

附件

四川省中药配方颗粒试行标准公示稿 (第二批)

1. 萆澄茄配方颗粒（试行）
2. 瘰桃干（桃奴）配方颗粒（试行）
3. 醋龟甲配方颗粒（试行）
4. 地龙（参环毛蚓）配方颗粒（试行）
5. 独脚金配方颗粒（试行）
6. 煅石决明（皱纹盘鲍）配方颗粒（试行）
7. 煅珍珠母（三角帆蚌）配方颗粒（试行）
8. 胡椒（黑胡椒）配方颗粒（试行）
9. 鹿角胶（马鹿）配方颗粒（试行）
10. 毛冬青配方颗粒（试行）
11. 南方红豆杉配方颗粒（试行）
12. 千里光配方颗粒（试行）
13. 羌活（宽叶羌活）配方颗粒（试行）
14. 三七配方颗粒（试行）
15. 十大功劳叶（阔叶十大功劳）配方颗粒（试行）
16. 石决明（皱纹盘鲍）配方颗粒（试行）
17. 檀香配方颗粒（试行）
18. 甜叶菊配方颗粒（试行）

19. 通草配方颗粒（试行）

20. 萱草花（黄花菜）配方颗粒（试行）

21. 郁李仁（郁李）配方颗粒（试行）

萆澄茄配方颗粒（试行）

Bichengqie Peifangkeli

【来源】 本品为樟科植物山鸡椒 *Litsea cubeba* (Lour.) Pers.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】 取萆澄茄饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.5%~10.0%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕色至黑褐色的颗粒；气芳香，味稍辣而微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加乙醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。另取萆澄茄对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 20μl、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-甲酸（7：2：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，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（4.6mm×250mm，5μm）；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 0.9ml；柱温为 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	10	90
5~15	10→25	90→75
15~45	25→37	75→63
45~53	37→47	63→53
53~60	47→50	53→50
60~70	50→70	50→30

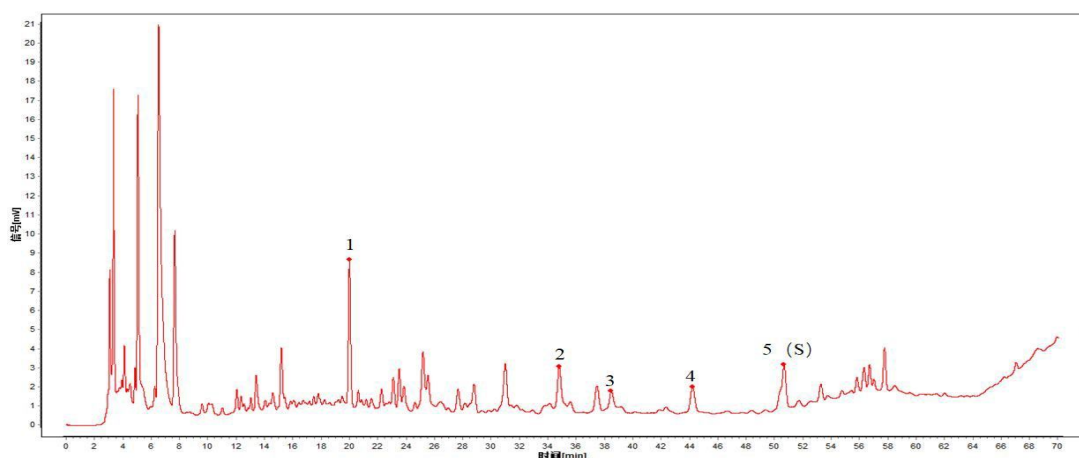
参照物溶液的制备 取萆澄茄对照药材 0.25g，加 50%甲醇 10ml，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对

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 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中 5 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 5 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。与芦丁参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.42（峰 1）、0.70（峰 2）、0.77（峰 3）、0.89（峰 4）。



对照特征图谱

峰 5 (S)：芦丁

色谱柱：InertSustain 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 24.0%。

【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；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于 2000。

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 0.009mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 20ml，密塞，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，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 含芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）应为 0.20mg~1.7mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。

瘰桃干（桃奴）配方颗粒（试行）

Bietaogan (Taonu) Peifangkeli

【来源】 本品为蔷薇科植物桃 *Amygdalus persica* L. 的干燥未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】 取瘰桃干（桃奴）饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 16.7%~25%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至棕色的颗粒；气微，味微酸。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取瘰桃干对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。再取绿原酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 5 μ l、对照药材溶液 10 μ l、对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水（14：7：4）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

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

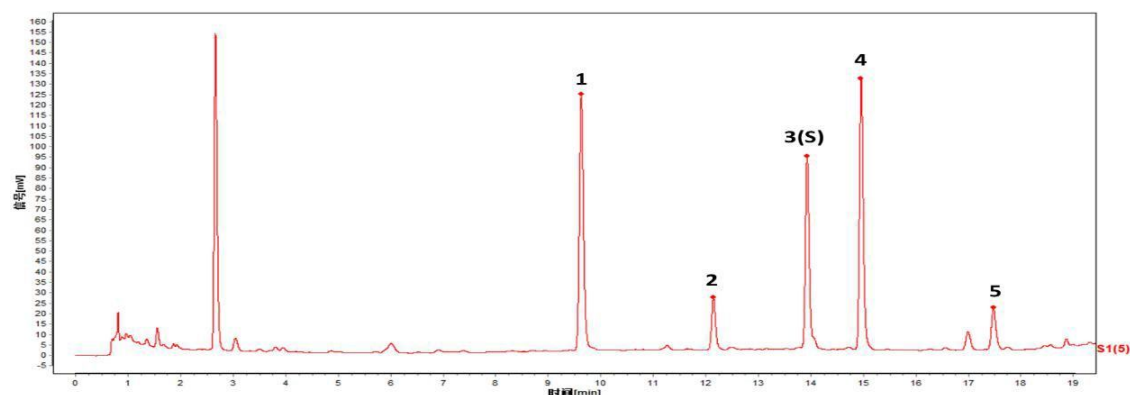
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取绿原酸对照品、新绿原酸对照品、隐绿原酸对照品，精密称定，加 10% 甲醇制成每 1ml 分别含 50 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 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 1~2 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 3、峰 4 应与新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品参照物峰的保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 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 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.87（峰 2）、1.26（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸；峰 2：4-*O*-对-香豆酰奎宁酸；峰 3：绿原酸；峰 4：隐绿原酸

色谱柱：Eclipse Plus C18 (2.1×100mm, 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，应不得少于 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 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 35℃；检测波长为 310nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	5	95
3~11	5→20	95→80
11~15	20→25	80→75
15~17	25→40	75→60
17~18	40	60

对照品溶液的制备 取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、隐绿原酸对照品适

量，精密称定，加 10%甲醇制成每 1ml 分别含新绿原酸 80 μ g、绿原酸 50 μ g、隐绿原酸 80 μ g 的混合溶液，作为对照品溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10%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 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 1~2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含新绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）、绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）、隐绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）的总量应为 0.7mg~6.3mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。

醋龟甲配方颗粒（试行）

Cuguijia Peifangkeli

【来源】 本品为龟科动物乌龟 *Chinemys reevesii* (Gray) 的背甲及腹甲经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取醋龟甲饮片 6000g，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】 本品为黄白色至浅黄色的颗粒；气微腥，味微咸。

【鉴别】 （1）取本品适量，研细，取 1g，加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取龟甲对照药材 3g，加水 200ml，煮沸 120 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 2~5 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 0.5%茚三酮乙醇溶液，在 105℃加热至斑点清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品适量，研细，取约 0.1g，置具塞锥形瓶中，加 1%碳酸氢铵溶液 50ml，超声处理 30 分钟，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。另取龟甲对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 1%碳酸氢铵溶液 50ml，加热回流 30 分钟，自“用微孔滤膜滤过”起，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；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。取龟甲对照药材溶液，进样 2 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 2 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）→546.4 和（m/z）631.3（双电荷）→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 7.0%。

【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；流速为每分钟 1.0ml；柱温为 43℃；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（%）
0~11	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 含甘氨酸 100μg、丙氨酸 45μg、脯氨酸 55μg 的混合溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.02g，精密称定，置于安瓿瓶中，精密加入 6mol/L 盐酸溶液 10ml，150℃水解 3 小时，放冷，取出，滤过，移至蒸发皿中，残渣用水 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 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含甘氨酸（C₂H₅NO₂）应为 60.0mg~140.0mg；丙氨酸（C₃H₇NO₂）应为 25.0mg~65.0mg；脯氨酸（C₅H₉NO₂）应为 30.0mg~80.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

【贮藏】 密封。

地龙（参环毛蚓）配方颗粒（试行）

Dilong(Shenhuanmaoyin) Peifangkeli

【来源】 本品为钜蚓科动物参环毛蚓 *Pheretima aspergillum* (E.Perrier) 的干燥体经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取地龙（参环毛蚓）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 17%~22%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气腥，味微咸。

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

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

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

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

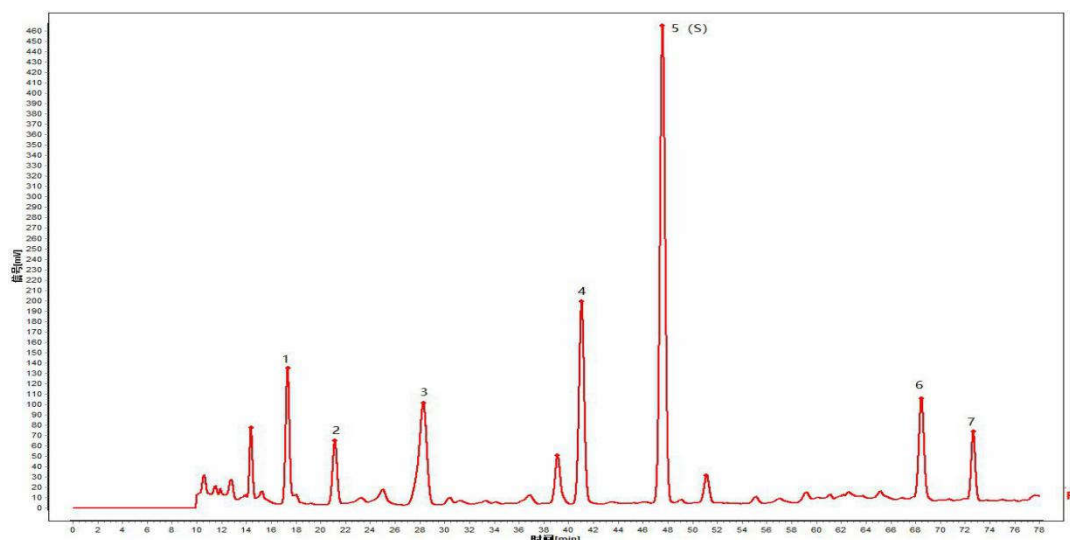
70~75	5→50	95→50
75~80	50→0	50→100
80~90	0	100

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

供试品溶液制备 取本品，研细，取 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入 30% 甲醇 25ml，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，超滤离心（15000rpm）30 分钟，取下层溶液，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 5 应与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与肌苷对照品参照物相对应的峰为 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：0.37（峰 1）、0.45（峰 2）、0.60（峰 3）、0.86（峰 4）、1.44（峰 6）、1.53（峰 7）。



对照特征图谱

峰 1：酪氨酸；峰 3：腺苷酸；峰 5（S）：肌苷

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

【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 5μg，黄曲霉毒素 G₂、黄曲霉毒素 G₁、黄曲霉毒素 B₂ 和黄曲霉毒素 B₁ 的总量不得过 10μg。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

【浸出物】 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 0502）测定。

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

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

对照品溶液的制备 取肌苷对照品适量，精密称定，加 30%甲醇制成每 1ml 含肌苷 100 μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 30%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 30%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤

过，取续滤液，超滤离心（15000rpm，30 分钟），取下层溶液，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含肌苷（ $C_{10}H_{12}N_4O_5$ ）应为 3.7mg~15.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。

独脚金配方颗粒（试行）

Dujiaojin Peifangkeli

【来源】 本品为玄参科植物独脚金 *Striga asiatica* (L.) Kuntze 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】 取独脚金饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12.5%~25.0%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕褐色至黑褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取独脚金对照药材 5g，加水 100ml，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。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-甲醇-水（35：10：4）的下层溶液为展开剂，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 1.8μm）；以甲醇为流动相 A，以 0.05%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.35ml；柱温为 35℃；检测波长为 340nm。理论板数按木犀草素-7-O-β-D-葡萄糖醛酸苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~15	25→31	75→69
15~20	31	69
20~40	31→52	69→48
40~45	52	48

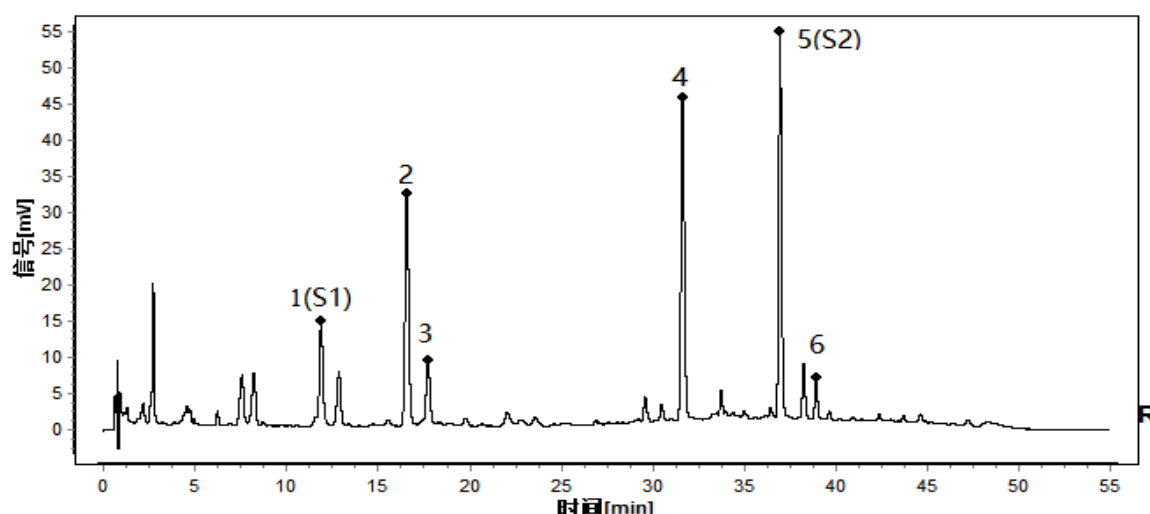
参照物溶液的制备 取独脚金对照药材 1.0g，加水 25ml，加热回流 1 小时，摇匀，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%乙醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取木犀草素-7-O-β-D-葡萄糖醛酸苷对照品、芹菜素对照品适量，加甲醇制成每

1ml 含木犀草素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷 60 μ g、芹菜素 70 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取 0.5g，加 70%乙醇 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和供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 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 5 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与木犀草素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：1.37（峰 2）、1.48（峰 3）；与芹菜素参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 4、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：0.86（峰 4）、1.05（峰 6）。



峰 1（S1）：木犀草素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷；峰 5（S2）：芹菜素

色谱柱：ZORBAX SB 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】 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 12.0%。

【含量测定】 对照品溶液的制备 取芹菜素对照品适量，精密称定，加 50%乙醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.5ml、1ml、2ml、4ml、6ml、8ml、10ml，分别置 25ml 量瓶中，用 50%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 338nm 波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%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，摇匀，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“用 50%乙醇稀释至刻度”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芹菜素的浓度，计算，即得。

本品每 1g 含总黄酮以芹菜素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）计，应为 18.0mg~65.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g

【贮藏】 密封。

煅石决明（皱纹盘鲍）配方颗粒（试行）

Duanshijueming(Zhouwenpanbao) Peifangkel

【来源】 本品为鲍科动物皱纹盘鲍 *Haliotis discus hannai* Ino 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】 取煅石决明（皱纹盘鲍）饮片 15000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 1.4%~2.6%），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】 本品为灰白色至灰色的颗粒；气微，味微咸。

【鉴别】 碳酸盐 取本品 2g，研细，加稀酸 10ml，即煮沸，产生大量气体，显碳酸盐鉴别（1）反应（中国药典 2020 年版通则 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 年版通则 0104）。

【含量测定】 取本品适量，研细，取约 0.15g，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%氢氧化钾溶液至溶液显黄色，继续多加 10ml，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 130mg~390mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 15g

【贮藏】 密封。

煅珍珠母（三角帆蚌）配方颗粒（试行）

Duanzhenzhumu (Sanjiaofanbang) Peifangkeli

【来源】 本品为蚌科动物三角帆蚌 *Hyriopsis cumingii* (Lea) 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】 取煅珍珠母（三角帆蚌）饮片 15000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 1.6%~3.0%），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】 本品为浅灰白色至灰色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 碳酸盐 取本品，研细，取约 2g，加稀酸 10ml，即煮沸，产生大量气体，显碳酸盐鉴别（1）反应（中国药典 2020 年版通则 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 年版通则 0104）。

【含量测定】 取本品适量，研细，取约 0.15g，精密称定，置锥形瓶中，加稀盐酸 10ml，加热使溶解，加水 20ml 与甲基红指示剂 1 滴，滴加 10%氢氧化钠溶液至溶液显黄色，继续多加 10ml，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）。

本品每 1g 含碳酸钙（CaCO₃）应为 140mg~450mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 15g

【贮藏】 密封。

胡椒（黑胡椒）配方颗粒（试行）

Hujiao (Heihujiao) Peifangkeli

【来源】 本品为胡椒科植物胡椒 *Piper nigrum* L. 的干燥近成熟或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】 取胡椒(黑胡椒)饮片 5800g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 10.0%~17.0%)，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】 本品为黄棕色至棕色的颗粒；气微香，味辛辣。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加无水乙醇 15ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取胡椒碱对照品，置棕色量瓶中，加无水乙醇制成每 1ml 含 4mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验，吸取供试品溶液 5 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-丙酮(7:2:1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，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。

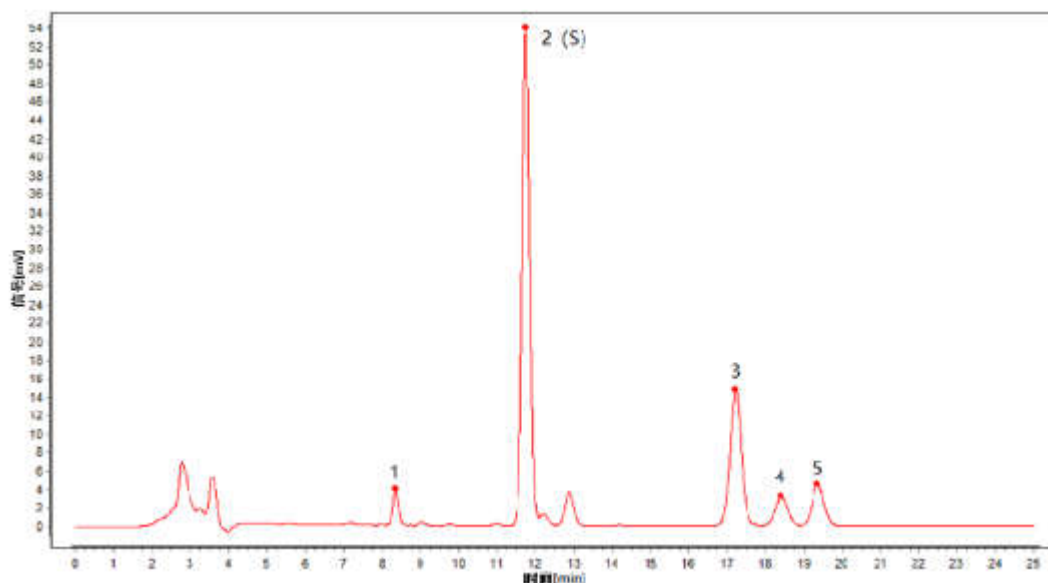
色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m)；以乙腈-水(52:48)为流动相；流速为每分钟 0.8ml；柱温为 30℃；检测波长为 374nm。理论板数按胡椒碱峰计算应不低于 5000。

参照物溶液的制备 取胡椒(黑胡椒)对照药材 0.6g，加水 50ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 25ml，超声处理 45 分钟，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，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与对照药材参照物色谱相对应的 5 个特征峰，以胡椒碱对照品参照物峰相应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 S 峰的相对保留时间，应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.71(峰 1)、1.47(峰 3)、1.57(峰 4)、1.65(峰 5)。



对照特征图谱

峰 2(S) : 胡椒碱

色谱柱: COSMOSIL-5 C₁₈ PAQ, 4.6×250mm, 5μm

【检查】 溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法(中国药典 2020 年版通则 0104)检查, 加热水 200ml, 搅拌 5 分钟(必要时加热煮沸), 立即观察, 应全部溶化或轻微浑浊, 不得有焦屑。

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 5.5%。

【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; 以甲醇-水(77:23)为流动相; 检测波长为 343nm。理论板数按胡椒碱峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取胡椒碱对照品适量, 精密称定, 置棕色量瓶中, 加无水乙醇制成每 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 0.2g, 精密称定, 置 50ml 棕色量瓶中, 加 70%甲醇 45ml, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 45 分钟, 放冷, 加 70%甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

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

本品每 1g 含胡椒碱(C₁₇H₁₉NO₃)应为 5.0mg~30.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.8g

【贮藏】 密封。

鹿角胶（马鹿）配方颗粒（试行）

Lujiaojiao(Malu) .Peifangkeli

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

【制法】 取鹿角胶（马鹿）饮片 1000g，加水煎煮烊化，滤过，即得清膏（干浸膏出膏率为 83.0%~92.0%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微甜。

【鉴别】 （1）取本品适量，研细，取 0.5g，加入 70%乙醇 15ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取鹿角胶对照药材 0.5g，加入 70%乙醇 5ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液作为对照药材溶液。再取甘氨酸对照品，加水制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 4 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（4：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 0.2%茚三酮乙醇溶液，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，取约 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 500 μ l，转移至离心管中，加胰蛋白酶溶液 500 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 0.1mg 的溶液，临用时配制），摇匀，超声酶解（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟，取上清液，作为供试品溶液。另取鹿角胶对照药材 0.1g，同法制成对照药材溶液。照高效液相色谱-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 1.7 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 40℃。采用质谱检测器，电喷雾离子化模式（ESI）正离子模式下，进行多反应监测（MRM），选择质荷比（ m/z ）765.4（双电荷） $\rightarrow$ 554.0 和 m/z 765.4（双电荷） $\rightarrow$ 733.0、质荷比（ m/z ）850.4（三电荷） $\rightarrow$ 515.4 和 m/z 850.4（三电荷） $\rightarrow$ 656.2、

质荷比 (m/z) 845.0 (三电荷) $\rightarrow$ 507.3 和 m/z 845.0 (三电荷) $\rightarrow$ 535.9 作为检测离子对。取鹿角胶对照药材溶液, 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 (%)
0~5	10 $\rightarrow$ 90	90 $\rightarrow$ 10

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) 765.4 (双电荷) $\rightarrow$ 554.0 和 m/z 765.4 (双电荷) $\rightarrow$ 733.0、质荷比 (m/z) 850.4 (三电荷) $\rightarrow$ 515.4 和 m/z 850.4 (三电荷) $\rightarrow$ 656.2、质荷比 (m/z) 845.0 (三电荷) $\rightarrow$ 507.3 和 m/z 845.0 (三电荷) $\rightarrow$ 535.9 离子对提取的供试品离子流色谱中, 应同时呈现与对照药材色谱保留时间一致的色谱峰。计算质荷比 (m/z) 850.4 (三电荷) $\rightarrow$ 515.4 离子对与质荷比 (m/z) 845.0 (三电荷) $\rightarrow$ 507.3 离子对的相对峰面积, 其相对峰面积应不得小于 3.0。

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

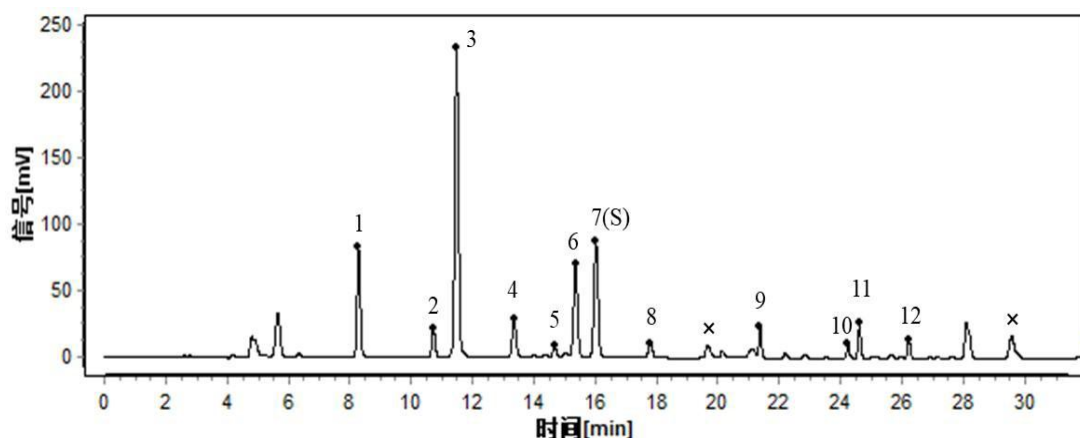
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取鹿角胶对照药材 0.25g, 加 0.1mol/L 盐酸溶液 25ml, 密塞, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀。照供试品溶液的制备项下的方法, 自“精密量取 2ml”起同法操作, 作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的衍生化后的对照品溶液, 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 12 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 1、峰 3、峰 6、峰 7 应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应。与 L-脯氨酸参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算特征峰 2、峰 4、峰 5、峰 8~峰 12 与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内, 规定值为: 0.64 (峰 2)、0.82 (峰 4)、0.90 (峰 5)、1.10 (峰 8)、1.40 (峰 9)、1.61 (峰 10)、1.64 (峰 11)、1.76 (峰 12)。



对照特征图谱

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

峰 6: 丙氨酸; 峰 7 (S): L-脯氨酸; 峰 11: 亮氨酸; ×: 衍生化试剂

色谱柱: 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 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；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）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、L-脯氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含 L-羟脯氨酸 70μg、甘氨酸 0.14mg、丙氨酸 60μg、L-脯氨酸 70μg 的混合溶液，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 0.1mol/L 盐酸溶液 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 0.1mol/L 盐酸溶液补足减失的重量, 摇匀。精密量取 2ml, 置 5ml 安瓿瓶中, 加盐酸 2ml, 在 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, 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 10%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 5 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 50.0mg~90.0mg, 含甘氨酸 ($C_2H_5NO_2$) 应为 100.0mg~180.0mg, 含丙氨酸 ($C_3H_7NO_2$) 应为 45.0mg~85.0mg, 含 L-脯氨酸 ($C_5H_9NO_2$) 应为 60.0mg~110.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1g

【贮藏】 密封。

毛冬青配方颗粒（试行）

Maodongqing Peifangkeli

【来源】 本品为冬青科植物毛冬青 *Ilex pubescens* Hook. et Arn. 的干燥根及茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取毛冬青饮片 12500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2%~5%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕色至黄棕色的颗粒；气微，味苦、涩。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取毛冬青对照药材 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，以二氯甲烷-甲醇-冰醋酸（16：2：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸乙醇溶液，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 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 0.30ml；柱温为 35℃；检测波长 325nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 3000。

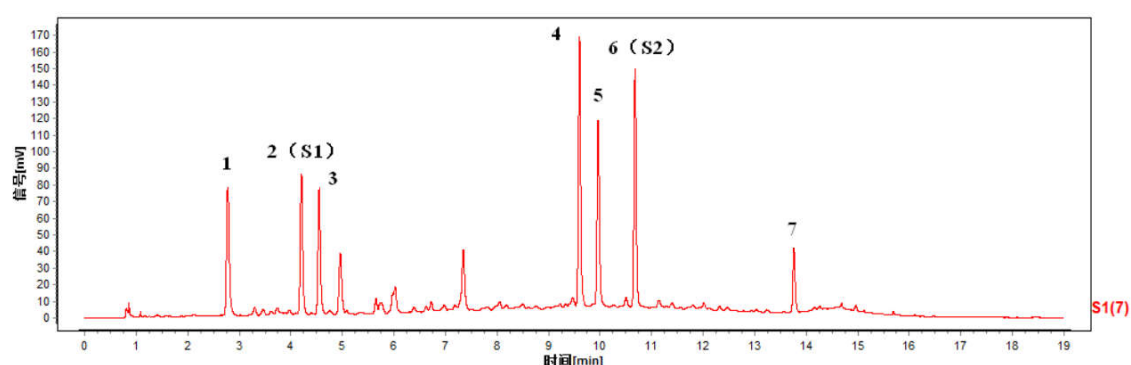
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	8→18	92→82
6~12	18→30	82→70
12~15	30→60	70→40
15~18	60→80	40→20

参照物溶液的制备 取毛冬青对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 60 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品适量，分别加甲醇制成每 1ml 含绿原酸 10 μ g、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸 50 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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸对照品参照物峰相对应的峰为 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 $\pm$ 10%范围之内，规定值为：0.64（峰 1）、1.08（峰 3）。与 4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 4、峰 5、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 $\pm$ 10%范围之内，规定值为：0.90（峰 4）、0.93（峰 5）、1.29（峰 7）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸；峰 2 (S1)：绿原酸；峰 3：隐绿原酸；峰 4：3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸；
峰 5：3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸；峰 6 (S2)：4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸

参考色谱柱：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】 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；以甲醇-0.1%磷酸溶液（65：35）为流动相；检测波长为 210nm。理论板数按毛冬青皂苷 A 峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取毛冬青皂苷 A 对照品适量，精密称定，加 70%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 70%甲醇 25ml，密塞，称定重量，加热回流 45 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含毛冬青皂苷 A ($C_{36}H_{56}O_{11}$) 应为 3.5mg~30.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g

【贮藏】 密封。

南方红豆杉配方颗粒（试行）

Nanfanghongdoushan Peifangkeli

【来源】 本品为红豆杉科植物南方红豆杉 *Taxus mairei* (le mee et levl.) S.Y.Hu ex Liu 栽培品的带叶枝条经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取南方红豆杉饮片 3750g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.5%~26.6%），加入辅料适量，干燥（或干燥、粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；味苦，微涩。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取南方红豆杉对照药材 5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣自“加甲醇 50ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇（8：12：0.8）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 110℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

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

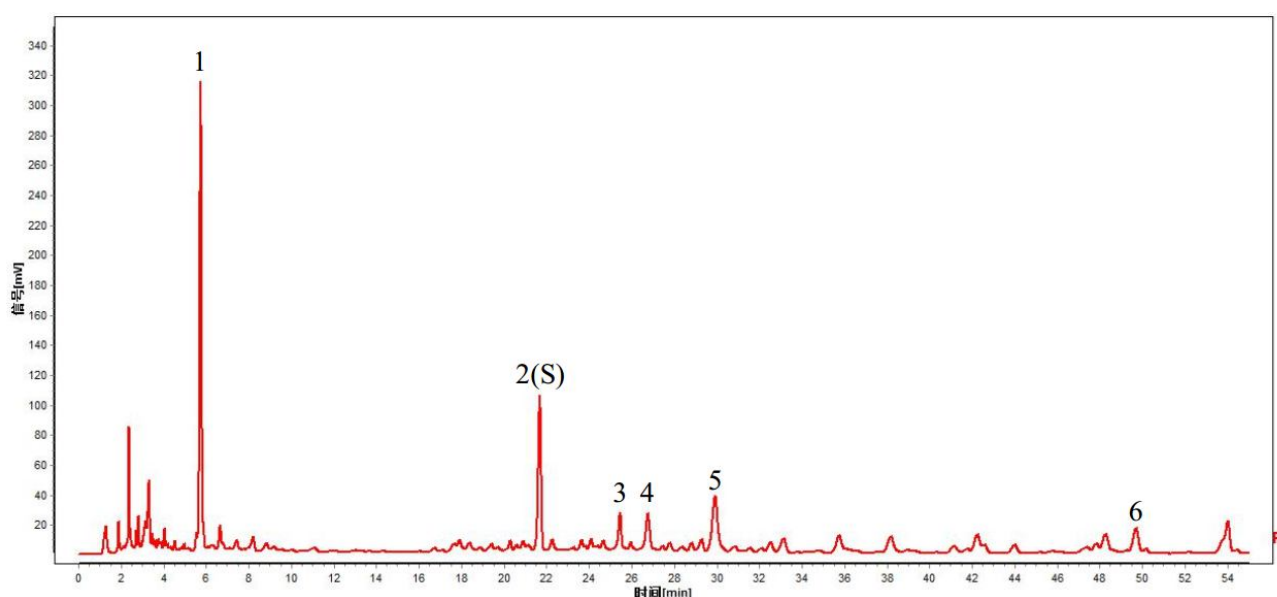
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	20	80
12~22	20→30	80→70
22~30	30	70
30~55	20→40	70→60

参照物溶液的制备 取南方红豆杉对照药材 1g，加水 30ml，加热回流 2 小时，放冷，滤过，滤液用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 20ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加 50%甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中，加 50%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加二氯甲烷超声处理（功率 300W，频率 35kHz）2 次（30ml、30ml），每次 30 分钟，滤过，合并滤液，蒸干，残渣加 50%甲醇 10ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 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 与 10-脱乙酰基巴卡亭III对照品参照物峰保留时间相对应。与 10-脱乙酰基巴卡亭III参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.26（峰 1）、1.17（峰 3）、1.23（峰 4）、1.38（峰 5）、2.29（峰 6）。



对照特征图谱

峰 2（S）：10-脱乙酰基巴卡亭III

【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-水（30：70）为流动相；检测波长为 232nm。理论板数以 10-脱乙酰基巴卡亭III

峰计算应不低于 2500。

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

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加甲醇 40℃ 以下超声处理（功率 300W，频率 50kHz）3 次（50ml、30ml、20ml），每次 30 分钟，滤过，用少量甲醇洗涤容器和残渣，滤过，合并滤液和洗液，减压蒸干，残渣加水-二氯甲烷（1：2）混合溶液 45ml 分次溶解并转移至分液漏斗中，分取二氯甲烷液，水层用二氯甲烷振摇提取 3 次，每次 20ml，合并二氯甲烷液，40℃ 以下减压蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含 10-脱乙酰基巴卡亭Ⅲ（C₂₉H₃₆O₁₁）应为 0.80mg～3.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.75g

【贮藏】 密封。

千里光配方颗粒（试行）

Qianliguan Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物千里光 *Senecio scandens* Buch.-Ham. 的干燥地上部分经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取千里光饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 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】 本品为黄褐色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加乙醇 20ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取千里光对照药材 5g，加水 100ml，煎煮 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。或取千里光配方颗粒对照提取物 0.35g，加乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为配方颗粒对照提取物溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水（7：2.5：2.5）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%三氯化铝乙醇溶液，在 105℃加热数分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材或配方颗粒对照提取物色谱相应的位置上，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 325nm。理论板数按金丝桃苷峰计算应不低于 8000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	10	90
5~15	10→11	90→89
15~22	11→14	89→86
22~34	14→17	86→83
34~45	17→18	83→82
45~48	18→25	82→75
48~50	25→60	75→40

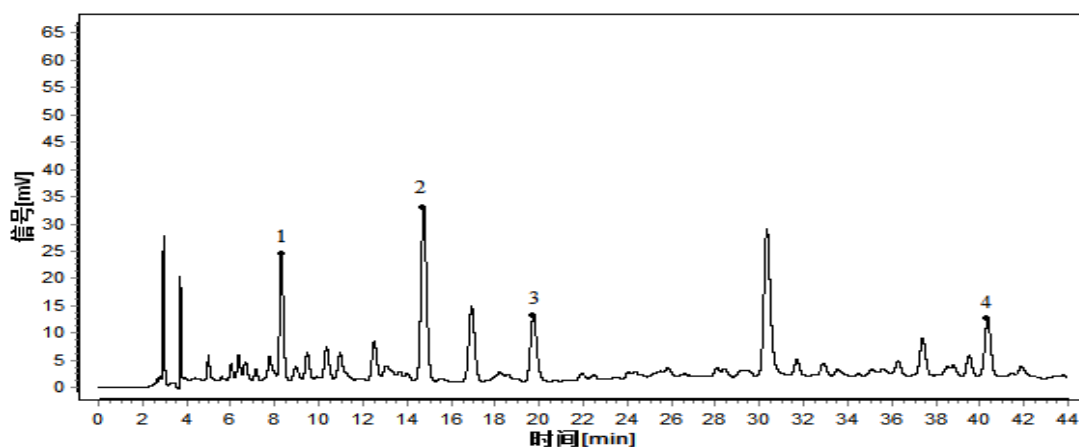
参照物溶液的制备 取千里光对照药材 0.5g，加水 25ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 25ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材

参照物溶液。或取千里光配方颗粒对照提取物适量，加 50%甲醇适量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，制成每 1ml 含 10mg 的溶液，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为配方颗粒对照提取物参照物溶液。另取新绿原酸对照品、绿原酸对照品、咖啡酸对照品、金丝桃苷对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 25 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 0.2g，加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物或配方颗粒对照提取物参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，且峰 1~峰 4 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸；峰 2：绿原酸；峰 3：咖啡酸；峰 4：金丝桃苷

色谱柱：HSS T3，4.6mm $\times$ 250mm，5 μ m

【检查】 阿多尼弗林碱 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（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以乙腈-0.5%甲酸溶液（7：93）为流动相；流速为每分钟 0.3ml，柱温为 30 $^{\circ}$ C；采用单级四极杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式下选择质荷比（m/z）为 366 离子进行检测。理论板数按阿多尼弗林碱峰计算应不低于 8000。

校正因子测定 取野百合碱对照品适量，精密称定，加 0.5%甲酸溶液制成每 1ml 含 0.2 μ g 的溶液，作为内标溶液。另取阿多尼弗林碱对照品适量，精密称定，加 0.5%甲酸溶液制成每 1ml 含 0.1 μ g 的溶液，作为对照品溶液。精密量取对照品溶液 2ml，置 5ml 量瓶中，精密加入内标溶液 1ml，用 0.5%甲酸溶液稀释至刻度，摇匀，吸取 2 μ l，注入液相色谱-质谱联用仪，计

算校正因子。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 0.5%甲酸溶液 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用 0.5%甲酸溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 5ml 量瓶中，精密加入内标溶液 1ml，用 0.5%甲酸溶液稀释至刻度，摇匀，吸取 2 μ l，注入液相色谱-质谱联用仪，测定，即得。

本品每 1g 含阿多尼弗林碱（ $C_{18}H_{23}NO_7$ ）不得过 0.016%。

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 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 μ m）；以乙腈-0.1%磷酸溶液（15：85）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 360nm。理论板数按金丝桃苷峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备 取金丝桃苷对照品适量，精密称定，加 75%甲醇制成每 1ml 含 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 75%甲醇 15ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）40 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 含金丝桃苷（ $C_{21}H_{20}O_{12}$ ）应为 0.30mg~3.00mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。

羌活（宽叶羌活）配方颗粒（试行）

Qianghuo (Kuanyeqianghuo) Peifangkeli

【来源】 本品为伞形科植物宽叶羌活 *Notopterygium franchetii* H.deBoiss.的干燥根茎和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】 取羌活（宽叶羌活）饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 20%~35%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得

【性状】 本品为淡棕黄色至棕色的颗粒；气香，味微苦而辛。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加甲醇 5ml，超声处理 20 分钟，静置，取上清液作为供试品溶液。另取紫花前胡苷对照品，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 1 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-甲醇（8：2）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，在与对照品色谱相应的位置上，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。

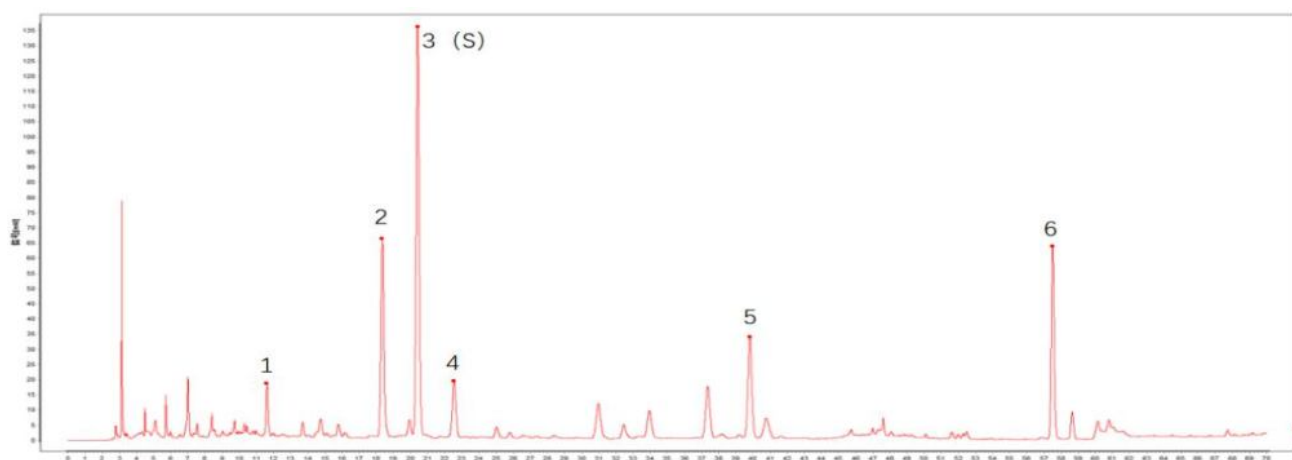
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取羌活（宽叶羌活）对照药材 0.4g，加水 25ml，煎煮 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 15ml 使溶解，滤过，滤液作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 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 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与紫花前胡苷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：0.57（峰 1）、0.90（峰 2）、1.10（峰 4）、1.95（峰 5）、2.82（峰 6）。



对照特征图谱

峰 3 (S)：紫花前胡苷

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

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

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 31.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（4.6mm×250mm，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；柱温为 25℃；检测波长为 246nm。理论板数按紫花前胡苷峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～6	5→18	95→82
6～40	18→32	82→68
40～45	32→47	68→53
45～55	47→56	53→44
55～70	56→95	44→5

对照品溶液的制备 取紫花前胡苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含紫花前胡苷 50μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 15ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品按干燥品计算，每 1g 含紫花前胡苷（C₂₀H₂₄O₉）应为 6.5mg～65.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【贮藏】 密封。

三七配方颗粒（试行）

Sanqi Peifangkeli

【来源】 本品为五加科植物三七 *Panax notoginseng* (Burk.) F.H.Chen 的干燥根和根茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取三七饮片 1500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 37.0%~66.5%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦回甜。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加水 10 滴，搅匀，加水饱和的正丁醇 10ml，密塞，超声处理 10 分钟，放置 2 小时，离心，取上清液，置分液漏斗中，加 3 倍量正丁醇饱和的水，摇匀，放置使分层，分取正丁醇层，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取三七对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 1 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-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）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，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。

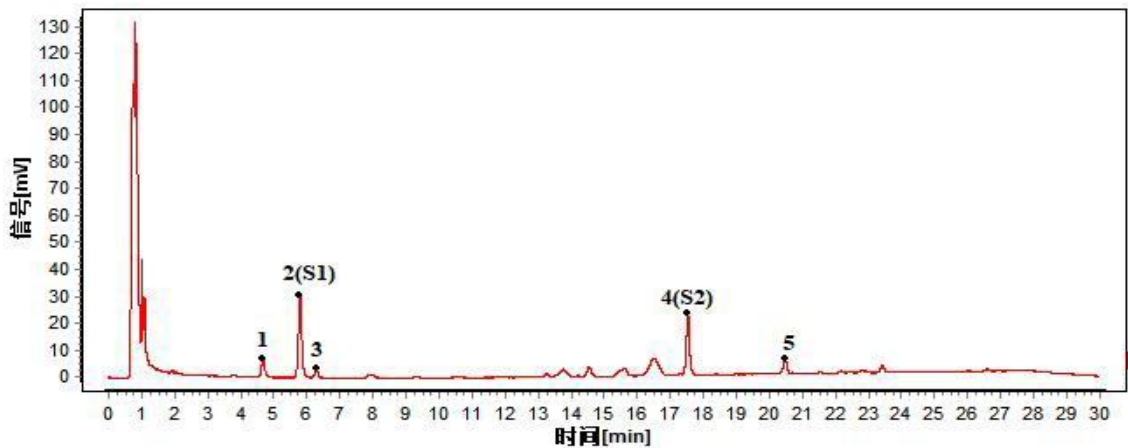
参照物溶液的制备 取三七对照药材 0.6g，置具塞锥形瓶中，加 70% 甲醇 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

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和供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 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 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与人参皂苷 Rg₁ 对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 3

与 S1 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：1.06（峰 3）。与人参皂苷 Rb₁对照品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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：1.20（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1：三七皂苷 R₁；峰 2（S1）：人参皂苷 R_{g1}；峰 4（S2）：人参皂苷 R_{b1}

色谱柱：ZORBAX SB-Aq；2.1mm×100mm，1.8 μ m

【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。

溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法（中国药典 2020 年版通则 0104）检查，加热水 200ml，搅拌 5 分钟（必要时加热煮沸 5 分钟），立即观察，应全部溶化或轻微浑浊，不得有焦屑或异物。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

【浸出物】 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 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 203nm。理论板数按人参皂苷 R_{g1} 峰计算应不低于 5000。

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

0~25	20→40	80→60
------	-------	-------

对照品溶液的制备 取三七皂苷 R_1 对照品、人参皂苷 R_{g1} 对照品、人参皂苷 R_{b1} 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含三七皂苷 R_1 70 μ g、人参皂苷 R_{g1} 35 μ g、人参皂苷 R_{b1} 40 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 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含三七皂苷 R_1 ($C_{47}H_{80}O_{18}$)、人参皂苷 R_{g1} ($C_{42}H_{72}O_{14}$) 和人参皂苷 R_{b1} ($C_{54}H_{92}O_{23}$) 的总量应为 38.0mg~90.0mg。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.5g

【贮藏】 密封。

十大功劳叶 (阔叶十大功劳) 配方颗粒 (试行)

Shidagonglaoye (Kuoyeshidagonglao) Peifangkeli

【来源】 本品为小檗科植物阔叶十大功劳 *Mahonia bealei* (Fort.) Carr.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】 取十大功劳叶 (阔叶十大功劳) 饮片 7500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏 (干浸膏出膏率为 6%~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 1000 g，即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.3g，加甲醇 5ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱对照品、盐酸巴马汀对照品，分别加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法 (中国药典 2020 年版通则 0502) 试验，吸取供试品溶液 3μl、对照品溶液 1μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液 (6：3：2.5：2.5：0.5) 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 (柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5μm)；以乙腈为流动相 A，以 0.05mol/L 磷酸二氢钾缓冲液 (加磷酸调节 pH 值至 3.0) 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 345nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 5000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~3	14	86
3~22	14→20	86→80
22~45	20→35	80→65
45~50	35→50	65→50

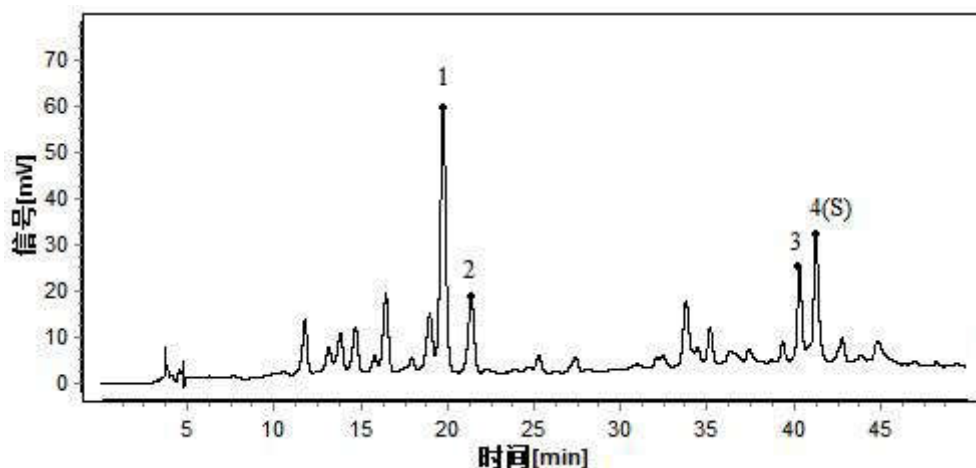
参照物溶液的制备 取十大功劳叶 (阔叶十大功劳) 对照药材约 0.5g，置具塞锥形瓶中，加盐酸-甲醇 (1：100) 25ml，称定重量，加热回流 30 分钟，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取盐酸巴马汀对照品、盐酸小檗碱对照品适量，

加乙腈-水（25:75）制成每 1ml 含盐酸巴马汀 30 μ g、盐酸小檗碱 60 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 0.3g，置具塞锥形瓶中，加盐酸-甲醇（1：100）50ml，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 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 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与盐酸小檗碱参照物相对应的峰为 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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.49（峰 1）、0.54（峰 2）。



峰 3：盐酸巴马汀；峰 4(S)：盐酸小檗碱

参考色谱柱：Gemini 5 μ C18 110A，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】 取本品约 2g，研细，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-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液（加磷酸调节 pH 至 3.0）（30：70）为流动相；检测波长为 346nm。理论板数按盐酸巴马汀峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 精密称取盐酸小檗碱对照品、盐酸巴马汀对照品适量，加 70%乙腈制成每 1ml 含盐酸小檗碱 10 μ g、盐酸巴马汀 15 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 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入盐酸-甲醇（1：100）混合液 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，用盐酸-甲醇（1：100）混合液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含盐酸巴马汀（ $C_{21}H_{22}ClNO_4$ ）、盐酸小檗碱（ $C_{20}H_{18}ClNO_4$ ）的总量应为 1.50mg~14.00mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g

【贮藏】 密封。

石决明（皱纹盘鲍）配方颗粒（试行）

Shijueming(Zhouwenpanbao) Peifangkeli

【来源】 本品为鲍科动物皱纹盘鲍 *Haliotis discus hannai* Ino 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】 取石决明（皱纹盘鲍）饮片12500g，加水煎煮，滤过（干浸膏出膏率为0.1%~0.6%），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】 本品为灰白色至黄白色的颗粒；气微，味淡。

【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。另取石决明（皱纹盘鲍）对照药材0.5g，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，吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液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】 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1.0g，精密称定，置锥形瓶中，加稀盐酸10ml，加热使溶解，加水100ml与甲基红指示剂1滴，滴加10%氢氧化钾试液至溶液显浅黄色，继续多加10ml，再加钙紫红素指示剂少量，用乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）滴定至溶液紫红色消失而显蓝色，记录所消耗乙二胺四醋酸二钠的体积，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5.0mg~40.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片12.5g

【贮藏】 密封。

檀香配方颗粒（试行）

Tanxiang Peifangkeli

【来源】 本品为檀香科植物檀香 *Santalum album* L.树干的干燥心材经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取檀香饮片 10000g，加水煎煮，同时提取挥发油适量（用倍他环糊精包合备用），滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2.0%~4.0%），干燥（或干燥，粉碎），加挥发油包合物，再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为灰白色至深棕色的颗粒；气微香，味淡。

【鉴别】 取【含量测定】项下的挥发油，加乙醚制成每 1ml 含 10μl 的溶液，作为供试品溶液。另取檀香醇对照品，加乙醚制成每 1ml 含 5μl 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 20μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯（17:3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以对二甲氨基苯甲醛溶液（取对二甲氨基苯甲醛 0.25g，溶于冰醋酸 50g 中，加 85%磷酸溶液 5g 与水 20ml，混匀），在 80℃~90℃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，显相同的紫蓝色斑点。

【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（4.6mm×250mm，5 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；柱温为 30℃；检测波长为 205nm。理论板数以峰 1 计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~7	5→20	95→80
7~15	20→36	80→64
15~18	36→54	64→46
18~26	54→70	46→30
26~32	70→72	30→28
32~34	72→80	28→20
34~40	80→5	20→95
40~45	5	95

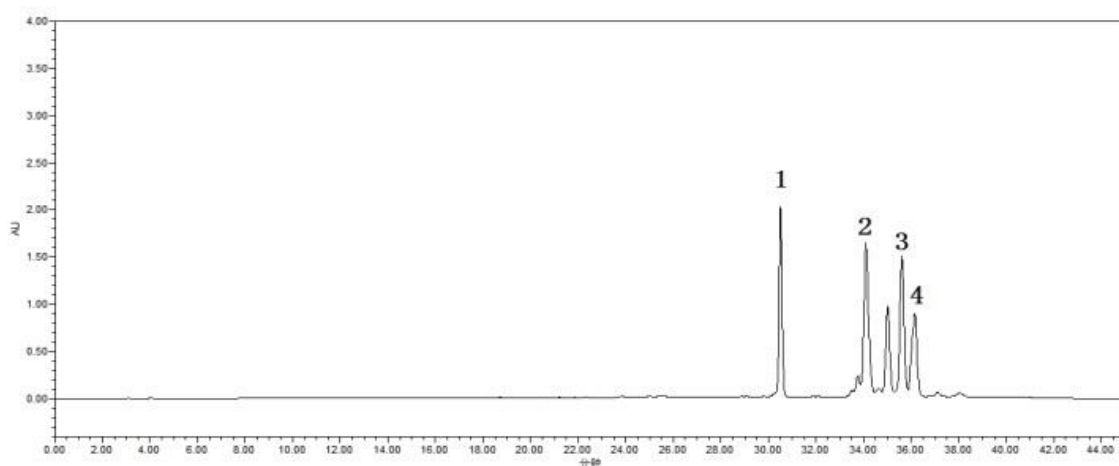
参照物溶液的制备 取檀香油对照提取物 25μl，置 10ml 量瓶中，加乙醇适量，超声使溶解，加乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照提取物

参照物溶液。

供试品溶液的制备 取【含量测定】项下的挥发油 50 μ l，置 10ml 量瓶中，加乙醇适量，超声使溶解，放冷，加乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照提取物参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应。



对照特征图谱

色谱柱: Waters Symmetry 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 12.0%。

【含量测定】 挥发油 取本品 30g，照挥发油测定法（中国药典 2020 年版通则 2204 甲法）测定。

本品含挥发油应为 1.5%~7.5%（ml/g）

总黄酮 照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401）测定。

对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量，精密称定，加 50%乙醇适量，超声处理使溶解，制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml，分别置 25ml 量瓶中，各加 50%乙醇至 6.0ml，加 5%亚硝酸钠溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟，加 10%三氯化铝溶液 1ml，摇匀，放置 6 分钟，加氢氧化钠试液

10ml，加 50%乙醇至刻度，摇匀，放置 15 分钟，以相应的试剂为空白，立即照紫外-可见分光光度法（中国药典 2020 年版通则 0401），在 508nm 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 取本品约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%乙醇 50ml，称定重量，回流提取 30 分钟，放冷，再称定重量，用 50%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 25ml 量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加 50%乙醇至 6.0ml...”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的浓度，计算，即得。

本品按干燥品计算，每 1g 含总黄酮以芦丁（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ ）计，应为 6.2mg～24.3mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。

甜叶菊配方颗粒（试行）

Tianyeju Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物甜叶菊 *Stevia rebaudiana* (Bertoni) Hemsl.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】 取甜叶菊饮片 2000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 27%~50%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微香，味极甜。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加乙酸乙酯 20ml，超声处理 20 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。另取甜叶菊对照药材 1g，加水 20ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10~20 μ l，分别点于同一硅胶G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙酸乙酯（3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热 5 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 同〔含量测定〕项。

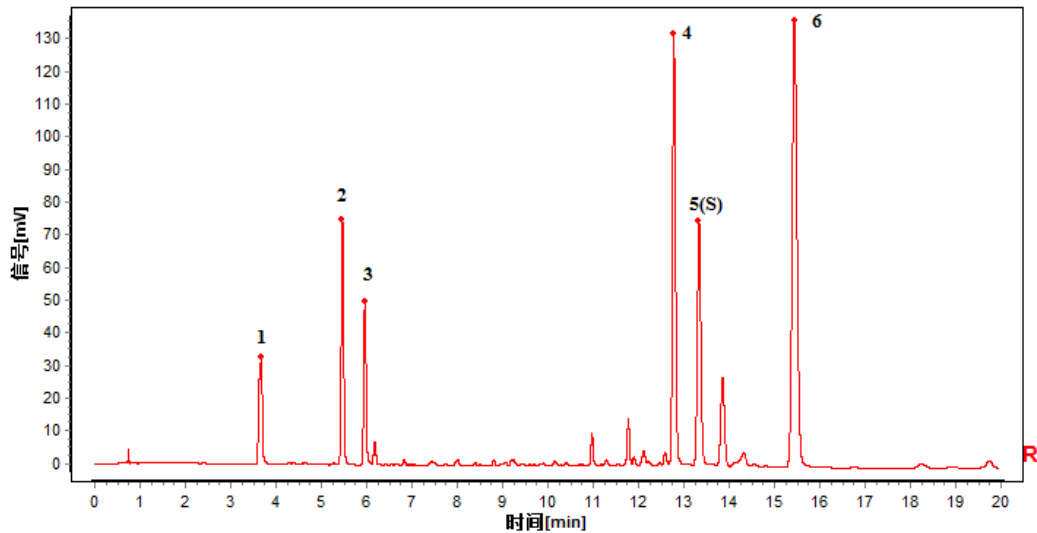
参照物溶液的制备 取甜叶菊对照药材 0.5g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%乙醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

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和供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 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、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与 3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸参照物峰相对应的峰为 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 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.26（峰 1）、0.43（峰 3）、0.95（峰 4）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸；峰 2：绿原酸；峰 3：隐绿原酸；峰 4：3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸；

峰 5（S）：3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸；峰 6：4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸

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】 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 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（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 0.01% 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 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 340nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~10	5 $\rightarrow$ 18	95 $\rightarrow$ 82
10~18	18	82
18~30	18 $\rightarrow$ 60	82 $\rightarrow$ 40

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸对照品、4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸对照品适量，精密称定，加 70%乙醇制成每 1ml 含绿原酸 0.2mg、3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸 0.3mg、4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸 0.2mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%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 70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）、3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸（C₂₅H₂₄O₁₂）、4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸（C₂₅H₂₄O₁₂）的总量应为 24.0mg~65.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2g

【贮藏】 密封。

通草配方颗粒 (试行)

Tongcao Peifangkeli

【来源】 本品为五加科植物通脱木 *Tetrapanax papyrifer* (Hook.) K.Koch 的干燥茎髓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】 取通草饮片 30000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 1.8%～3.3%），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】 本品为浅黄色至黄色的颗粒；气微，味酸，微苦。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 50ml，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。另取通草对照药材 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 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（5：3：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5% 磷钼酸乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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（含 5mmol/L 醋酸铵溶液）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 246nm。理论板数按 D-甘露糖峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	5→15	95→85
5~13	15→16	85→84
13~30	16	84

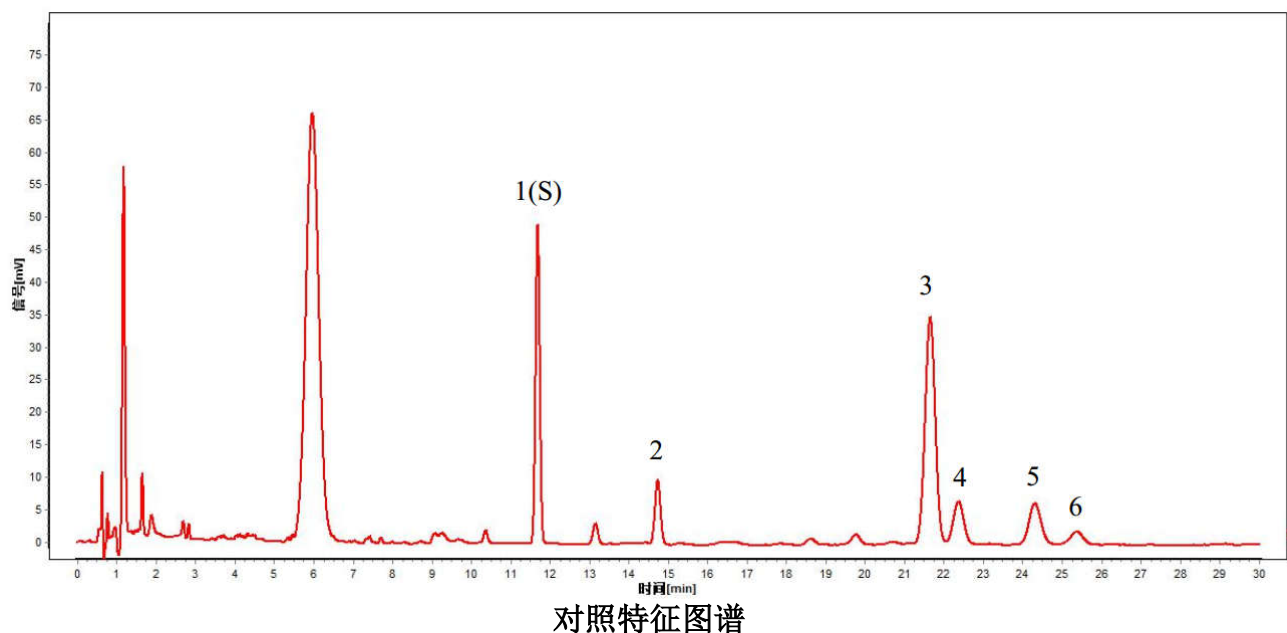
参照物溶液的制备 取通草对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水 3ml 使溶解，摇匀，离心。按〔含量测定〕项下供试品溶液的制备方法，自“精密量取上清液 1ml”起同法操作，制成对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

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 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 应与 D-甘露糖对照品参照物峰保留时间相对应。与 D-甘露糖参照物峰相对应

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：1.26（峰 2）、1.86（峰 3）、1.92（峰 4）、2.08（峰 5）、2.17（峰 6）。



峰 1 (S)：D-甘露糖衍生物；峰 2：L-鼠李糖衍生物；峰 3：D-(+)-葡萄糖衍生物；峰 4：D-(+)-半乳糖衍生物；
峰 5：L-(+)-阿拉伯糖衍生物；峰 6：D-(+)-木糖衍生物

【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 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-0.05%磷酸溶液（20：80）为流动相；检测波长为 246nm。理论板数按 D-甘露糖峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取 D-甘露糖对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，精密量取 200 μ l，精密加入 0.5mol/L 的 PMP（1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮）甲醇溶液与 0.2mol/L 氢氧化钠溶液各 160 μ l，混匀，70℃水浴反应 30 分钟，放冷，再精密加入 0.2mol/L 的盐酸溶液 160 μ l，混匀，用三氯甲烷洗涤 3 次，每次 1ml，离心（转速为每分钟 12000 转）5 分钟，弃去三氯甲烷液，取上清液，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，离心（转速为每分钟 4000 转）5 分钟。精密量取上清液 1ml，置西林瓶中，加 2mol/L 三氟乙酸溶液 1ml，密封，混匀，110℃水解 2 小时，放冷，加 2mol/L 氢氧化钠溶液 1ml 调节 pH 值至中性，转移至 10ml 量瓶中，用少量水分次洗涤容器和残渣，洗液并入同一量瓶中，加水至刻度，摇匀。精密量取上清液 200 μ l，按对照品溶液的制

备方法，自“加 0.5mol/L 的 PMP 甲醇溶液”起同法操作，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 D-甘露糖（C₆H₁₂O₆）应为 30.0mg～100.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 30g

【贮藏】 密封。

萱草花（黄花菜）配方颗粒（试行）

Xuancaohua(Huanghuacai) Peifangkeli

【来源】 本品为百合科植物黄花菜 *Hemerocallis citrina* Baroni 的干燥花蕾经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取萱草花（黄花菜）饮片 1700g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 31%~57%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕黄色至黄棕色的颗粒；气微香，味微甜，微酸。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加水 50ml，加热回流 30 分钟，离心，取上清液通过 D101 型大孔吸附树脂柱（内径为 1.5cm，柱高为 12cm），用水 200ml 洗脱，弃去水液，再用 70%乙醇 100ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取萱草花（黄花菜）对照药材 2g，加水 60ml，同法制成对照药材溶液。再取芦丁对照品，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、对照药材溶液 3 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水（8：1：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.2% 乙酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 35℃；检测波长为 360nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于 5000。

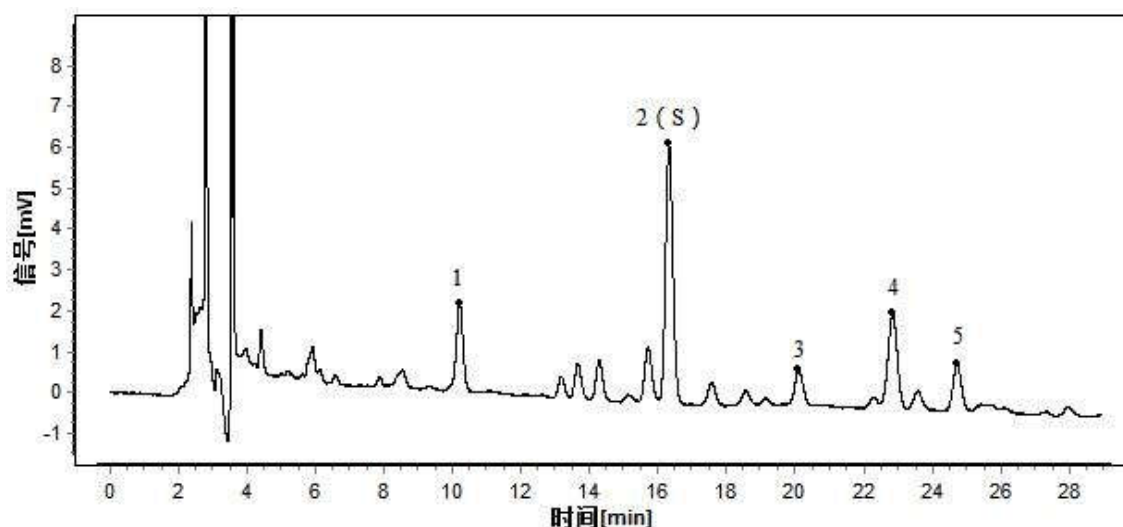
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	15→18	85→82
15~25	18→20	82→80
25~30	20→40	80→60

参照物溶液的制备 取萱草花（黄花菜）对照药材 1g，加入 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，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。供试品色谱中应呈现 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 应与对照品参照物峰保留时间相对应。与芦丁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：0.63（峰 1）、1.23（峰 3）、1.40（峰 4）、1.51（峰 5）。



对照特征图谱

峰 2 (S): 芦丁

色谱柱: Xselect HSS T3, 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】 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 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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以乙腈-0.05%磷酸溶液（15：85）为流动相；流速为每分钟 0.25ml；柱温为 35℃；检测波长为 360nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于 5000。

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 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 70%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。本品每 1g 含芦丁（C₂₇H₃₀O₁₆）应为 0.15mg~0.85mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1.7g

【贮藏】 密封。

郁李仁（郁李）配方颗粒（试行）

Yuliren (Yuli) Peifangkeli

【来源】 本品为蔷薇科植物郁李 *Prunus japonica* Thunb. 的干燥成熟种子经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取郁李仁（郁李）饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11%~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】 本品为淡黄色至棕黄色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取苦杏仁苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 4mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15 : 40 : 22 : 10）5~10℃ 放置 12 小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以磷钼酸硫酸溶液（磷钼酸 2g，加水 20ml 使溶解，再缓缓加入硫酸 30ml，混匀），在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

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

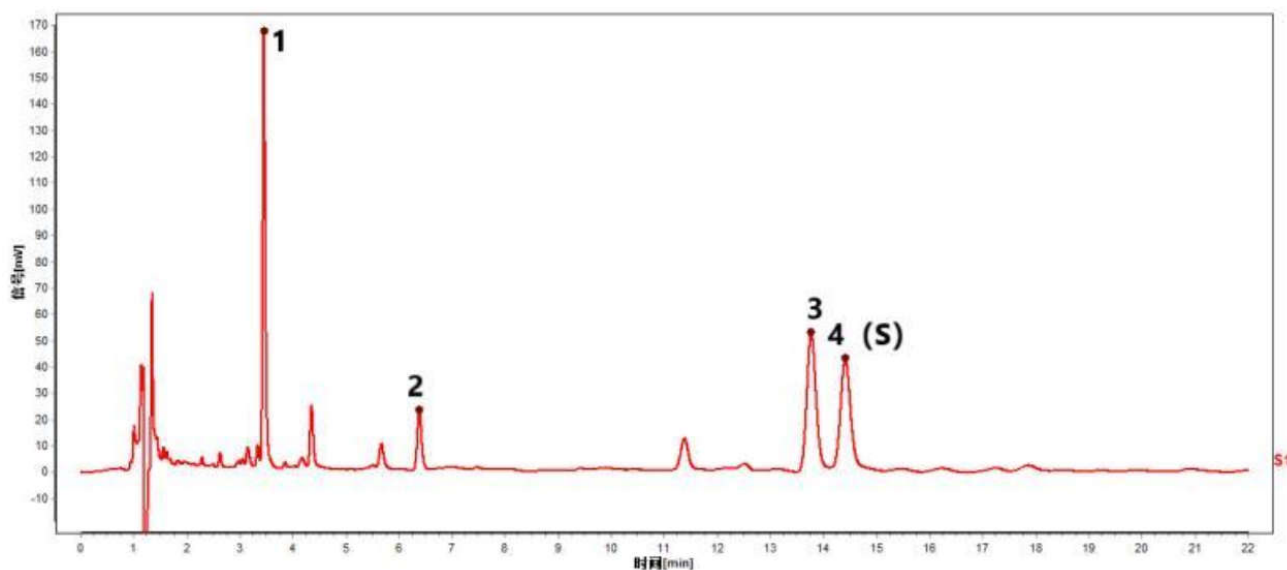
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取〔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，与苦杏仁苷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，峰 1 相对保留时间应在规定值的 $\pm 15\%$ 范围之内，峰 2、峰 3 相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.25（峰 1）、0.44（峰 2）、0.96（峰 3）。



对照特征图谱

峰 4 (S): 苦杏仁苷

色谱柱: CORTECS T3 C18, 2.1mm×100mm, 1.6μm

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

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 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 1.6μm）；以乙腈-0.1%甲酸溶液（4.5 : 95.5）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 207nm。理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取苦杏仁苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.4mg 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，精密加入水 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含苦杏仁苷（C₂₀H₂₇NO₁₁）应为 10.0mg~65.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。

【注意】 孕妇慎用。