

白屈菜配方颗粒

Baiqucai Peifangkeli

【来源】本品为罂粟科植物白屈菜 *Chelidonium majus* 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】取白屈菜饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15.5%~23.6%），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】本品为棕黄色至深棕色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】取本品 1g，研细，加盐酸-甲醇（0.5：100）混合溶液 20ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用石油醚（60~90℃）振摇提取 2 次，每次 10ml，弃去石油醚液，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7~8，用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 20ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取白屈菜对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加盐酸-甲醇（0.5：100）混合溶液 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，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇（10：2：0.2）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 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 0.005mol/L 磷酸二氢钾溶液（含 0.1% 十二烷基硫酸钠，用磷酸调节 pH 值至 4.0）为流动相 B，按下表梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 25℃；检测波长为 210nm。理论板数按盐酸黄连碱峰计算应不低于 5000。

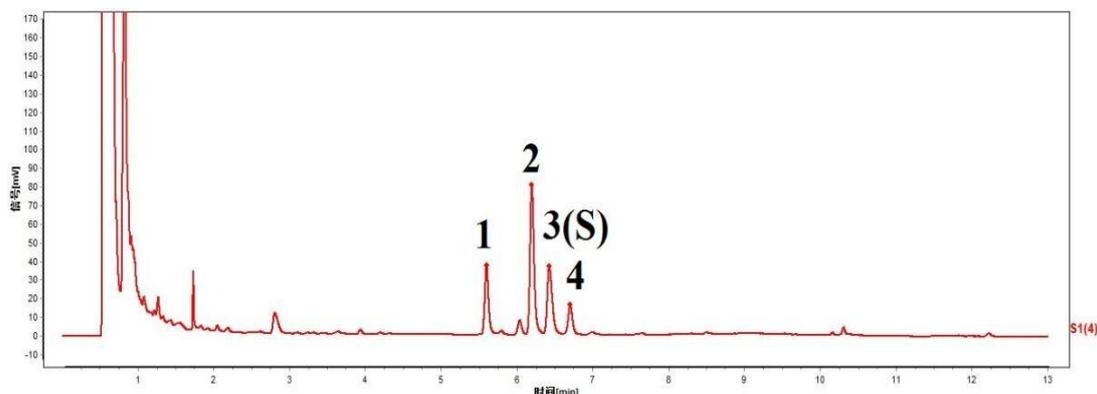
时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~6	40→50	60→50
6~8	50→80	50→20
8~12	80	20

参照物溶液的制备 取白屈菜对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加入水 50ml，煎煮 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取氢化原阿片碱对照品、盐酸黄连碱对照品、四氢黄连碱对照品适量，分别加甲醇制成每 1ml 含氢化原阿片碱 50 μ g、盐酸黄连碱 20 μ g、四氢黄连碱 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 4 个特征峰，并与对照药材参照物图谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 3、峰 4 应分别与氢化原阿片碱、盐酸黄连碱、四氢黄连碱对照品参照物峰保留时间相对应。与盐酸黄连碱参照物相对应的峰为 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±10%范围之内，规定值为：0.96（峰 2）。



对照特征图谱

峰 1：氢化原阿片碱 峰 3（S）：盐酸黄连碱 峰 4：四氢黄连碱

色谱柱：ZORBAX Eclipse Plus C18 RRHD, 2.1mm×100mm1.8μm

【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 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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.005mol/L 磷酸二氢钾溶液（含 0.1%十二烷基硫酸钠，用磷酸调节 pH 值至 4.0）为流动相 B，按下表梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 25℃；检测波长为 360nm。理论板数按盐酸黄连碱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~6	40→50	60→50
6~8	50→80	50→20
8~12	80	20

对照品溶液的制备 取盐酸黄连碱对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1ml 含 20μg 的溶液，作为对照品溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，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）45 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 含黄连碱 ($C_{19}H_{13}NO_4$) 以盐酸黄连碱 ($C_{19}H_{14}ClNO_4$) 计应为 1.0mg~6.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

白头翁配方颗粒

Baitouweng Peifangkeli

【来源】本品为毛茛科植物白头翁 *Pulsatilla chinensis* (Bge.) Regel 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】取白头翁饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 19.0%~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 10ml，超声处理 10 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取白头翁对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 10ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 3 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-醋酸-水（4：1：2）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照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。

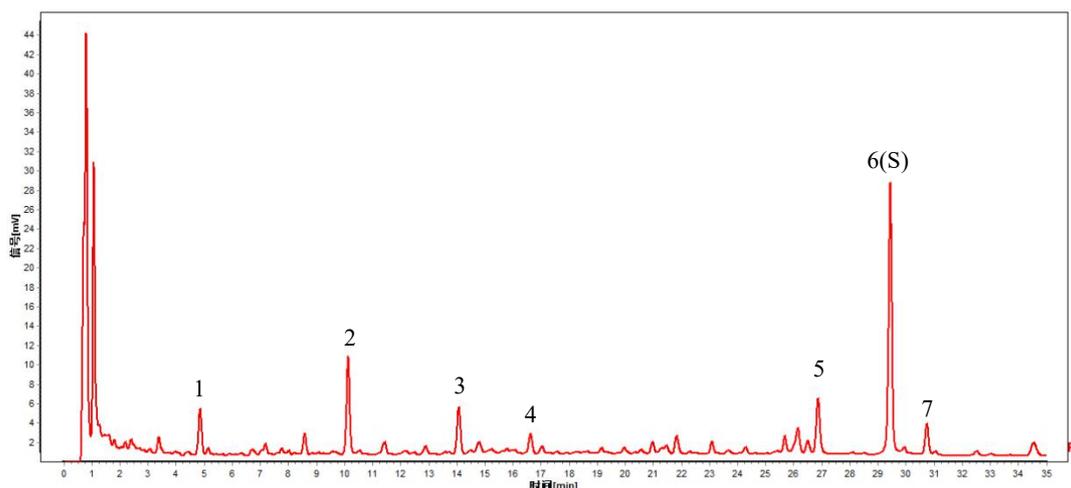
色谱条件与系统适用性试验 检测波长为 210nm；其余同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取白头翁对照药材 0.35g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，取上清液减压浓缩至干，残渣加 50%甲醇 50ml，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）15 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 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 应与白头翁皂苷 B₄ 对照品参照物峰保留时间相对应。与白头翁皂苷 B₄ 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：0.17（峰 1）、0.34（峰 2）、0.48（峰 3）、0.56（峰 4）、0.91（峰 5）、1.04（峰 7）。



对照特征图谱

峰 4: 菊苣酸 峰 6 (S): 白头翁皂苷 B₄

【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 40.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 201nm。理论板数按白头翁皂苷 B₄ 峰计算应不低于 6000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	7→26	93→74
25~35	26→30	74→70

对照品溶液的制备 取白头翁皂苷B₄对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含0.42mg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50ml，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2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含白头翁皂苷 B₄ (C₅₉H₉₆O₂₆) 应为 100.0mg~300.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g。

【贮藏】密封。

北豆根配方颗粒

Beidougen Peifangkeli

【来源】 本品为防己科植物蝙蝠葛 *Menispermum dauricum* DC. 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】 取北豆根饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13.0%~19.0%），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】 本品为淡黄色至棕黄色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加乙酸乙酯 15ml，浓氨试液 0.5ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 1ml 乙酸乙酯使溶解，作为供试品溶液。另取北豆根对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取蝙蝠葛碱、蝙蝠葛苏林碱对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版 通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-氨水（9:1:1 滴）为展开剂，薄层板置展开缸中预饱和 30 分钟，展开，取出，晾干，置紫外灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.05%三乙胺溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 284nm。理论板数按蝙蝠葛碱峰计算应不低于 6000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~21	10→30	90→70
21~35	30→72	70→28
35~50	72→66	28→34

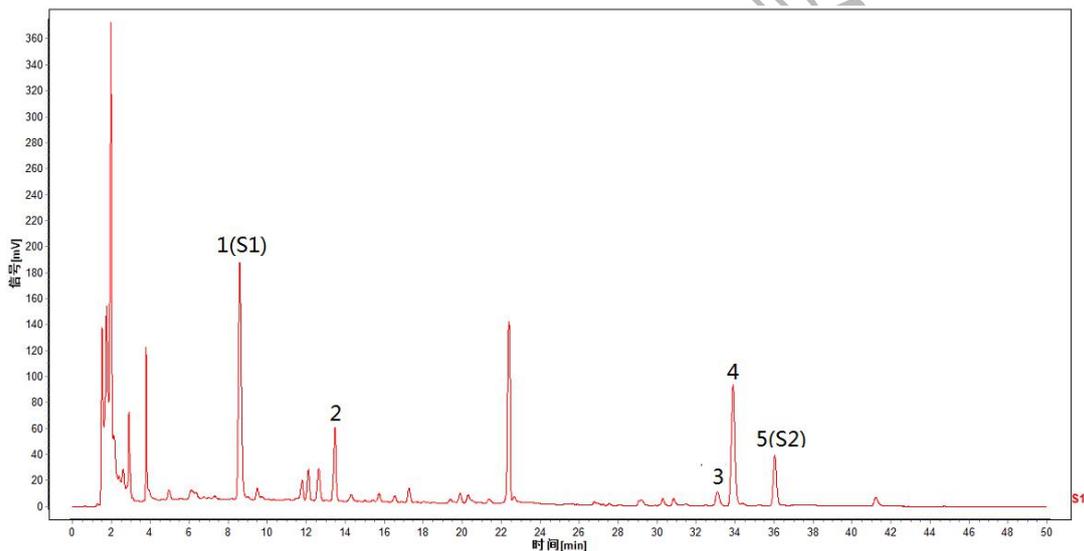
参照物溶液的制备 取北豆根对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取蝙蝠葛碱对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加 50%甲醇制成每 1ml 含 35 μ g 的溶液，作为蝙蝠葛碱对照品参照物溶液（本品临用前新制，避光保存）。再取木兰花碱对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液，作为木兰花碱对照品

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，精密加入 50%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，再称定重量，用 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 1、峰 5 应分别与木兰花碱、蝙蝠葛碱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 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%之内，规定值为：1.68（峰 2）；与蝙蝠葛碱参照物峰相对应的峰为 S₂ 峰，计算峰 3、峰 4 与 S₂ 峰的相对保留时间，其相对保留时间规定值在 \pm 10%之内，规定值为：0.92（峰 3）、0.94（峰 4）。



对照特征图谱

峰 1(S₁): 木兰花碱 峰 4: 蝙蝠葛苏林碱 峰 5 (S₂): 蝙蝠葛碱

色谱柱: InertSustain C18, 250mm \times 4.6mm, 5 μ m

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

【浸出物】 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 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-0.05%三乙胺溶液（45：55）为流动相；检测波长为 284nm。理论板数按蝙蝠葛碱峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 取蝙蝠葛苏林碱、蝙蝠葛碱对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每 1ml 含蝙蝠葛苏林碱 20 μ g，蝙蝠葛碱 35 μ g 的混合溶液，即得（本品临用前新制，避光保存）。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含蝙蝠葛苏林碱($C_{37}H_{42}N_2O_6$)和蝙蝠葛碱($C_{38}H_{44}N_2O_6$)的总量应为 14.0mg~44.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g。

【贮藏】 密封。

荜茇配方颗粒

Bibo Peifangkeli

【来源】本品为胡椒科植物荜茇 *Piper longum* L. 的干燥近成熟或成熟果穗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】取荜茇饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10.0%~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】本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；有特异香气，味辛辣。

【鉴别】取本品 0.2g，研细，加无水乙醇 5ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取荜茇对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取胡椒碱对照品，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。吸取供试品溶液和对照品溶液各 2 μ l、对照药材溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，甲苯-乙酸乙酯-丙酮（7：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光（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；喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 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 0.35ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按胡椒碱峰计算应不低于 5000。

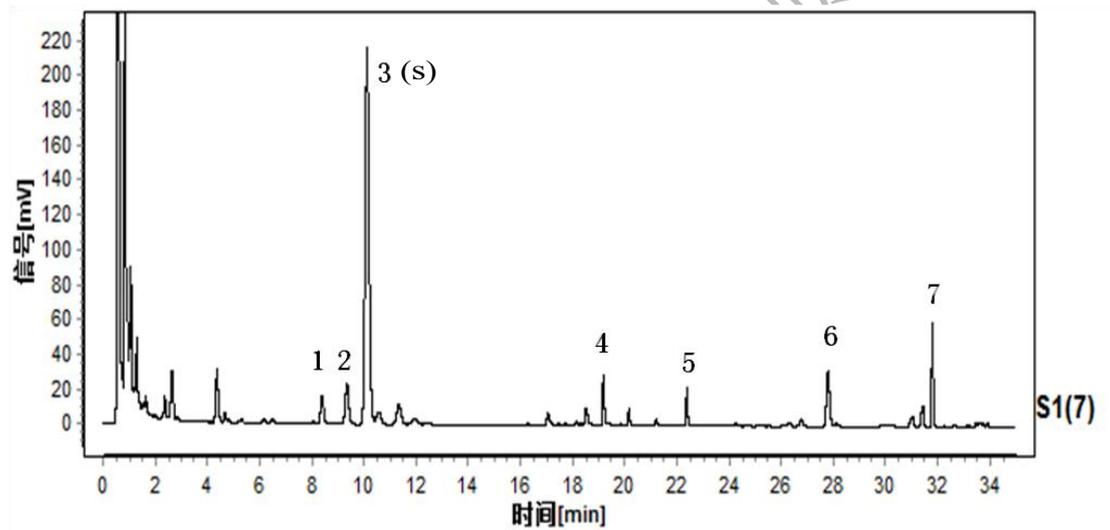
时间（分钟）	A（%）	B（%）
0~2	35	65
2~4	35→40	65→60
4~11	40	60
11~22	40→80	60→20
22~28	80	20
28~30	80→95	20→5
30~34	95	5

参照物溶液的制备 取葶苈对照药材 1g，加水 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 25ml，超声处理 40 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取胡椒碱对照品溶液适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 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 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。

供试品特征图谱应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱峰中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3 应与胡椒碱对照品参照物峰保留时间相对应。与胡椒碱参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 4、峰 5 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.83（峰 1）、0.92（峰 2）、1.94（峰 4）、2.27（峰 5）。



对照特征图谱

峰 3：胡椒碱

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 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 11.0%。

【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 0.35ml；柱温为 35℃；检测波长为 343nm。理论板数按胡椒碱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	35	65
2~4	35→40	65→60
4~11	40	60
11~22	40→80	60→20
22~28	80	20
28~30	80→95	20→5
30~34	95	5
34~35	95→35	5→65

对照品溶液的制备 取胡椒碱对照品适量，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（频率 250W，功率 40kHz）40 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 3 μ l，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含胡椒碱（ $C_{17}H_{19}NO_3$ ）应为 3.7mg~15.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g。

【贮藏】 密封。

布渣叶配方颗粒

Buzhaye Peifangkeli

【来源】本品为椴树科植物破布叶*Microcos paniculata* L.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】取布渣叶饮片6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为9.0%~16.0%），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】本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦、涩。

【鉴别】取本品1g，加水30ml使溶解，用乙酸乙酯振摇提取2次（30ml，25ml），合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取布渣叶对照药材2g，加水60ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水30ml使溶解，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取供试品溶液10 μ l、对照药材溶液5 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-丁酮-甲酸-水（10：1：0.1：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光（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。

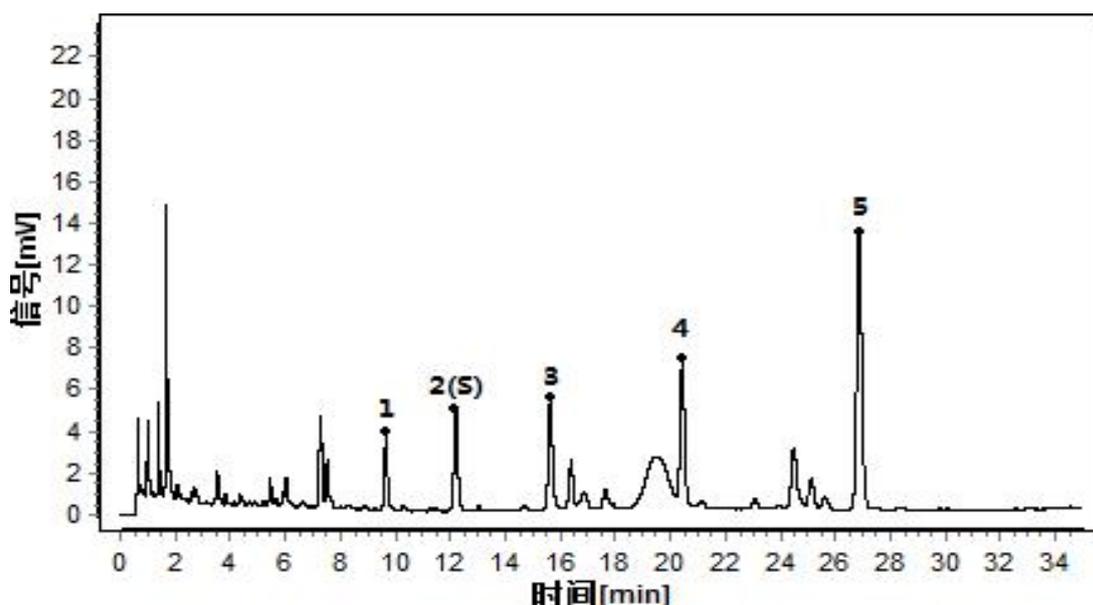
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取布渣叶对照药材1g，置具塞锥形瓶中，加70%甲醇20ml，超声处理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2、峰3、峰5应分别与牡荆苷、异牡荆苷、水仙苷对照品参照物峰保留时间相对应。与牡荆苷参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1、峰4与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.79（峰1）、1.68（峰4）。



对照特征图谱

峰2 (S)：牡荆苷 峰3：异牡荆苷 峰5：水仙苷

色谱柱：CORTECS T3, 2.1mm×100mm, 1.6μm

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

【浸出物】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（柱长为100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6μm）；以甲醇为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的梯度进行洗脱；流速为每分钟0.35ml；柱温为30℃；检测波长为339nm。理论板数按牡荆苷峰计算应不低于3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	20→25	80→75
6~24	25→32	75→68
24~32	32→40	68→60
32~35	40→44	60→56

对照品溶液的制备 取牡荆苷对照品、异牡荆苷对照品和水仙苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含牡荆苷和异牡荆苷各8μg、水仙苷40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取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，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含牡荆苷($C_{21}H_{20}O_{10}$)应为1.0mg~3.5mg，含异牡荆苷($C_{21}H_{20}O_{10}$)应为0.8mg~4.5mg，含水仙苷($C_{28}H_{32}O_{16}$)应为4.0mg~15.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片6g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

蚕茧壳配方颗粒

Canjianke Peifangkeli

【来源】 本品为蚕蛾科昆虫家蚕 *Bombyx mori* Linnaeus 除去蛹的干燥茧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】 取蚕茧壳饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5.0%~7.4%），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】 本品为灰白色至白色的颗粒；气微腥，味淡。

【鉴别】 取本品 3g，研细，加甲醇 50ml，加热回流 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。另取蚕茧壳对照药材 5g，加水 100ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，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，以正丁醇-冰醋酸-水（8：3：1）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。

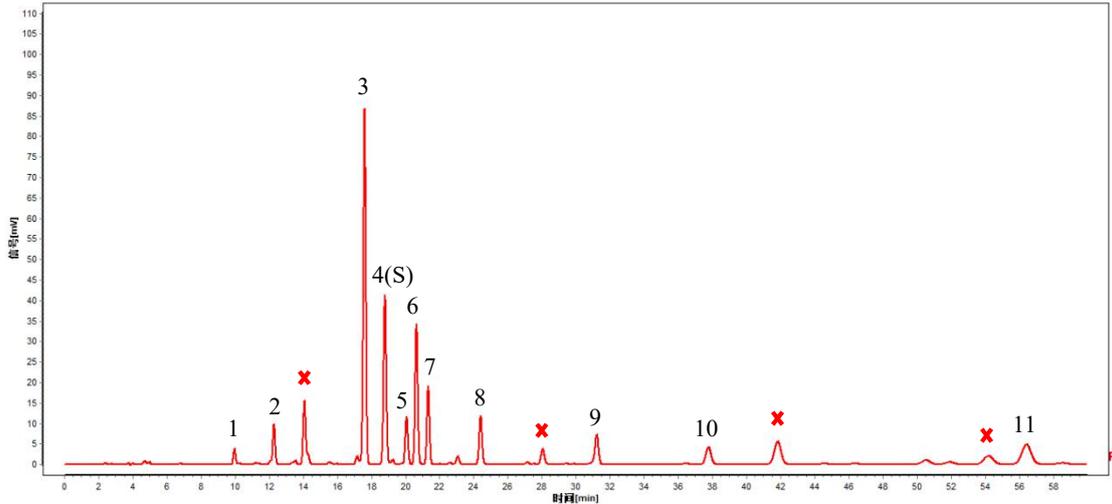
色谱条件与系统适用性试验 检测波长为 254nm；其余同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取蚕茧壳对照药材 0.2g，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 6mol/L 盐酸溶液 3ml 使溶解并转移至 10ml 西林瓶中。照供试品溶液的制备项下的方法，自“150℃ 水解 1 小时”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 分别精密吸取衍生化后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。

供试品色谱图中应呈现 11 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 11 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3、峰 4 应分别与丝氨酸、甘氨酸对照品参照物峰保留时间相对应。与甘氨酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 5~峰 11 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：0.53（峰 1）、0.65（峰 2）、1.07（峰 5）、1.10（峰 6）、1.14（峰 7）、1.30（峰 8）、1.66（峰 9）、2.01（峰 10）、3.00（峰 11）。



对照特征图谱

峰 1: 组氨酸 峰 2: 精氨酸 峰 3: 丝氨酸 峰 4 (S): 甘氨酸 峰 5: 谷氨酸
 峰 6: 天门冬氨酸 峰 7: 苏氨酸 峰 8: 丙氨酸 峰 9: 酪氨酸
 峰 10: 缬氨酸 峰 11: 赖氨酸 x: 衍生化试剂

【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 2.0%。

【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 0.02% 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 262nm。理论塔板数按甘氨酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	12→35	88→65
25~45	35	65
45~60	35→36	65→64

对照品溶液的制备 取丝氨酸对照品、甘氨酸对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 含丝氨酸 130μg、甘氨酸 50μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 20mg，精密称定，置 10ml 西林瓶中，加 6mol/L 盐酸溶液 3ml，150℃ 水解 1 小时，放冷，移至蒸发皿中，用水 10ml 分次洗涤西林瓶，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并转移至 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5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含丝氨酸（ $C_3H_7NO_3$ ）应为60.0mg~300.0mg，含甘氨酸（ $C_2H_5NO_2$ ）应为28.0mg~100.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片10g。

【贮藏】 密封。

蝉蜕配方颗粒

Chantui Peifangkeli

【来源】本品为蝉科昆虫黑蚱 *Cryptotympana pustulata* Fabricius 的若虫羽化时脱落的皮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】取蝉蜕饮片 10000g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 5.0%~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】本品为灰褐色至棕褐色的颗粒;气微,味淡。

【鉴别】取本品 1g,研细,加甲醇 20ml,超声处理 20 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取蝉蜕对照药材 2g,加水 50ml,煎煮 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣自“加甲醇 20ml”起,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取供试品溶液 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,以正丁醇-冰乙酸-水(3:1:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以茚三酮试液,在 105 $^{\circ}$ 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 230nm。理论板数按乙酰多巴胺峰计算应不低于 5000。

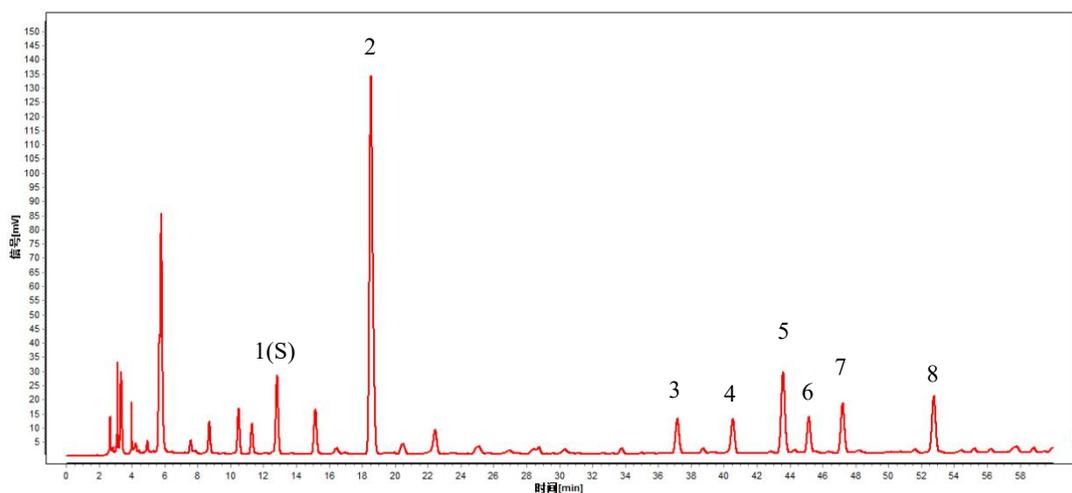
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~60	6→25	94→75

参照物溶液的制备 取蝉蜕对照药材 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 50%甲醇 10ml 溶解,摇匀,滤过,取续滤液,作为对照药材参照物溶液。另取乙酰多巴胺对照品适量,精密称定,加 70%甲醇制成每 1ml 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,取约 0.1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50%甲醇 50ml,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 50%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

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

供试品色谱中应呈现8个特征峰，除峰2外，其它7个特征峰应与对照药材参照物色谱中的7个特征峰保留时间相对应，其中峰1应与乙酰多巴胺对照品参照物峰保留时间相对应。与乙酰多巴胺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：1.45（峰2）、2.90（峰3）、3.16（峰4）、3.40（峰5）、3.52（峰6）、3.68（峰7）、4.11（峰8）。



对照特征图谱

峰 1 (S) : 乙酰多巴胺

【检查】除溶化性外，其余应符合颗粒剂项下的有关规定（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；以乙腈-0.1%磷酸溶液（6：94）为流动相；检测波长为 279nm。理论板数按乙酰多巴胺峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取乙酰多巴胺对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含0.1mg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1130W，频率37kHz）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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含乙酰多巴胺（ $C_{10}H_{13}NO_3$ ）应为 5.6mg~25.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g。

【贮藏】密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

炒槟榔配方颗粒

Chaobinglang Peifangkeli

【来源】本品为棕榈科植物槟榔 *Areca catechu* L. 的干燥成熟种子经炮制并按标准汤剂主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】取炒槟榔饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5.0%~9.5%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为棕黄色至棕色的颗粒；气微，味涩，微苦。

【鉴别】取本品 1g，研细，加无水乙醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取槟榔对照药材 1g，加乙醚 50ml，再加碳酸盐缓冲液（取碳酸钠 1.91g 和碳酸氢钠 0.56g，加水使溶解成 100ml，即得）5ml，放置 30 分钟，时时振摇，加热回流 30 分钟，分取乙醚液，挥干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，置具塞离心管中，静置 1 小时，离心，取上清液作为对照药材溶液。再取氢溴酸槟榔碱对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-浓氨试液（7.5 : 7.5 : 0.2）为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，置氨蒸气中熏至斑点清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.01mol/L 磷酸二氢铵溶液（用磷酸调 pH 值至 2.3）为流动相 B，按下表梯度洗脱；检测波长为 215nm。理论板数按槟榔碱峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	0	100
6~7	0→9	100→91
7~25	9→24	91→76
25~27	24	76

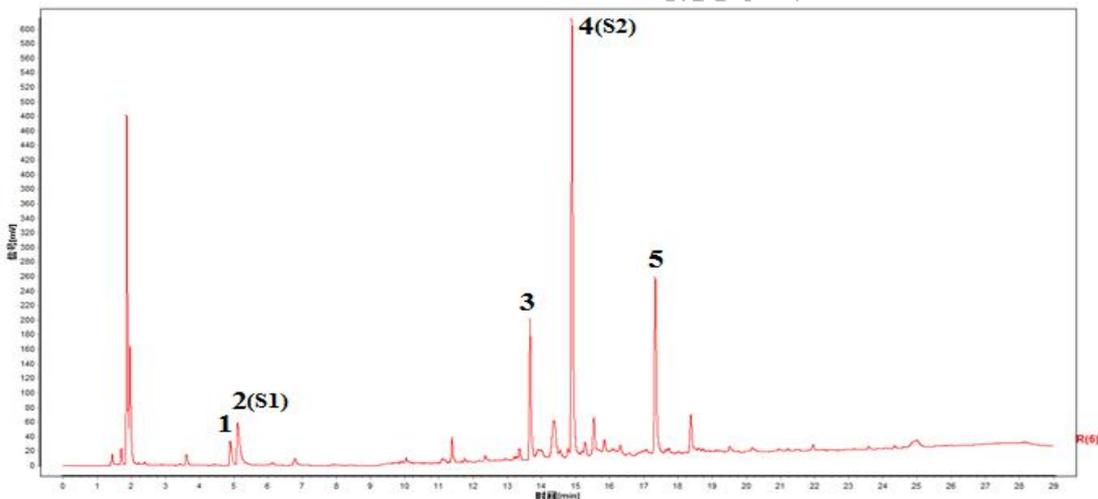
参照物溶液的制备 取槟榔对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入水 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取

(含量测定)项下对照品溶液,作为槟榔碱对照品参照物。再取儿茶素对照品适量,加70%甲醇制成每1mg含400 μ g的溶液,作为儿茶素对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约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250W,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4应与槟榔碱、儿茶素对照品参照物峰保留时间相对应。与槟榔碱参照物相对应的峰为S₁峰,计算峰1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:峰1(0.95);与儿茶素参照物相应的峰为S₂峰,计算峰3、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:0.92(峰3)、1.17(峰5)。



对照特征图谱

峰2: 槟榔碱 峰4: 儿茶素

色谱柱: CORTECS T3, 2.1mm \times 150mm, 1.6 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,黄曲霉毒素G₂、黄曲霉毒素G₁、黄曲霉毒素B₂和黄曲霉毒素B₁的总量不得过10 μ g。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(中国药典2020年版通则0104)。

【浸出物】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25.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.01mol/L 磷酸氢二钾溶液（用磷酸调节 pH 值至 8.5）为流动相 B，按下表梯度洗脱；检测波长为 215nm。理论板数按槟榔碱峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	13→17	87→83

对照品溶液的制备 取氢溴酸槟榔碱对照品适量，精密称定，加水溶解并制成每 1ml 含槟榔碱 50 μ g 的溶液，即得（槟榔碱重量=氢溴酸槟榔碱/1.5214）。

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，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，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含槟榔碱（C₈H₁₃NO₂）应为 3.0mg~10.0mg。

【规格】每 1 克配方颗粒相当于饮片 10g。

【贮藏】密封。

炒瓜蒌子（栝楼）配方颗粒

Chaogualouzi (Gualou) Peifangkeli

【来源】本品为葫芦科植物栝楼 *Trichosanthes kirilowii* Maxim. 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】取炒瓜蒌子（栝楼）饮片 12500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 4.0%~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】本品为淡黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】取本品 1g，研细，加石油醚（60~90℃）10ml，密塞，超声处理 10 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取 3，29-二苯甲酰基栝楼仁三醇对照品，加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.12mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（5：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。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；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 260nm。理论板数按鸟苷峰计算应不低于 5000。

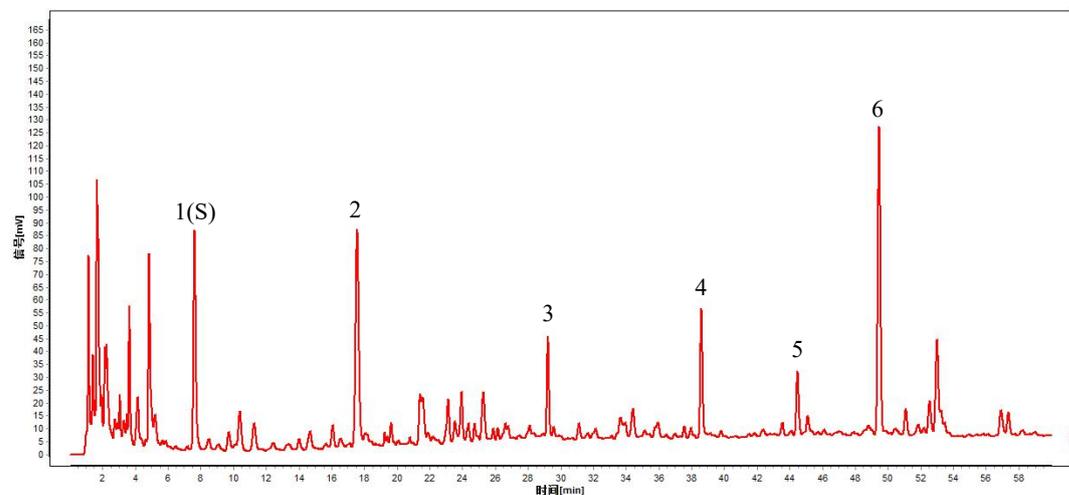
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	0	100
10~60	0→40	100→60

参照物溶液的制备 取瓜蒌子（栝楼）对照药材 10g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，取上清液，浓缩至近干，残渣加水 10ml 使溶解，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取鸟苷对照品适量，精密称定，加适量甲醇溶解后，加水制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 10ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 37kHz）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, 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 应与鸟苷对照品参照物峰保留时间相对应。按中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算, 供试品特征图谱与对照特征图谱经 Mark 峰相似度计算, 相似度不得低于 0.90。



对照特征图谱

峰 1 (S): 鸟苷

【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 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; 以甲醇-水(93:7)为流动相; 检测波长为 230nm。理论板数按 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇对照品适量, 精密称定, 加二氯甲烷制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液, 即得(临用配制)。

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, 精密加入二氯甲烷 10ml, 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, 用二氯甲烷补足减失的重量, 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 3, 29-二苯甲酰基栝楼仁三醇(C₄₄H₅₈O₅)应为 0.15mg~0.80mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 12.5g。

【贮藏】密封。

炒鸡内金配方颗粒

Chaojineijin Peifangkeli

【来源】本品为雉科动物家鸡 *Gallus gallus domesticus* Brisson 的干燥沙囊内壁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】取炒鸡内金饮片 7000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 4.1%~7.7%），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】本品为黄白色至棕黄色的颗粒；气微腥，味苦。

【鉴别】取本品 3g，研细，加水饱和的正丁醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液用正丁醇饱和的水洗涤 2 次，每次 20ml，弃去水液，正丁醇液置水浴上蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取鸡内金对照药材 0.3g，加水饱和的正丁醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年通则 0502）试验，吸取供试品溶液 15 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-丙酮-甲酸（9.5：0.5：0.06）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%对二甲氨基苯甲醛的 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。

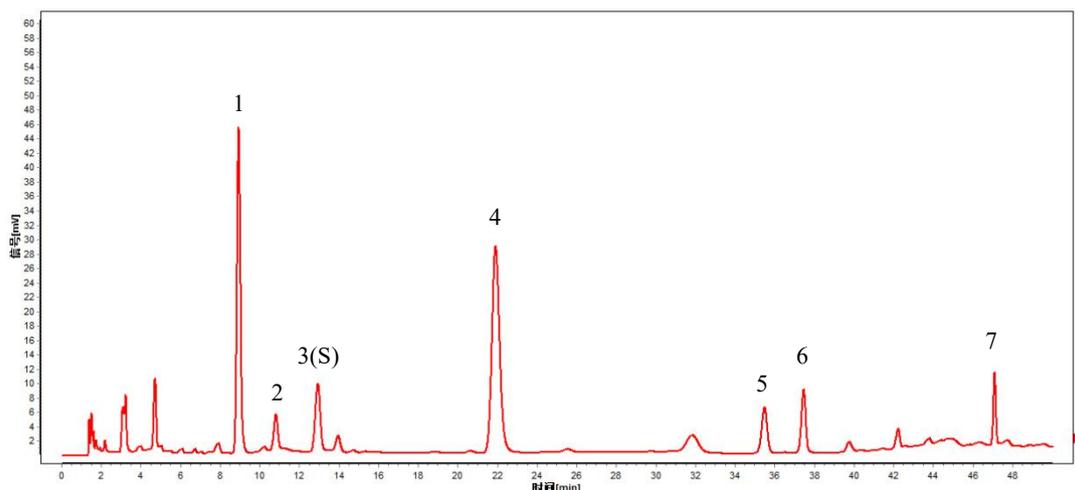
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取鸡内金对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 5ml 使溶解，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取尿苷对照品、腺嘌呤对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含尿苷 25 μ g、腺嘌呤 20 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同（含量测定）项。

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

供试品色谱中应呈现 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 应分别与尿苷、腺嘌呤对照品参照物峰保留时间相对应。与尿苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2、峰 5~峰 7 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 1）、0.84（峰 2）、2.74（峰 5）、2.88（峰 6）、3.62（峰 7）。



对照特征图谱

峰 3 (S)：尿苷 峰 4：腺嘌呤 峰 5：肌苷

【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 15.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 260nm。理论板数按尿苷峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~30	0	100
30~50	0→20	100→80

对照品溶液的制备 取尿苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 25 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 50%甲醇 10ml，密塞，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 50%甲醇补足减失重量，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 含尿苷（C₉H₁₂N₂O₆）应为 0.20mg~1.5mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 7g。

【贮藏】密封。

炒蔓荆子（蔓荆）配方颗粒

Chaomanjingzi (Manjing) Peifangkeli

【来源】本品为马鞭草科植物蔓荆 *Vitex trifolia* 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】取炒蔓荆子（蔓荆）饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5.0%~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】本品为棕褐色至棕黑色的颗粒；气香，味苦。

【鉴别】取本品 2g，研细，加丙酮 30ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取蔓荆子黄素对照品，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 10~20 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一 1%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲醇（3:2:0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%三氯化铝乙酸溶液，立即检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 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 270nm。理论板数按异荛草苷峰计算应不低于 2000。

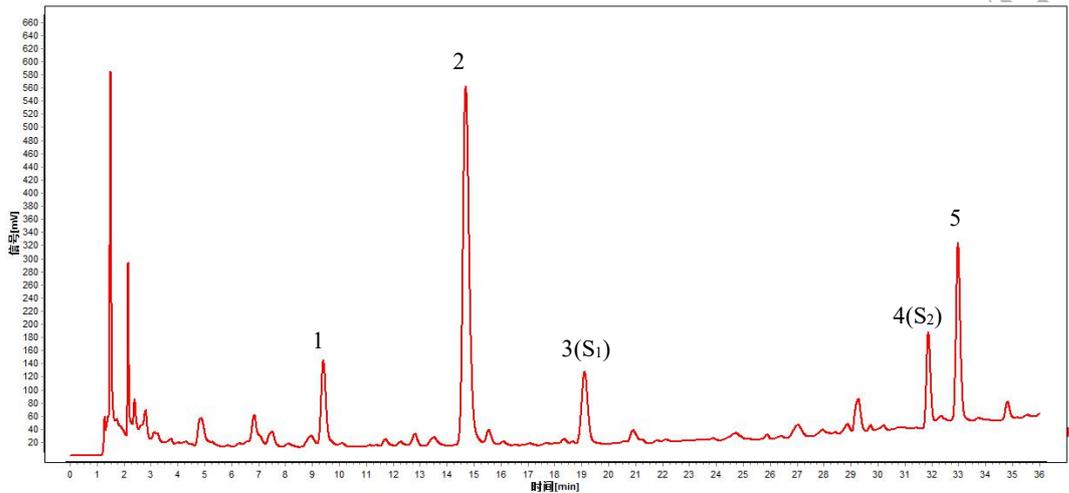
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~18	3→10	97→90
18~35	10→18	90→82
35~40	18→3	82→97

参照物溶液的制备 取蔓荆子（蔓荆）对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、异荛草苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 20 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 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 500W，频率 37kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，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, 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 应分别与绿原酸、异荭草苷对照品参照物峰保留时间相对应。以绿原酸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 \pm 10%范围之内, 规定值为: 0.49 (峰 1)、0.77 (峰 2); 以异荭草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: 1.03 (峰 5)。



对照特征图谱

峰 3: 绿原酸 峰 4: 异荭草苷 峰 5: 穗花牡荆苷

【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 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; 以甲醇-0.4%磷酸溶液(60:40)为流动相; 检测波长为 258nm。理论板数按蔓荆子黄素峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取蔓荆子黄素对照品适量, 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 2.0g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50ml, 称定重量, 加热回流 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 5 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含蔓荆子黄素 ($C_{19}H_{18}O_8$) 应为 0.80mg~3.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

炒牵牛子（裂叶牵牛）配方颗粒

Chaoqianniuzi (Lieyeqianni) Peifangkeli

【来源】本品为旋花科植物裂叶牵牛 *Pharbitis nil* (L.) Choisy 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】取炒牵牛子（裂叶牵牛）饮片 6500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 7.7%~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】本品为棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】取本品 0.4g，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。另取牵牛子（裂叶牵牛）对照药材 0.2g，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 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-甲醇-甲酸（93：9：4）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以磷钼酸试液，在 110 $^{\circ}$ 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 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.35ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 326nm。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（%）
0~13	7→32	93→68

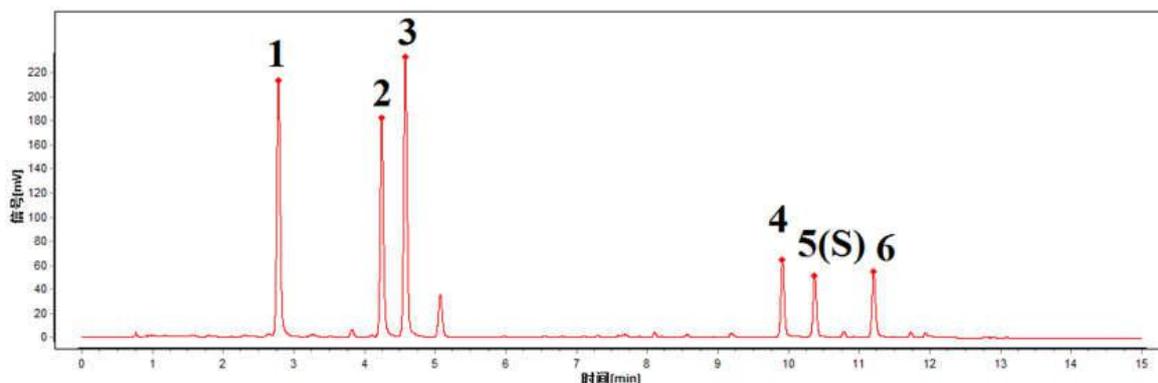
参照物溶液的制备 取牵牛子（裂叶牵牛）对照药材 1g，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为新绿原酸、绿原酸、隐绿原酸对照品参照物溶液。再取 3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 30 μ g 的溶液，作为 3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

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

供试品色谱中应呈现 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 5 应分别与新绿原酸、隐绿原酸、绿原酸、3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸对照品参照物峰的保留时间相对应。3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 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%范围内，规定值为：0.96（峰 4）、1.07（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸 峰 2：隐绿原酸 峰 3：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-O-二咖啡酰基奎宁酸

色谱柱：BEH Shield RP18, 2.1mm×100mm, 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 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 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 2.1mm，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；检测波长为 326nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	4→8	96→92
5~20	8	92

对照品溶液的制备 取新绿原酸对照品、绿原酸对照品和隐绿原酸对照品适量，精密称定，分别加 80%甲醇制成每 1ml 含新绿原酸 80μg、绿原酸 0.1mg、隐绿原酸 80μg 的溶液，摇匀，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 80%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 80% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含新绿原酸 (C₁₆H₁₈O₉)、绿原酸 (C₁₆H₁₈O₉)、隐绿原酸 (C₁₆H₁₈O₉) 的总量应为 10.0mg~35.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6.5g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

炒葶苈子（播娘蒿）配方颗粒

Chaotinglizi (Bonianghao) Peifangkeli

【来源】本品为十字花科植物播娘蒿 *Descurainia sophia* (L.) Webb. ex Prantl. 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】取炒葶苈子（播娘蒿）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%~11.7%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味苦、微辛辣。

【鉴别】取本品 0.2g，研细，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。另取葶苈子（播娘蒿）对照药材 2g，自“加甲醇 20ml”起，同法制成对照药材溶液。再取槲皮素-3-O- β -D-葡萄糖-7-O- β -D-龙胆双糖苷对照品，加 30% 甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 1 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以乙酸乙酯-甲醇-水（7:2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2% 三氯化铝溶液，热风吹干，在紫外光（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 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% 醋酸溶液为流动相 B，按下表梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 265nm。理论板数按槲皮素-3-O- β -D-葡萄糖-7-O- β -D-龙胆双糖苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	1→12	99→88
5~15	12→13	88→87
15~17	13→17	87→83
17~19	17→21	83→79
19~24	21→24	79→76
24~26	24→45	76→55
26~28	45→95	55→5

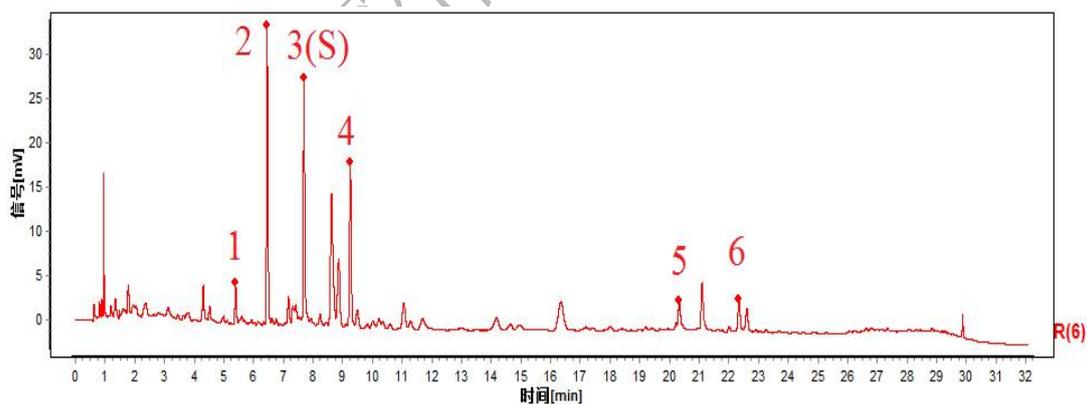
28~32	95	5
32~32.1	95→1	5→99

参照物溶液的制备 取葶苈子（播娘蒿）对照药材 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加水 25ml，加热回流 60 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取色氨酸对照品、芥子碱对照品、槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龙胆双糖苷对照品、异槲皮苷对照品、异鼠李素-3-O-β-D-葡萄糖苷对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每 1ml 含色氨酸 100μg、芥子碱 100μg、槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龙胆双糖苷 100μg、异槲皮苷 100μg、异鼠李素-3-O-β-D-葡萄糖苷 120μg 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 0.2g，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）60 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 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 1μl，注入液相色谱仪。测定，即得。

供试品色谱中应呈现 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 应分别与色氨酸、芥子碱、槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龙胆双糖苷、异槲皮苷、异鼠李素-3-O-β-D-葡萄糖苷对照品参照物峰保留时间相对应。与槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龙胆双糖苷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，其应在规定值±10%范围之内。规定值为：1.20（峰 4）。



对照特征图谱

峰 1：色氨酸 峰 2：芥子碱 峰 3：槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龙胆双糖苷

峰 5：异槲皮苷 峰 6：异鼠李素-3-O-β-D-葡萄糖苷

色谱柱：ACQUITY UPLC CSH C18，2.1mm×100mm，1.7μm

【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）。

本品每 1000g 葶苈子配方颗粒中黄曲霉毒素 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 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】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%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱，检测波长为 254nm。理论板数按槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龙胆双糖苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	8	92
5~5.5	8→20	92→80
5.5~8	20	80

对照品溶液的制备 取槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龙胆双糖苷对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 50μg 的溶液，摇匀，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，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%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 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 含槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龙胆双糖苷（C₃₃H₄₀O₂₂）应为 1.8mg~6.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g。

【贮藏】密封。

穿心莲配方颗粒

Chuanxinlian Peifangkeli

【来源】本品为爵床科植物穿心莲 *Andrographis paniculata* (Burm.f.) Nees 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】取穿心莲饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率范围为 12.0%~20.0%），加辅料适量，干燥，再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为灰绿色至棕褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加乙醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 5ml，作为供试品溶液。另取穿心莲对照药材 0.5g，加水 30ml，煎煮 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。再取穿心莲内酯对照品、脱水穿心莲内酯对照品，加无水乙醇制成每 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，吸取上述三种溶液各 3 μ l~5 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇（4：3：0.4）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点，在与对照品色谱相应的位置上，显两个相同颜色的荧光斑点；喷以 5%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点，在与对照品色谱相应的位置上，显两个相同颜色的斑点。

【特征图谱】照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 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，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 35℃；检测波长为 225nm。理论塔板数按穿心莲内酯峰计算不低于 8000。

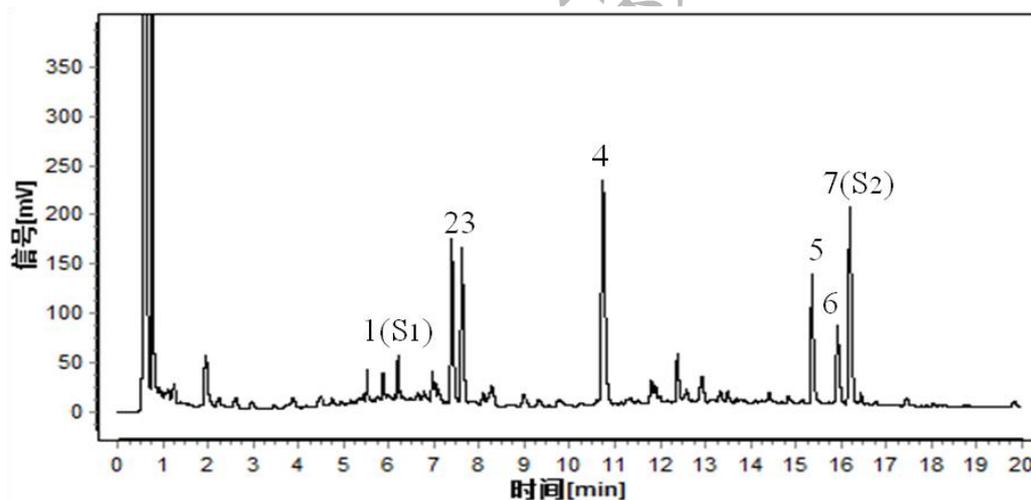
时间（分钟）	A（%）	B（%）
0~2	10	90
2~5	10→20	90→80
5~8	20	80
8~12	20→29	80→71
12~19	29→45	71→55
19~20	45→10	55→90

参照物溶液的制备 取穿心莲对照药材 0.5g，置锥形瓶中，加 70%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，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、穿心莲内酯对照品、脱水穿心莲内酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含木犀草素-7-O-β-D-葡萄糖醛酸苷 50μg、穿心莲内酯 0.1mg、脱水穿心莲内酯 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 同（含量测定）项。

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2μl~4μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品特征图谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱峰中的 7 个特征峰相对应，其中峰 1、峰 4、峰 7 应分别与木犀草素-7-O-β-D-葡萄糖醛酸苷、穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品参照物峰保留时间相对应。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±10%范围内，规定值为：1.19（峰 2）、1.23（峰 3）；与脱水穿心莲内酯参照物峰相对应的峰为 S₂ 峰，计算峰 5、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±10%范围内，规定值为：0.95（峰 5）、0.98（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1 (S₁): 木犀草素-7-O-β-D-葡萄糖醛酸苷 峰 4: 穿心莲内酯;

峰 5: 新穿心莲内酯 峰 6: 14-去氧穿心莲内酯 峰 7 (S₂): 脱水穿心莲内酯

色谱柱: BEH C18, 2.1mm×100mm, 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 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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m），以乙腈为流动相 A，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 35 $^{\circ}$ C；穿心莲内酯检测波长为 225nm，脱水穿心莲内酯检测波长为 254nm。理论塔板数按穿心莲内酯峰计算不低于 8000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	10	90
2~5	10 \rightarrow 20	90 \rightarrow 80
5~8	20	80
8~12	20 \rightarrow 29	80 \rightarrow 71
12~19	29 \rightarrow 45	71 \rightarrow 55
19~20	45 \rightarrow 10	55 \rightarrow 90

对照品溶液的制备 取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 0.1mg 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，置锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，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 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~4 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含穿心莲内酯（ $C_{20}H_{30}O_5$ ）和脱水穿心莲内酯（ $C_{20}H_{28}O_4$ ）的总量应为 8.0mg~32.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g。

【贮藏】 密封。

垂盆草配方颗粒

Chuipencao Peifangkeli

【来源】本品为景天科植物垂盆草 *Sedum sarmentosum* Bunge 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】取垂盆草饮片 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】本品为灰黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】取本品 1.5g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 2ml，作为供试品溶液。另取垂盆草对照药材 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，吸取上述两种溶液各 3 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（40：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%磷钼酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ 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%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 310nm。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 (%)
0~14	4→7	96→93
14~24	7	93
24~30	7→11	93→89
30~38	11→13	89→87
38~43	13	87

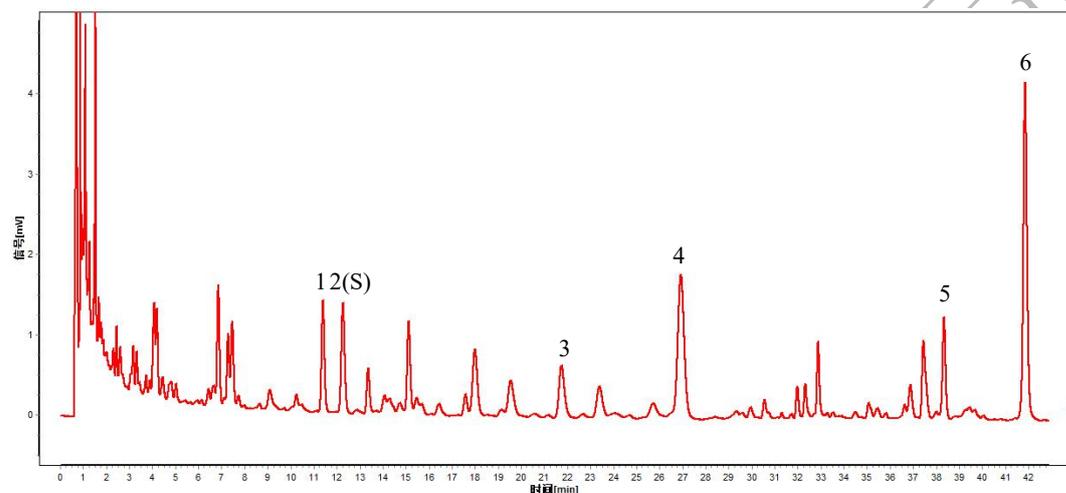
参照物溶液的制备 取垂盆草对照药材 1g，加水 30ml，煎煮 30 分钟，滤过，残渣加水 20ml，煎煮 20 分钟，滤过，合并滤液，减压浓缩至干，残渣加甲醇 25ml，加热回流 30 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取 4-香豆酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 2 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密

加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取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 2 应与 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：0.93（峰 1）、1.77（峰 3）、2.20（峰 4）、3.13（峰 5）、3.42（峰 6）。



对照特征图谱

峰 2 (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 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；以甲醇-0.4%磷酸溶液（45：55）为流动相；检测波长为 360nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取槲皮素对照品、山柰素对照品、异鼠李素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含槲皮素 50 μ g、山柰素 20 μ g、异鼠李素 20 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，精密加入甲醇-25%盐酸溶液（4：1）混合溶液 25ml，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用甲醇-25%盐酸溶液（4：1）混合溶液补足减失的重量，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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含槲皮素（ $C_{15}H_{10}O_7$ ）、山柰素（ $C_{15}H_{10}O_6$ ）和异鼠李素（ $C_{16}H_{12}O_7$ ）总量应为 2.3mg~10.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

醋莪术（广西莪术）配方颗粒

Cu'ezhu (Guangxi'ezhu) Peifangkeli

【来源】本品为姜科植物广西莪术*Curcuma kwangsiensis* S. G. Lee et C. F. Liang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】取醋莪术（广西莪术）饮片8000g，加水煎煮，滤过，加入辅料适量，浓缩成清膏（干浸膏出膏率为6.5%~11.0%），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，味苦。

【鉴别】取本品2g，研细，加无水乙醇25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。另取莪术（广西莪术）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-甲醇（17：3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【特征图谱】照高效液相色谱法（中国药典2020年版通则0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为150mm，内径为2.1mm，粒径为1.6 μ m）；以乙腈为流动相A，以0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml；柱温为35 $^{\circ}$ C；检测波长为230nm。理论板数按莪术烯醇峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~15	5→15	95→85
15~17	15→30	85→70
17~32	30→38	70→62
32~37	38→95	62→5
37~40	95	5

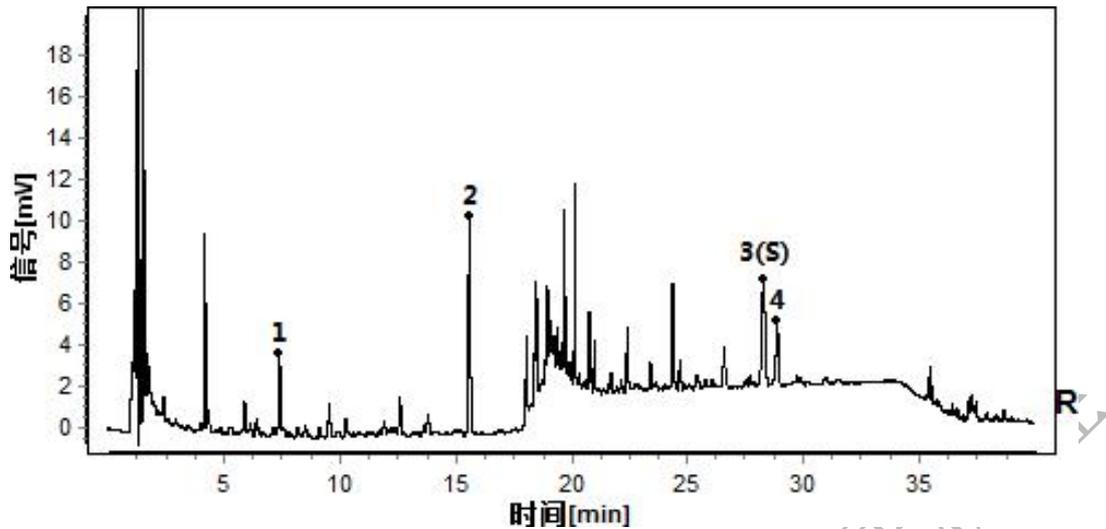
参照物溶液的制备取莪术（广西莪术）对照药材约1g，置具塞锥形瓶中，加70%甲醇25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

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2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现4个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的4个特征峰保留时间相对应，其中峰3应与莪术烯醇对照品参照物峰保留时间相对应；与莪术烯醇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：0.27（峰1）、0.57（峰2）、1.02（峰4）。



对照特征图谱

峰3(S)：莪术烯醇

色谱柱：Luna Omega C18，2.1mm×150mm，1.6μm

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

【浸出物】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150mm，内径为2.1mm，粒径为1.7μm）；以乙腈-0.1%磷酸溶液（44：56）为流动相；流速为每分钟0.3ml；柱温为35℃；检测波长为262nm。理论板数按莪术烯醇峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取莪术烯醇对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，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1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。本品每1g含莪术烯醇（C₁₅H₂₂O₂）应为1.5mg~7.0mg。

【注意】孕妇禁用。

【规格】每1g配方颗粒相当于饮片8g。

【贮藏】密封。

醋三棱配方颗粒

Cusanleng Peifangkeli

【来源】本品为黑三棱科植物黑三棱 *Sparganium stoloniferum* Buch.-Ham. 的干燥块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】取醋三棱饮片 9000g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 5.6%~9.0%),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】本品为棕黄色至黄棕色的颗粒;气微,味淡。

【鉴别】取本品 1g,研细,加水 20ml,微热使溶解,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。另取三棱对照药材 5g,加水 50ml,加热回流 30 分钟,滤过,滤液浓缩至约 20ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取供试品溶液 5 μ l、对照药材溶液 15 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(3:1.5:0.1)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。

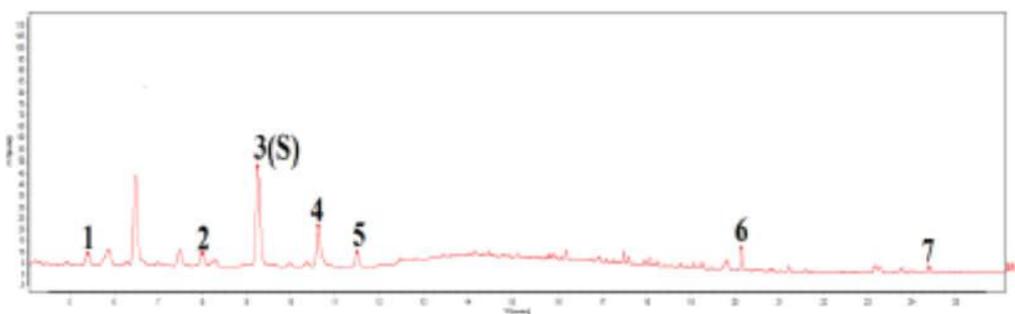
色谱条件与系统适用性试验 同(含量测定)项。

参照物溶液的制备 取三棱对照药材 1g,加水 20ml,加热回流 30 分钟,放冷,滤过,取续滤液,作为对照药材参照物溶液。另取对香豆酸对照品、香草酸对照品、香草醛对照品、阿魏酸对照品适量,精密称定,加 70%甲醇制成每 1ml 分别含对香豆酸 5 μ g、香草酸 10 μ g、香草醛 10 μ g、阿魏酸 10 μ g 的混合溶液,作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同(含量测定)项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 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 1~峰 3、峰 5 应分别与香草酸、香草醛、对香豆酸、阿魏酸对照品参照物峰的保留时间相对应。与对香豆酸参照物峰相对应的峰为 S 峰,计算峰 4、峰 6、峰 7 与 S 峰的相对保留时间,峰 4 的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 4);峰 6、峰 7 的相对保留时间应在规定值的 $\pm 20\%$ 范围之内,规定值为: 2.18(峰 6)、2.64(峰 7)。



对照特征图谱

峰 1: 香草酸 峰 2: 香草醛 峰 3 (S): 对香豆酸 峰 5: 阿魏酸

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

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

【浸出物】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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%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 35℃；检测波长为 300nm。理论板数按对香豆酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~2	7	93
2~10	7→13	93→87
10~17	13→33	87→67
17~25	33→40	67→60

对照品溶液的制备 取对香豆酸对照品适量，精密称定，加 70%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 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 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 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 2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含对香豆酸（C₉H₈O₃）应为 0.10mg~0.70mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 9g。

【贮藏】密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

淡附片配方颗粒

Danfupian Peifangkeli

【来源】本品为毛茛科植物乌头 *Aconitum carmichaelii* Debx. 的子根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】取淡附片饮片 8300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.1%~12.0%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为浅黄白色至浅棕黄色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】取本品 4g，研细，加氨试液 7ml 使润湿，加乙醚 30ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加二氯甲烷 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取苯甲酰新乌头原碱对照品、苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品，加异丙醇-二氯甲烷（1：1）混合溶液制成每 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，吸取供试品溶液 10 μ l，对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（6.4：5.6：1）为展开剂，置氨蒸气饱和 20 分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【特征图谱】照高效液相色谱法-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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以 0.1%甲酸溶液为流动相 A，以乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；采用质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式检测，信噪比（S/N）按照苯甲酰新乌头原碱计算应不低于 3。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于 3000。

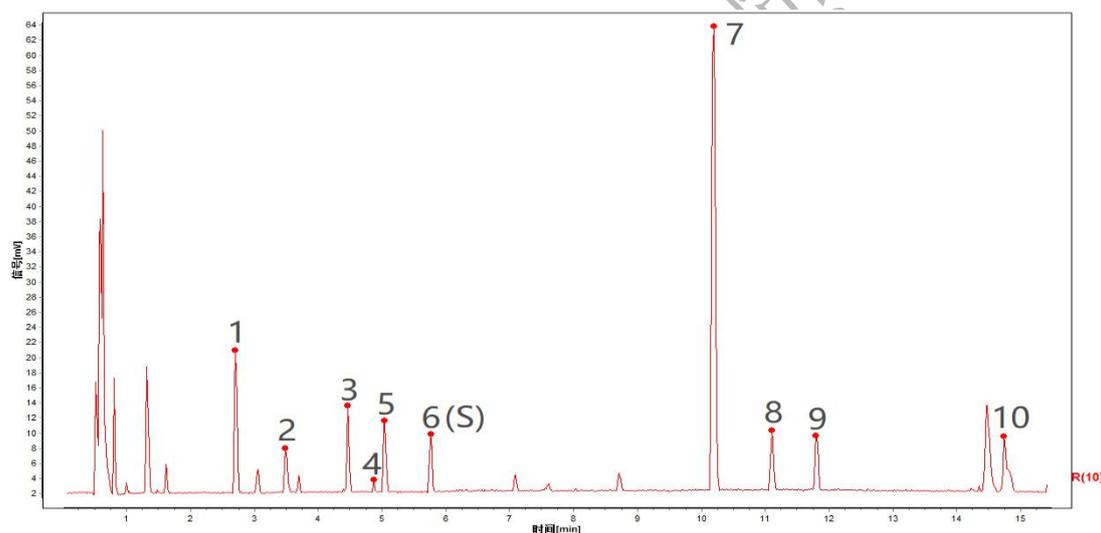
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~11	95→75	5→25
11~15	75→50	25→50
15~16	50→5	50→95
16~17	5	95

参照物溶液的制备 取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱对照品参照物溶液；另取大豆苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含30 μ g的溶液，作为大豆苷对照品参照物溶液。

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50%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz，水温在25 $^{\circ}$ C以下）30分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，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10个特征峰，其质荷比应与对照特征图谱相应峰的质荷比相对应，其中峰6~峰9应分别与大豆苷、苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱对照品参照物峰的保留时间相对应。与大豆苷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 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.86（峰5）。



对照特征图谱

- 峰1：新乌头原碱 峰2：宋果灵 峰3：附子灵 峰4：尼奥林
 峰5：右旋异紫堇定 峰6(S)：大豆苷 峰7：苯甲酰新乌头原碱
 峰8：苯甲酰乌头原碱 峰9：苯甲酰次乌头原碱 峰10：甘草酸

色谱柱：BEH C18，2.1mm \times 100mm，1.7 μ m

【检查】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 同〔含量测定〕项。各化合物监测离子对参考值见下表。

化合物	监测离子对	母离子	子离子
新乌头碱	定量	632.4	572.4

次乌头碱	定性	632.4	540.2
	定量	616.3	556.3
乌头碱	定性	616.3	338.2
	定量	646.3	586.3
	定性	646.3	368.2

对照品溶液的制备 取乌头双酯型生物碱对照提取物（已标示新乌头碱、次乌头碱和乌头碱的含量）适量，精密称定，加异丙醇-二氯甲烷（1：1）混合溶液制成每 1ml 含新乌头碱、次乌头碱和乌头碱各 5 μ g 的对照品贮备液。精密量取对照品贮备液适量，加 50% 甲醇制成每 1ml 各含 50ng 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 同（含量测定）项。

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

本品每 1g 含双酯型生物碱以新乌头碱（ $C_{33}H_{45}NO_{11}$ ）、次乌头碱（ $C_{33}H_{45}NO_{10}$ ）和乌头碱（ $C_{34}H_{47}NO_{11}$ ）的总量计，不得过 0.20mg。

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

【含量测定】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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.1% 甲酸溶液为流动相 B，按表 1 中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于 3000。采用三重四极杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式，多反应监测（MRM），各化合物监测离子对参考值见表 2。

表 1 流动相梯度

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	5→30	95→70
1~2	30→33	70→67
2~3	33→45	67→55
3~10	45→48	55→52
10~10.1	48→90	52→10

10.1~11	90	10
11~11.5	90→5	10→95
11.5~14	5	95

表 2 各化合物监测离子对参考值

化合物	监测离子对	母离子	子离子
苯甲酰新乌头原碱	定量	590.3	540.3
	定性	590.3	105.0
苯甲酰乌头原碱	定量	604.3	554.3
	定性	604.3	105.0
苯甲酰次乌头原碱	定量	574.3	542.3
	定性	574.3	105.0

对照品溶液的制备 取苯甲酰新乌头原碱对照品、苯甲酰乌头原碱对照品及苯甲酰次乌头原碱对照品适量，精密称定，加异丙醇-二氯甲烷（1：1）混合溶液制成每 1ml 各含 10 μ g 的对照品贮备液。精密量取对照品贮备液适量，加 50%甲醇制成每 1ml 各含 100ng 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz，水温在 25 $^{\circ}$ C 以下）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。精密量取续滤液 1ml，置 10ml 量瓶中，加 50%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 2 μ l，注入液相色谱-质谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含苯甲酰新乌头原碱（ $C_{31}H_{43}NO_{10}$ ）、苯甲酰乌头原碱（ $C_{32}H_{45}NO_{10}$ ）和苯甲酰次乌头原碱（ $C_{31}H_{41}NO_9$ ）的总量应为 0.25mg~2.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8.3g。

【贮藏】 密封。

当归尾配方颗粒

Dangguiwei Peifangkeli

【来源】本品为伞形科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 的干燥支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 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，分装，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 1g，加水 20ml 使溶解，用乙醚振摇提取 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，煮沸 30 分钟，放冷，滤过，滤液浓缩至 20ml，自“用乙醚振摇提取 2 次”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 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 1g，研细，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，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，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。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表梯度洗脱；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 30 $^{\circ}$ 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

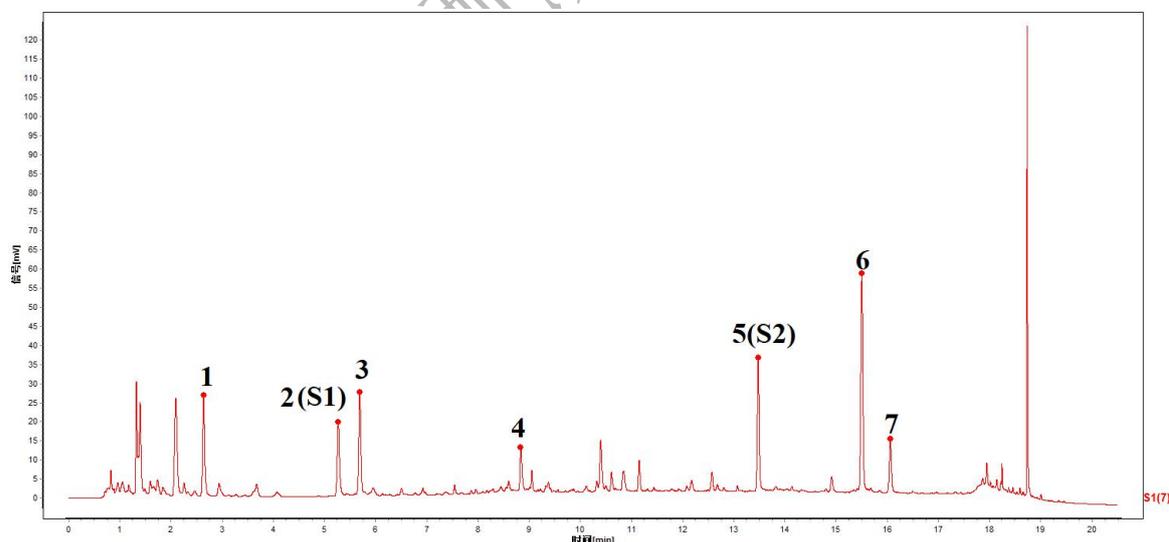
3~5	0→4	100→96
5~16	4→30	96→70
16~17	30→100	70→0
17~20	100	0

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，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取腺苷、色氨酸、阿魏酸对照品，加 70%甲醇制成每 1ml 含腺苷、色氨酸各 20 μ g、阿魏酸 12 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 0.2g，同对照药材参照物溶液制备，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 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰相对应，其中峰 2、峰 4、峰 5 应分别与腺苷、色氨酸、阿魏酸对照品参照物峰保留时间相对应。与腺苷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%之内，规定值为：0.51（峰 1）、1.08（峰 3）；与阿魏酸参照物峰相对应的峰为 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 \pm 10%之内，规定值为：1.15（峰 6）、1.19（峰 7）。



对照特征图谱

峰 2 (S₁): 腺苷 峰 4: 色氨酸 峰 5 (S₂): 阿魏酸

色谱柱: CORTECS T3, 2.1mm \times 100mm, 1.6 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 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；以乙腈-0.085%磷酸溶液（17：83）为流动相；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，加 70%甲醇制成每 1ml 含 9μg 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，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。

地耳草配方颗粒

Diercao Peifangkeli

【来源】本品为藤黄科植物地耳草 *Hypericum japonicum* Thunb. ex Murray 带花、果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】取地耳草饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8.8%~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】本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气香，味苦。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，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。另取地耳草对照药材 0.5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 20ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸（10：1.8：1.8）下层溶液为展开剂，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。

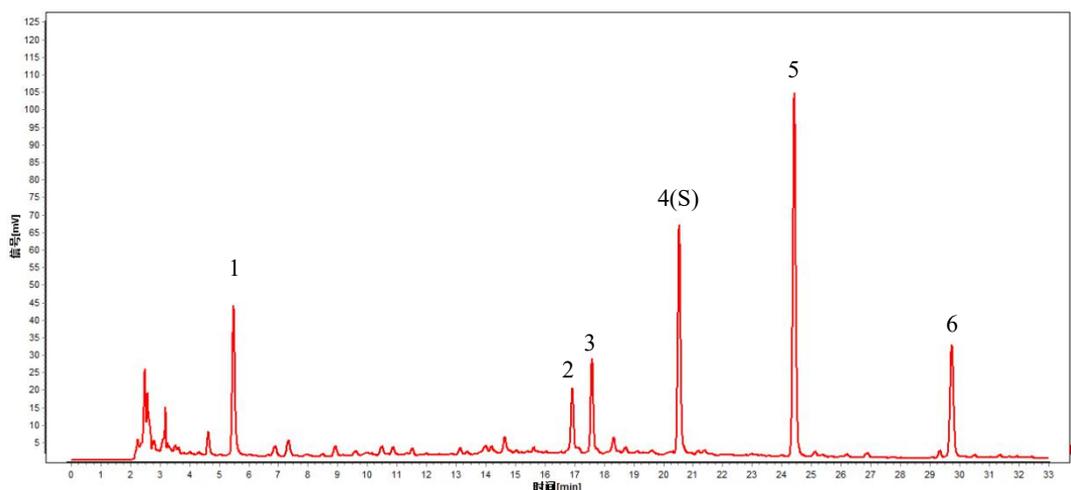
色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取地耳草对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 75%甲醇 50ml 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 4 应与槲皮苷对照品参照物峰保留时间相对应。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：0.27（峰 1）、0.82（峰 2）、0.86（峰 3）、1.19（峰 5）、1.45（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1: 原儿茶酸 峰 3: 异槲皮苷 峰 4 (S): 槲皮苷 峰 5: 槲皮素 峰 6: 槲皮素

【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 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；以乙腈为流动相 A，以 0.1%冰醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 254nm。理论板数按槲皮苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	12	88
3~12	12→20	88→80
12~24	20→28	80→72
24~30	28→40	72→60
30~31	40→95	60→5
31~33	95	5

对照品溶液的制备 取槲皮苷对照品适量，精密称定，加 75% 甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75% 甲醇 100ml，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 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5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含槲皮苷（ $C_{21}H_{20}O_{11}$ ）应为 5.0mg~22.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

地锦草（地锦）配方颗粒

Dijincao (Dijin) Peifangkeli

【来源】本品为大戟科植物地锦 *Euphorbia humifusa* Willd. 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】取地锦草（地锦）饮片 3600g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14.1%~27.8%），加入辅料适量，干燥（或干燥、粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为浅棕褐至棕褐色的颗粒；气微，味苦、微涩。

【鉴别】取本品 1g，研细，加 80% 甲醇 50ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水-乙醚（1：1）混合溶液 60ml 使溶解，静置分层，弃去乙醚液，水液用乙醚振荡提取 2 次，每次 20ml，弃去乙醚液，水液再加盐酸 5ml，置水浴中加热回流 1 小时，取出，迅速冷却，用乙醚振荡提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，用水 30ml 洗涤，弃去水液，乙醚液挥干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取鞣皮素对照品，加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5：4.5：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 3% 三氯化铝乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热数分钟，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。

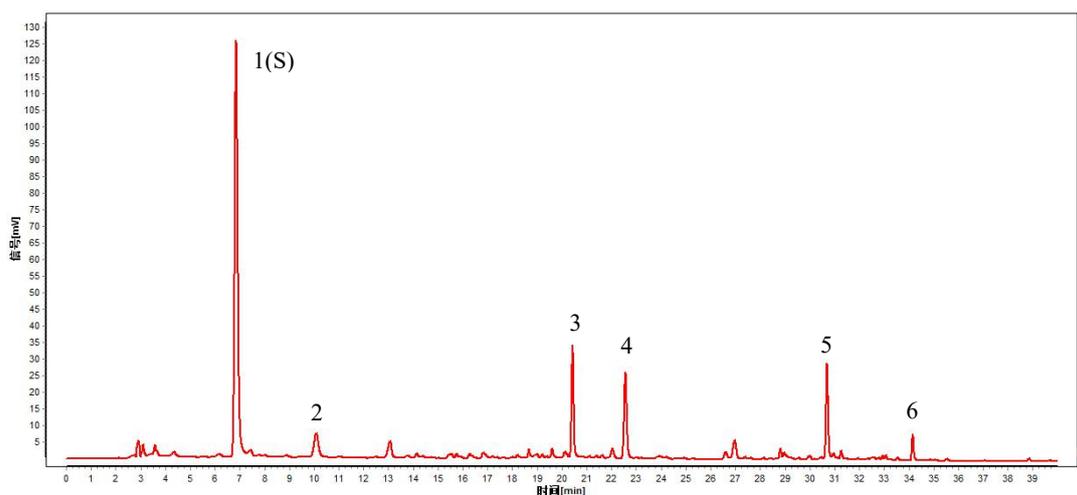
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取地锦草（地锦）对照药材 0.8g，加水 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液浓缩至近干，残渣加 70% 甲醇 50ml 使溶解，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 与没食子酸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：1.47（峰 2）、2.98（峰 3）、3.29（峰 4）、4.46（峰 5）、4.96（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1 (S)：没食子酸 峰 5：鞣花酸

【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 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；以乙腈为流动相 A，以 0.5%冰醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 272nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	4	96
6~15	4→14	96→86
15~20	14	86
20~25	14→20	86→80
25~35	20→36	80→64
35~40	36→50	64→50

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量，精密称定，加 70% 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 70% 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 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 1ml，置 10ml 量瓶

中，加70%甲醇至刻度，摇匀，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含没食子酸（C₇H₆O₅）应为25.0mg~115.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片3.6g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

丁香配方颗粒

Dingxiang Peifangkeli

【来源】本品为桃金娘科植物丁香 *Eugenia caryophyllata* Thunb. 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】取丁香饮片 2200g，加水煎煮，同时提取挥发油适量（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 22.7%~32.7%），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】本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气香，味辛辣、有麻舌感。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加乙醚 5ml，振摇数分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取丁香酚对照品，加乙醚制成每 1ml 含 3 μ l 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 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯（9:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；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 280nm。理论板数按鞣花酸峰计算应不低于 5000。

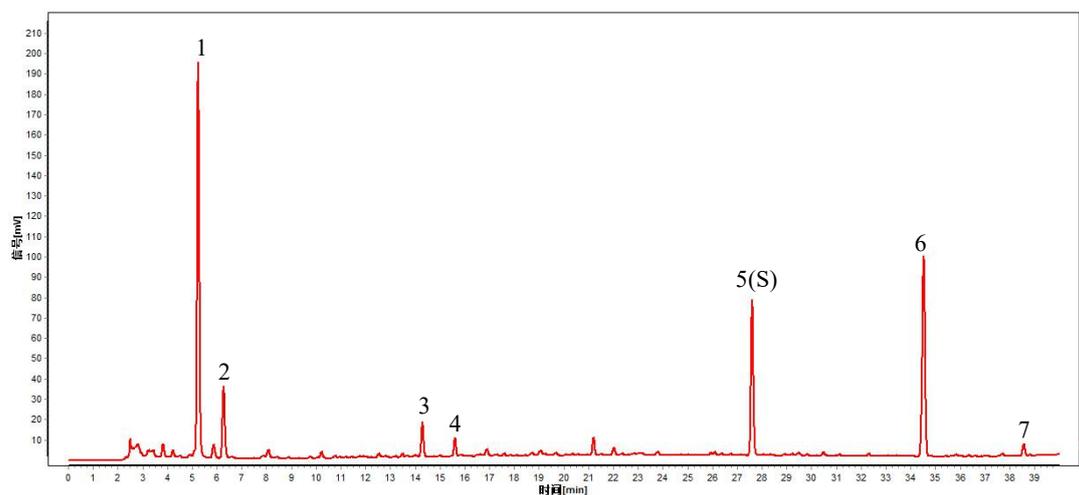
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	15	85
3~35	15→70	85→30
35~40	70→95	30→5

参照物溶液的制备 取丁香对照药材 0.3g，加水 100ml，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。另取鞣花酸对照品、丁香酚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 100 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 30% 甲醇 50ml，密塞，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 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7个特征峰, 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、6应分别与鞣花酸、丁香酚对照品参照物峰的保留时间相对应。与鞣花酸参照物峰相对应的峰为S峰, 计算峰1~峰4、峰7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: 0.19 (峰1)、0.23 (峰2)、0.52 (峰3)、0.57 (峰4)、1.40 (峰7)。



对照特征图谱

峰5(S): 鞣花酸 峰6: 丁香酚

【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-水(65:35)为流动相; 检测波长为280nm。理论板数按丁香酚峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取丁香酚对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1ml含100μg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100ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率565W, 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5μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每1g含丁香酚(C₁₀H₁₂O₂)应为30.0mg~150.0mg。

【规格】每1g配方颗粒相当于饮片2.2g。

【贮藏】密封。

冬葵果配方颗粒

Dongkuiguo Peifangkeli

【来源】本品为锦葵科植物冬葵 *Malva verticillata* 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】取冬葵果饮片 5500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.5%~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】本品为浅黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微涩。

【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，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取冬葵果对照药材 5g，加水 100ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 30ml，自“超声处理 30 分钟”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（17:5:6:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 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。

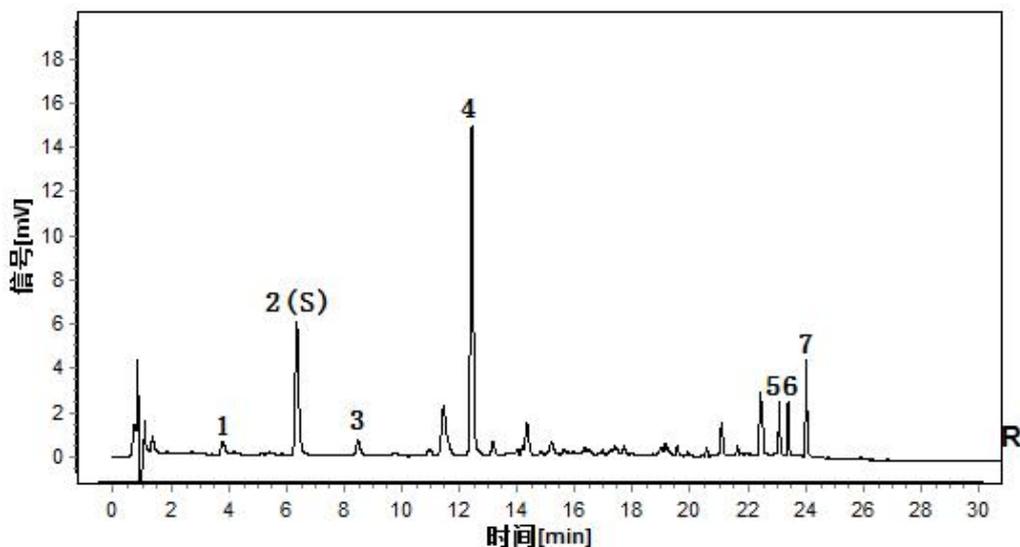
色谱条件与系统适用性试验 同咖啡酸〔含量测定〕项。

参照物溶液的制备 取冬葵果对照药材 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加 70%甲醇 25ml，称定重量，加热回流 3 小时，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，作为对照药材参照物溶液。另取咖啡酸〔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 同咖啡酸〔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 应与咖啡酸对照品参照物峰保留时间相对应。与咖啡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，其相对保留时间应该在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.64（峰 1）、1.34（峰 3）、1.90（峰 4）。



对照特征图谱

峰 2 (S): 咖啡酸

色谱柱: SB C18, 100mm×2.1mm, 1.8 μ m

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

【浸出物】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】咖啡酸 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 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 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 330nm。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（%）
0~8	8→10	92→90
8~18	10→25	90→75
18~25	25→60	75→40
25~30	60	40

对照品溶液的制备 取咖啡酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 4 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 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 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 含咖啡酸（ $C_9H_8O_4$ ）应为 0.30mg~0.70mg。

总酚酸 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 取咖啡酸对照品适量，精密称定，加无水甲醇制成每 1ml 含 30 μ g 的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.25ml、0.5ml、1.0ml、1.5ml、2.0ml、3.0ml、4.0ml，分别置 25ml 量瓶中，加无水乙醇补至 5ml，加 0.3%十二烷基硫酸钠 2.0ml 及 0.6%三氯化铁-0.9%铁氰化钾（1：0.9）混合溶液 1.0ml，混匀，在暗处放置 5 分钟，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，在暗处放置 20 分钟，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 700nm 波长测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，加 70%乙醇 50ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，滤过，用少量 70%乙醇分次洗涤容器和残渣，合并洗液和滤液，蒸干，残渣加无水甲醇溶解并转移至 25ml 量瓶中，加无水甲醇稀释至刻度，摇匀（避光备用）。精密量取 0.2ml，置 25ml 量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加无水乙醇补至 5.0ml”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中含咖啡酸的重量，计算，即得。

本品每 1g 含总酚酸以咖啡酸（ $C_9H_8O_4$ ）计，应为 10.0mg~38.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.5g。

【贮藏】 密封。

独一味配方颗粒

Duyiwei Peifangkeli

【来源】本品为唇形科植物独一味 *Lamiophlomis rotata* (Benth.) Kudo 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颗粒。

【制法】取独一味饮片 3000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 18.0%~33.0%), 干燥(或干燥, 粉碎), 加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000g, 即得。

【性状】本品为棕黄色至棕色的颗粒; 气微, 味微涩、苦。

【鉴别】取本品 1.0g, 加乙醇 10ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 取滤液作为供试品溶液。另取独一味对照药材 1g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 10ml, 自“超声处理 30 分钟起”, 同法制成对照药材溶液。再取山梔苷甲酯、8-O-乙酰山梔苷甲酯对照品, 加乙醇制成每 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药材溶液各 10 μ l、对照品溶液 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇(4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以磷钼酸试液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为 250mm, 内径为 4.6mm, 粒径为 5 μ m), 以乙腈为流动相 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 235nm。理论板数按 8-O-乙酰山梔苷甲酯峰计算应不低于 3000。

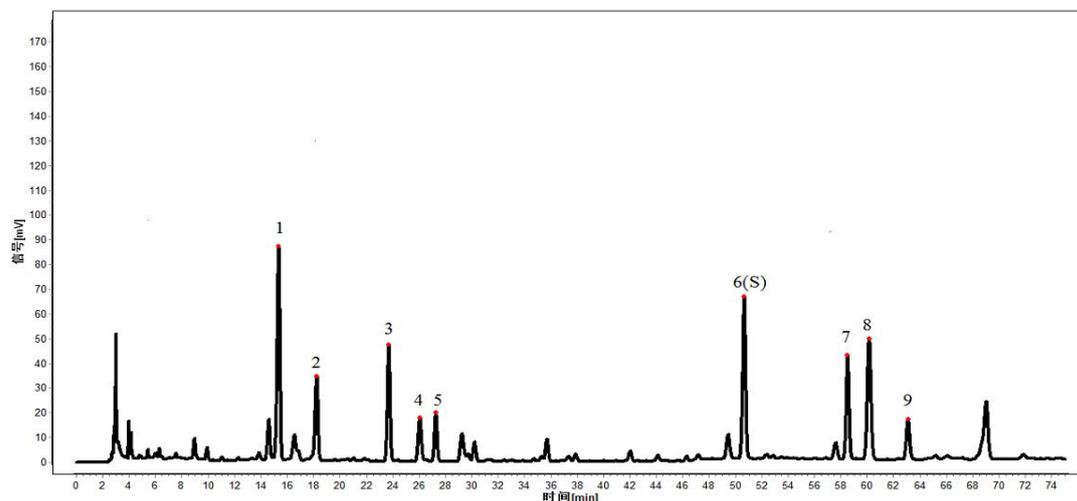
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~19	5 \rightarrow 9	95 \rightarrow 91
19~46	9 \rightarrow 15	91 \rightarrow 85
46~75	15 \rightarrow 20	85 \rightarrow 80

参照物溶液的制备 取独一味对照药材约 0.4g, 置具塞锥形瓶中, 加 70%甲醇 25ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取 8-O-乙酰山梔苷甲酯, 精密称定, 加 70%甲醇制成每 1ml 含 30 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 9 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应, 其中峰 6 应与 8-O-乙酰山栀苷甲酯对照品参照物峰保留时间相对应。与 8-O-乙酰山栀苷甲酯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 $\pm 8\%$ 范围之内, 规定值为: 0.30 (峰 1)、0.36 (峰 2)、0.47 (峰 3)、0.51 (峰 4)、0.54 (峰 5)、1.16 (峰 7)、1.19 (峰 8)、1.24 (峰 9)。



对照特征图谱

峰 3: 山栀苷甲酯 峰 4: 绿原酸 峰 6 (S): 8-O-乙酰山栀苷甲酯;

峰 7: 连翘酯苷 B 峰 8: 木犀草苷 峰 9: 毛蕊花糖苷

色谱柱: HC-C18, 250mm \times 4.6mm, 5 μ m

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

【浸出物】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 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 250mm, 内径为 4.6mm, 粒度为 5 μ m); 以乙腈为流动相 A,; 以水为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.8ml; 检测波长为 235nm。理论板数按山栀苷甲酯峰计算应不低于 3000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~11	9	91
11~35	9 \rightarrow 18	91 \rightarrow 82
35~45	18	82

对照品溶液的制备 取山栀苷甲酯对照品、8-O-乙酰山栀苷甲酯对照品适量, 精密称定,

加 70% 甲醇制成每 1ml 各含 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 0.1g，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，密塞，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含山梔苷甲酯（ $C_{17}H_{26}O_{11}$ ）和 8-O-乙酰山梔苷甲酯（ $C_{19}H_{28}O_{12}$ ）的总量应为 18.0 mg~37.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

鹅不食草配方颗粒

Ebushicao Peifangkeli

【来源】本品为菊科植物鹅不食草 *Centipeda minima* (L.) A.Br. et Aschers.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】取鹅不食草饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10.8%~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】本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气香，味苦。

【鉴别】取本品 5g，研细，加二氯甲烷 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。另取鹅不食草对照药材 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，吸取供试品溶液 20 μ l、对照药材溶液 4 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-二氯甲烷（3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 110 $^{\circ}$ C 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；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 327nm。理论板数按绿原酸峰计算不低于 5000。

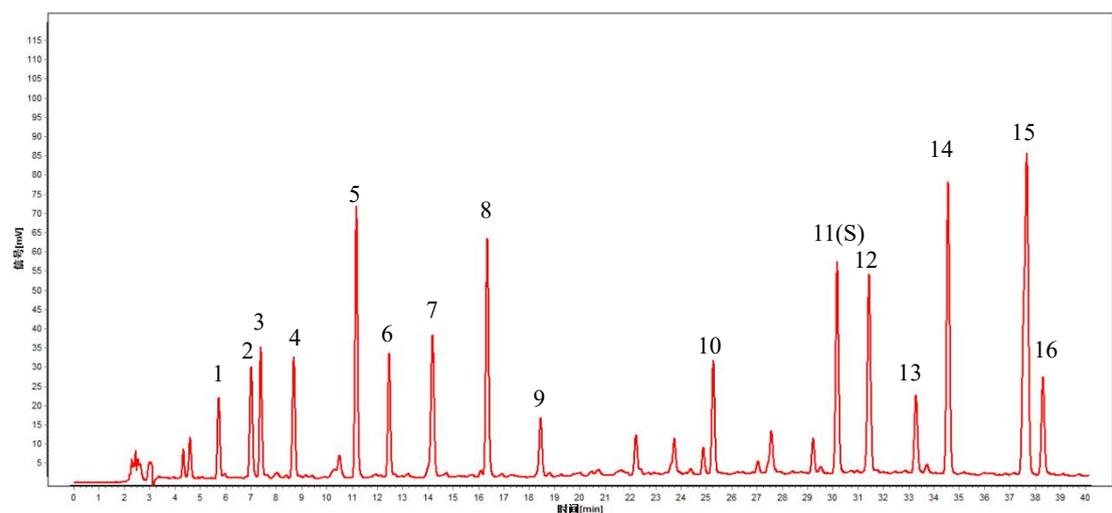
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~40	9→27	91→73

参照物溶液的制备 取鹅不食草对照药材 1g，加水 25 ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液浓缩至近干，残渣加 50% 甲醇 20ml 使溶解，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、异绿原酸 B 对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 各含 10 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 50ml，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 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16个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的16个特征峰保留时间相对应, 其中峰5、峰11应分别与绿原酸、异绿原酸B对照品参照物峰保留时间相对应。与异绿原酸B参照物峰相对应的峰为S峰, 计算峰1~峰4、峰6~峰10、峰12~峰16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: 0.19 (峰1)、0.23 (峰2)、0.25 (峰3)、0.29 (峰4)、0.41 (峰6)、0.47 (峰7)、0.54 (峰8)、0.61 (峰9)、0.84 (峰10)、1.04 (峰12)、1.10 (峰13)、1.15 (峰14)、1.25 (峰15)、1.27 (峰16)。



对照特征图谱

峰 2: 原儿茶酸 峰 3: 新绿原酸 峰 5: 绿原酸 峰 6: 隐绿原酸
峰 11 (S): 异绿原酸 B 峰 12: 异绿原酸 A 峰 14: 异绿原酸 C

【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 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 18.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-水 (45:55) 为流动相; 检测波长为 225nm。理论板数按短叶老鹳草素 A 峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取短叶老鹳草素A对照品适量, 精密称定, 加70%甲醇制成每1ml含20 μ g的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约0.3g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入70%甲醇50ml, 密塞, 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5~10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即

得。

本品每 1g 含短叶老鹳草素 A ($C_{20}H_{26}O_5$) 应为 3.1mg~12.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

浮萍配方颗粒

Fuping Peifangkeli

【来源】本品为浮萍科植物紫萍 *Spirodela polyrrhiza* (L.) Schleid.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】取浮萍饮片 10000g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 5.5%~10.0%),加入辅料适量,干燥(或干燥、粉碎),再加入辅料适量,混匀,制粒,制成 1000g,即得。

【性状】本品为深棕色至棕褐色的颗粒;气微,味咸、微苦。

【鉴别】取本品 1g,研细,加甲醇 10ml,超声处理 30 分钟,放置,取上清液作为供试品溶液。另取浮萍对照药材 1g,加水 50ml,煎煮 30 分钟,滤过,滤液浓缩至干,残渣自“加甲醇 10ml”起,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(6:3:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1%三氯化铝无水乙醇溶液,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。

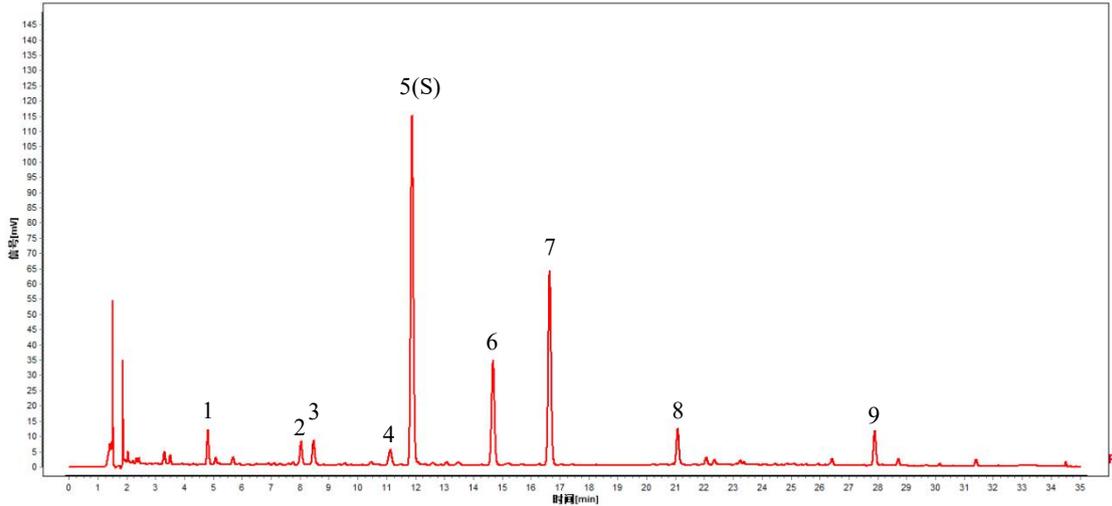
色谱条件与系统适用性试验 检测波长为 310nm;其余同(含量测定)项。

参照物溶液的制备 取浮萍对照药材 0.6g,加水 20ml,加热回流 30 分钟,放冷,离心,取上清液,减压浓缩至近干,残渣加 75%甲醇 10ml 使溶解,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 5 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

供试品色谱中应呈现 9 个特征峰,并应与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应,其中峰 5 应与苈草苷对照品参照物峰保留时间相对应。与苈草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: 0.41(峰 1)、0.68(峰 2)、0.71(峰 3)、0.94(峰 4)、1.24(峰 6)、1.40(峰 7)、1.77(峰 8)、2.35(峰 9)。



对照特征图谱

峰 5 (S)：荭草苷 峰 6：牡荆素 峰 7：木犀草苷 峰 8：大波斯菊苷 峰 9：木犀草素

【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 25.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 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 347nm。理论板数按荭草苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~16	11→18	89→82
16~25	18→27	82→73
25~30	27→35	73→65
30~35	35→90	65→10

对照品溶液的制备 取荭草苷对照品适量，精密称定，加 75% 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 75% 甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 565W，频率 37kHz）15 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 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含荭草苷（C₂₁H₂₀O₁₁）应为 15.0mg~50.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g。

【贮藏】密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

附片（黑顺片）配方颗粒

Fupian (Heishunpian) Peifangkeli

【来源】本品为毛茛科植物乌头 *Aconitum carmichaelii* Debx. 的子根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】取附片（黑顺片）饮片 10000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 4.8%~7.7%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为浅黄白色至棕黄色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】取本品 4g，研细，加氨试液 7ml 使润湿，加乙醚 30ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加二氯甲烷 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取苯甲酰新乌头原碱对照品、苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品，加异丙醇-二氯甲烷（1：1）混合溶液制成每 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，吸取供试品溶液 10 μ l，对照品溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（6.4：5.6：1）为展开剂，置氨蒸气饱和 20 分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【特征图谱】照高效液相色谱法-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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以 0.1%甲酸溶液为流动相 A，以乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；采用质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式检测，信噪比（S/N）按照苯甲酰新乌头原碱计算应不低于 3。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于 3000。

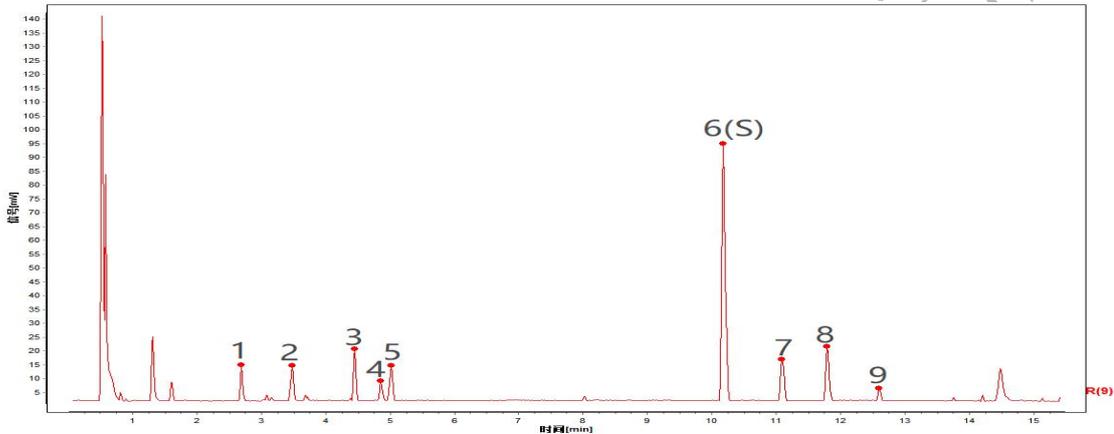
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~11	95→75	5→25
11~15	75→50	25→50
15~16	50→5	50→95
16~17	5	95

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，取约 0.1g，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，水温在 25℃ 以下）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，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 9 个特征峰，其质荷比应与对照特征图谱相应峰的质荷比相对应，其中峰 6~峰 8 应分别与苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱对照品参照物峰的保留时间相对应。与苯甲酰新乌头原碱参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 9 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：1.24（峰 9）。



对照特征图谱

峰 1：新乌头原碱 峰 2：宋果灵 峰 3：附子灵 峰 4：尼奥林；

峰 5：右旋异紫堇定 峰 6（S）：苯甲酰新乌头原碱 峰 7：苯甲酰乌头原碱；

峰 8：苯甲酰次乌头原碱 峰 9：苯甲酰去氧乌头碱

色谱柱：BEH C18，2.1mm \times 100mm，1.7 μ m

【检查】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 同〔含量测定〕项。各化合物监测离子对参考值见下表。

化合物	监测离子对	母离子	子离子
新乌头碱	定量	632.4	572.4
	定性	632.4	540.2
次乌头碱	定量	616.3	556.3
	定性	616.3	338.2
乌头碱	定量	646.3	586.3

对照品溶液的制备 取乌头双酯型生物碱对照提取物（已标示新乌头碱、次乌头碱和乌头碱的含量）适量，精密称定，加异丙醇-三氯甲烷（1：1）混合溶液制成每 1ml 含新乌头碱、次乌头碱和乌头碱各 5 μ g 的对照品贮备液。精密量取对照品贮备液适量，加 50%甲醇制成每 1ml 各含 50ng 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 同（含量测定）项。

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

本品每 1g 含双酯型生物碱以新乌头碱（ $C_{33}H_{45}NO_{11}$ ）、次乌头碱（ $C_{33}H_{45}NO_{10}$ ）和乌头碱（ $C_{34}H_{47}NO_{11}$ ）的总量计，不得过 0.30mg。

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 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%。

【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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按表 1 中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于 3000。采用三重四极杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式，多反应监测（MRM），各化合物监测离子对参考值见表 2。

表 1 流动相梯度

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	5→30	95→70
1~2	30→33	70→67
2~3	33→45	67→55
3~10	45→48	55→52
10~10.1	48→90	52→10
10.1~11	90	10
11~11.5	90→5	10→95

表 2 各化合物监测离子对参考值

化合物	监测离子对	母离子	子离子
苯甲酰新乌头原碱	定量	590.3	540.3
	定性	590.3	105.0
苯甲酰乌头原碱	定量	604.3	554.3
	定性	604.3	105.0
苯甲酰次乌头原碱	定量	574.3	542.3
	定性	574.3	105.0

对照品溶液的制备 取苯甲酰新乌头原碱对照品、苯甲酰乌头原碱对照品及苯甲酰次乌头原碱对照品适量，精密称定，加异丙醇-二氯甲烷（1：1）混合溶液制成每 1ml 各含 10 μ g 的对照品贮备液。精密量取对照品贮备液适量，加 50%甲醇制成每 1ml 各含 100ng 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz，水温在 25 $^{\circ}$ C 以下）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。精密量取续滤液 1ml，置 10ml 量瓶中，加 50%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 2 μ l，注入液相色谱-质谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含苯甲酰新乌头原碱（C₃₁H₄₃NO₁₀）、苯甲酰乌头原碱（C₃₂H₄₅NO₁₀）和苯甲酰次乌头原碱（C₃₁H₄₁NO₉）的总量应为 0.5mg~5.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g。

【贮藏】 密封。

杠板归配方颗粒

Gangbangui Peifangkeli

【来源】本品为蓼科植物杠板归 *Polygonum perfoliatum* 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】取杠板归饮片 4500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11.3%~22.2%），加入辅料适量，干燥（或干燥、粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为褐色至深褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】取本品 1g，研细，加石油醚（60~90℃）50ml，超声处理 30 分钟，滤过，弃去石油醚液，药渣挥干溶剂，加热水 25ml，置 80℃ 水浴上热浸 30 分钟，不时振摇，取出，趁热滤过，滤液加稀盐酸 1 滴，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。另取咖啡酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 3 μ l、对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5:3:1）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% 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 346nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于 6000。

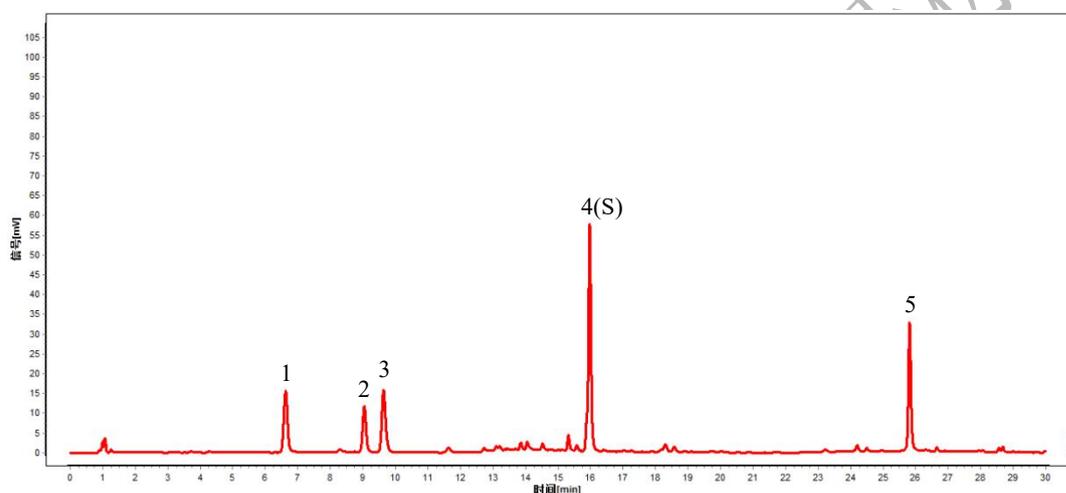
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	5→10	95→90
10~12	10→17	90→83
12~20	17→18	83→82
20~30	18→40	82→60

参照物溶液的制备 取杠板归对照药材 1g，加入 80% 甲醇 50ml，置 90℃ 水浴中加热回流 1 小时，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取咖啡酸对照品、槲皮素-3-O- β -D-葡萄糖醛酸苷对照品和槲皮素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含咖啡酸 7 μ g、槲皮素-3-O- β -D-葡萄糖醛酸苷 25 μ g 和槲皮素 12 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 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 80%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 200W，频率 59kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 80%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取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 2、峰 4、峰 5 应分别与咖啡酸、槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖醛酸苷、槲皮素对照品参照物峰保留时间相对应。与槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖醛酸苷相对应的峰为 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：0.40（峰 1）、0.59（峰 3）。



对照特征图谱

峰 2：咖啡酸 峰 4：槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖醛酸苷 峰 5：槲皮素

【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 18.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.4%磷酸溶液（50：50）为流动相；检测波长为 360nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 取槲皮素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 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，精密加入甲醇-盐酸（4：1）混合溶液 50ml，密塞，称定重量，置 90 $^{\circ}$ C 水浴中加热回流 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 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含槲皮素 (C₁₅H₁₀O₇) 应为 5.1mg~20.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.5g。

【贮藏】 密封。

上海市中药配方颗粒质量标准

枸骨叶配方颗粒

Gouguye Peifangkeli

【来源】 本品为冬青科植物枸骨 *Ilex cornuta* Lindl. ex Paxt. 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】 取枸骨叶饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 8.9%~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】 本品为黄棕色至深棕色的颗粒，气微，味苦。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加 70%乙醇 40ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 40ml 使溶解，用三氯甲烷 40ml 振摇提取，弃去三氯甲烷液，水层加浓氨试液 2ml，摇匀，再用水饱和的正丁醇 40ml 振摇提取，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取枸骨叶对照药材 2g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加 70%乙醇 40ml”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 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-水（1:3:1:0.3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ 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。

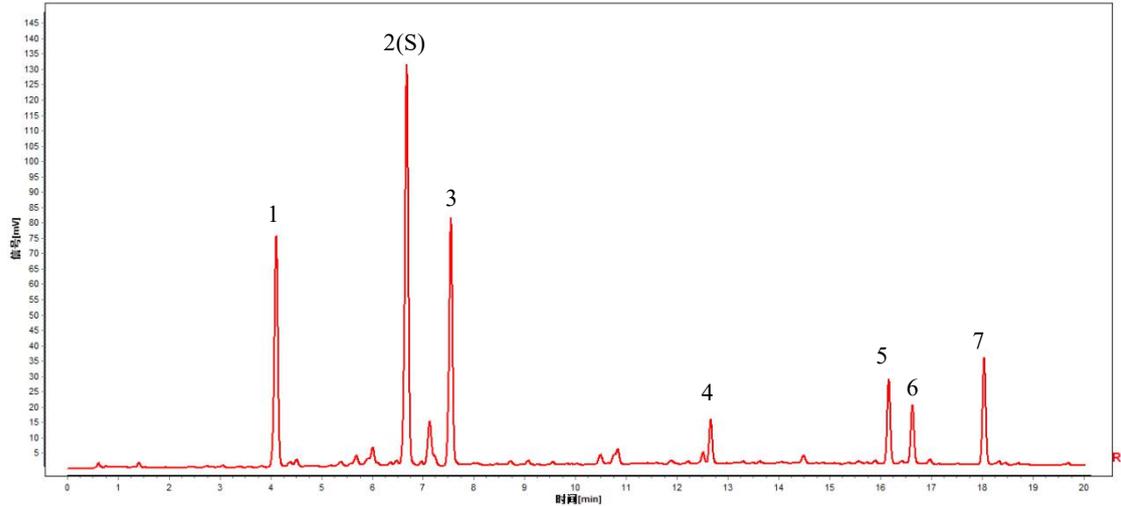
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

参照物溶液的制备 取枸骨叶对照药材 1.5g，加水 25ml，加热回流 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 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 应与绿原酸对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.62（峰 1）、1.13（峰 3）、1.90（峰 4）、2.42（峰 5）、2.49（峰 6）、2.70（峰 7）。



对照特征图谱

峰 1: 新绿原酸 峰 2 (S): 绿原酸 峰 3: 隐绿原酸

峰 5: 异绿原酸 B 峰 6: 异绿原酸 A 峰 7: 异绿原酸 C

【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 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 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；以乙腈为流动相 A，以 0.2%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 326nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 6000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	5	95
1~21	5→25	95→75

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 150 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，精密加入水 25ml，密塞，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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）应为 8.0mg~40.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g。

【贮藏】密封。

上海市中药配方颗粒质量标准