颗粒（试行）
31. 猫人参（对萼猕猴桃）配方颗粒（试行）
32. 蜜麸炒党参（党参）配方颗粒（试行）
33. 绵马贯众配方颗粒（试行）
34. 牡蛎（近江牡蛎）配方颗粒（试行）
35. 牛大力配方颗粒（试行）
36. 糯稻根配方颗粒（试行）
37. 青天葵配方颗粒（试行）
38. 桑螵蛸（大刀螂）配方颗粒（试行）
39. 蛇莓配方颗粒（试行）
40. 石斛（流苏石斛及其同属植物近似种）配方颗粒（试行）
41. 使君子配方颗粒（试行）

- 42. 藤梨根配方颗粒（试行）
- 43. 天浆壳配方颗粒（试行）
- 44. 天龙配方颗粒（试行）
- 45. 铁线透骨草配方颗粒（试行）
- 46. 土大黄（巴天酸模）配方颗粒（试行）
- 47. 荸荠配方颗粒（试行）
- 48. 血余炭配方颗粒（试行）
- 49. 羊蹄根配方颗粒（试行）
- 50. 叶下珠配方颗粒（试行）
- 51. 薏苡根配方颗粒（试行）
- 52. 泽漆配方颗粒（试行）
- 53. 赭石配方颗粒（试行）
- 54. 枳椇配方颗粒（试行）

阿胶配方颗粒（试行）

Ejiao Peifangkeli

【来源】 本品为马科动物驴 *Equus asinus* L. 的干燥皮或鲜皮经煎煮、浓缩制成的固体胶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】 取阿胶饮片 900g, 加水煎煮溶化, 滤过 (干浸膏出膏率为 72%~100%), 加入辅料适量, 干燥 (或干燥, 粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为浅棕色至棕褐色的颗粒; 气微腥, 味微甘。

【鉴别】 (1) 取本品适量, 研细, 取 0.2g, 置氨基酸水解管中, 加 6mol/L 盐酸溶液 8ml, 密塞, 在 105℃ 加热 6 小时, 放冷, 加水 6ml, 摆匀, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 10ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取阿胶对照药材 0.2g, 同法制成对照药材溶液。再取甘氨酸对照品, 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 1 μ l、对照品溶液 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯酚-0.5% 硼砂溶液 (4:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 0.5% 苛三酮乙醇溶液, 在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

(2) 取本品适量, 研细, 取 0.1g, 加 1% 碳酸氢铵溶液 50ml, 超声处理 30 分钟, 用微孔滤膜滤过, 取续滤液 100 μ l, 置微量进样瓶中, 加胰蛋白酶溶液 10 μ l (取序列分析用胰蛋白酶, 加 1% 碳酸氢铵溶液制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 临用时配制), 摆匀, 37℃ 恒温酶解 12 小时, 作为供试品溶液。另取阿胶对照药材 0.1g, 同法制成对照药材溶液。照 (含量测定) 特征多肽项下色谱、质谱条件试验, 选择质荷比 (m/z) 539.8 (双电荷) →612.4 和 m/z 539.8 (双电荷) →923.8 作为检测离子对。取阿胶对照药材溶液, 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。

吸取供试品溶液 5 μ l, 注入高效液相色谱-质谱联用仪, 测定。以质荷比 (m/z) 539.8 (双电荷) →612.4 和 m/z 539.8 (双电荷) →923.8 离子对提取的供试品离子流色谱中, 应同时呈现与对照药材色谱保留时间一致的色谱峰。

【检查】 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 5mg/kg; 镉不得过 1mg/kg; 砷不得过 2mg/kg; 汞不得过 0.2mg/kg; 铜不得过 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)。

【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 5.0%。

【含量测定】 氨基酸 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；以乙腈-0.1mol/L 醋酸钠溶液（用醋酸调节 pH 值至 6.5）（7:93）的混合溶液为流动相 A，以乙腈-水（4:1）的混合溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 43℃；检测波长为 254nm。理论板数按 L-羟脯氨酸峰计算应不低于 4000。

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

对照品溶液的制备 取 L-羟脯氨酸对照品、甘氨酸对照品、丙氨酸对照品、脯氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 各含 L-羟脯氨酸 80μg、甘氨酸 0.16mg、丙氨酸 70μg、脯氨酸 0.12mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液 20ml，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。精密量取 2ml，置氨基酸水解管中，加盐酸 2ml，150℃ 水解 1 小时，放冷，移至蒸发皿中，水解管用水 10ml 分次洗涤，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液使溶解，定量转移至 25ml 量瓶中，用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，即得。

精密量取上述对照品溶液和供试品溶液各 5ml，分别置 25ml 量瓶中，各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯（PITC）的乙腈溶液 2.5ml，1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 2.5ml，摇匀，室温放置 1 小时后，用 50% 乙腈稀释至刻度，摇匀。取 10ml，加正己烷 10ml，振摇，放置 10 分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取衍生化后的对照品溶液与供试品溶液各 2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含 L-羟脯氨酸（C₅H₉NO₃）应为 48.0mg~110.0mg；含甘氨酸（C₂H₅NO₂）应为 96.0mg~220.0mg；含丙氨酸（C₃H₇NO₂）应为 39.0mg~90.0mg；含脯氨酸（C₅H₉NO₂）应为 55.0mg~130.0mg。

特征多肽 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、质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（色谱柱内径为 2.1mm）；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，流速为每分钟 0.3ml。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
--------	----------	----------

0~25	5→20	95→80
25~40	20→50	80→50

采用三重四极杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式下多反应监测（MRM），监测离子对见下表：

测定成分	定量离子对 m/z	定性离子对 m/z
驴源多肽 A ₁	469.25（双电荷）→712.30	469.25（双电荷）→783.40
驴源多肽 A ₂	618.35（双电荷）→779.40	618.35（双电荷）→850.40

理论板数按驴源多肽 A₁峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取驴源多肽 A₁对照品、驴源多肽 A₂对照品适量，精密称定，加 1% 碳酸氢铵溶液制成每 1ml 各含 2.5μg 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 50ml 量瓶中，加 1% 碳酸氢铵溶液 40ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，用 1% 碳酸氢铵溶液稀释至刻度，摇匀。精密量取 1ml 至 5ml 量瓶中，加胰蛋白酶溶液（取序列分析级胰蛋白酶，加 1% 碳酸氢铵溶液制成每 1ml 含 1mg 的溶液，临用前新制）1ml，用 1% 碳酸氢铵溶液稀释至刻度，摇匀，37℃恒温酶解 12 小时，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密量取对照品溶液 1ml、2ml、5ml、10ml、20ml 和 25ml，分别置 50ml 量瓶中，用 1% 碳酸氢铵溶液稀释至刻度，制成标准曲线溶液。分别精密吸取不同浓度的标准曲线溶液与供试品溶液各 5μl，注入高效液相色谱-质谱联用仪，以对照品峰面积为纵坐标，对照品浓度为横坐标制备标准曲线。从标准曲线读出供试品溶液中相当于驴源多肽 A₁ 和驴源多肽 A₂ 的量，计算即得。

本品每 1g 含特征多肽以驴源多肽 A₁（C₄₁H₆₈N₁₂O₁₃）和驴源多肽 A₂（C₅₁H₈₂N₁₈O₁₈）的总量计应为 0.8mg~3.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 0.9g

【贮藏】 密封。

蚕沙配方颗粒（试行）

Cansha Peifangkeli

【来源】 本品为蚕蛾科昆虫家蚕 *Bombyx mori* Linnaeus 的干燥粪便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】 取蚕沙饮片 5500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 8%~18%), 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】 本品为深黄棕色至黑褐色的颗粒; 气微, 味淡。

【鉴别】 取本品适量, 研细, 取 0.5g, 加水 20ml 使溶解, 用乙醚振摇提取 3 次, 每次 15ml, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取蚕沙对照药材 2g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液浓缩至 20ml, 用乙醚振摇提取 3 次, 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 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-乙酸乙酯-乙酸(9.5:0.25:0.25)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

【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 取蚕沙对照药材 0.2g, 置氨基酸水解管中, 加 6mol/L 盐酸溶液 10ml, 密塞, 150℃中水解 3 小时, 放冷, 摆匀, 滤过, 用水 10ml 分次洗涤氨基酸水解管和滤纸, 滤过, 合并滤液, 蒸干, 残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液使溶解, 并转移至 25ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摆匀, 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, 作为甘氨酸、丙氨酸、脯氨酸、苯丙氨酸对照品参照物溶液。再取苏氨酸对照品、缬氨酸对照品适量, 精密称定, 加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含苏氨酸 50 μ g、缬氨酸 100 μ g 的混合溶液, 作为苏氨酸、缬氨酸对照品参照物溶液。

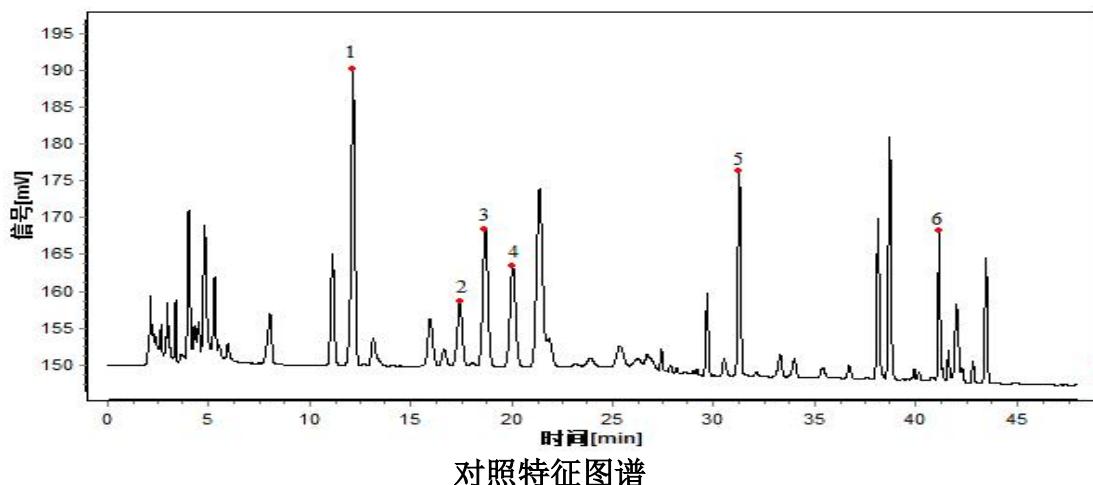
供试品溶液的制备 同(含量测定)项。

量取上述参照物溶液和供试品溶液各 5ml, 分别置 25ml 量瓶中, 各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯(PITC)的乙腈溶液 2.5ml 和 1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 2.5ml, 摆匀, 室温放置 1 小时后, 用 50%乙腈稀释至刻度, 摆匀。取 10ml, 加正己烷 10ml, 振摇, 放置 10 分钟, 取下层溶液, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取衍生化的参照物溶液与供试品溶液各 5 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，且应分别与相應对照品參照物峰保留时间相对应。



峰 1：甘氨酸；峰 2：苏氨酸；峰 3：丙氨酸；峰 4：脯氨酸；峰 5：缬氨酸；峰 6：苯丙氨酸

色谱柱：Kromasil 100-5 C18, 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 7.5%。

【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-0.1mol/L 醋酸钠溶液（用醋酸调节 pH 值至 6.5）（7：93）的混合溶液为流动相 A，以乙腈-水（4：1）的混合溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 35°C；检测波长为 254nm。理论板数按丙氨酸峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~9	100→97	0→3
9~22	97	3
22~23	97→83	3→17
23~32	83→82	17→18
32~38	82→70	18→30
38~45	70→66	30→34
45~47	66→0	34→100
47~55	0	100

对照品溶液的制备 取甘氨酸对照品、丙氨酸对照品、脯氨酸对照品、苯丙氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含甘氨酸 40μg、丙氨酸 35μg、脯氨酸 35μg、苯丙氨酸 25μg 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, 置氨基酸水解管中, 加 6mol/L 盐酸溶液 10ml, 密塞, 150℃ 中水解 3 小时, 放冷, 滤过, 用水 10ml 分次洗涤氨基酸水解管和滤纸, 滤过, 合并滤液, 蒸干, 残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液使溶解, 并转移至 25ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摆匀, 即得。

精密量取上述对照品溶液和供试品溶液各 5ml, 分别置 25ml 量瓶中, 各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯 (PITC) 的乙腈溶液 2.5ml, 1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 2.5ml, 摆匀, 室温放置 1 小时后, 用 50% 乙腈稀释至刻度, 摆匀。精密量取 10ml, 加正己烷 10ml, 振摇, 放置 10 分钟, 取下层溶液, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取衍生化后的对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含甘氨酸 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$)、丙氨酸 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$)、脯氨酸 ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_2$) 和苯丙氨酸 ($\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$) 总量应为 11.0mg~40.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.5g

【贮藏】 密封。

炒冬瓜子配方颗粒(试行)

Chaodongguazi Peifangkeli

【来源】 本品为葫芦科植物冬瓜 *Benincasa hispida* (Thunb.) Cogn. 的干燥成熟种子经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取炒冬瓜子饮片 1000g, 破碎后加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 4%~7%)，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】 本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微甜。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.3g，加稀乙醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取冬瓜子对照药材 1.6g，同法制成对照药材溶液。再取精氨酸对照品、瓜氨酸对照品，分别加稀乙醇制成每 1ml 含 0.3mg 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，吸取供试品溶液及对照药材溶液各 5~10μl，对照品溶液各 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-无水乙醇-冰醋酸-水(16:5:4:6) 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；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 1.8μm)；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；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 30℃；检测波长为 264nm。理论板数按槲皮素峰计应不得低于 10000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~4	0	100
4~20	0→5	100→95
20~40	5→16	95→84
40~50	16→20	84→80
50~55	20→40	80→60

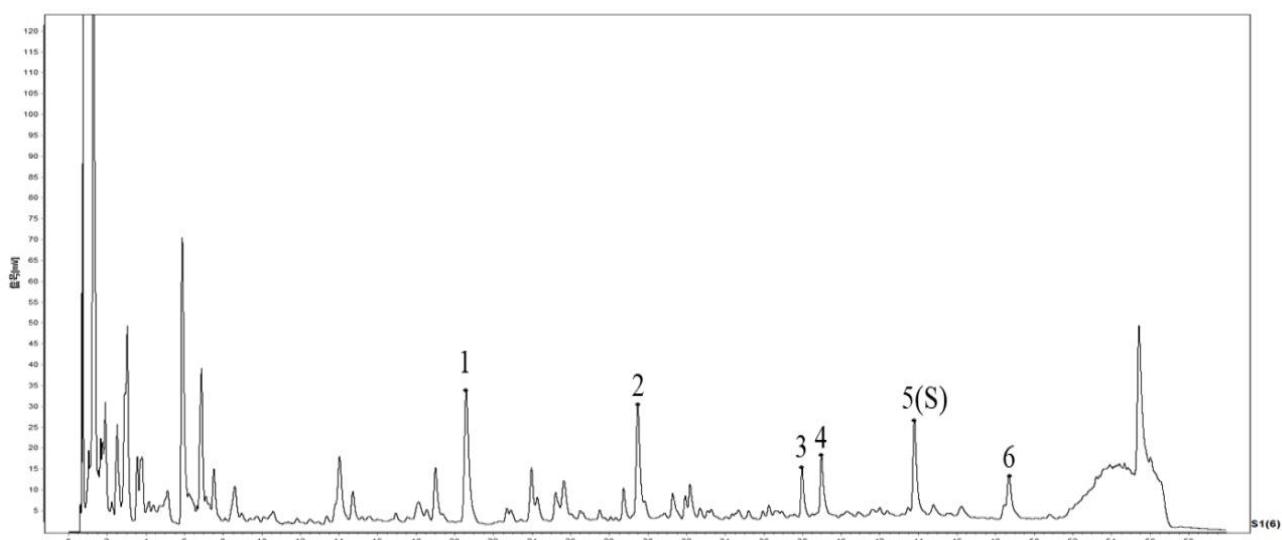
参照物溶液的制备 取槲皮素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。取冬瓜子对照药材 1g，加入 70% 甲醇 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液，蒸干，残渣加入甲醇 10ml 和槲皮素对照品溶液 2ml，超声处理(功率

300W, 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。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取 1g, 加入甲醇 20ml 和槲皮苷对照品溶液 1ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 5ml 使溶解, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 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 个特征峰相对应, 其中峰 5 应与槲皮苷对照品参照物峰相对应, 与槲皮苷参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为: 0.48 (峰 1) 、0.67 (峰 2) 、0.86 (峰 3) 、0.89 (峰 4) 、1.11 (峰 6) 。



对照特征图谱

峰 5 (S) : 槲皮苷

色谱柱: HSS T3, 2.1mm×100mm, 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 9.0%。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。

炒谷芽配方颗粒(试行)

Chaoguya Peifangkeli

【来源】 本品为禾本科植物粟 *Setaria italic* (L.) Beauv. 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】 取炒谷芽饮片 5900g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 9.0%~16.9%), 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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒; 气微, 味甘。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加水 30ml、盐酸 2ml, 80℃加热水解 1 小时, 放冷, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙酸乙酯液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取谷芽对照药材 1g, 加水 30ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液加盐酸 2ml, 自“80℃加热水解 1 小时”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 4μl, 分别点于同一硅胶 G 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(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 至少显一个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 150mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.8μm); 以乙腈为流动相 A, 以 0.25% 磷酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.2ml; 柱温为 30~35℃; 检测波长为 220nm。理论板数按酪氨酸峰计算应不低于 10000。

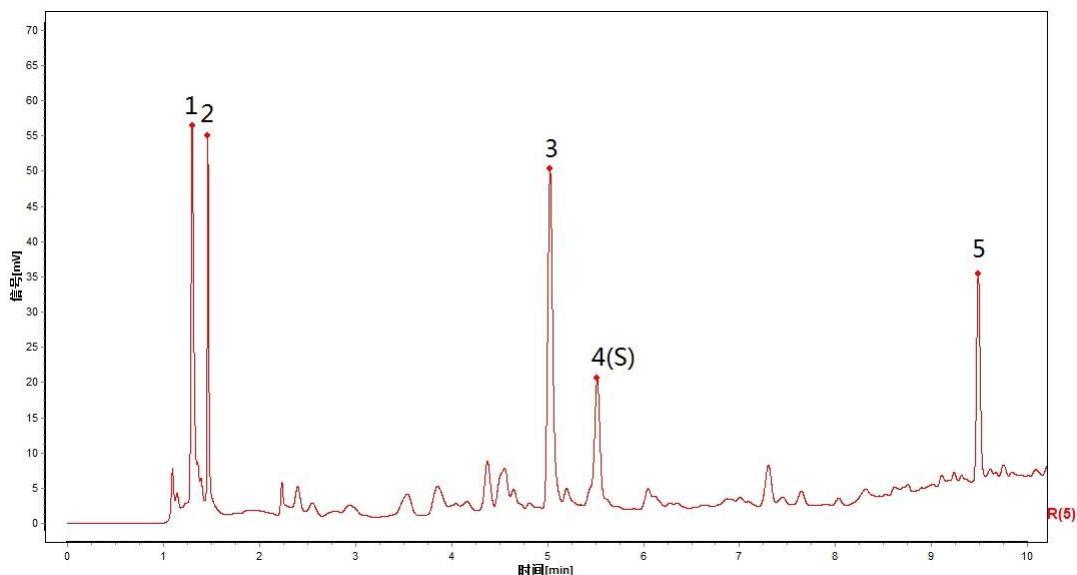
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~5	0→10	100→90
5~10	10→35	90→65
10~15	35→90	65→10
15~18	90→0	10→100
18~25	0	100

参照物溶液的制备 取酪氨酸对照品适量, 精密称定, 加稀盐酸适量使溶解, 再加水制成每 1ml 含 50μg 的溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取 0.5g, 加 50% 甲醇 25ml, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 $1\mu\text{l}$ ，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，其中与酪氨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：0.23（峰 1）、0.26（峰 2）、0.93（峰 3）、1.68（峰 5）。



对照特征图谱

峰 4 (S): 酪氨酸

色谱柱: HSS T3, $2.1\text{mm}\times 100\text{mm}$, $1.8\mu\text{m}$

【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）。

【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 以氨基键合硅胶为填充剂（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 $5\mu\text{m}$ ）；以乙腈-水（75:25）为流动相；蒸发光散射检测器检测。理论板数按蔗糖峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取蔗糖对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含 $100\mu\text{g}$ 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 80mg ，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10% 乙醇 15ml ，称定重量，超声处理（功率 250W ，频率 40kHz ）30 分钟，放冷，再称定重量，用 10% 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 $5\mu\text{l}$ 、 $10\mu\text{l}$ ，供试品溶液 $10\mu\text{l}$ ，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1g 含蔗糖（ $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ）应为 $10.3\text{mg}\sim 37.6\text{mg}$ 。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.9g

【贮藏】 密封。

炒建曲配方颗粒(试行)

Chaojianqu Peifangkeli

【来源】 本品为辣子草、苍耳草等二十三味的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】 取炒建曲饮片 2200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 23%~36%），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】 本品为灰黄色至灰褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 (1) 取本品 3g，研细，加甲醇 100ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml，加热使溶解，滤过，滤液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 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取青蒿对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，自“加乙酸乙酯振摇提取 2 次”起，同法制成对照药材溶液。再取橙皮苷对照品，加甲醇制成饱和溶液，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品溶液各 5 μ l，对照药材溶液 1 μ l，分别点于同一用 0.5% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（100：17：13）为展开剂，展开，展距约 4cm，取出，晾干；再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水（20：10：1：1）的上层溶液为展开剂，展开，展距约 8cm，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。喷以 1% 三氯化铝乙醇溶液，置紫外光（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。

(2) 取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用乙醚振摇提取两次，每次 20ml，弃去乙醚液，再用乙酸乙酯振摇提取两次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取柚皮苷对照品，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 15 μ l，对照品溶液 1 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以三氯甲烷-甲醇-丙酮-甲酸（20：3.5：1.5：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5% 三氯化铝乙醇溶液，在 105℃ 加热约 2 分钟，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 1.7μm）；以甲醇-乙腈（1:1）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 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 300nm。理论板数按水合氧化前胡素峰计算应不低于 5000。

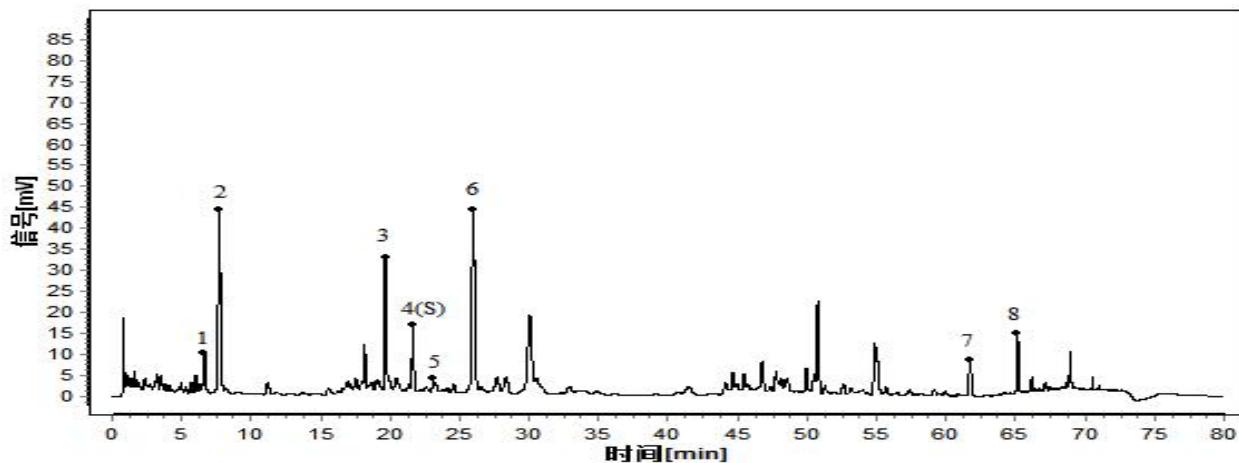
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	16→18	84→82
12~13	18→28	82→72
13~18	28→30	72→70
18~40	30	70
40~41	30→42	70→58
41~60	42→56	58→44
60~65	56→90	44→10
65~70	90	10

参照物溶液的制备 取建曲对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 乙醇 20ml，超声处理（功率 300W，频率 45kHz）30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 20ml，合并二氯甲烷液，低温蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，即得。另取东莨菪内酯对照品、甘草素对照品、水合氧化前胡素对照品、柚皮素对照品、和厚朴酚对照品、厚朴酚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 100 μg 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 1g，置具塞锥形瓶中，加 70% 乙醇 20ml，超声处理（功率 300W，频率 45kHz）30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 20ml，合并二氯甲烷液，低温蒸干，残渣加甲醇 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和供试品溶液各 2 μl，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峰中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 3、峰 4、峰 6、峰 7、峰 8 应分别与相对应对照品参照物峰保留时间相对应；与水合氧化前胡素参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 5 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 ±10% 范围之内，规定值为 1.07（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：东莨菪内酯；峰 3：甘草素；峰 4(S)：水合氧化前胡素；峰 6：柚皮素；峰 7：和厚朴酚；峰 8：厚朴酚

色谱柱：BEH C18, 2.1mm×100mm, 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】 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 6.0%。

【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~1.9 μ m）；以乙腈-水（17:83）为流动相；柱温为 30℃；流速为每分钟 0.40ml；检测波长为 283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 85 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 45kHz）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 含橙皮苷（C₂₈H₃₄O₁₅）应为 0.60mg~3.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.2g

【贮藏】 密封。

当归尾配方颗粒(试行)

Dangguiwei Peifangkeli

【来源】 本品为伞形科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取当归尾饮片约 1500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 33.4%~51.7%), 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, 味甘、微苦。

【鉴别】 (1) 取本品适量, 研细, 取 1g, 加水 20ml 使溶解, 用乙醚提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取当归尾对照药材 2g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液浓缩至 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, 吸取上述两种溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯(1:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

(2) 取本品适量, 研细, 取 1g, 加 1% 碳酸氢钠溶液 50ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液用稀盐酸调节 pH 值至 2~3, 用乙醚振摇提取 3 次(20ml, 15ml, 15ml), 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取当归尾对照药材 2g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 自“加 1% 碳酸氢钠溶液 50ml”起, 同法制成对照药材溶液。再取阿魏酸对照品, 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, 吸取上述三种溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(4:1:1:0.1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品谱中, 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(柱长为 100mm, 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; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 30°C; 检测波长为 270nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
--------	----------	----------

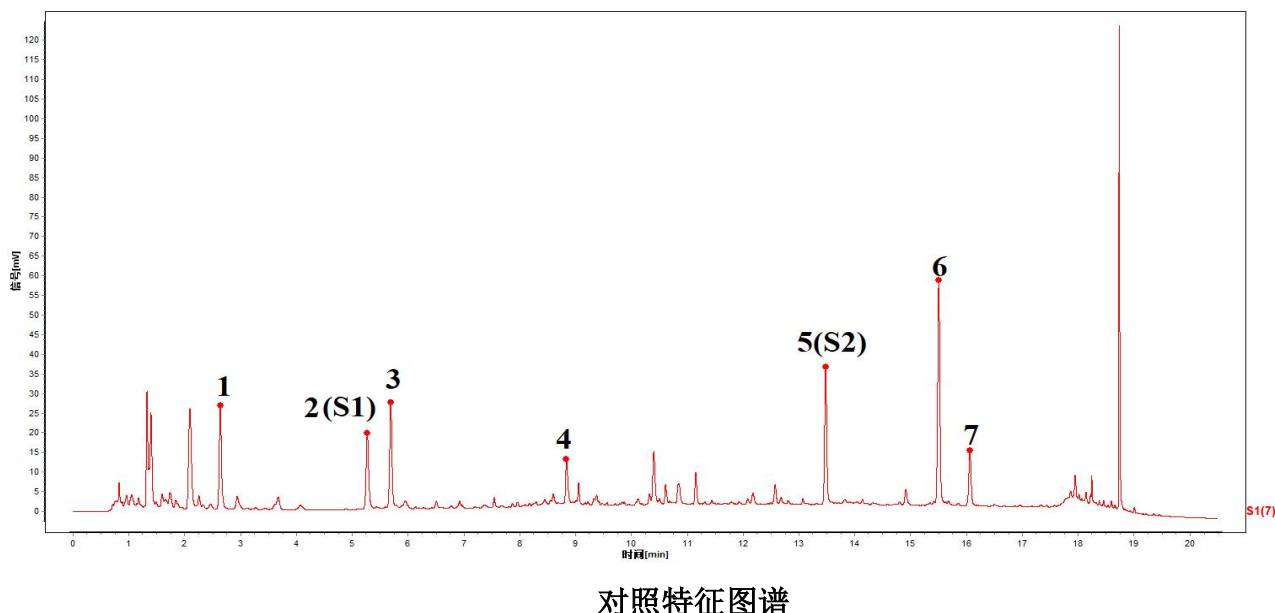
0~3	0	100
3~5	0→4	100→96
5~16	4→30	96→70
16~17	30→100	70→0
17~20	100	0

参照物溶液的制备 取当归尾对照药材 0.4g, 置具塞锥形瓶中, 加水 25ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 60 分钟, 放冷, 摆匀, 静置, 取上清液离心, 滤过, 取续滤液作为对照药材参照物溶液。另取腺苷对照品、色氨酸对照品、阿魏酸对照品适量, 精密称定, 置棕色量瓶中, 加 70% 甲醇制成每 1ml 含腺苷 20μg、色氨酸 20μg、阿魏酸 12μg 的混合溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加水 25ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 10 分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2μl, 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 4 和峰 5 应分别与相对对照品参照物色谱峰保留时间相对应。与腺苷对照品参照物相应的峰为 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: 0.51 (峰 1)、1.08 (峰 3); 与阿魏酸对照品参照物相应的峰为 S2 峰, 计算峰 6、峰 7 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: 1.15 (峰 6)、1.19 (峰 7)。



峰 1: 尿苷; 峰 2 (S1) : 腺苷; 峰 3: 鸟苷; 峰 4: 色氨酸; 峰 5 (S2) : 阿魏酸; 6: 洋川芎内酯 I;

峰 7: 洋川芎内酯 H

色谱柱: CORTECS UPLC T3, 2.1mm×100mm, 1.6μm

【检查】 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 5mg/kg；镉不得过 1mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 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）。

【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 30.0%。

【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 2.1mm，粒径 1.7μm）；以乙腈-0.085% 磷酸溶液（17:83）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 316nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取阿魏酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 9μg 的对照品溶液，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，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 含阿魏酸（C₁₀H₁₀O₄）应为 0.50mg~1.70mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。

豆蔻（爪哇白豆蔻）配方颗粒（试行）

Doukou (Zhaowabaidoukou) Peifangkeli

【来源】 本品为姜科植物爪哇白豆蔻 *Amomum compactum* Soland ex Maton 的干燥成熟果实在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】 取豆蔻（爪哇白豆蔻）饮片 4000g，加水煎煮，同时收集挥发油适量（以 β -环糊精适量包合，备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.6%~12.3%），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】 本品为棕色至棕褐色的颗粒；气香，味辛凉、微苦。

【鉴别】 取本品 10g，研细，置圆底烧瓶中，加水 200ml，连接挥发油测定器，自测定器上端加水使充满刻度部分，并溢流入烧瓶为止，加正己烷 3ml，连接回流冷凝管，加热至微沸，并保持 2 小时，放冷，取正己烷液，作为供试品溶液。另取豆蔻（爪哇白豆蔻）对照药材 5g，同法制成对照药材溶液。再取桉油精对照品适量，加正己烷制成每 1ml 含 25mg 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 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯（15:5:0.5）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；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。理论板数按桉油精峰计算应不低于 5000。

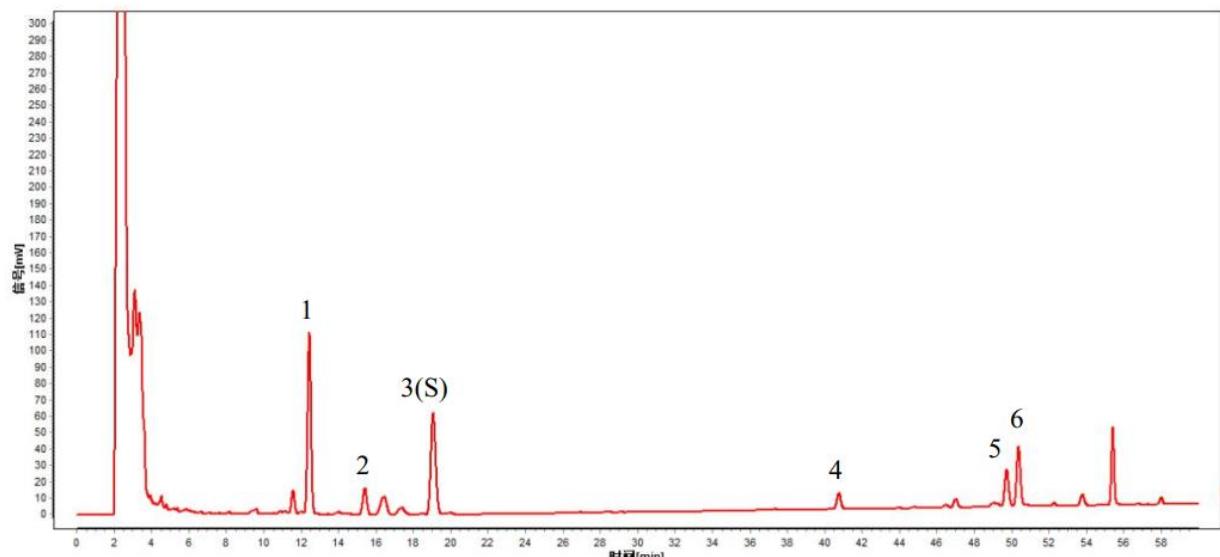
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	49	51
15~60	49→95	51→5

参照物溶液的制备 取豆蔻（爪哇白豆蔻）对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加甲醇 25ml，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）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 20 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 应与桉油精对照品参照物峰保留时间相对应。与桉油精参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10% 范围之内，规定值为：0.65（峰 1）、0.81（峰 2）、2.14（峰 4）、2.61（峰 5）、2.64（峰 6）。



对照特征图谱

峰 3 (S)：桉油精

【检查】 除溶化性外，其余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 3g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 4.0%。

【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（52：48）为流动相；检测波长为 192nm。理论板数按桉油精峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取桉油精对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 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 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，离心 5 分钟（离心速度 12000r/min），滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含桉油精（C₁₀H₁₈O）应为 30.0mg~100.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。

煅磁石配方颗粒(试行)

Duancishi Peifangkeli

【来源】 本品为氧化物类矿物尖晶石族磁铁矿(主含四氧化三铁(Fe_3O_4))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】 取煅磁石饮片12500g,加水煎煮,滤过(干浸膏出膏率为0.1%~1.0%),加入辅料适量,混匀,浓缩成清膏,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】 本品为浅灰色至灰色的颗粒;气微,味淡。

【鉴别】 取本品适量,研细,取0.1g,加盐酸10ml,振摇使溶解,静置。

(1) 取上清液,滴加亚铁氰化钾试液,即生成深蓝色沉淀;沉淀在稀盐酸中不溶,离心,取沉淀,加入氢氧化钠试液,搅匀,即生成黄棕色沉淀。

(2) 取上清液,滴加硫氰酸铵试液,即显血红色。

【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】 取本品适量,研细,取约0.5g,精密称定,置锥形瓶中,加盐酸15ml与25%氟化钾溶液3ml,盖上表面皿,加热至微沸,滴加6%氯化亚锡溶液^[1],不断振摇,待分解完全,瓶底仅留白色残渣时,取下,用少量水洗涤表面皿及瓶内壁,趁热滴加6%氯化亚锡溶液至显浅黄色(如氯化亚锡加过量,可滴加高锰酸钾试液至显浅黄色),加水100ml与25%钨酸钠溶液^[2]15滴,并滴加1%三氯化钛溶液^[3]至显蓝色,再小心滴加重铬酸钾滴定液(0.01667mol/L)至蓝色刚好褪尽,立即加硫酸-磷酸-水(2:3:5)10ml与二苯胺磺酸钠指示液20滴,用重铬酸钾滴定液(0.01667mol/L)滴定至溶液显稳定的蓝紫色。每1ml重铬酸钾滴定液(0.01667mol/L)相当于5.585mg的铁(Fe)。

本品每1g含铁(Fe)应为5.0mg~60.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片12.5g

【贮藏】 密封。

注: [1] 6%氯化亚锡溶液 取氯化亚锡6g,加盐酸20ml,加热使溶解,放冷,加水定容至100ml,摇匀,即得。

[2] 25%钨酸钠溶液 取钨酸钠25g,加磷酸2ml,加水定容至100ml,摇匀,即得。

[3] 1%三氯化钛溶液 取三氯化钛溶液适量,加盐酸2ml,加水稀释至100ml,即得,本液含三氯化钛应为1%。

煅牡蛎（近江牡蛎）配方颗粒（试行）

Duanmuli(Jinjiangmuli) Peifangkeli

【来源】 本品为牡蛎科动物近江牡蛎*Ostrea rivularis* Gould的贝壳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】 取煅牡蛎（近江牡蛎）饮片12500g，加水煎煮，滤过（干浸膏出膏率为1%~5%），加入辅料适量，混匀，浓缩成清膏，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】 本品为类白色至黄色的颗粒；气微，味微咸。

【鉴别】 (1) 取本品0.2g，研细，加稀盐酸，产生气泡。

(2) 取本品1g，研细，加稀盐酸5ml，待溶解后，滤过，滤液显钙盐（中国药典2020年版通则0301）的鉴别反应。

(3) 取本品1g，研细，加稀盐酸15ml，即产生大量气泡，超声处理30分钟，用氢氧化钠试液调节pH值至12，静置10分钟，离心，取沉淀置水解管中，加6mol/L盐酸10ml，150℃水解1小时，放冷，离心，取上清液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取牡蛎（近江牡蛎）对照药材1g，加水50ml，加热回流30分钟，趁热用纱布滤过，滤液蒸干，残渣加稀盐酸15ml，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2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水-丙酮-无水乙醇-0.5%茚三酮丙酮溶液（40：14：12：5：4：4）为展开剂，展开，取出，晾干，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 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）测定，铅不得过5mg/kg；镉不得过1mg/kg；砷不得过2mg/kg；汞不得过0.2mg/kg；铜不得过20mg/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）。

【含量测定】 取本品适量，研细，取约0.1g，精密称定，置锥形瓶中，精密加入稀盐酸10ml，称定重量，加热使溶解，放冷，再称定重量，用稀盐酸补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，加水20ml与甲基红指示剂1滴，滴加10%氢氧化钾溶液至溶液显浅黄色，继续多加5ml，再加钙黄绿素指示剂少

量，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而显橙色，记录所消耗乙二胺四醋酸二钠滴定液的体积，计算，即得。每1ml乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）相当于5.004mg的碳酸钙（CaCO₃）。

本品每1g含碳酸钙（CaCO₃）应为130.0mg~500.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片12.5g

【贮藏】 密封。

煅瓦楞子（毛蚶）配方颗粒(试行)

Duanwalengzi (Maohan) Peifangkeli

【来源】 本品为蚶科动物毛蚶 *Arca subcrenata* Lischke 的贝壳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】 取煅瓦楞子（毛蚶）饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 0.8%~1.5%），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】 本品为白色至灰白色的颗粒；气微，味微咸。

【鉴别】 碳酸盐 取本品，研细，取约 2g，加稀酸 10ml，即泡沫，产生大量气体，显碳酸盐鉴别（1）反应（《中国药典》2020 年版四部通则 0301）。

【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 年版四部通则 0104）。

【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 10ml，加热使溶解，加水 20ml 与甲基红指示液 1 滴，滴加 10% 氢氧化钠溶液至溶液显黄色，继续多加 10ml，再加钙黄绿素指示剂少量，用乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）滴定至溶液黄绿色荧光消失而显橙色。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）相当于 5.004mg 的碳酸钙（CaCO₃）。

每 1g 含碳酸钙（CaCO₃）应为 30mg~120mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 15g

【贮藏】 密封。

煅自然铜配方颗粒(试行)

Duanzirantong Peifangkeli

【来源】 本品为硫化物类矿物黄铁矿族黄铁矿自然铜(主含二硫化铁(FeS_2))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】 取煅自然铜饮片1250g,加水煎煮,滤过(干浸膏出膏率为2%~6%),加入辅料适量,浓缩成清膏,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】 本品为黑褐色至黑色的颗粒;气微,味特异。

【鉴别】 取本品适量,研细,取0.1g,加稀盐酸5ml,加热使溶解,静置,上清液显铁盐(中国药典2020年版通则0301)的鉴别反应。

【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】 取本品适量,研细,约0.25g,精密称定,置瓷坩埚中,在650℃灼烧约30分钟,取出,放冷,将灼烧物转移至锥形瓶中,加盐酸15ml与25%氟化钾溶液3ml,盖上表面皿,加热至微沸,滴加6%氯化亚锡溶液^[1],不断振摇,待分解完全,瓶底仅留白色残渣时,用少量水洗涤表面皿及瓶内壁,趁热滴加6%氯化亚锡溶液至显浅黄色(如氯化亚锡加过量,可滴加高锰酸钾试液至显浅黄色),加水100ml与25%钨酸钠溶液^[2]15滴,并滴加1%三氯化钛溶液^[3]至显蓝色,再小心滴加重铬酸钾滴定液(0.01667mol/L)至蓝色刚好褪尽,立即加硫酸-磷酸-水(2:3:5)10ml与0.5%二苯胺磺酸钠溶液10滴,用重铬酸钾滴定液(0.01667mol/L)滴定至溶液显稳定的蓝紫色。每1ml重铬酸钾滴定液(0.01667mol/L)相当于5.585mg的铁(Fe)。

本品每1g含铁(Fe)应为80.0mg~465.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片12.5g

【贮藏】 密封。

注: [1] 6%氯化亚锡溶液 取氯化亚锡6g,加盐酸20ml,加热使溶解,放冷,加水定容至100ml,摇匀,即得。

[2] 25%钨酸钠溶液 取钨酸钠25g,加水使溶解后,加磷酸2ml,加水定容至100ml,摇匀,即得。

[3] 1%三氯化钛溶液 取三氯化钛溶液适量，加盐酸 2ml，加水稀释至 100ml，即得，本液含三氯化钛应为 1%。

粉萆薢配方颗粒（试行）

Fenbixie Peifangkeli

【来源】 本品为薯蓣科植物粉背薯蓣 *Dioscorea hypoglauca* Palibin 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】 取粉萆薢饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9%~16%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用水饱和正丁醇振摇提取 2 次，每次 10ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取粉萆薢对照药材 0.5g，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 2~5 μ l、对照药材溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13:7:2）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，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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。

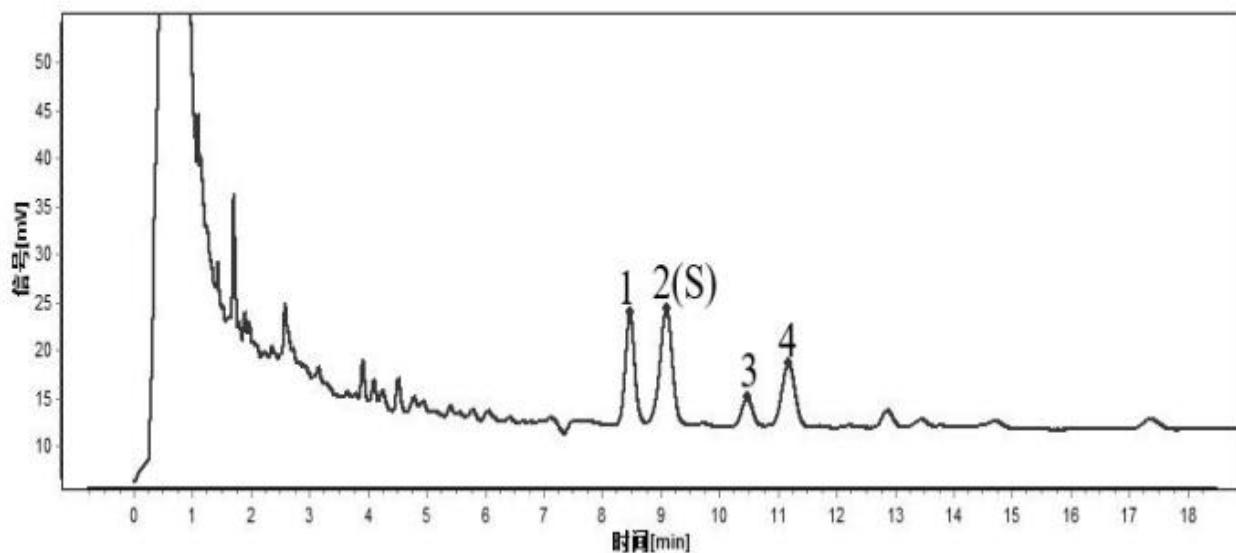
参照物溶液的制备 取粉萆薢对照药材 1g，加 70% 乙醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，离心，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取（含量测定）项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

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，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 4 应分别与相对对照品参照物峰保留时间相对应。与原薯蓣皂苷对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、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±10%范围之内，规定值为：0.93（峰1）、1.14（峰3）。



对照特征图谱

峰2(S)：原薯蓣皂苷；峰4：原纤细薯蓣皂苷

色谱柱：SB-Aq RRHD, 2.1mm×100mm, 1.8μm

【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（柱长为100mm，内径为2.1mm，粒径为1.8μm）；以乙腈-水（23:77）为流动相；流速为每分钟0.35ml；柱温为40℃；检测波长为203nm。理论板数按原薯蓣皂苷峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取原薯蓣皂苷对照品、原纤细薯蓣皂苷对照品适量，精密称定，加30%乙醇制成每1ml含原薯蓣皂苷0.3mg、原纤细薯蓣皂苷0.15mg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.6g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入30%乙醇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%乙醇补足减失的重量，摇匀，离心，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含原薯蓣皂苷（ $C_{51}H_{84}O_{22}$ ）和原纤细薯蓣皂苷（ $C_{51}H_{84}O_{23}$ ）的总量应为6.0mg～30.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片6g

【贮藏】 密封。

茯神配方颗粒(试行)

Fushen Peifangkeli

【来源】 本品为多孔菌科真菌茯苓 *Poria cocos* (Schw.) Wolf 的干燥菌核中间抱有松根的白色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】 取茯神饮片 7500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 6.7%~9.5%), 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】 本品为类白色至灰白色的颗粒; 气微, 味淡。

【鉴别】 取本品 3g, 研细, 加乙醚 50ml, 超声处理 10 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取茯神对照药材 1g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 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, 以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20:5:0.5) 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。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; 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 320nm。理论板数按原儿茶醛峰计算应不低于 8000。

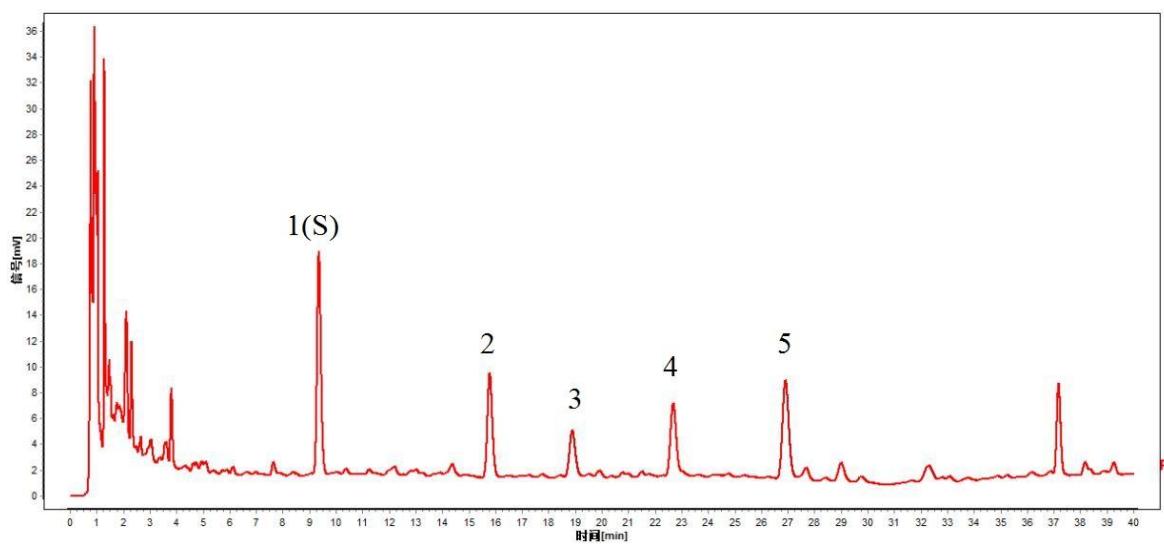
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~3	5	95
3~24	5→13	95→87
24~29	13	87
29~40	13→20	87→80

参照物溶液的制备 取茯神对照药材 10g, 加水 120ml, 煎煮 2.5 小时, 滤过, 残渣加水 100ml, 再次煎煮 1.5 小时, 滤过, 合并滤液, 蒸干, 残渣加 20% 甲醇 10ml, 超声处理(功率 300W, 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。另取原儿茶醛对照品适量, 精密称定, 加 20% 甲醇制成每 1ml 含 4 μ g 的溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入20%甲醇10ml，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20%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各5μl，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，除峰4、峰5外，其它3个特征峰应与对照药材参照物色谱中的3个特征峰保留时间相对应，其中峰1应与原儿茶醛对照品参照物峰保留时间相对应。与原儿茶醛参照物峰相对应的峰为S峰，计算各特征峰与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：1.69（峰2）、2.02（峰3）、2.43（峰4）、2.90（峰5）。



对照特征图谱

峰1(S)：原儿茶醛

【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3g，精密称定，精密加入乙醇100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典2020年版通则2201）项下的热浸法测定，不得少于12.0%。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片7.5g

【贮藏】 密封。

龟甲胶配方颗粒(试行)

Guijiajiao Peifangkeli

【来源】 本品为龟甲经水煎煮、浓缩制成的固体胶按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取龟甲胶 900g，加水煎煮溶化，滤过（干浸膏出膏率为 73%~100%），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；气微腥，味微甜。

【鉴别】 (1) 取本品适量，研细，取 0.5g，加 75% 甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取龟甲胶对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取甘氨酸对照品，加 75% 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 9 μ l、对照药材溶液和对照品溶液各 5 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（4:1:1:1）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。

(2) 取本品适量，研细，取 0.1g，加 1% 碳酸氢铵溶液 50ml，超声处理 30 分钟，用微孔滤膜滤过，取续滤液 100 μ l，置微量进样瓶中，加胰蛋白酶溶液 10 μ l（取序列分析用胰蛋白酶，加 1% 碳酸氢铵溶液制成每 1ml 中含 1mg 的溶液，临用时配制），摇匀，37℃ 恒温酶解 12 小时，作为供试品溶液。另取龟甲胶对照药材 0.1g，同法制成对照药材溶液。照高效液相色谱法-质谱法（中国药典 2020 年版通则 0512 和通则 0431）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~1.9 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；流速为每分钟 0.3ml。采用质谱检测器，电喷雾正离子模式（ESI⁺），进行多反应监测（MRM），选择质荷比（m/z）631.3（双电荷）→546.4 和 631.3（双电荷）→921.4 作为检测离子对。取龟甲胶对照药材溶液，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(%)
0~25	5→20	95→80
25~40	20→50	80→50

吸取供试品溶液 5 μ l，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定。以质荷比 (m/z) 631.3 (双电荷) \rightarrow 546.4 和 (m/z) 631.3 (双电荷) \rightarrow 921.4 离子对提取的供试品离子流色谱中，应同时呈现与对照药材色谱保留时间一致的色谱峰。

【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。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1mol/L 醋酸钠溶液（用醋酸调节 pH 值至 6.5）（7:93）为流动相 A；以乙腈-水（4:1）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 43℃；检测波长为 254nm。理论板数按 L-羟脯氨酸峰计算应不低于 4000。

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

对照品溶液的制备 取 L-羟脯氨酸对照品、甘氨酸对照品、丙氨酸对照品、脯氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含 L-羟脯氨酸 70 μ g、甘氨酸 0.14mg、丙氨酸 60 μ g、脯氨酸 70 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液 20ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀。精密量取 2ml，置 5ml 安瓿中，加盐酸 2ml，150℃ 水解 1 小时，放冷，移至蒸发皿中，用水 10ml 分次洗涤，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解，转移至 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，即得。

精密量取上述对照品溶液和供试品溶液各 5ml，分别置 25ml 量瓶中，各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯（PITC）的乙腈溶液 2.5ml，1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 2.5ml，摇匀，室温放置 1 小时后，加 50% 乙腈至刻度，摇匀。取 10ml，加正己烷 10ml，振摇，放置 10 分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取衍生化后的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L-羟脯氨酸($C_5H_9NO_3$)应为46.0mg~103.0mg;含甘氨酸($C_2H_5NO_2$)应为98.0mg~220.0mg;含丙氨酸($C_3H_7NO_2$)应为45.0mg~101.0mg;含脯氨酸($C_5H_9NO_2$)应为51.0mg~115.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片0.9g

【贮藏】 密封。

鬼箭羽配方颗粒(试行)

Guijianyu Peifangkeli

【来源】 本品为卫矛科植物卫矛 *Euonymus alatus* (Thunb.) Sisb. 的干燥带翅的枝或翅状物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】 取鬼箭羽饮片 20000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 1%~4%) , 干燥, 加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味苦涩。

【鉴别】 取本品 0.5g, 研细, 加水 25ml 使溶解, 加盐酸 3ml, 在 90℃ 水浴中加热回流 30 分钟, 立即冷却, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙酸乙酯液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取槲皮素对照品, 加乙醇制成每 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, 吸取上述两种溶液各 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯(水饱和) - 甲酸乙酯 - 甲酸(5:4:1) 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 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 0.2% 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 0.4ml; 柱温为 30℃; 检测波长为 254nm。理论板数按儿茶素峰计算应不低于 6000。

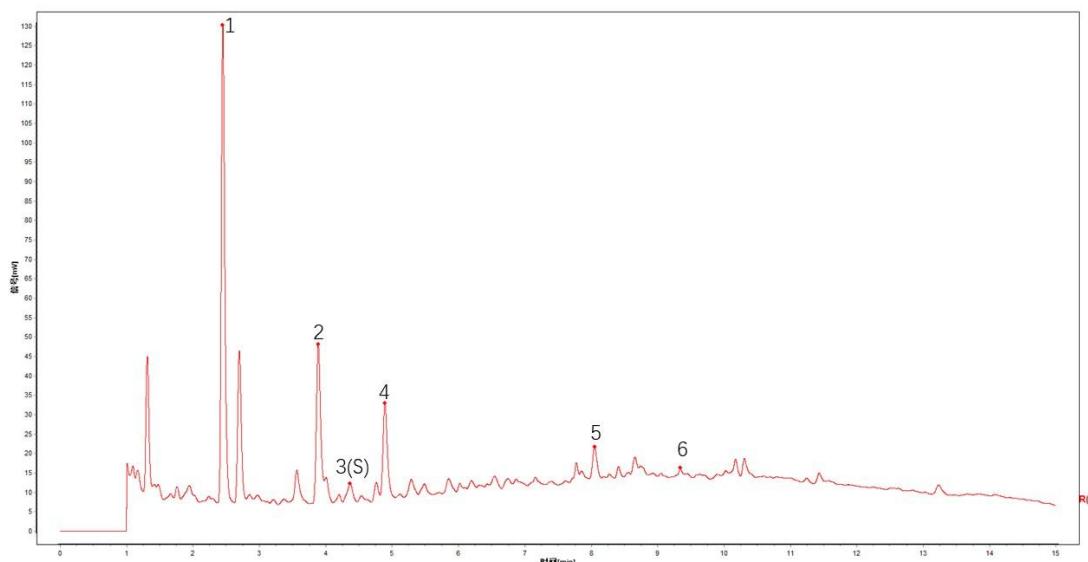
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~3	7→11	93→89
3~5	11→15	89→85
5~12	15→29	85→71
12~13	29→32	71→68
13~15	32→36	68→64
15~15.5	36→75	64→25

参照物溶液的制备 取鬼箭羽对照药材 2g, 加水 25ml, 加热回流 1 小时, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 70% 甲醇适量使溶解, 转移至 10ml 量瓶中, 加 70% 甲醇稀释至刻度, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取儿茶素对照品适量, 精密称定, 加

70%甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取0.2g，置具塞锥形瓶中，加70%甲醇20ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，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6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应，与儿茶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：0.56（峰1）、0.89（峰2）、1.11（峰4）、1.83（峰5）、2.12（峰6）。



对照特征图谱

峰3(S)：儿茶素

色谱柱：HSS T3，2.1mm \times 100mm，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，用乙醇做溶剂，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）；以甲醇-0.4%磷酸溶液（47:53）为流动相；流速为每分钟0.3ml；柱温为30℃；检测波长为360nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取槲皮素对照品、山柰素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含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 0.2mg，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-25%盐酸溶液（4:1）混合溶液 50ml，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含槲皮素（C₁₅H₁₀O₇）和山柰素（C₁₆H₁₂O₆）的总量应为 0.2mg~1.3mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g

【注意】 孕妇禁用。

【贮藏】 密封。

海风藤配方颗粒(试行)

Haifengteng Peifangkeli

【来源】 本品为胡椒科植物风藤 *Piper kadsura* (Choisy) Ohwi 的干燥藤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】 取海风藤饮片 7700g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 7.0%~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】 本品为棕色至棕褐色的颗粒; 气香, 味微苦、辛。

【鉴别】 取本品 2g, 研细, 加甲醇 30ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加无水乙醇 2ml 使溶解, 加入硅胶 G 3g, 混匀, 置水浴上挥干溶剂, 加于硅胶 G 柱(15g, 内径为 1.5~2cm) 上, 用环己烷-乙酸乙酯(1:1) 混合溶液 100ml 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加乙醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取海风藤对照药材 2g, 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 5μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-丙酮-甲醇(7:1:0.5) 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 100mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.8μm); 以乙腈为流动相 A, 以水为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.4ml; 柱温为 40°C; 检测波长为 254nm。理论板数按羌活醇峰计算应不低于 3000。

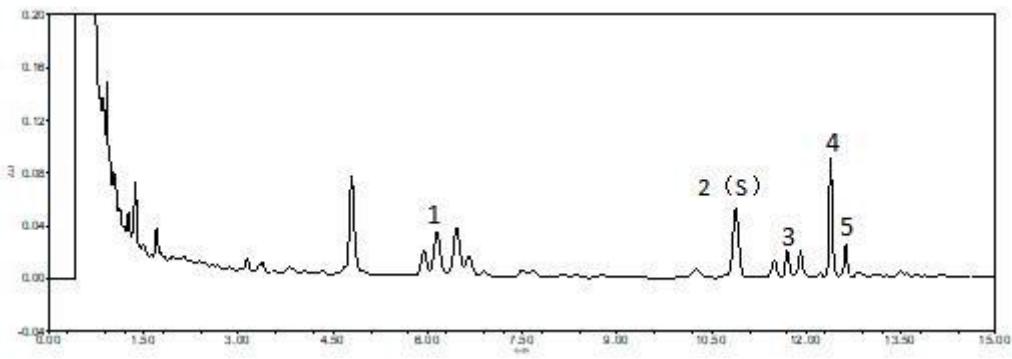
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~2	35→40	65→60
2~3	40	60
3~9	40→43	60→57
9~15	43→95	57→5

参照物溶液的制备 取羌活醇对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 25μg 的溶液, 作为内标参照物溶液。另取海风藤对照药材 1g, 加水 50ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液回收溶剂至干, 加内标参照物溶液 10ml, 密塞, 超声处理(功率 300W, 频率 40kHz) 30 分钟, 取出, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取1g，加内标参照物溶液10ml，密塞，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各2 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。与羌活醇内标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：0.57（峰1）、1.07（峰3）、1.14（峰4）、1.16（峰5）。



对照特征图谱

峰2 (S): 羌活醇

色谱柱: ACQUITY HSS-T3, 2.1mm×100mm, 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%。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片7.7g

【贮藏】 密封。

黑豆衣配方颗粒(试行)

Heidouyi Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物大豆 *Glycine max* (L.) Merr. 的干燥黑色种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。

【生产用饮片的炮制】 应按照《广东省中药材标准》(第三册)“黑豆衣”项下规定的方法炮制。

【制法】 取黑豆衣饮片 7000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 7.2%~14.0%), 加入辅料适量, 干燥(或干燥、粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为浅棕红色至棕红色的颗粒; 气微, 味淡。

【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。另取黑豆衣对照药材 2g, 加水 50ml, 煮沸 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 20ml, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 吸取上述两种溶液各 10μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲酸-2mol/L 盐酸 (85:6:9) 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 150mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.7μm); 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; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 30℃; 检测波长为 259nm。理论板数按大豆苷峰计算应不得低于 4000。

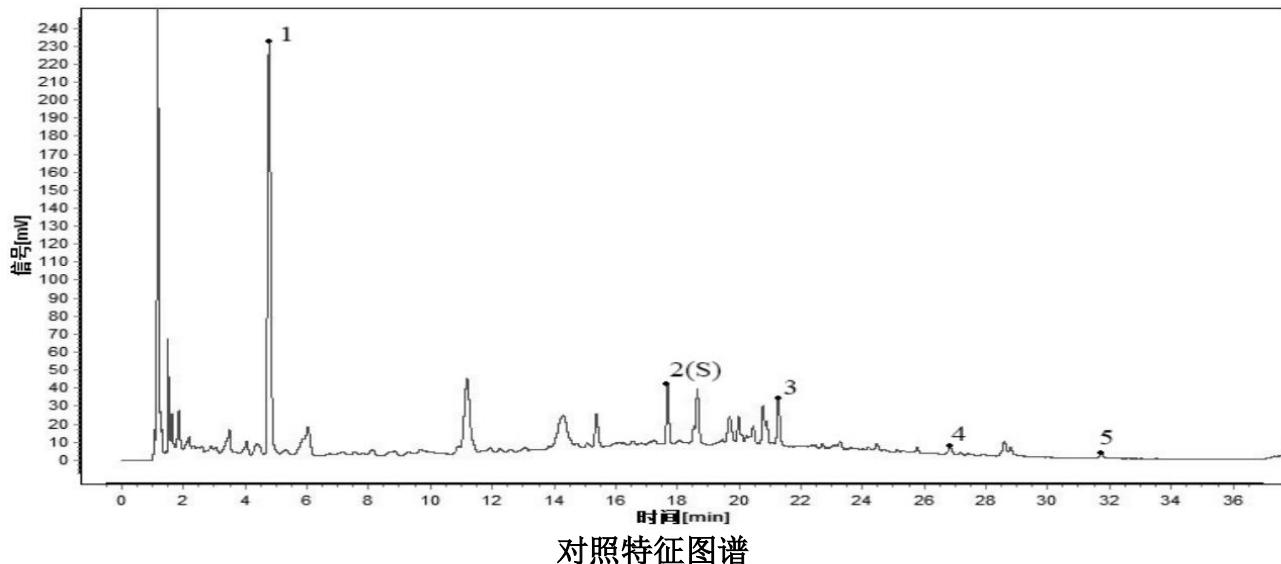
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	3→9	97→91
10~35	9→35	91→65
35~37	35→90	65→10

参照物溶液的制备 取黑豆衣对照药材 1g, 加水 50ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加入 80% 甲醇 25ml, 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。另取大豆苷对照品、大豆苷元对照品、染料木素对照品、原儿茶酸对照品适量, 加甲醇制成每 1ml 含大豆苷 15μg、大豆苷元 2μg、染料木素 1μg、原儿茶酸 15μg 的混合溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.2g，加 80% 甲醇 10ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）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 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，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 1、峰 2、峰 4、峰 5 应分别与相对对照品参照物峰保留时间相对应。与大豆昔参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 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：1.22（峰 3）。



对照特征图谱

峰 1：原儿茶酸；峰 2(S)：大豆昔；峰 4：大豆昔元；峰 5：染料木素

色谱柱：BEH C18，2.1mm \times 150mm，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】 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 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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7~1.8 μ m）；以乙腈-0.1% 磷酸溶液（7：93）为流动相；流速为每分钟 0.20ml；柱温为 30℃；检测波长为 259nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 4000。

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 含原儿茶酸 15 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 50% 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 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含原儿茶酸(C7H6O4)应为0.8mg~3.6mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片7g

【贮藏】 密封。

滑石配方颗粒(试行)

Huashi Peifangkeli

【来源】 本品为硅酸盐类矿物滑石族滑石{主含含水硅酸镁 $[\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2]$ }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】 取滑石饮片12500g,加水煎煮,滤过(干浸膏出膏率为0.5%~3.0%),加入辅料适量,混匀,浓缩成清膏,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】 本品为类白色至黄白色的颗粒;气微,味淡。

【鉴别】 取本品适量,研细,取2g,置烧杯中,加氢氟酸20ml,搅拌使溶散,离心,倾去上清液,向残渣中加入纯化水50ml,洗涤残渣,离心,倾去上清液,重复2~3次,取残渣,置烧杯中,加入盐酸溶液(4→10)10ml,盖上表面皿,加热至微沸,不时摇动烧杯,并保持微沸40分钟,取下,用快速滤纸滤过,用水洗涤残渣4~5次。取残渣,置铂坩埚中,加入硫酸(1→2)10滴和氢氟酸5ml,加热至冒三氧化硫白烟时,取下冷却后,取溶液约5ml,滴加氢氧化钠溶液(4→10)使成碱性,加镁试剂(取对硝基偶氮间苯二酚0.01g溶于4%氢氧化钠溶液1000ml中)适量,生成天蓝色沉淀。

【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】 取本品适量,研细,取约0.2g,精密称定,置于盛有无水碳酸钠4g的铂坩埚中,混匀,上面再覆盖无水碳酸钠1g,盖好坩埚盖。1000℃熔融处理40分钟,取出,放冷。在坩埚中加入少量热水使残渣脱落,用2%盐酸溶液5ml分次冲洗坩埚,一并移入250ml烧杯中,于杯口缓慢加入盐酸15ml,立即盖上表面皿,待反应完全后,将烧杯置电炉上加热,浓缩至近干,放冷。加入盐酸10ml,置水浴锅加热溶解,再加入1%明胶溶液^[1]5ml,充分搅拌,水浴保温10分钟。取下,加热水30ml,搅拌,趁热滤过,滤液置100ml量瓶中,用热水洗涤容器及残渣,并入量瓶中,放冷,加水至刻度,摇匀,作为钙、镁总量测定溶液。

另取本品适量,研细,取约0.2g,精密称定,置250ml烧杯中,加入盐酸溶液(4→10)约40ml,盖上表面皿,置电炉上加热至微沸,用玻璃棒时时搅拌,保持微沸40分钟,用盐酸溶液(4→10)冲洗表面皿,浓缩至近干,放冷。加入盐酸溶液(4→10)2ml,加水稀释至20ml,并加热煮沸,滤过,滤液置100ml量

瓶中，用热水分次洗涤容器及残渣，洗液一并移入量瓶中，放冷，加水至刻度，摇匀，作为可溶性钙、镁测定溶液。

分别精密量取上述两种溶液各50ml，分别加入酒石酸钾钠-三乙醇胺混合溶液^[2]5ml和甲基红指示剂^[3]2滴，摇匀，用氨-氯化铵缓冲溶液^[4]中和至黄色并过量6ml，加入酸性铬蓝K-萘酚绿B混合指示剂^[5]10滴，摇匀，用乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）滴定至溶液颜色发生突变。

按公式（1）分别计算钙、镁总量及可溶性钙、镁含量（mg/g）。

$$(1) \text{计算公式: } (mg/g) = \frac{c \times V \times 24.30 \times 100}{w \times 50}$$

$$(2) \text{硅酸镁含量} = (\text{钙、镁总量} - \text{可溶性钙、镁含量}) \times 5.20$$

式中c为乙二胺四醋酸二钠滴定液的浓度：mol/L；

V为消耗乙二胺四醋酸二钠滴定液的体积：ml；

w为供试品称样量：g；

24.30为镁的原子量；

5.20为镁换算为硅酸镁的系数。

本品每1g含硅酸镁[Mg₃(Si₄O₁₀)(OH)₂]应为50.0mg~320.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片12.5g

【贮藏】 密封。

注：[1] 1%明胶溶液 取明胶1g，加水100ml，使加热溶解，混匀，即得（临用时配制）。

[2] 酒石酸钾钠-三乙醇胺混合溶液 取酒石酸钾钠80g，加水300ml使溶解，加入三乙醇胺100ml，混匀，即得。

[3] 甲基红指示剂 取甲基红指示剂0.25g，溶解于无水乙醇中，稀释至100ml，混匀，即得。

[4] 氨-氯化铵缓冲溶液(pH=10) 取氯化铵5.4g，加水20ml溶解后，加氨水35ml，再加水稀释至100ml，混匀，即得。

[5] 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂 取酸性铬蓝 K 0.2g 和萘酚绿 B 0.34g，溶解于水中，稀释至 100ml，混匀，即得。

淮小麦配方颗粒(试行)

Huaixiaomai Peifangkeli

【来源】 本品为禾本科植物小麦 *Triticum aestivum* L.的干燥成熟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】 取淮小麦饮片 14000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 2.8%~5.1%) , 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】 本品为黄白色至灰黄色的颗粒; 气微, 味微甘。

【鉴别】 取本品适量, 研细, 取 1g, 加乙醇 30ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙酸乙酯-甲醇 (2:1) 的混合溶液 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取小麦对照药材 4g, 加水 50ml, 煮沸 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 30ml, 同法制成对照药材溶液。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 15 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-甲酸 (10:5:1:0.12) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 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 1.7 μ m) ; 以乙腈为流动相 A, 以 0.2% 冰醋酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 30℃; 检测波长为 254nm。理论板数按色氨酸峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~3	5	95
3~9	5→9	95→91
9~13	9	91
13~25	9→14	91→86
25~29	14→20	86→80

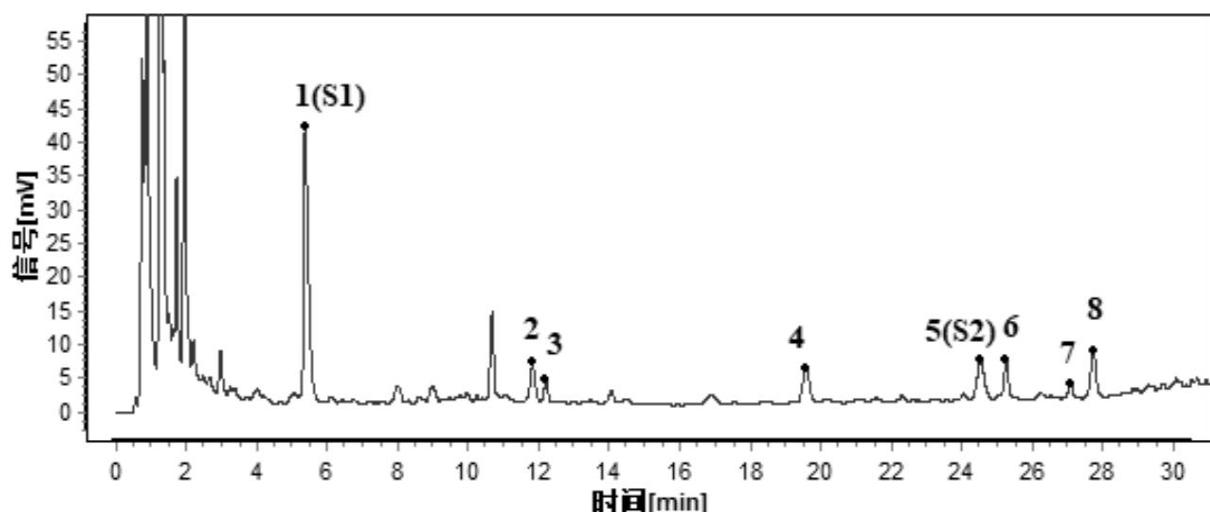
参照物溶液的制备 取(含量测定)项下的对照品溶液, 作为色氨酸对照品参照物溶液。另取阿魏酸对照品适量, 精密称定, 加 30% 甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液, 作为阿魏

酸对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取1g，加30%甲醇20ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各4μl，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，其中峰1、峰5应分别与相对对照品参照物峰保留时间相对应。与色氨酸参照物峰相对应的峰为S1峰，计算峰2、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：2.23（峰2）、2.39（峰3）。与阿魏酸参照物峰相对应的峰为S2峰，计算峰4、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±10%范围之内，规定值为：0.80（峰4）、1.03（峰6）、1.11（峰7）、1.13（峰8）。



对照特征图谱

峰1（S1）：色氨酸；峰5（S2）：阿魏酸

色谱柱：Syncronis C18，2.1 mm×100 mm，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】 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6.0%。

【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2.1 mm，粒径为1.7μm）；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；流速为每分钟0.3ml；柱温为40℃；检测波长为220nm。理论板数按色氨酸峰计算应不低于5000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~6	8	92
6~7	8→80	92→20
7~8	80	20

对照品溶液的制备 取色氨酸对照品适量，精密称定，加10%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0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入10%甲醇15ml，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用10%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。本品每1g含色氨酸(C11H12N2O2)应为0.18mg~1.50mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片14g

【贮藏】 密封。

黄芩炭配方颗粒(试行)

Huangqintan Peifangkeli

【来源】 本品为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取黄芩炭饮片 4200g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 15.0%~23.5%), 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】 本品为黄色至黄棕色的颗粒; 气微, 味苦。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加乙酸乙酯-甲醇(3:1)的混合溶液 30ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 5ml 使溶解, 取上清液, 作为供试品溶液。另取黄芩对照药材 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, 吸取上述两种溶液各 2 μ l, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(10:3:1:2)为展开剂, 预饱和 30 分钟, 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, 显相同的暗色斑点。

【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 4.6mm, 粒径为 3 μ m); 以 0.2% 磷酸甲醇溶液为流动相 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; 流速为每分钟 0.8ml; 柱温为 30℃; 检测波长为 280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2500。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~15	47	53
15~20	47→60	53→40
20~35	60	40

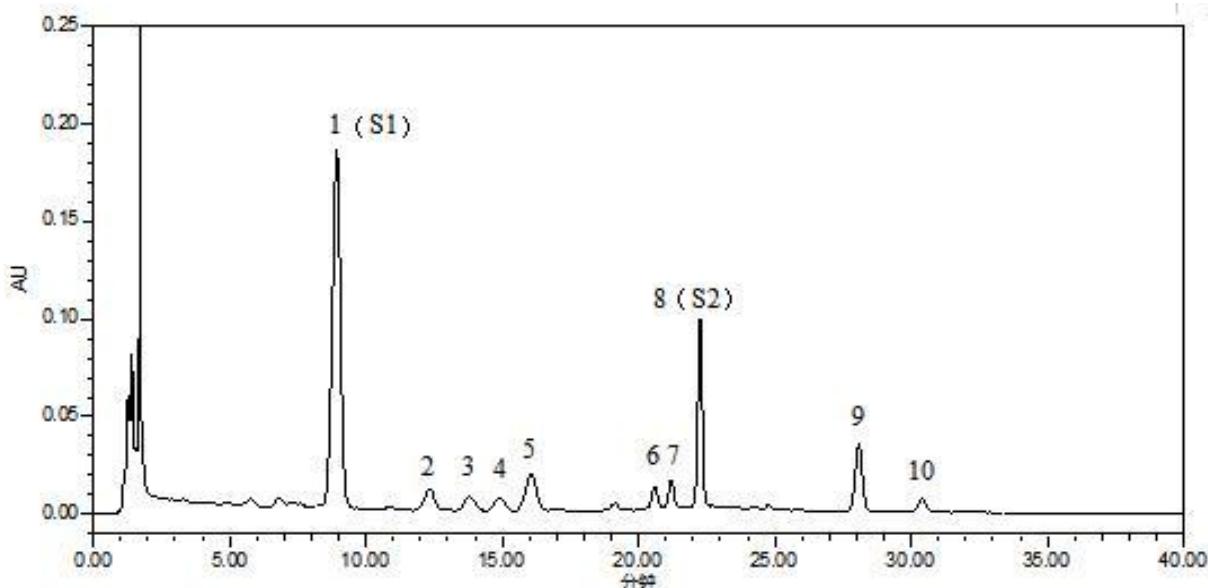
参照物溶液的制备 取黄芩素对照品、黄芩苷对照品适量, 精密称定, 分别加甲醇制成每 1ml 各含 0.1mg 的溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取 0.1g, 加 70% 乙醇 50ml, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摆匀, 离心, 取上清液, 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 10 个特征峰, 其中峰 1、峰 8 应分别与黄芩苷、黄芩素对照品参照物峰保留时间相对应, 与黄芩苷对照品参照物峰相应的峰为 S1 峰, 计算峰 2~峰 5 与 S1

峰的相对保留时间；与黄芩素对照品参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算峰 6、峰 7、峰 9、峰 10 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的±10% 范围之内。规定值为：1.39 (峰 2)、1.58 (峰 3)、1.69 (峰 4)、1.77 (峰 5)、0.93 (峰 6)、0.95 (峰 7)、1.26 (峰 9)、1.37 (峰 10)。



峰 1 (S1)：黄芩苷；峰 8 (S2)：黄芩素；峰 9：汉黄芩素

色谱柱：ES Epic C18, 4.6mm×100mm, 3μm

【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 0.2% 磷酸甲醇溶液-0.2% 磷酸溶液（47:53）为流动相；流速为每分钟 0.8ml；检测波长为 280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 60μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 75mg，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 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 乙醇补足减失的重量，摇匀，离心，取上清液，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 含黄芩苷（C₂₁H₁₈O₁₁）应为 15.0mg~105.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.2g

【贮藏】 密封。

火炭母(火炭母)配方颗粒(试行)

Huotanmu(Huotanmu) Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物火炭母 *Polygonum chinense* 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】 取火炭母(火炭母)饮片 5500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 9%~16%), 加入辅料适量, 干燥(或干燥, 粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味微苦。

【鉴别】 取本品适量, 研细, 取 0.5g, 加 50% 甲醇 30ml, 盐酸 1ml, 加热回流 1 小时, 趁热滤过, 滤液放冷, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙酸乙酯液, 蒸干, 残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取槲皮素对照品, 加乙酸乙酯制成每 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 6μl、对照品溶液 1μl, 分别点于同一用 0.5% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上, 以甲苯(水饱和)-甲酸乙酯-甲酸(5:4:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 三氯化铝乙醇溶液, 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 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 0.05% 磷酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为 0.8ml/min; 柱温为 30℃; 检测波长为 360nm。理论板数按鞣花酸峰计算应不低于 5000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~10	13	87
10~33	13→19	87→81
33~60	19→45	81→55
60~65	45→13	55→87

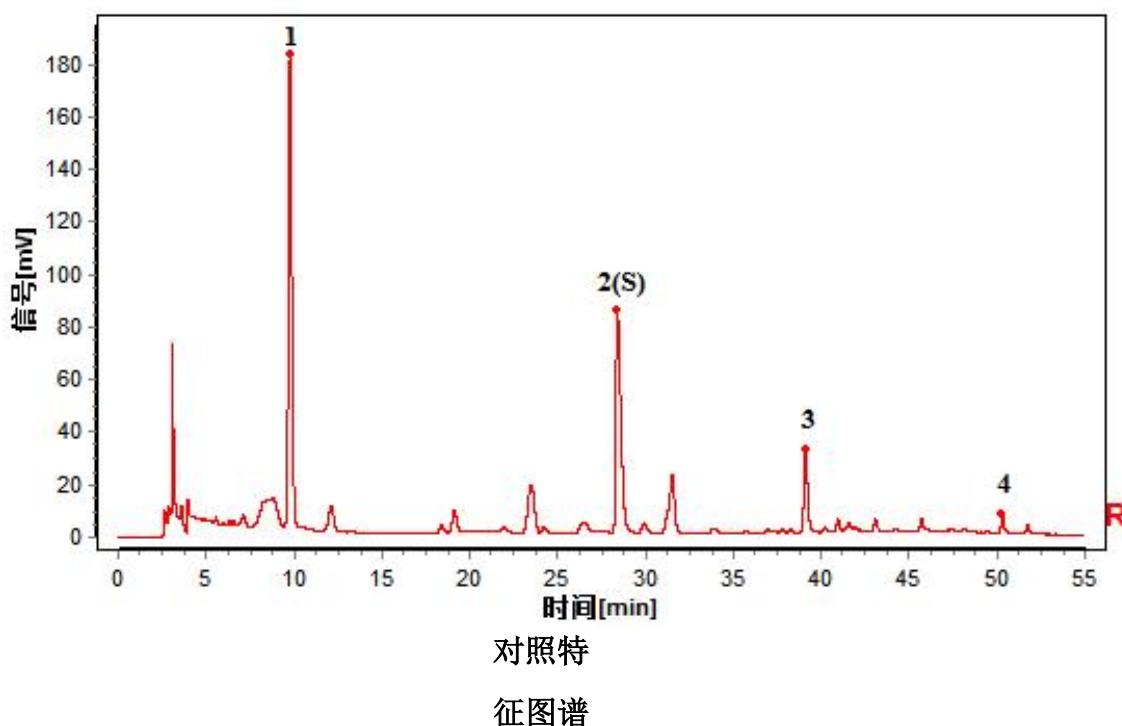
参照物溶液的制备 取火炭母(火炭母)对照药材 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加水 25ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加入 70% 甲醇 25ml, 加热回流 1 小时, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取鞣花酸对照品、槲皮素对照品、槲皮素对照品适量, 精密称定,

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 取本品适量，研细，取0.5g，置具塞锥形瓶中，加入70%甲醇25ml，加热回流1小时，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和供试品溶液各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3个应分别与相对对照品参照物峰的保留时间相对应，与鞣花酸参照物峰相应的峰为S峰，计算峰1与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.34（峰1）。



峰2(S)：鞣花酸；峰3：槲皮苷；峰4：槲皮素

色谱柱：ZORBAX SB C18, 4.6mm×250mm 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】 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，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，粒度为 1.6~1.9μm）；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；流速为 0.20ml/min；柱温为 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按鞣花酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	60	40
5~8	60→90	40→10

对照品溶液的制备 取鞣花酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含鞣花酸 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 50% 甲醇 25ml，称定重量，加热回流 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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含鞣花酸 (C₁₄H₆O₈) 应为 6.5mg~18.8mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.5g

【贮藏】 密封。

焦六神曲配方颗粒(试行)

Jiaoliushenqu Peifangkeli

【来源】 本品为辣蓼、苍耳草、青蒿、苦杏仁、赤小豆、麦麸、面粉经发酵而成的加工品经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工而成的配方颗粒。

【制法】 取焦六神曲饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（出膏率为 22~40%），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】 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.7g，研细，加乙醇 25ml，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。另取青蒿对照药材 0.5g，加水 25ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 25ml，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，吸取供试品溶液和对照药材溶液 2~5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（4:2:0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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；流速为 0.3ml/min；柱温为 20℃；检测波长为 260nm。理论板数按 5-羟甲基糠醛峰计算应不低于 3000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~5	3	97
5~10	3→5	97→95
10~15	5	95
15~23	5→15	95→85
23~28	15→20	85→80
28~30	20→60	80→40

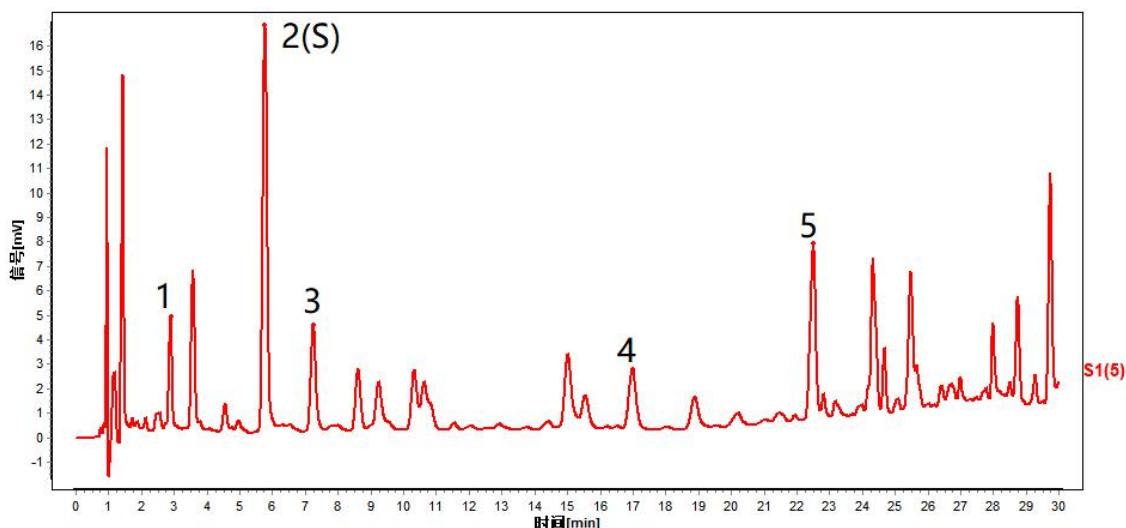
参照物溶液的制备 取胸腺嘧啶对照品、5-羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 含胸腺嘧啶 5 μ g、5-羟甲基糠醛 10 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物。

溶液。

供试品溶液的制备 取本品 1g, 加水 50ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 取续滤液 25ml, 加稀盐酸调节 pH 值至 2~3, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 25ml, 合并乙酸乙酯液, 80℃水浴蒸干, 残渣加 70% 甲醇 5ml 使溶解, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 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, 其中峰 1~峰 2 应分别与相对对照品参照物峰的保留时间相对应, 峰 3~峰 5 与 S 峰 (峰 2) 的相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为: 1.22 (峰 3)、2.97 (峰 4)、4.18 (峰 5)。



对照特征图谱

峰 1: 胸腺嘧啶; 峰 2 (S) : 5-羟甲基糠醛

色谱柱: Syncronis C18, 2.1mm \times 100mm, 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 9.0%。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【贮藏】 密封。

金雀根配方颗粒（试行）

Jinquegen Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物锦鸡儿 *Caragana sinica* (Buc'hoz) Rehd. 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取金雀根饮片 6000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8.4%~16.6%），加入辅料适量，干燥（或干燥、粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕色至棕黄色的颗粒；气香，味微苦。

【鉴别】 取本品 2g, 研细, 加乙醇 25ml, 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。另取金雀根对照药材 2g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣自“加乙醇 25ml”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 20 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（10:8:2:1:0.06）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。

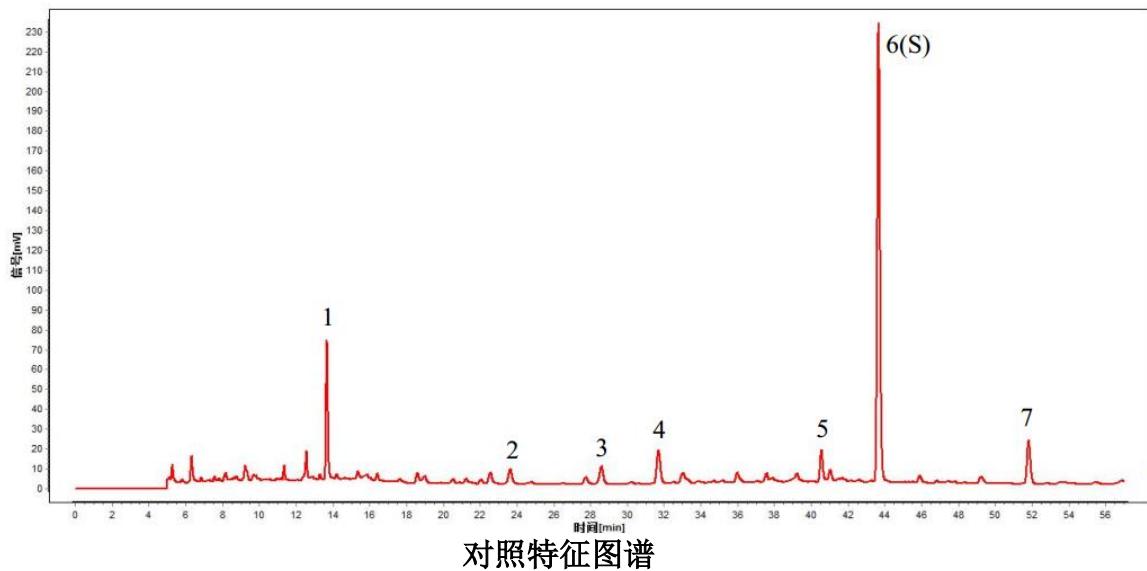
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取金雀根对照药材 0.1g, 加甲醇 10ml, 超声处理（功率 400W, 频率 40kHz）1 小时，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 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 6 应与蒿草酚 A 对照品参照物峰保留时间相对应。与蒿草酚 A 参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10% 范围之内，规定值为：0.31（峰 1）、0.54（峰 2）、0.66（峰 3）、0.73（峰 4）、0.93（峰 5）、1.19（峰 7）。



峰 6 (S) : 蒿草酚 A; 峰 7: Alpha-葡萄糖

【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 3g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，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 0.05% 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 230nm。理论板数按蒿草酚 A 峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	5→18.5	95→81.5
10~17	18.5→19	81.5→81
17~25	19→22	81→78
25~43	22→34.5	78→65.5
43~53	34.5→38.5	65.5→61.5
53~57	38.5→40	61.5→60

对照品溶液的制备 取蒿草酚 A 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 100 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 10ml，称定重量，超声处理（功率 400W，频率 40kHz）1 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 2 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含蒿草酚 A ($C_{56}H_{44}O_3$) 应为 5.1mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

【贮藏】 密封。

橘叶配方颗粒(试行)

Juye Peifangkeli

【来源】 本品为芸香科植物橘 *Citrus reticulata* Blanco 及其栽培变种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】 取橘叶饮片 2900g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 26%~34%), 加辅料适量, 干燥(或干燥, 粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为黄色至棕黄色的颗粒; 气微, 味苦。

【鉴别】 取本品 0.2g, 研细, 加甲醇 15ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取橘叶对照药材 1g, 加水 50ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 15ml, 同法制成对照药材溶液。再取橙皮苷对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 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 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲醇-水(100:17:13) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以三氯化铝试液, 热风吹干, 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(柱长为 100mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.8 μ m); 以甲醇为流动相 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 0.3ml; 柱温为 40℃; 检测波长为 270nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 3000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~6	5→19	95→81
6~7	19	81
7~9	19→26	81→74
9~16	26→42	74→58
16~22	42	58

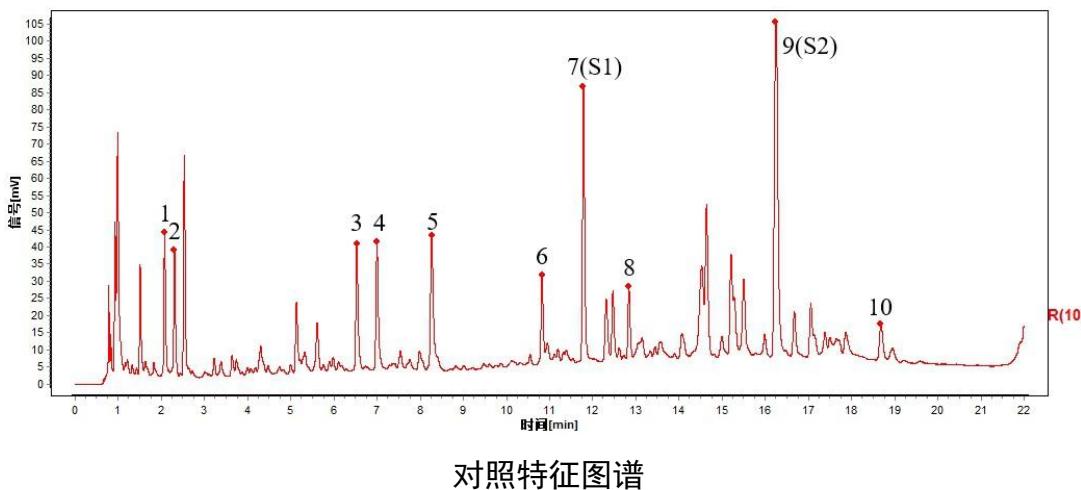
参照物溶液的制备 取橘叶对照药材 1g, 置具塞锥形瓶中, 加水 25ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下对照品溶液作为对照品参照物溶液。再取腺苷对照品、鸟苷对照品、维采宁-2 对照品适量, 精密称定, 加 10% 甲醇制成每 1ml 含腺苷 10 μ g、鸟苷 10 μ g、维采宁-2 55 μ g 的溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.3g, 置具塞锥形瓶中, 加入

10%甲醇 25ml, 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 1 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 个特征峰的保留时间相对应, 其中峰 1、峰 2、峰 7、峰 9 应分别与腺苷对照品、鸟苷对照品、维采宁-2 对照品、橙皮苷对照品参照物峰保留时间相一致。与维采宁-2 参照物相应的峰为 S1 峰, 计算峰 3、峰 4、峰 5、峰 6、峰 8 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: 0.57 (峰 3)、0.61 (峰 4)、0.72 (峰 5)、0.92 (峰 6)、1.08 (峰 8)。与橙皮苷参照物相对应的峰为 S2 峰, 计算峰 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: 1.15 (峰 10)。



对照特征图谱

峰 1: 腺苷; 峰 2: 鸟苷; 峰 7 (S1); 维采宁-2; 峰 9 (S2): 橙皮苷

色谱柱: Eclipse Plus C18 RRHD; 2.1mm \times 100mm, 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 30.0%。

【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 (40:60) 为流动相; 检测波长为 284nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量, 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 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶

中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取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 含橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)应为 9.0mg~16.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.9g

【贮藏】 密封。

苦棟皮（棟）配方颗粒（试行）

Kulianpi(Lian) Peifangkeli

【来源】 本品为棟科植物棟 *Melia azedarach* L.的干燥树皮和根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】 取苦棟皮（棟）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】 本品为浅棕色至红棕色的颗粒；气微，味极苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加水 30ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 30ml，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。另取苦棟皮（棟）对照药材 5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 30ml，自“用乙酸乙酯振摇提取 2 次”起，同法制成对照药材溶液。再取原儿茶醛对照品，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 10 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-甲醇-甲酸（18：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5% 三氯化铁乙醇溶液，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；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；蒸发光散射检测器检测。理论板数按川棟素峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～15	8→13	92→87
15～50	13→55	87→45

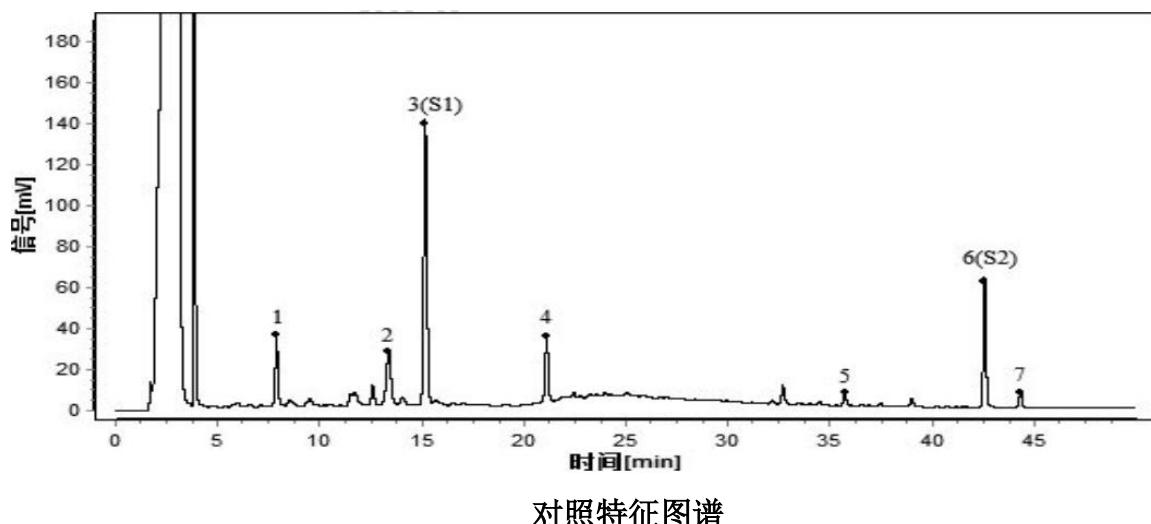
参照物溶液的制备 取苦棟皮（棟）对照药材 0.5g，加 70% 甲醇 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心（转速为每分钟 4000 转）5 分钟，取上清液 25ml，蒸干，残渣加 70% 甲醇 2ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取儿茶素对照品、表儿茶素对

照品、川楝素对照品适量，加甲醇制成每1ml各含0.1mg的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取0.1g，加70%甲醇50ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，离心（转速为每分钟4000转）5分钟，取上清液25ml，蒸干，残渣加70%甲醇2ml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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现7个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的7个特征峰保留时间相对应，其中峰3、峰4、峰6、峰7应分别与相对应对照品参照物峰保留时间相对应。与儿茶素参照物峰相对应的峰为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±10%范围之内，规定值为：0.52（峰1）、0.88（峰2）；与川楝素参照物峰（峰6）相对应的峰为S2峰，计算峰5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：0.84（峰5）。



对照特征图谱

峰3(S1): 儿茶素；峰4: 表儿茶素；峰6(S2): 川楝素；峰7: 川楝素色谱柱：

Acclaim C18, 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17.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法-质谱法（中国药典2020年版通则0512和通则0431测定）。

色谱、质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-0.01%甲酸溶液（31:69）为流动相；采用单级四极杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）负离子模

式下选择质荷比 (m/z) 为 573 离子进行检测。理论板数按川楝素峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备 取川楝素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 2 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 70% 甲醇 50ml，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 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-质谱联用仪，测定，以川楝素两个峰面积之和计算，即得。

本品每 1g 含川楝素 (C₃₀H₃₈O₁₁) 应为 1.0mg~12.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【注意】 孕妇及肝肾不全者慎用。

【贮藏】 密封。

宽筋藤（宽筋藤）配方颗粒（试行）

Kuanjinteng(Kuanjinteng) Peifangkeli

【来源】 本品为防己科植物宽筋藤 *Tinospora sinensis* (Lour.) Merr. 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】 取宽筋藤（宽筋藤）饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6%~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】 本品为浅黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味苦、涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 2g，加无水乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取盐酸巴马汀对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.05mg 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 4μl、对照品溶液 1μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-氨水（7:3:2:1.5:0.5）的溶液为展开剂，置氨蒸气饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，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；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.8ml；柱温为 25℃；检测波长为 254nm。理论板数按木兰花碱峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~40	2→62	98→38

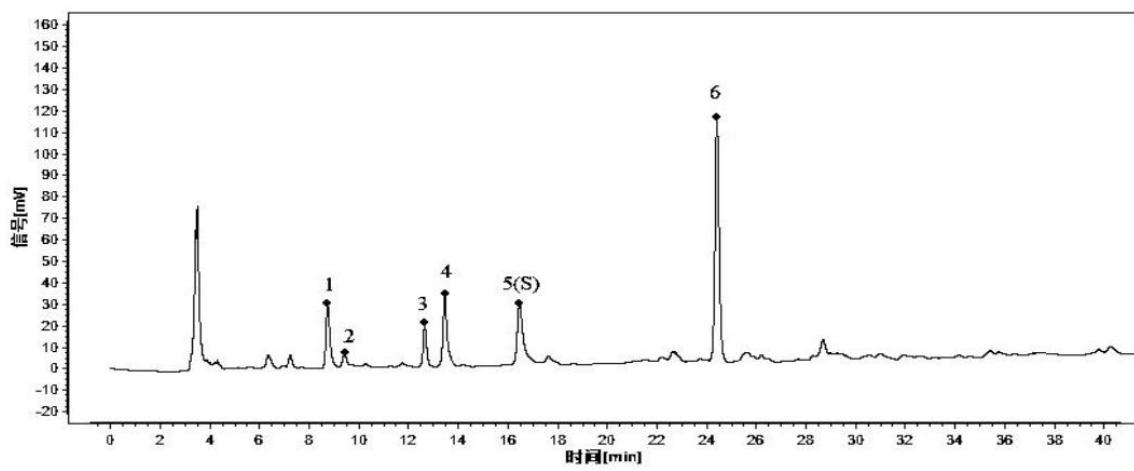
参照物溶液的制备 取木兰花碱对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 含 20μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.2g，加 50% 甲醇 10ml，超声处理（功率 250W，频率 40KHz）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 5μl，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，其中峰 5 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与木兰花碱参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10% 范围之内，规定值为 0.51（峰 1）、0.54（峰 2）、0.73

(峰3)、0.78(峰4)、1.41(峰6)。



色谱柱：COSMOSIL 5C18-PAQ, 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；以甲醇-水（16:84）为流动相；检测波长为265nm。理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取紫丁香苷对照品适量，精密称定，加50%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0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇10ml，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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含紫丁香苷（C₁₇H₂₄O₉）应为0.16mg～0.79mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片10g

【贮藏】 密封。

莲须配方颗粒(试行)

Lianxu Peifangkeli

【来源】 本品为睡莲科植物莲 *Nelumbo nucifera* Gaertn. 的干燥雄蕊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】 取莲须饮片 2200g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 23%~45%), 加辅料适量, 干燥(或干燥, 粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为红棕色至深黄棕色的颗粒; 气微, 味涩。

【鉴别】 取本品 2g, 研细, 加甲醇 30ml, 超声处理 30 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, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取莲须对照药材 2g, 加水 80ml, 煮沸 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 30ml, 同法制成对照药材溶液。再取槲皮素、山柰素对照品, 加甲醇制成每 1ml 各含 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和对照药材溶液各 6 μ l, 对照品溶液 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-甲酸乙酯-甲酸(10:8:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 3% 三氯化铝乙醇溶液, 热风吹干, 置紫外灯光(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)项下。

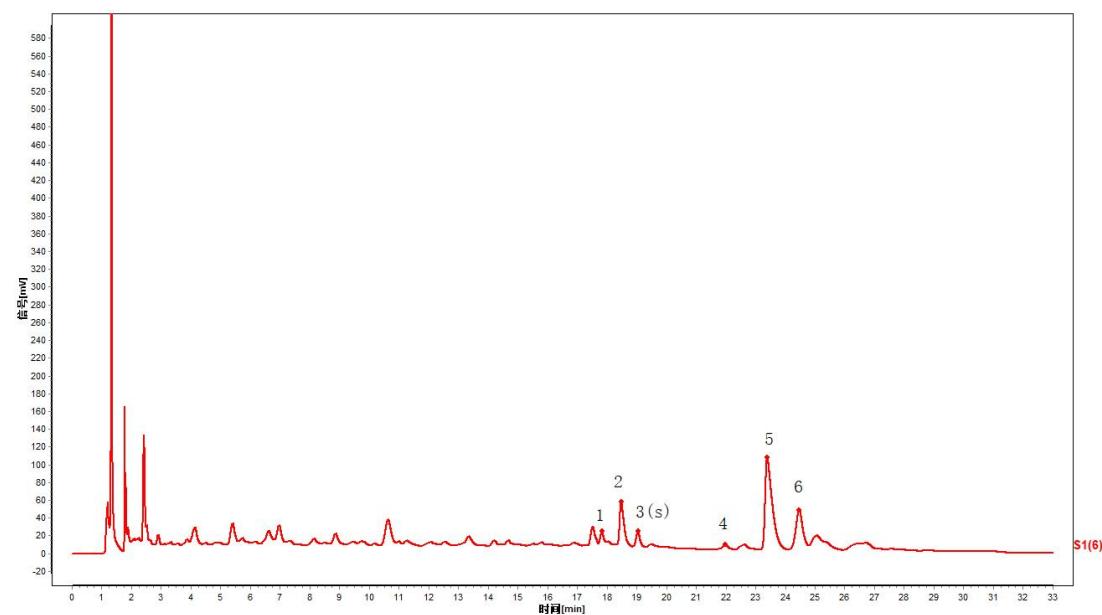
参照物溶液的制备 取莲须对照药材 0.5g, 加水 25ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取芦丁对照品、异槲皮苷对照品, 精密称定, 加 70% 甲醇制成每 1ml 含芦丁 50 μ g、异槲皮苷 10 μ g 的混合溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同(含量测定)项下。

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

峰相对应；其中 2 个峰应分别与相相对照品参照物峰的保留时间相一致。与异槲皮苷对照品参照物相应的峰为 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：0.98（峰 2）、1.15（峰 4）、1.23（峰 5）、1.27（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1：芦丁；峰 3（S）：异槲皮苷

色谱柱：HSS T3，2.1mm×100mm，1.8μm

【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 35.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.2% 冰醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.2ml；柱温为 30℃；检测波长为 300nm。理论板数按异槲皮苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	10→18	90→82
15~28	18	82

对照品溶液的制备 取异槲皮苷对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每

1ml 含 5 μ g 的溶液，摇匀，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 15ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频 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 含异槲皮苷（C₂₁H₂₀O₁₂）应为 0.01mg~0.35mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.2g

【贮藏】 密封。

六月雪（白马骨）配方颗粒（试行）

Liuyuexue(Baimagu) Peifangkel

【来源】 本品为茜草科植物白马骨 *Serissa serissoides* (DC.) Druce 的干燥全株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】 取六月雪（白马骨）饮片 8000g，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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.7g，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取齐墩果酸对照品，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 5 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（20：3：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照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）；以甲醇为流动相 A，以 0.1% 磷酸溶液为流动相 B，按下表的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.28ml；柱温为 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按车叶草苷酸峰计算应不低于 5000。

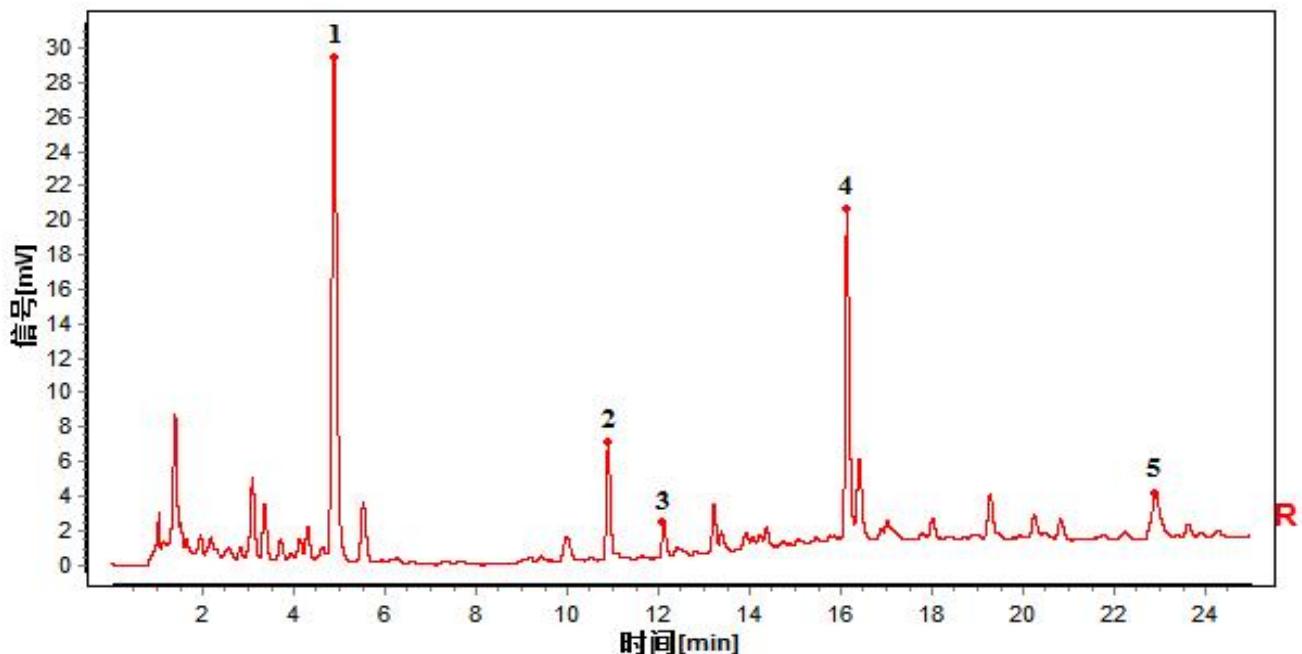
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	3	97
3~8	3→12	97→88
8~12	12→25	88→75
12~25	25→38	75→62
25~30	38→90	62→10

参照物溶液的制备 取六月雪（白马骨）对照药材 1g，加 30% 甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取车叶草苷酸对照品、去乙酰基车叶草苷酸对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 0.1mg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.2g，加 30% 甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）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 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，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 1、峰 4 应分别与相應对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 1：去乙酰基车叶草苷酸；峰 4：车叶草苷酸

色谱柱：HSS T3，2.1mm×100mm，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】 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 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 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；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 236nm。理论板数按车叶草苷酸峰计算应不低于 8000

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	3→15	97→85
15~20	15→90	85→10

对照品溶液的制备 取车叶草昔酸对照品适量，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0.2g，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300W，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1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含车叶草昔酸（C₁₈H₂₄O₁₂）应为3.0mg~18.5mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片8g

【贮藏】 密封。

马勃(大马勃)配方颗粒(试行)

Mabo(Damabo) Peifangkeli

【来源】 本品为灰包科真菌大马勃 *Calvatia gigantea* (Batsch ex Pers.) Lloyd 的干燥子实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】 取马勃(大马勃)饮片 7500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 7%~12%), 加入辅料适量, 干燥(或干燥, 粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味淡。

【鉴别】 取本品适量, 研细, 取 2g, 加二氯甲烷 40ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加二氯甲烷 0.5ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取马勃(大马勃)对照药材 1g, 加水 150ml, 煎煮 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液浓缩至 40ml, 用二氯甲烷振摇提取 2 次, 每次 40ml, 合并二氯甲烷液, 蒸干, 残渣加二氯甲烷 0.5ml 使溶解, 作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 版通则 0502)试验, 吸取上述两种溶液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(14:1:1:0.3)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外灯(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; 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; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 25°C; 检测波长为 282nm。理论板数按麦角甾醇峰计算应不低于 5000。

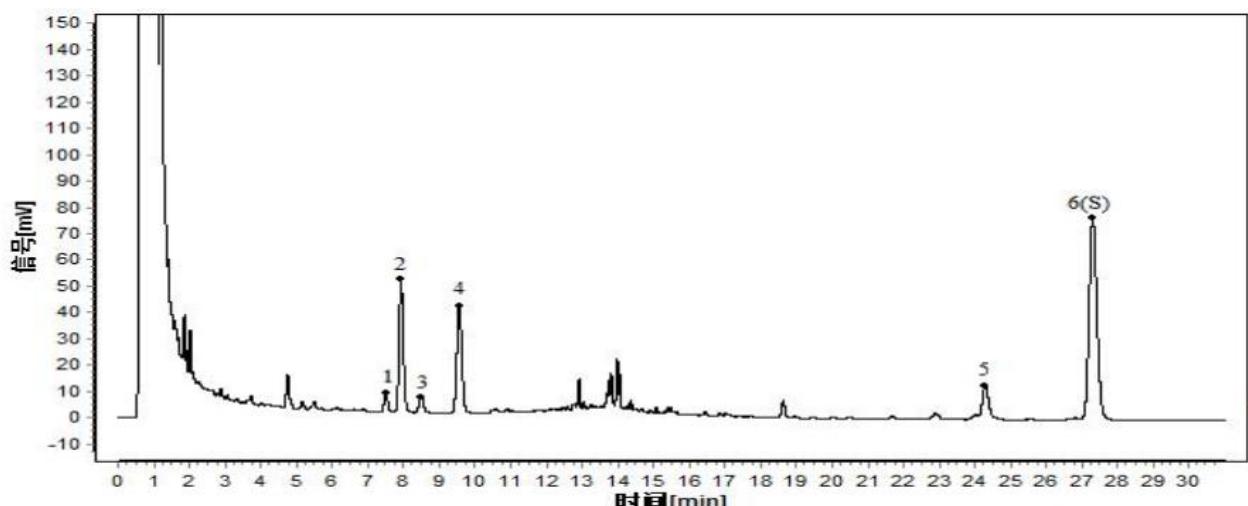
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~8	55	45
8~12	55→91	45→9
12~30	91	9
30~31	91→55	9→45

参照物溶液的制备 取马勃(大马勃)对照药材 1.5g, 加甲醇 15ml, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 45 分钟, 放冷, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取麦角甾醇对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 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 取本品适量，研细，取 5g，加甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，离心，精密量取上清液 25ml，蒸干，残渣加甲醇 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 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 6 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与麦角甾醇参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1~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：0.29（峰 1）、0.30（峰 2）、0.32（峰 3）、0.36（峰 4）、0.89（峰 5）。



对照特征图谱

峰 5：麦角甾酮；峰 6 (S)：麦角甾醇

色谱柱：BEH C18，2.1mm×100mm，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 9.0%。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g

【贮藏】 密封。

马齿苋配方颗粒(试行)

Machixian Peifangkeli

【来源】 本品为马齿苋科植物马齿苋 *Portulaca oleracea* L.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】 取马齿苋饮片 4000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为14%~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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味微酸。

【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。另取马齿苋对照药材1g, 加水50ml, 煮沸30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇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, 吸取上述两种溶液各2μl, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以乙酸乙酯-甲醇-甲酸(18:1:1)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, 显相同的蓝色荧光斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法(中国药典2020年版通则0512)测定。

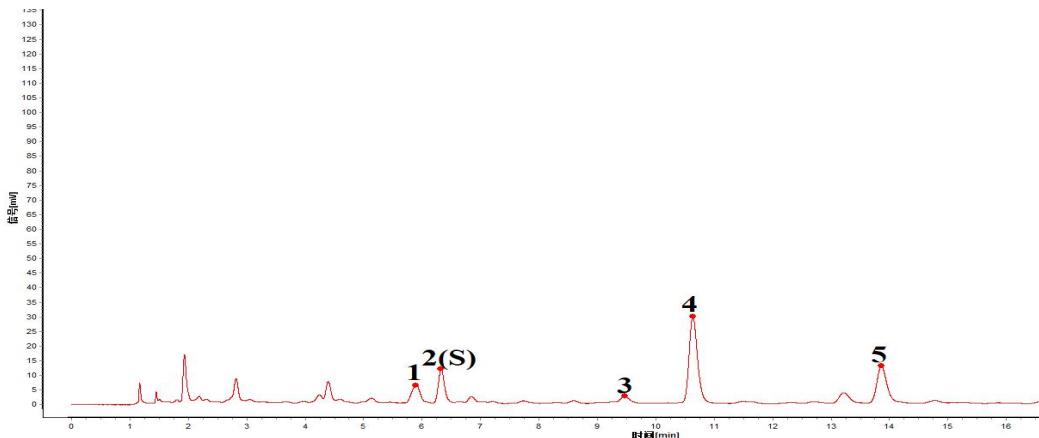
色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定)项。

参照物溶液的制备 取马齿苋对照药材2g, 置具塞锥形瓶中, 加水25ml, 超声处理(功率500W, 频率40kHz)30分钟, 离心, 取上清液备用, 残渣重复提取一次, 离心, 合并上清液, 摆匀, 取25ml, 置分液漏斗中, 用乙酸乙酯振摇提取3次, 每次20ml, 合并乙酸乙酯液, 挥干, 残渣加甲醇2ml使溶解, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下对照品溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同(含量测定)项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各1μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现5个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的5个特征峰保留时间相对应, 其中峰2、峰5应分别与咖啡酸、阿魏酸对照品参照物峰保留时间相对应。与咖啡酸参照物峰相应的峰为S峰, 计算峰1、峰3、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±10%范围之内, 规定值为: 0.93(峰1)、1.50(峰3)、1.68(峰4)。



对照特征图谱

峰 2 (S): 咖啡酸; 峰 5: 阿魏酸

色谱柱: BEH C18, 100×2.1mm, 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100mm,内径为2.1mm,粒径为1.7 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;流速为每分钟0.2ml;柱温为35℃,检测波长为323nm。理论板数按咖啡酸峰计算应不低于5000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~15	8→13	92→87
15~15.1	13→90	87→10
15.1~17	90	10

对照品溶液的制备 取咖啡酸对照品和阿魏酸对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含咖啡酸4 μ g、阿魏酸6 μ g的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入水20ml,超声处理(功率250W,频率40kHz)30分钟,放冷,用乙酸乙酯振摇提取3次,每次20ml,合并乙酸乙酯液,低温蒸干,残渣加甲醇使溶解,定量转移至10ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,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1 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1g含咖啡酸($C_9H_8O_4$)和阿魏酸($C_{10}H_{10}O_4$)的总量应为0.06mg~0.20mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。

猫人参(对萼猕猴桃)配方颗粒(试行)

Maorensen(Duiemihoutao) Peifangkeli

【来源】 本品为猕猴桃科植物对萼猕猴桃 *Actinidia valvata* Dunn 的干燥根及粗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】 取猫人参饮片 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, 混匀, 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 1g, 研细, 加乙酸乙酯 25ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取猫人参(对萼猕猴桃)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, 吸取上述两种溶液各 10~20 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以二氯甲烷-正丁醇-甲醇(10:1:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105°C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的主斑点。

【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; 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; 柱温为 30°C; 检测波长为 254nm。理论板数按鸟苷峰计算应不低于 3000。

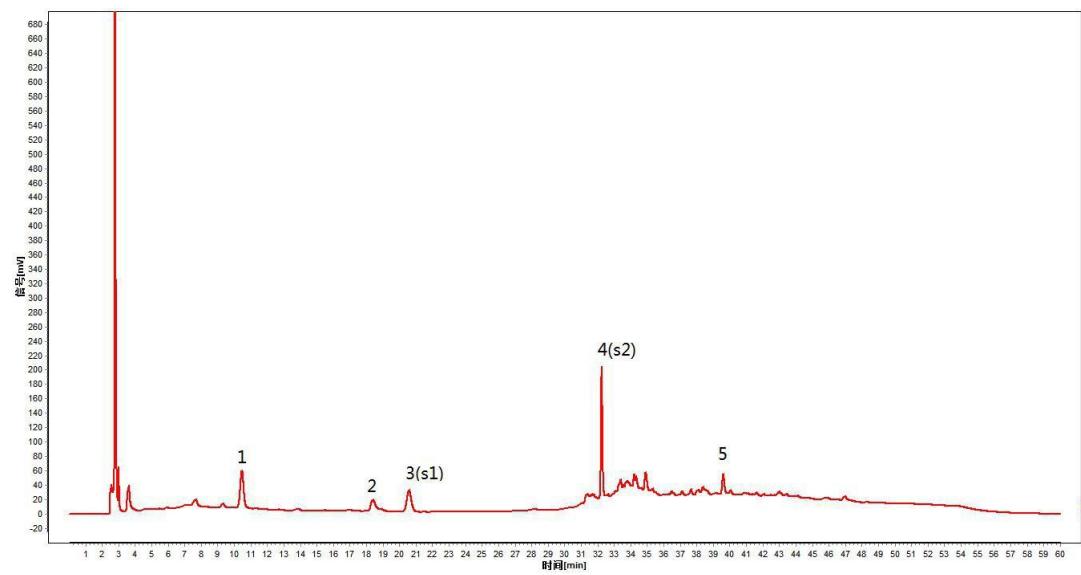
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~25	2→7	98→93
25~30	7→30	93→70
30~45	30→45	70→55
45~50	45	55

参照物溶液的制备 取猫人参(对萼猕猴桃)对照药材约 2g, 加水 25ml, 加热回流 1 小时, 放冷, 滤过, 滤液减压浓缩至近干, 加 50% 甲醇 5ml 使溶解, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取鸟苷对照品和腺苷对照品适量, 精密称定, 分别加 50% 甲醇制成每 1ml 含鸟苷 20 μ g 和腺苷 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 0.4g, 研细, 置具塞锥形瓶中, 加入 50% 甲醇 10ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 50kHz) 30 分钟, 放冷, 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 个特征峰保留时间相对应, 其中 2 个峰应分别与相对对照品参照物峰保留时间相对应。以鸟苷参照物峰相对应的峰为 S1 峰, 计算峰 1、峰 2 与 S1 峰的相对保留时间; 与腺苷参照物峰相对应的峰为 S2 峰, 计算峰 5 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: 0.50 (峰 1)、0.90 (峰 2)、1.22 (峰 5)。



对照特征图谱

峰 1: 尿苷; 峰 3 (S1): 鸟苷; 峰 4 (S2): 腺苷

色谱柱: Ultimate AQ C18, 4.6mm \times 250mm, 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 9.8%。

【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-0.1% 冰醋酸溶液 (5:95) 为流动相; 流速为每分钟 0.8ml; 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 检测波

长为 254nm。理论板数按腺苷峰计算应不低于 3000。

对照溶液的制备 取腺苷对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 含 15 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液制备 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 50kHz）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 含腺苷（C₁₀H₁₃N₅O₄）应为 0.19mg～0.55mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。

蜜麸炒党参（党参）配方颗粒（试行）

Mifuchaodangshen (Dangshen) Peifangkeli

【来源】 本品为桔梗科植物党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf. 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取蜜麸炒党参（党参）饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 31.2%~58.0%），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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味甜。

【鉴别】 取本品 5g，研细，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 15ml 使溶解，通过 D101 型大孔吸附树脂柱（内径为 1.5cm，柱高为 10cm），用水 50ml 洗脱，弃去水液，再用稀乙醇 50ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取党参（党参）对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取党参炔苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 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，吸取供试品溶液和对照品溶液各 5 μ l、对照药材溶液 20 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水 (7:1:0.5) 为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 100℃ 加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯 (365nm) 下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【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。

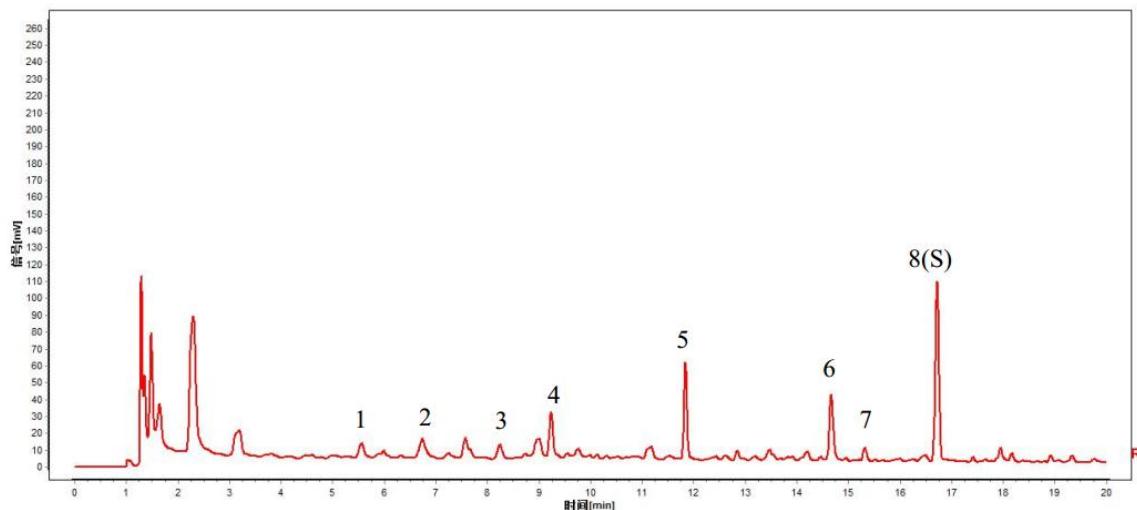
参照物溶液的制备 取蜜麸炒党参（党参）对照饮片 1g，加水 20ml，加热回流 2 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 10ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照饮片参照物溶液。另取（含量测定）项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

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，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照饮片参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 8 应与党参炔苷对照品参照物峰保留时间相对应。与党参炔苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规

定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.33（峰1）、0.40（峰2）、0.49（峰3）、0.55（峰4）、0.71（峰5）、0.88（峰6）、0.92（峰7）。



对照特征图谱

峰5：党参苷I；峰6：党参炔苷宁；峰8(S)：党参炔苷

【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3g，精密称定，精密加入乙醇100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典2020年版通则2201）项下的热浸法测定，不得少于35.0%。

【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268nm。理论板数按党参炔苷峰计算应不低于10000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~12	5→20	95→80
12~18	20→30	80→70
18~20	30	70

对照品溶液的制备 取党参炔苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每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250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取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 含党参炔苷 ($C_{20}H_{28}O_8$) 应为 0.18mg~0.50mg。

【规格】 每1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。

绵马贯众配方颗粒(试行)

Mianmaguanzhong Peifangkeli

【来源】 本品为鳞毛蕨科植物粗茎鳞毛蕨 *Dryopteris crassirhizoma* Nakai 的干燥根茎和叶柄残基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】 取绵马贯众饮片 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】 本品为浅棕红色至红棕色的颗粒; 气微, 味苦。

【鉴别】 取本品适量, 研细, 取 1g, 加热水 20ml 使溶解, 放冷, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙酸乙酯液, 浓缩至 1ml, 作为供试品溶液。另取绵马贯众对照药材 3.5g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 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 8μl、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-丙酮-甲酸(12:6:0.5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以香草醛硫酸试液, 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。

【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 1.8μm); 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; 流速为每分钟 0.3ml; 柱温为 30℃; 检测波长为 300nm。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(%)
0~5	7	93
5~20	7→10	93→90
20~30	10	90
30~60	10→45	90→55
60~80	45→60	55→40

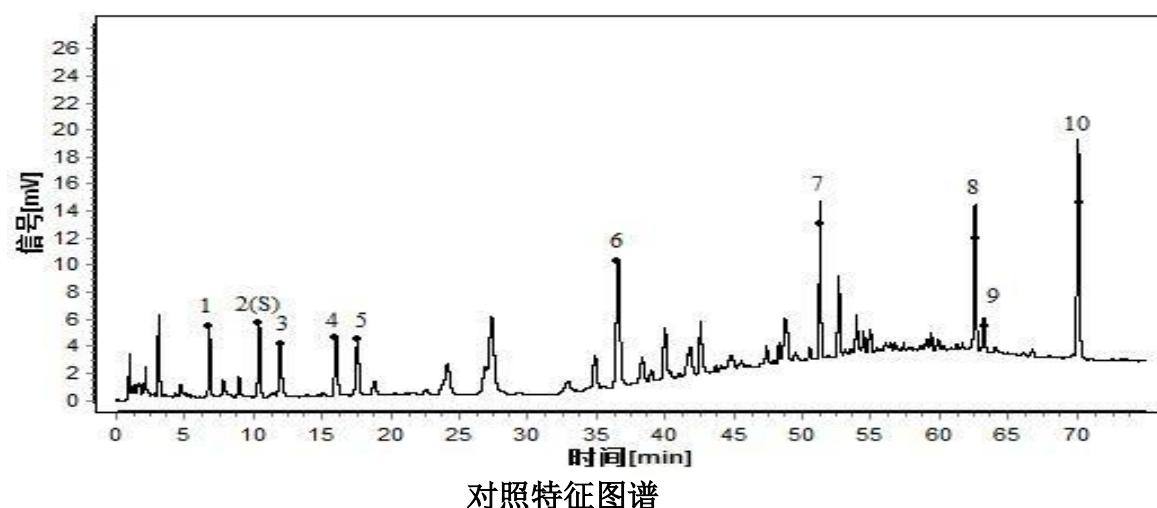
参照物溶液的制备 取绵马贯众对照药材 1g, 加水 25ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 70% 甲醇 10ml, 超声处理(功率 300W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取原儿茶酸对照品、原儿茶醛对照品

适量，加甲醇制成每1ml各含30 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0.5g，加70%甲醇25ml，超声处理（功率300W，频率40kHz）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1 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1、峰2应分别与相对应参照物峰保留时间相对应。与原儿茶醛参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰3、峰4、峰5与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值：1.14（峰3），1.54（峰4），1.68（峰5）。



峰1：原儿茶酸；峰2（S）：原儿茶醛；峰3：新绿原酸

色谱柱：HSS T3 C18，2.1mm×100mm，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】 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25.0%。

【含量测定】 对照品溶液的制备 取槲皮素对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每1ml含0.13mg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、3.0ml、4.0ml、5.0ml，分别置25ml量瓶中，加10%三氯化铝溶液1ml，摇匀，静置5分钟，用稀乙醇稀释至刻度，摇匀。以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（中国药典2020年版通则0401），在282nm的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇

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%乙醇补足减失的重量, 摆匀, 滤过, 精密量取续滤液1ml, 置25ml量瓶中, 照标准曲线的制备项下的方法, 自“加10%三氯化铝溶液1ml”起, 依法测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中槲皮素的浓度, 计算, 即得。

本品每1g含总黄酮以槲皮素($C_{15}H_{10}O_7$)计, 应为35.0mg~85.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片5g

【贮藏】 密封。

牡蛎(近江牡蛎)配方颗粒(试行)

Muli(Jinjiangmuli) Peifangkeli

【来源】 本品为牡蛎科动物近江牡蛎*Ostrea rivularis* Gould的贝壳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】 取牡蛎(近江牡蛎)饮片12500g,加水煎煮,滤过(干浸膏出膏率为1%~5%),加入辅料适量,混匀,浓缩成清膏,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】 本品为类白色至黄白色的颗粒;气微,味微咸。

【鉴别】 (1)取本品0.2g,研细,加稀盐酸,产生气泡。

(2)取本品1g,研细,加稀盐酸5ml,待溶解后,滤过,滤液显钙盐(中国药典2020年版通则0301)的鉴别反应。

(3)取本品0.5g,研细,加稀盐酸15ml,即产生大量气泡,超声处理30分钟,用氢氧化钠试液调节pH值至12,静置10分钟,离心,取沉淀置15ml安瓿中,加6mol/L盐酸10ml,150℃水解1小时,放冷,离心,取上清液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取牡蛎(近江牡蛎)对照药材2g,加水50ml,加热回流30分钟,趁热用纱布滤过,滤液蒸干,残渣加稀盐酸15ml,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2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水-丙酮-无水乙醇-0.5%茚三酮丙酮溶液(40:14:12:5:4:4)为展开剂,展开,取出,晾干,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 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)测定,铅不得过5mg/kg;镉不得过1mg/kg;砷不得过2mg/kg;汞不得过0.2mg/kg;铜不得过20mg/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)。

【含量测定】 取本品适量,研细,取约0.1g,精密称定,置锥形瓶中,精密加入稀盐酸10ml,称定重量,加热使溶解,放冷,再称定重量,用稀盐酸补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,加水20ml与甲基红指示剂1滴,滴加10%氢氧化钾溶液至溶液显浅黄色,继续多加5ml,加钙黄绿素指示剂少量,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而显橙色,记录所消耗乙二胺四醋酸二钠滴定液的体积,计算,即得。每1ml乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于5.004mg的碳酸钙(CaCO₃)。

本品每1g含碳酸钙（CaCO₃）应为150.0mg~480.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片12.5g

【贮藏】 密封。

牛大力配方颗粒（试行）

Niudali Peifangkeli

【来源】 本品为豆科植物美丽崖豆藤 *Millettia speciosa* Champ. 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取牛大力饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8.5%~15.0%），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】 本品为黄色至棕色的颗粒；气微香，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加乙醇 25ml，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。另取牛大力对照药材 0.5g，加乙醇 25ml，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 2~5μl、对照药材溶液 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（5:2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，热风吹干后放置 1 小时，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 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 25℃；检测波长为 224nm。理论板数按刺桐碱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	2	98
5~17	2→17	98→83
17~25	17	83
25~43	17→60	83→40
43~45	60→2	40→98

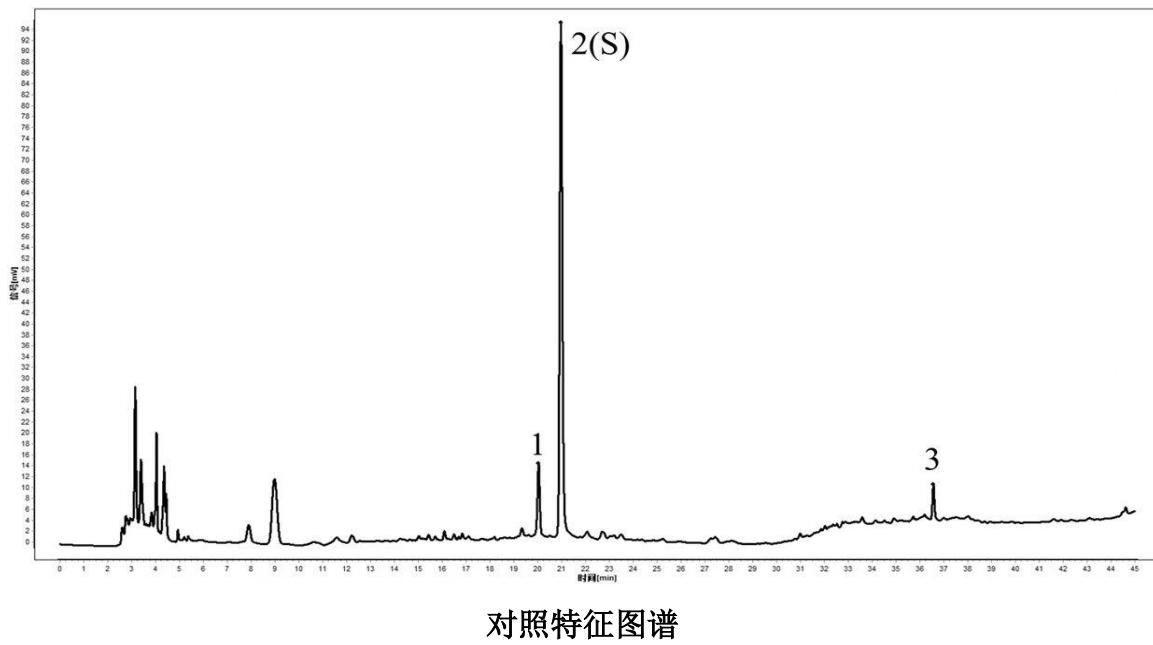
参照物溶液的制备 取牛大力对照药材 1g，加 30% 乙醇 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取（含量测定）项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 3 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 3 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与刺桐碱参照物峰相对应的峰为 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 0.96（峰 1）、1.74（峰 3）。



峰 2 (S): 刺桐碱

色谱柱: 5HC-C18 (2), 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 50ml，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 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-0.04mol/L 磷酸二氢钾溶液（12:88）为流动相；检测波长为 224nm。理论板数按刺桐碱峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取刺桐碱对照品适量，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 30% 乙醇 25ml，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 30% 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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含刺桐碱（C₁₄H₁₈N₂O₂）应为 1.2mg~3.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

【贮藏】 密封。

糯稻根配方颗粒(试行)

Nuodaogen Peifangkeli

【来源】 本品为禾本科植物糯稻 *Oryza sativa L. var. glutinosa* Matsum.的干燥根及茎基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】 取糯稻根饮片 20000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 2.5%~4.3%) , 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】 本品为棕色至棕褐色的颗粒; 气微香, 味苦。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加甲醇 25ml, 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。另取糯稻根对照药材 1g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣自“加甲醇 25ml”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 5~20 μ l, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(10:5:1) 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。

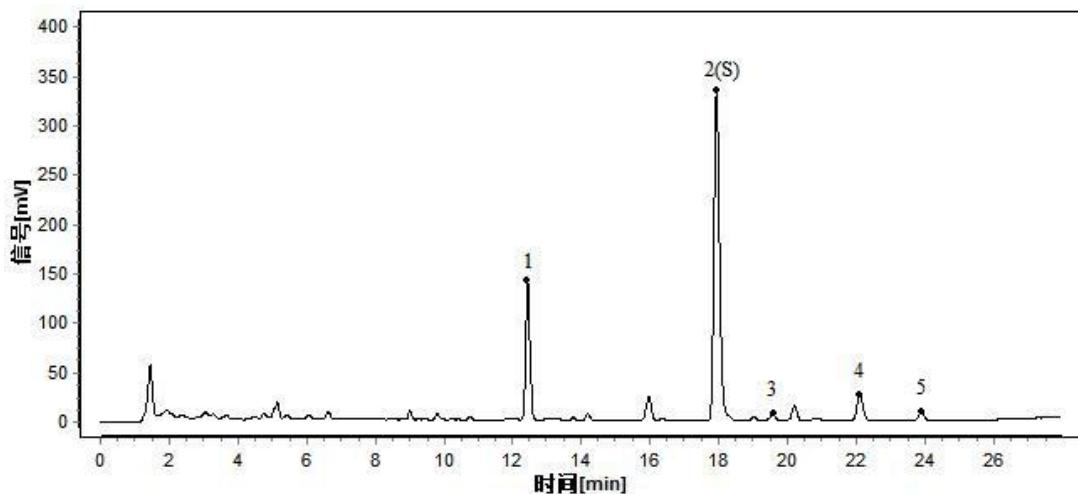
色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定)项。

参照物溶液的制备 取糯稻根对照药材 5g, 加 50% 甲醇 25ml, 加热回流 1 小时, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取对羟基苯甲醛对照品、4-香豆酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含对羟基苯甲醛 3 μ g、4-香豆酸 0.12mg 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 4 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 1、峰 2 应分别与对羟基苯甲醛、4-香豆酸对照品参照物峰保留时间相对应。与 4-香豆酸参照物峰相对应的峰为 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±10% 范围之内, 规定值为: 1.16(峰 3)、1.25(峰 4)、1.40(峰 5)。



对照特征图谱

峰 1：对羟基苯甲醛；峰 2 (S)：4-香豆酸

色谱柱：SB-Aq, 2.1mm×100mm, 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】 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 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 以亲水性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 280nm。理论板数按 4-香豆酸峰计算应不低于 20000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	0→8	100→92
10~22	8→11	92→89
22~28	11→18	89→82

对照品溶液的制备 取 4-香豆酸对照品适量，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 0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇溶液 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）1 小时，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 4 μ l，注入液相色谱仪，测定。

本品每 1g 含 4-香豆酸（C₉H₈O₃）应为 6.5mg~30.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g

【贮藏】 密封。

青天葵配方颗粒（试行）

Qingtiankui Peifangkeli

【来源】 本品为兰科植物毛唇芋兰 *Nervilia plicata* (Andr.) Schltr. 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】 取青天葵饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~24%），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】 取本品适量，研细，取 1g，加水 30ml 使溶解，加盐酸 5ml，加热回流 1 小时，放冷，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取青天葵对照药材 2g，加水 80ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 30ml，加盐酸 5ml，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 4 μ l，分别点于同一用 1% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以正己烷-甲苯-乙酸乙酯-甲酸（10:20:12:2）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。

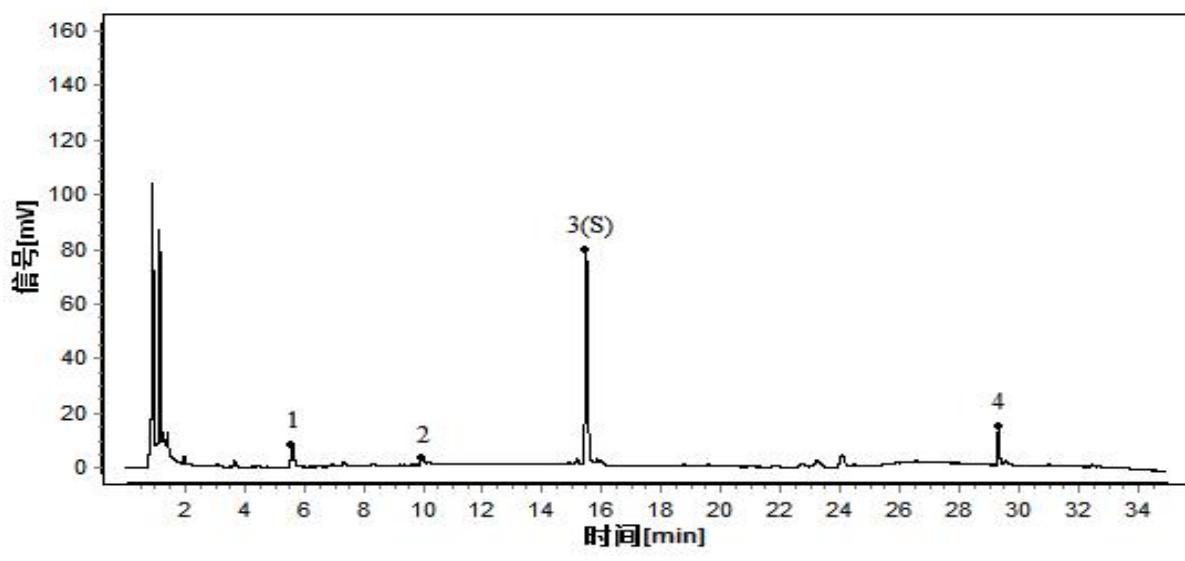
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取青天葵对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 75% 甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取沙苑子苷 A 对照品、鼠李柠檬素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含沙苑子苷 A 20 μ g、鼠李柠檬素 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 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 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 4 应分别与相对对照品参照物峰保留时间相对应。与沙苑子苷 A 参照物峰相对应的峰为 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 3 (S) : 沙苑子苷 A; 峰 4: 鼠李柠檬素

色谱柱: HSS T3, 2.1mm×150mm, 1.8μm

【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 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 2.1mm，粒径为 1.8μm），以乙腈为流动相 A，以 0.2% 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 0.3ml；柱温为 40℃；检测波长为 256nm。理论板数按沙苑子苷 A 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	5→21	95→79
10~15	21→24	79→76
15~20	24	76
20~22	24→30	76→70
22~32	30→100	70→0
32~35	100	0

对照品溶液的制备 取沙苑子苷 A 对照品适量，精密称定，加 75% 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 75% 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 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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含沙苑子苷 A ($C_{28}H_{32}O_{16}$) 应为 3.5mg~15.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。

桑螵蛸（大刀螂）配方颗粒（试行）

Sangpiaoxiao(Dadaolang) Peifangkeli

【来源】 本品为螳螂科昆虫大刀螂 *Tenodera sinensis* Saussure 的干燥卵鞘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】 取桑螵蛸（大刀螂）饮片 11000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 3%~6%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅灰黄色至棕黄色的颗粒；气微腥，味微咸。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加水 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取桑螵蛸对照药材 1g，加水 10ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4:1:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

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

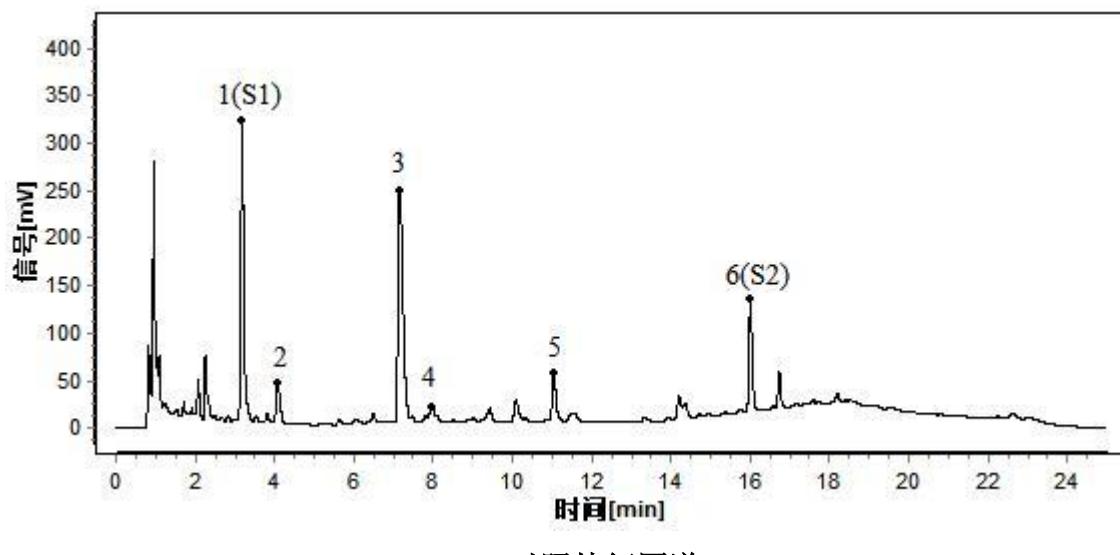
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取桑螵蛸（大刀螂）对照药材 2g，加 10% 甲醇 20ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取尿酸对照品适量，加 10% 甲醇制成每 1ml 含 60 μ g 的溶液，作为尿酸对照品参照物溶液。再取（含量测定）项下的对照品溶液，作为酪氨酸、色氨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 1、峰 3、峰 6 应分别与相对应对照品参照物峰保留时间相对应。与酪氨酸参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 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：1.26（峰 2）。与色氨酸参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 4、峰 5 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：1.26（峰 2）、0.46（峰 4）、0.67（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1 (S1): 尿酸; 峰 3: 酪氨酸; 峰 6 (S2): 色氨酸

色谱柱: HSS T3, 2.1mm×100mm, 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】 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 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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.3% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 25℃；检测波长为 220nm。理论板数按色氨酸峰计应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	0→6	100→94
10~15	6→17	94→83
15~20	17	83
20~21	17→0	83→100
21~25	0	100

对照品溶液的制备 取酪氨酸、色氨酸对照品适量，精密称定，加 10% 甲醇制成每 1ml 含酪氨酸 0.30mg、色氨酸 30 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10% 甲醇 10ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 10% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。本品每 1g 含酪氨酸 (C₉H₁₁NO₃) 应为 1.5mg~7.5mg; 含色氨酸 (C₁₁H₁₂N₂O₂) 应为 0.2mg~0.7mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 11g

【贮藏】 密封。

蛇莓配方颗粒(试行)

Shemei Peifangkeli

【来源】 本品为蔷薇科植物蛇莓 *Duchesnea indica* (Andr.) Focke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】 取蛇莓饮片 8300g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为9%~12%) , 干燥(或干燥、粉碎) , 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒; 气微, 味苦。

【鉴别】 取本品1g, 研细, 加甲醇25ml, 超声处理30分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇2ml使溶解, 作为供试品溶液。另取蛇莓对照药材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, 吸取上述两种溶液各2 μ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以二甲苯—丙酮—乙醇—浓氨试液(50:40:10:0.5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以5%香草醛硫酸溶液, 在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

【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; 流速为每分钟1.0ml; 柱温为35℃; 检测波长为254nm。理论板数按鞣花酸峰计算应不低于10000。

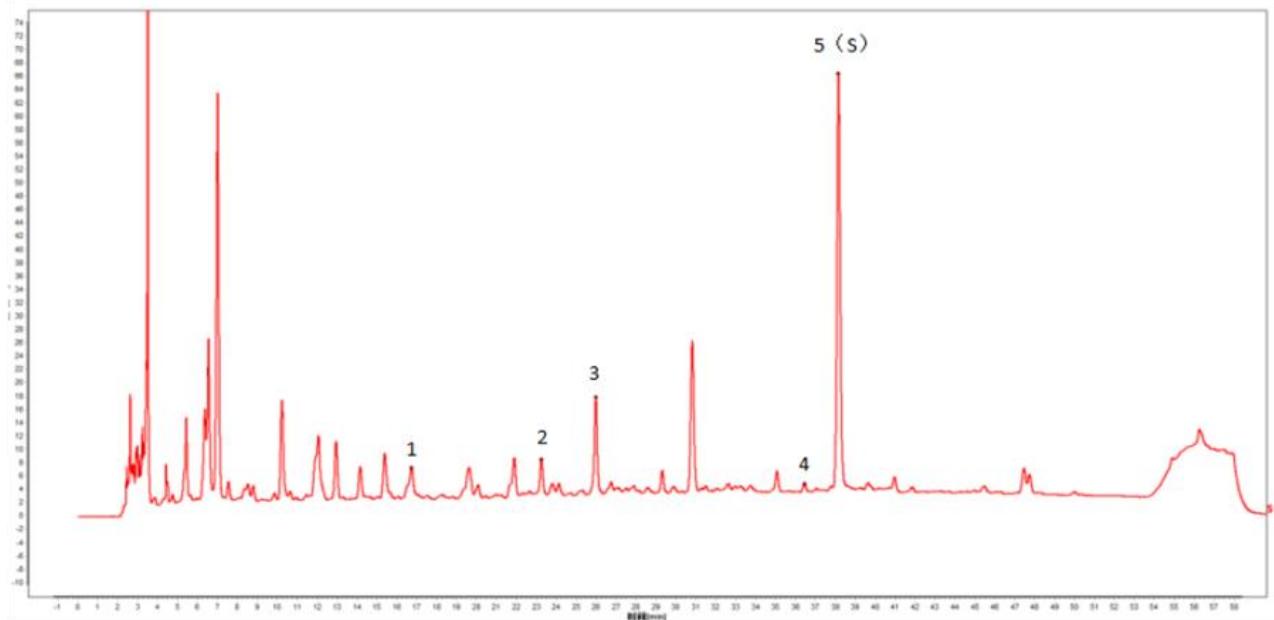
时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~50	5→25	95→75
50~55	25→40	75→60

参照物溶液的制备 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 取本品适量, 研细, 取0.1g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入30%乙醇20ml, 密塞, 超声处理(功率250W, 频率40kHz)30分钟, 放冷, 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, 其中与鞣花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±10%范围之内。规定值为: 0.44(峰1)、0.62(峰2)、0.69(峰3)、0.96(峰4)。



对照特征图谱

峰 5 (S) : 鞣花酸

色谱柱: ES Caprisil C18-P, 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】 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；流速为每分钟1.0ml；柱温为35℃；检测波长为254nm。理论板数按鞣花酸峰计算应不低于10000。

时间（分钟）	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	12→18	88→82
5~18	18	82
18~19	18→60	82→40
19~24	60	40

对照品溶液的制备 取鞣花酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含100μg的溶液（必要时超声处理），精密量取2ml，置10ml量瓶中，加稀乙醇稀释至刻度，摇匀，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，精密加入稀乙醇20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再

称定重量，用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 含鞣花酸 (C₁₄H₆O₈) 应为 1.5mg~11.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8.3g

【贮藏】 密封。

石斛（流苏石斛及其同属植物近似种）配方颗粒（试行）

Shihu (Liusushihujitongshuzhiwujinsizhong) Peifangkeli

【来源】 本品为兰科植物流苏石斛*Dendrobium fimbriatum* Hook.的栽培品及其同属植物近似种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（流苏石斛及其同属植物近似种）饮片7500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为6.7%~12.4%），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】 本品为棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品0.5g，研细，加甲醇25ml，超声处理45分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取石斛酚对照品，加甲醇制成每1ml含0.2mg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，吸取供试品溶液5~10μl、对照品溶液5μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯（3:2）为展开剂，展开，展距约8cm，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。

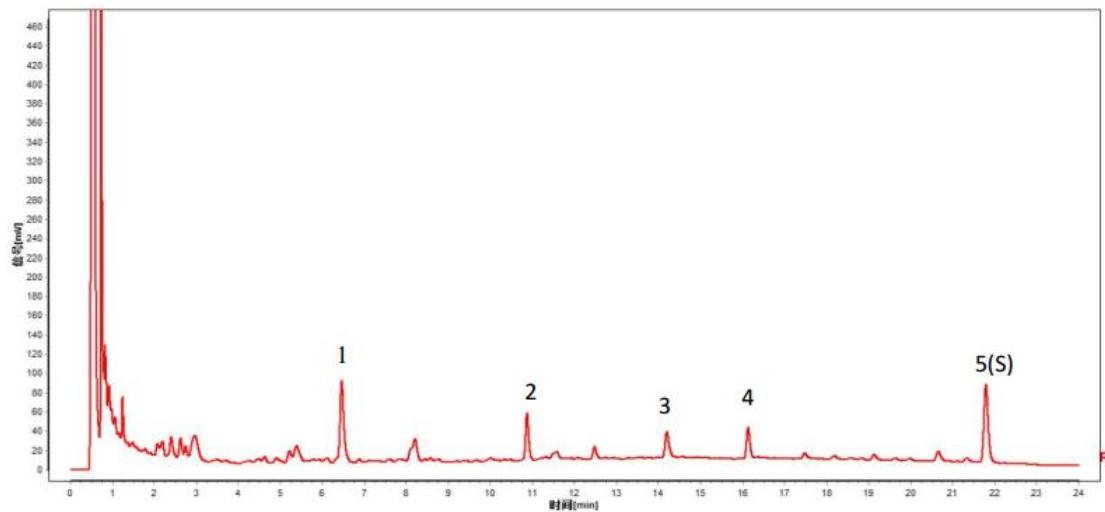
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取石斛酚对照品适量，精密称定，加75%甲醇制成每1ml含50μg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1μl，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，其中峰5应与石斛酚对照品参照物峰保留时间相对应。与石斛酚参照物峰相对应的峰为S峰，计算各特征峰与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.29（峰1）、0.50（峰2）、0.65（峰3）、0.74（峰4）。



对照特征图谱

峰1：丁香脂素双糖苷；峰2：丁香脂素单糖苷；

峰3：Tristin；峰4：丁香脂素；峰5（S）：石斛酚

【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3g，精密称定，精密加入乙醇100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典2020年版通则2201）项下的热浸法测定，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；以0.1%磷酸溶液为流动相A，以乙腈为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为210nm。理论板数按石斛酚峰计算应不低于6000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~2	88	12
2~7	88→84	12→16
7~20	84→68	16→32
10~24	68	32

对照品溶液的制备 取石斛酚对照品适量，精密称定，加75%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1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入75%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1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含石斛酚（C₁₆H₁₈O₄）应为0.62mg~3.0mg。

【规格】 每1g 配方颗粒相当于饮片7.5g

【贮藏】 密封。

使君子配方颗粒(试行)

Shijunzi Peifangkeli

【来源】 本品为使君子科植物使君子 *Quisqualis indica* L.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】 取使君子饮片 4500g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 11.1%~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】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味微苦、涩。

【鉴别】 取本品 2g, 研细, 加 50% 甲醇 20ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 20ml 使溶解, 加正丁醇振荡提取 3 次, 每次 15ml, 收集正丁醇液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取使君子仁对照药材 3g, 加水 100ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 50% 甲醇 20ml 使溶解, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版四部通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 15 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水(12:7:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 苛三酮试液, 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), 以甲醇为流动相 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; 流速为每分钟 0.80ml; 柱温为 25℃, 检测波长为 260nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 3000。

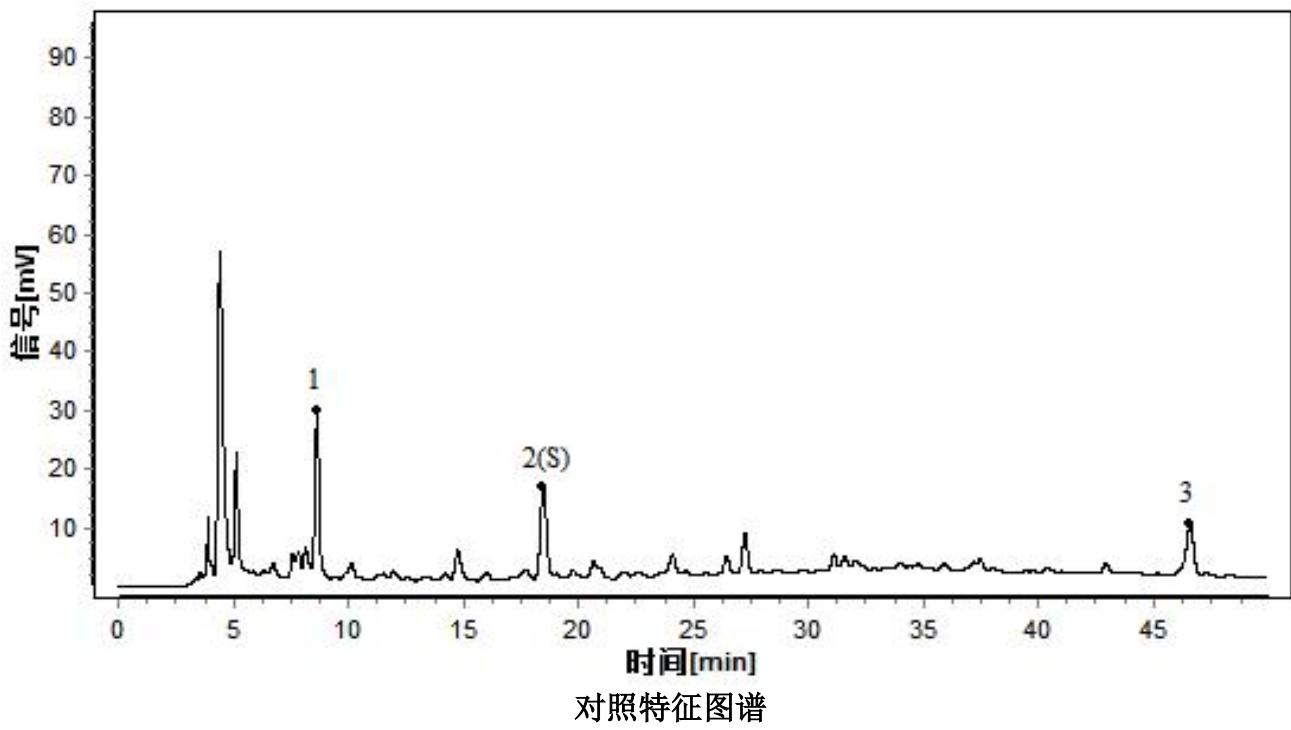
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~8	1	99
8~18	1→10	99→90
18~30	10→25	90→75
30~40	25→30	75→70
40~50	30	70
50~55	30→60	70→40
55~60	60	40

参照物溶液的制备 使君子仁对照药材 1g, 置具塞锥形瓶中, 加水 20ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 70% 甲醇 20ml, 超声处理 (功率 300W, 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。另取没食子酸对照品适量, 加 70% 甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加入 70% 甲醇 20ml, 超声处理 (功率 300W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 5 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 3 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 3 个色谱峰保留时间相对应, 其中峰 2 应与对照品参照物峰保留时间相对应, 与没食子酸参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算峰 1、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: 0.47 (峰 1)、2.53 (峰 3)。



峰 2 (S) : 没食子酸

色谱柱: SB-Aq, 4.6 \times 250mm, 5 μ m

【检查】 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、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】 取本品研细, 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 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 以氨基键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（80:20）为流动相；检测波长为 265nm。理论板数按葫芦巴碱峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取葫芦巴碱对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 含葫芦巴碱 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 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 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，稀 50% 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 含葫芦巴碱（C₇H₇NO₂）应为 3.0mg~6.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g

【注意】 服药时忌饮浓茶。

【贮藏】 密封。

藤梨根配方颗粒(试行)

Tenglichen Peifangkeli

【来源】 本品为猕猴桃科植物中华猕猴桃 *Actinidia chinensis* Planch. 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取藤梨根饮片 12000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 4.5%~8.0%) , 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】 本品为红棕色至深棕色的颗粒; 气微, 味微涩、微苦。

【鉴别】 取本品 0.5g, 研细, 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。另取藤梨根对照药材 1g, 加水 50ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 10ml, 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 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-甲酸(4:1:0.1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照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 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% 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 0.3ml; 柱温为 35°C; 检测波长 320nm。理论板数按新绿原酸峰计算应不低于 3000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~3	3→6	97→94
3~22	6→7	94→93
22~26	7→80	93→20
26~30	80→90	20→10

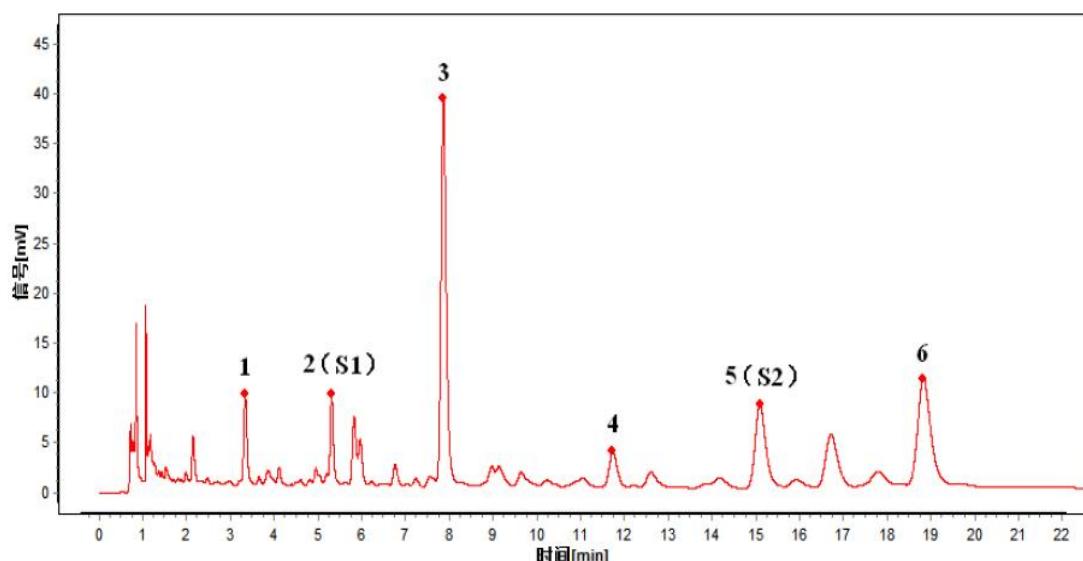
参照物溶液的制备 取藤梨根对照药材 2g, 加水 25ml, 加热回流 1 小时, 放冷, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取新绿原酸对照品、秦皮

昔对照品适量,精密称定,加30%甲醇制成每1ml含新绿原酸10 μ g、秦皮昔35 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与对照药材参照物色谱相应的6个特征峰,与新绿原酸对照参照物峰相应的峰为S1峰,计算峰1、峰3、峰4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)、1.45(峰3)、2.14(峰4),与秦皮昔对照参照物峰相应的峰为S2峰,计算峰6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:1.26(峰6)



对照特征图谱

峰2(S1):新绿原酸;峰4:隐绿原酸;峰5(S2):秦皮昔

色谱柱 Eclipse Plus C18, 2.1mm \times 100mm, 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 1.7μm）；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；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 25℃；检测波长为 260nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	9	91
6~7	9→80	91→20
7~10	80	20

对照品溶液的制备 取原儿茶酸对照品适量，精密称定，加 30% 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 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 30% 甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，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 2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含原儿茶酸（C₇H₆O₄）应为 0.08mg~1.50mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12g

【贮藏】 密封。

天浆壳配方颗粒(试行)

Tianjiangke Peifangkeli

【来源】 本品为萝藦科植物萝藦 *Metaplexis japonica* (Thunb.) Makino 的干燥成熟果壳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】 取天浆壳饮片 5000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 10.7%~20.0%), 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】 本品为黄棕色至深棕色的颗粒, 气微, 味微苦。

【鉴别】 取本品 3g, 研细, 加甲醇 30ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取天浆壳对照药材 1g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣自“加甲醇 30ml”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 8 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-三氯甲烷-乙酸乙酯(10:2:0.8)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。

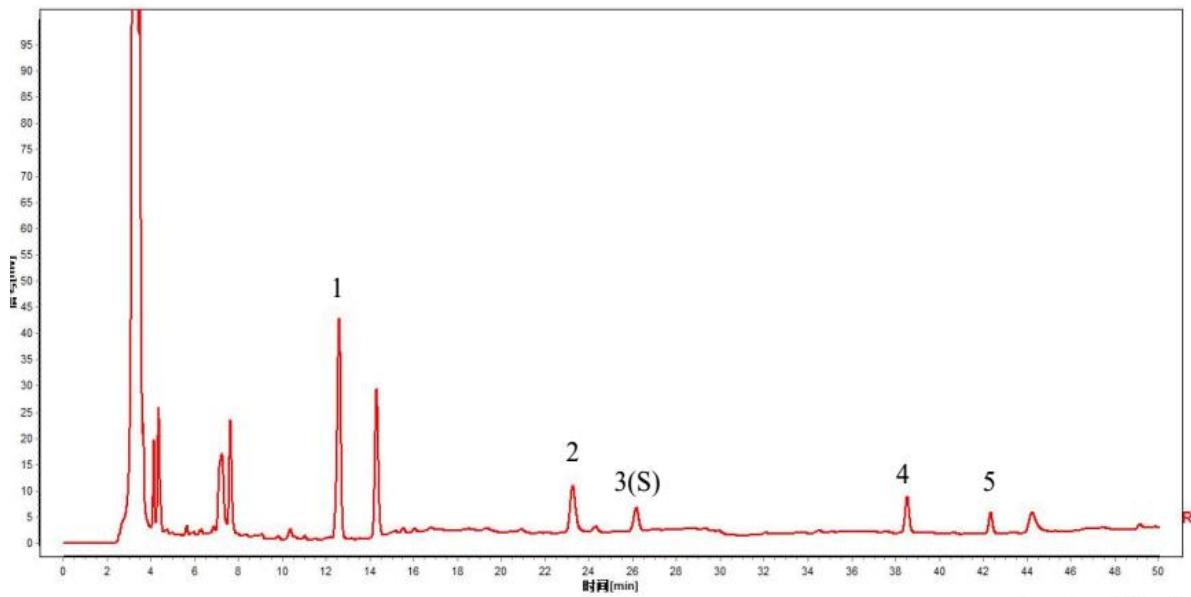
色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定)项。

参照物溶液的制备 取天浆壳对照药材 1g, 加 10% 甲醇 10ml, 超声处理(功率 300W, 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。另取鸟苷对照品、腺苷对照品适量, 精密称定, 加 10% 甲醇制成每 1ml 各含 8 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 5 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、峰 4 应分别与鸟苷、腺苷对照品参照物峰保留时间相对应。与鸟苷参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算峰 1、峰 2、峰 5 与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的±10% 范围之内, 规定值为: 0.48(峰 1)、0.89(峰 2)、1.62(峰 5)。



对照特征图谱

峰 3 (S)：鸟苷；峰 4：腺苷

【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 3g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，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，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 262nm。理论板数按鸟苷峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	2→7	98→93
20~40	7→20	93→80
40~50	20→30	80→70

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 1 ml 含 8 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10% 甲醇 10ml，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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含鸟苷（C₁₀H₁₃N₅O₅）应为0.070mg～0.30mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片5g

【贮藏】 密封。

天龙配方颗粒（试行）

Tianlong Peifangkeli

【来源】 本品为壁虎科动物多疣壁虎*Gekko japonicus* (Dumeril et Bibron) 或同属他种壁虎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】 取天龙饮片5000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为10.1%~20.0%)，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】 本品为黄色至棕黄色的颗粒；气腥，味苦。

【鉴别】 取本品1g, 研细, 加70%乙醇10ml, 超声处理10分钟, 滤过, 滤液作为供试品溶液。另取丙氨酸对照品、缬氨酸对照品、亮氨酸对照品, 加70%乙醇制成每1ml各含1mg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, 吸取上述两种溶液各1 μ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以正丁醇-冰乙酸-水(3:1:2)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。

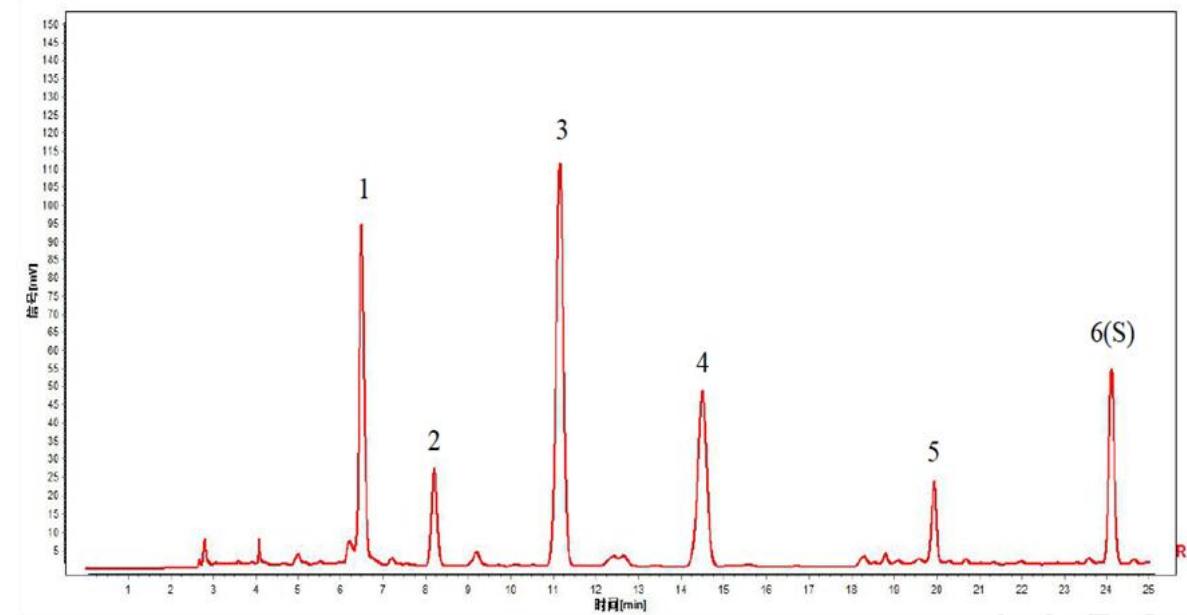
色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定)项。

参照物溶液的制备 取(含量测定)项下对照品溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同(含量测定)项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10 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, 其中峰6应与蝶呤-6-羧酸对照品参照物峰保留时间相对应。与蝶呤-6-羧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: 0.27(峰1)、0.34(峰2)、0.46(峰3)、0.60(峰4)、0.83(峰5)。



对照特征图谱

峰1：鸟嘌呤 峰6(S)：蝶呤-6-羧酸

【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3g，精密称定，精密加入乙醇100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典2020年版通则2201）项下的热浸法测定，不得少于32.0%。

【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0.15%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295nm。理论板数按蝶呤-6-羧酸峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~13	1	99
13~14	1→7	99→93
14~25	7→20	93→80

对照品溶液的制备 取蝶呤-6-羧酸对照品适量，精密称定，加0.028%氨水溶液制成每1ml含11μg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，精密加入水25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）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含蝶呤-6-羧酸（C₇H₅N₅O₃）应为0.33mg~1.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。

铁线透骨草配方颗粒（试行）

Tiexiantougucao Peifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物黃花铁线莲 *Clematis intricate* 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】 取铁线透骨草饮片 3400g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 18%~29%），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】 本品为浅灰棕色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品 0.25g，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。另取铁线透骨草对照药材 3g，加水 80ml，煎煮 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，吸取上述两种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 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（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。

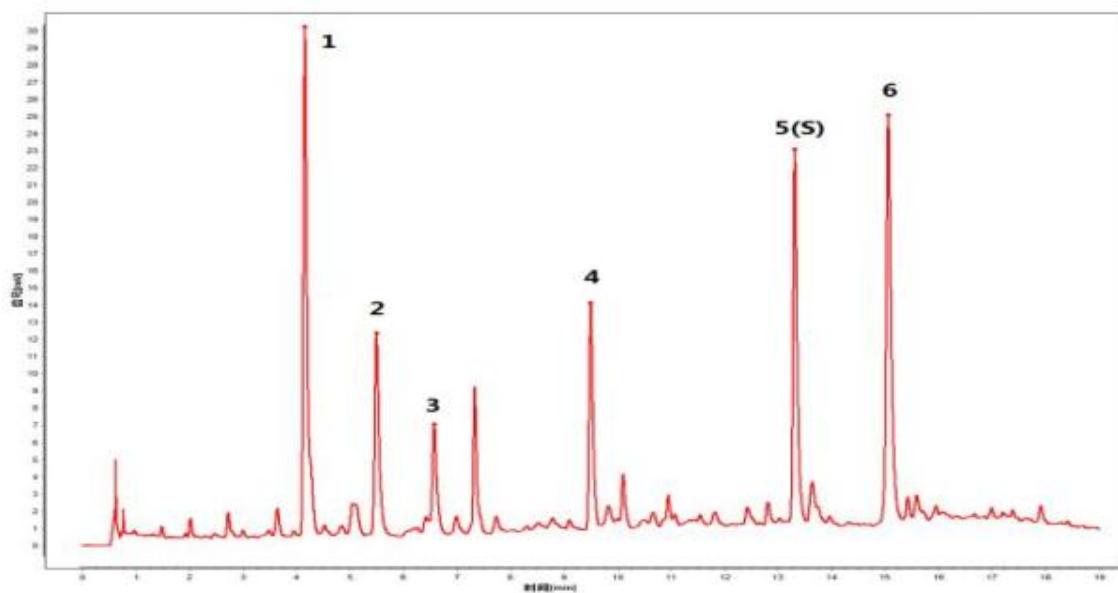
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取铁线透骨草对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加 50% 甲醇 50ml，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取（含量测定）项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同（含量测定）项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 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。与芦丁对照品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：0.31（峰 1）、0.41（峰 2）、0.49（峰 3）、0.71（峰 4）、1.13（峰 6）。



对照特征图谱

峰 5 (S) : 芦丁

色谱柱: ACQUITY BEH C18, 2.1mm×100mm, 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 23.0%。

【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 0.5% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 30℃；检测波长为 354nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~5	5→8	95→92
5~14	8→16	92→84
14~19	16→25	84→75

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 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，

精密加入 50% 甲醇 25ml, 称定重量, 超声处理 (功率 500W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

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

本品每 1g 含芦丁 (C₂₇H₃₀O₁₆) 应为 0.36mg~2.66mg

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.4g

【贮藏】 密封。

土大黄（巴天酸模）配方颗粒（试行）

Tudahuang(Batiansuanmo) Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物巴天酸模 *Rumex patientia* L. 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取土大黄（巴天酸模）饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15.0%~28.5%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦、涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.2g，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，再加盐酸 1ml，加热回流 30 分钟，放冷，用乙醚振摇提取 3 次，每次 10ml，合并乙醚液，挥干，残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 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，吸取供试品溶液 2 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 H 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯-甲酸（17:3:0.4）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照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 1.6~1.8 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.05% 甲酸溶液为流动相 B，按下列表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 260nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	47	53
5~7	47→53	53→47
7~8	53→78	47→22
8~17	78→80	22→20
17~20	80→100	20→0

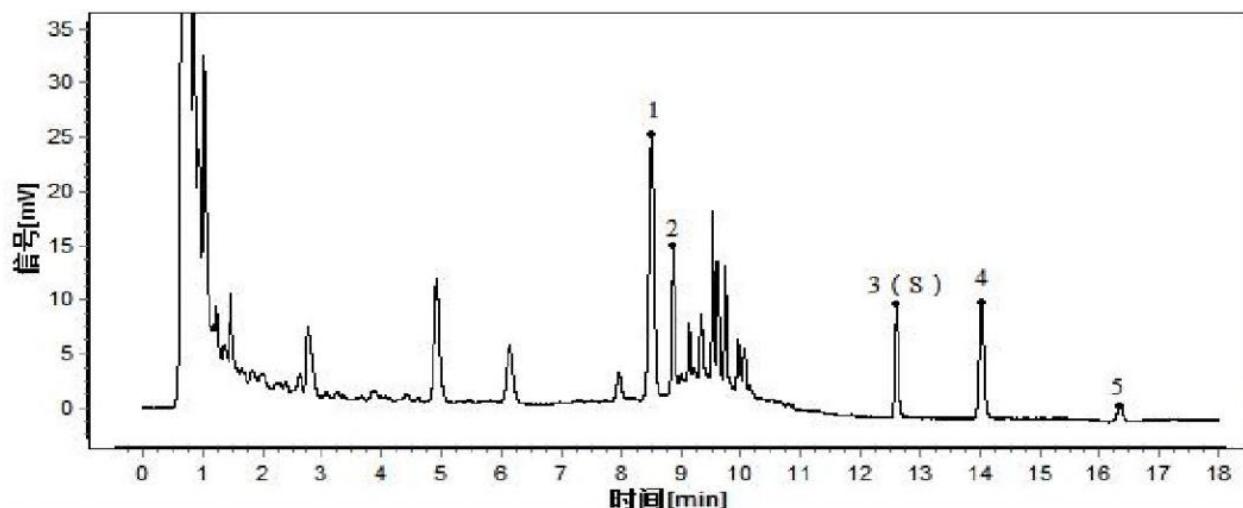
参照物溶液的制备 取土大黄（巴天酸模）对照药材 0.5g，加 70% 甲醇 50ml，加热回流

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大黄素对照品参照物溶液。再取大黄酚对照品、大黄素甲醚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含20μg的混合溶液，作为大黄酚、大黄素甲醚对照品参照物溶液。

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1μl，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、峰4、峰5应分别与相对应对照品参照物峰保留时间相对应。与大黄素参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1、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±10%范围之内，规定值为：0.67（峰1）、0.70（峰2）。



对照特征图谱

峰3(S)：大黄素；峰4：大黄酚；峰5：大黄素甲醚

色谱柱：ZORBAX SB C18, 2.1mm×100mm, 1.8μm

【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1.7~1.9μm）；以甲醇为流动相A，以0.05%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0.4ml；柱温为30℃；检测波长为222nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于3000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~5	75	25
5~8	75→100	25→0

对照品溶液的制备 取大黄素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含5μg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含大黄素(C15H10O5)应为0.10mg~0.75mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片3.5g

【贮藏】 密封。

苇茎配方颗粒(试行)

Weijing Peifangkeli

【来源】 本品为禾本科植物芦苇 *Phragmites australis*(Cav.)Trin.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】 取苇茎饮片 8000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为6.5%~10.5%), 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】 本品为棕黄色至深棕色的颗粒; 气微, 味微苦。

【鉴别】 取本品 0.5g, 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。另取阿魏酸对照品, 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 5μl、对照品溶液 2μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-甲醇(4:5:0.2:0.1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以新配制的 1% 三氯化铁和 1% 铁氰化钾(1:1)的混合溶液。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 100mm, 内径为 2.1mm, 粒径为 1.8μm); 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; 流速为每分钟 0.35ml; 柱温为 45℃; 检测波长为 254nm。理论板数按 4-香豆酸峰计算应不低于 3000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~5	0→4	100→96
5~7	4→10	96→90
7~20	10→20	90→80

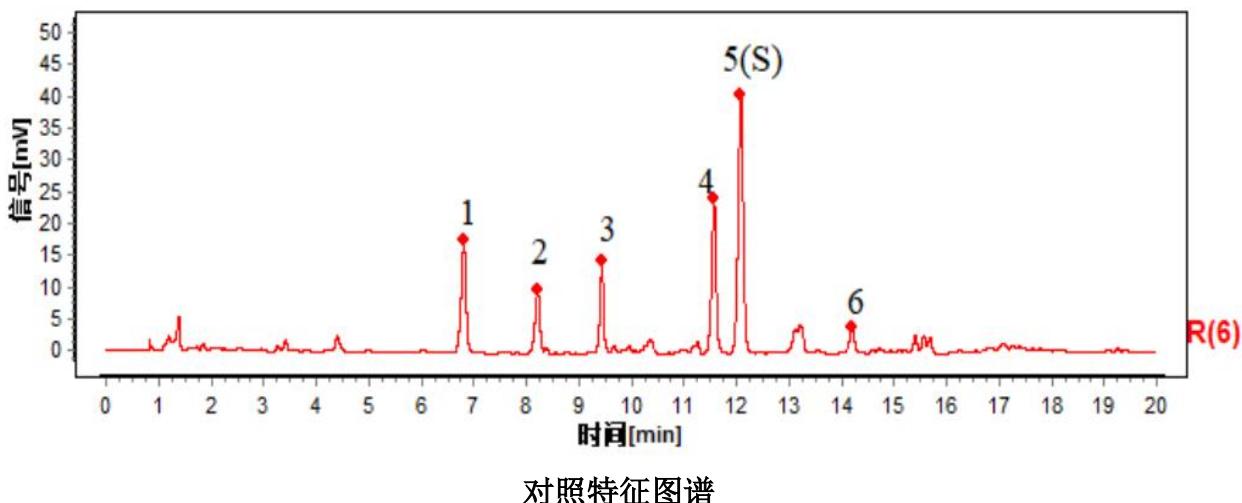
参照物溶液的制备 取苇茎对照药材 1g, 置具塞锥形瓶中, 加水 50ml, 加热回流 45 分钟, 放冷, 滤过, 取续滤液 25ml, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 25ml, 合并乙酸乙酯液, 80℃ 水浴蒸干, 残渣加甲醇溶解, 转移至 5ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下的对照品溶液, 作为对羟基苯甲酸、4-香豆酸对照品参照物溶液。再取对羟基苯甲醛对照品、香草酸对照品、阿魏酸对照

品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含5 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0.5g，置具塞锥形瓶中，加水25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，滤过，取续滤液15ml，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次15ml，合并乙酸乙酯液，80℃水浴蒸干，残渣加甲醇使溶解，转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，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1、峰2、峰3、峰5、峰6应分别与相对应对照品参照物峰的保留时间相对应。与4-香豆酸参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰4与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.95（峰4）。



【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，取供试品10g（单剂量包装取1袋），加热水200ml，加热煮沸5分钟并搅拌，立即观察，应全部溶化或轻微浑浊，并不得有焦屑等异物。

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 1.8 μm); 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; 流速为每分钟 0.4ml; 柱温为 45°C; 对羟基苯甲酸检测波长为 256nm、4-香豆酸检测波长为 310nm。理论板数按 4-香豆酸峰计算应不低于 3000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相B (%)
0~3	11	89
3~4	11→15	89→85
4~9	15	85

对照品溶液的制备 取对羟基苯甲酸对照品、4-香豆酸对照品适量, 精密称定, 加 50% 甲醇制成每 1ml 含对羟基苯甲酸 3 μg 、4-香豆酸 40 μg 的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

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

本品每 1g 含对羟基苯甲酸($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$)和 4-香豆酸($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_3$)的总量应为 0.8mg~3.0mg

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8g

【贮藏】 密封。

血余炭配方颗粒(试行)

Xueyutan Peifangkeli

【来源】 本品为人发制成的炭化物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】 取血余炭饮片 25000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 2%~3%), 加入辅料适量, 混匀, 干燥, 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为黄色至黄棕色的颗粒; 味苦。

【鉴别】 取本品 0.2g, 研细, 加无水乙醇 20ml, 超声处理 30 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 3 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。另取血余炭对照药材 5g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加无水乙醇 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, 吸取上述两种溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇(20:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(中国药典 2020 年版通则 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%。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 25g

【贮藏】 密封。

羊蹄根配方颗粒（试行）

Yangtigen Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物羊蹄 *Rumex japonicus* Houtt. 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取羊蹄根饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 17.7%~33.3%），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】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 30ml，加热回流 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。另取羊蹄根对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 30ml”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 2 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-甲醇（9:3:0.1:2）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

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

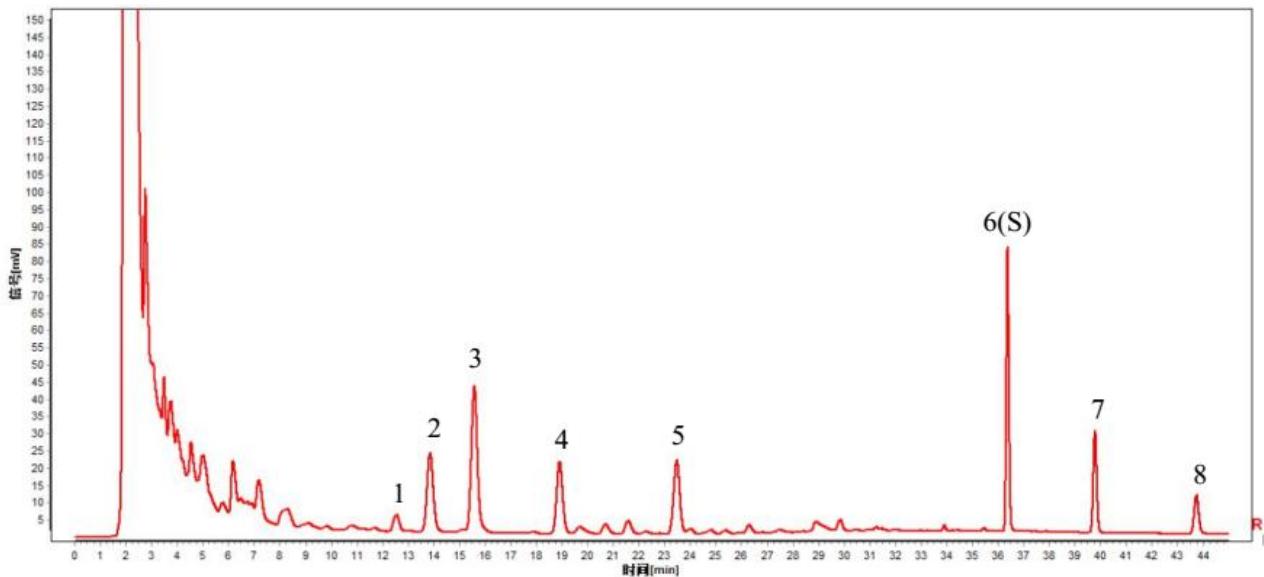
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取羊蹄根对照药材 2g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，取上清液浓缩至近干，残渣加甲醇 25ml，超声处理 10 分钟，放冷，摇匀，离心，取上清液，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 5 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 6 应与大黄素对照品参照物峰保留时间相对应。与大黄素参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10% 范围之内，规定值为：0.35（峰 1）、0.38（峰 2）、0.43（峰 3）、0.52（峰 4）、0.65（峰 5）、1.09（峰 7）、1.20（峰 8）。



对照特征图谱

峰 6 (S) : 大黄素； 峰 7: 大黄酚； 峰 8: 大黄素甲醚

【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 3g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 35.0%。

【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 以苯基己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 288nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 5000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~7	50	50
7~22	50→56	50→44
22~34	56→78	44→22
34~45	78	22

对照品溶液的制备 取大黄素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 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 0.5g，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 1130W，频率 37kHz）10 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 5~10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含大黄素($C_{15}H_{10}O_5$)应为0.20mg~2.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片3g

【贮藏】 密封。

叶下珠配方颗粒（试行）

Yexiazhu Peifangkeli

【来源】 本品为大戟科植物叶下珠 *Phyllanthus urinaria* 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】 取叶下珠饮片 5300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11.0%~18.5%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至深棕色的颗粒；气微，味苦、微涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.2g，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。另取叶下珠对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 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。再取没食子酸对照品，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，吸取上述三种溶液各 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-甲酸（5:5:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2% 三氯化铁乙醇溶液。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。

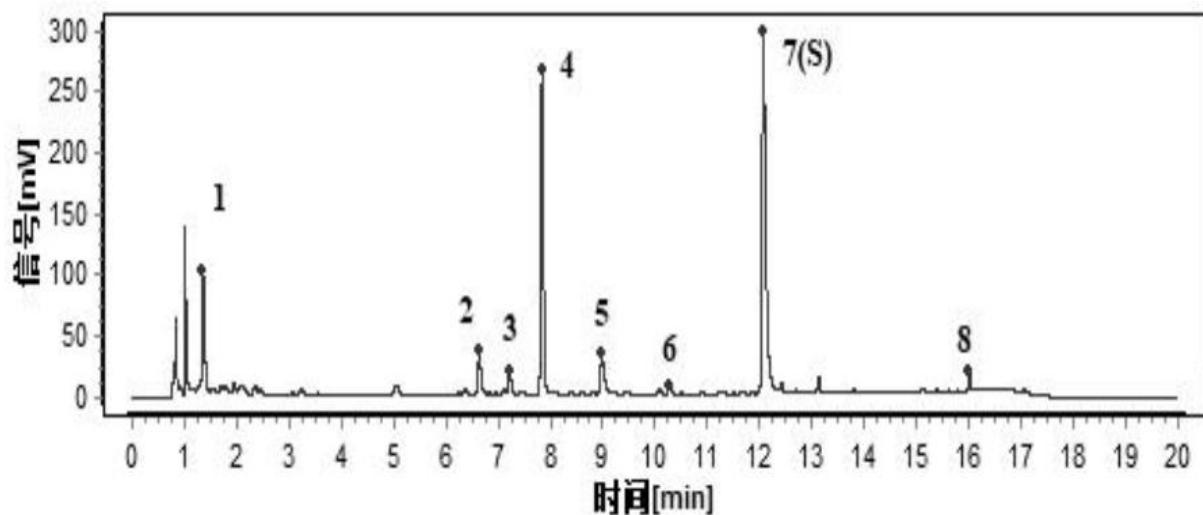
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取叶下珠对照药材 0.2g，加 30% 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，作为对照品参照物溶液。再取没食子酸对照品、柯里拉京对照品适量，精密称定，加 50% 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 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 1、峰 4、峰 7 应分别与相对对照品参照物峰保留时间相对应。与鞣花酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 3、峰 5、峰 6、峰 8 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：0.58（峰 2）、0.64（峰 3）、0.78（峰 5）、0.86（峰 6）、1.29（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1：没食子酸；峰 4：柯里拉京；峰 7 (S)：鞣花酸

色谱柱：Eclipse Plus C18，2.1mm×100mm，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 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 100mm，内径为 2.1 mm，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；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 40℃；检测波长为 254nm。理论板数按鞣花酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	5	95
1~3	5→11	95→89
3~7	11→13	89→87
7~12	13→23	87→77
12~14	23→37	77→63
14~15	37→5	63→95
15~20	5	95

对照品溶液的制备 取鞣花酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含50 μ g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50ml，称定重量，加热回流1小时，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含鞣花酸（C₁₄H₆O₈）应为7.0mg~30.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片5.3g

【贮藏】 密封。

薏苡根配方颗粒(试行)

Yiyigen Peifangkeli

【来源】 本品为禾本科植物薏苡 *Coix lacrymajobi* L. var. *ma-yuen* (Roman.) Stapf 的干燥根及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】 取薏苡根饮片 25000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 2.0%~4.0%), 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】 本品为浅棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味淡。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加甲醇 50ml, 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。另取薏苡根对照药材 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 10 μ l、对照药材溶液 3 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(4:1:1:0.1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 1% 香草醛硫酸溶液, 在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

【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; 以甲醇为流动相 A, 以 0.1% 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。理论板数按 4-香豆酸峰计算应不低于 5000。

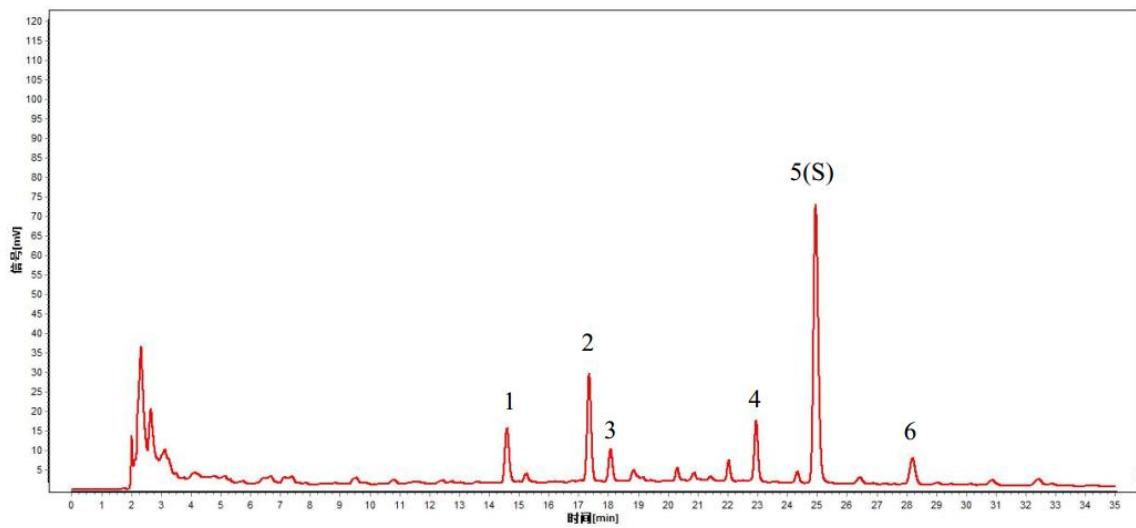
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~3	7	93
3~18	7→26	93→74
18~35	26	74

参照物溶液的制备 取薏苡根对照药材 1g, 加水 50ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 离心, 取上清液, 浓缩至近干, 残渣加 70% 甲醇 10ml 使溶解, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取对羟基苯甲醛对照品、4-香豆酸对照品适量, 精密称定, 加 70% 甲醇制成每 1ml 含对羟基苯甲醛 10 μ g、4-香豆酸 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 1130W, 频率 37kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 70% 甲醇补足减失的重量, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 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 2、峰 5 应与对羟基苯甲醛、4-香豆酸对照品参照物峰保留时间相对应。与 4-香豆酸参照物峰相应的峰为 S 峰, 计算峰 1、峰 3、峰 4、峰 6 与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内, 规定值为: 0.59 (峰 1) 、0.72 (峰 3) 、0.92 (峰 4) 、1.13 (峰 6) 。



对照特征图谱

峰 2: 对羟基苯甲醛; 峰 5 (S) : 4-香豆酸

【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 3g, 精密称定, 精密加入乙醇 100ml, 照醇溶性浸出物测定法 (中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的热浸法测定, 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; 以乙腈-0.1% 磷酸溶液 (17:83) 为流动相; 检测波长为 308nm。理论板数按 4-香豆酸计算应不低于 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% 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 0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 甲醇 100ml, 称定重量, 超声处理 (功率 1130W, 频率 37kHz) 15 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 70% 甲醇补足减失的重量, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 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7.5mg~35.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片25g

【贮藏】 密封。

泽漆配方颗粒(试行)

Zeqi Peifangkeli

【来源】 本品为大戟科植物泽漆 *Euphorbia helioscopia* L. 带花、果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】 取泽漆饮片 3750g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为14.6%~26.6%), 加入辅料适量, 干燥(或干燥、粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】 本品为深棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味苦。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加甲醇 25ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取泽漆对照药材 1g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣自“加甲醇 25ml”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 2~3μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(5:4:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

【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; 检测波长为 354nm。理论板数按金丝桃苷峰计算应不低于 5000。

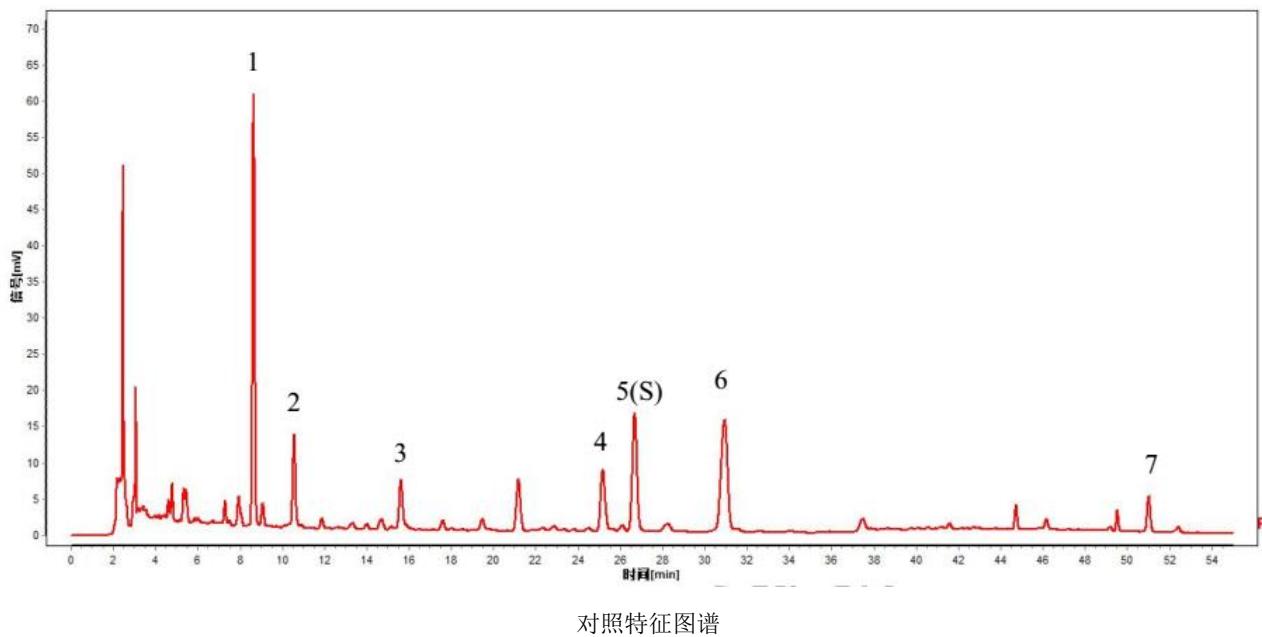
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~25	13→17	87→83
25~30	17	83
30~55	17→36	83→64

参照物溶液的制备 取泽漆对照药材 1g, 加水 25ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 离心, 取上清液浓缩至近干, 残渣加 70% 甲醇 20ml 使溶解, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取金丝桃苷对照品、槲皮素对照品适量, 精密称定, 加 70% 甲醇制成每 1ml 含金丝桃苷 14μg、槲皮素 2μg 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 5μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 5、峰 7 应分别与金丝桃苷、槲皮素对照品参照物峰保留时间相对应。与金丝桃苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1~峰 4、峰 6 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10% 范围之内，规定值为：0.32（峰 1）、0.40（峰 2）、0.59（峰 3）、0.94（峰 4）、1.16（峰 6）。



【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 3g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，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-0.1% 磷酸溶液（16：84）为流动相；检测波长为 354nm。理论板数按金丝桃苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取金丝桃苷对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 15 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.25g，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 1130W，频率 37kHz）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 含金丝桃苷（C₂₁H₂₀O₁₂）应为 0.7mg~4.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.75g

【贮藏】 密封。

赭石配方颗粒（试行）

Zheshi Peifangkeli

【来源】 本品为氧化物类矿物刚玉族赤铁矿赭石（主含三氧化二铁（ Fe_2O_3 ））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】 取赭石饮片 12500g，加水煎煮，滤过（干浸膏出膏率为 0.3%~2.0%），加入辅料适量，浓缩成清膏，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】 本品为红色至棕红色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.1g，置试管中，加盐酸 2ml，振摇，滤过，取滤液 2 滴，加硫氰酸铵试液 2 滴，溶液即显血红色；另取滤液 2 滴，加亚铁氰化钾试液 1~2 滴，即生成蓝色沉淀；再加 25% 氢氧化钠溶液 5~6 滴，沉淀变成棕色。

【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】 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置锥形瓶中，加盐酸 15ml 与 25% 氟化钾溶液 3ml，盖上表面皿，加热至微沸，滴加 6% 氯化亚锡溶液^[1]，不断振摇，待分解完全，瓶底仅留白色残渣时，取下，用少量水洗涤表面皿及瓶内壁，趁热滴加 6% 氯化亚锡溶液至显浅黄色（如氯化亚锡加过量，可滴加高锰酸钾试液至显浅黄色），加水 100ml 与 25% 钨酸钠溶液^[2] 15 滴，并滴加 1% 三氯化钛溶液^[3] 至显蓝色，再小心滴加重铬酸钾滴定液（0.01667mol/L）至蓝色刚好褪尽，立即加硫酸-磷酸-水（2:3:5）10ml 与二苯胺磺酸钠指示液 20 滴，用重铬酸钾滴定液（0.01667mol/L）滴定至溶液显稳定的蓝紫色。每 1ml 重铬酸钾滴定液（0.01667mol/L）相当于 5.585mg 的铁（Fe）。

本品每 1g 含铁（Fe）量应为 7.0mg~110.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

【注意】 孕妇慎用

【贮藏】 密封。

注：[1] 6% 氯化亚锡溶液 取氯化亚锡 6g，加盐酸 20ml，加热使溶解，放冷，加水定容至 100ml，摇匀，即得。

[2] 25% 钨酸钠溶液 取钨酸钠 25g，加水使溶解后，加磷酸 2ml，加水定容至 100ml，摇匀，即得。

[3] 1% 三氯化钛溶液 取三氯化钛溶液适量，加盐酸 2ml，加水稀释至 100ml，即得，本液含三氯

化钛应为 1%。

枳椇配方颗粒(试行)

Zhiju Peifangkeli

【来源】 本品为鼠李科植物枳椇 *Hovenia acerba* Lindl. 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】 取枳椇饮片 25000g, 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】 本品为淡黄色至棕黄色的颗粒; 气微, 味淡。

【鉴别】 取本品 1g, 研细, 加 50% 甲醇 60ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 滤液浓缩至 10ml, 加水 10ml, 硫酸 3 滴, 加热回流 1 小时, 放冷, 用乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20ml, 合并乙酸乙酯液, 浓缩至 3ml, 作为供试品溶液。另取枳椇对照药材 5g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣自“加 50% 甲醇 60ml”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, 以甲苯-甲酸乙酯-甲酸(5:4:1) 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。

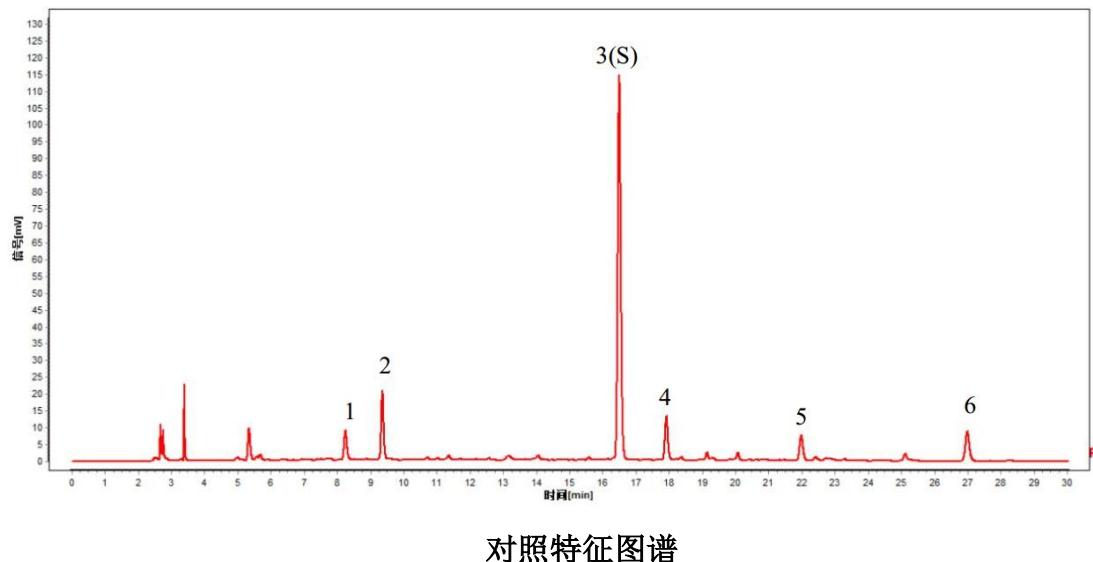
参照物溶液的制备 取枳椇对照药材 2g, 加水 50ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 离心, 取上清液蒸至近干, 残渣加甲醇 25ml 使溶解, 摆匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下的对照品溶液, 作为对照品参照物溶液。

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 5 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 应与二氢杨梅素参照物峰保留时间相对应。与二氢

杨梅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：0.50（峰 1）、0.57（峰 2）、1.09（峰 4）、1.33（峰 5）、1.63（峰 6）。



峰 3 (S): 二氢杨梅素 峰 6: 杨梅素

【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 3g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，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 290nm。理论板数按二氢杨梅素峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~17	5→20	95→80
17~30	20→27	80→73

对照品溶液的制备 取二氢杨梅素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 48 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，精密加入甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）

15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5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含二氢杨梅素($C_{15}H_{12}O_8$)应为6.0mg~38.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片25g

【贮藏】 密封。