

煅石决明（皱纹盘鲍）配方颗粒

Duanshijueming (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】 取煅石决明（皱纹盘鲍）饮片 15000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（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 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 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（ CaCO_3 ）。

每 1g 含碳酸钙（ CaCO_3 ）应为 130~390mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 15g

【贮藏】 密封。

石斛（流苏石斛及其同属植物近似种）配方颗粒

Shihu（Liusushihujiqitongshuzhiwujinsizhong） Peifangkeli

【来源】 本品为兰科植物流苏石斛 *Dendrobium fimbriatum* Hook. 的栽培品及其同属植物近似种的干燥茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取石斛（流苏石斛及其同属植物近似种）饮片 7500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（出膏率为 6.7~12.4%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 25ml，超声处理 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取石斛酚对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 通则 0502）试验，吸取供试品溶液 5~10 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯（3：2）为展开剂，展开，展距约为 8cm，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 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 B，以 0.1%磷酸溶液为流动相 A；按下表梯度洗脱；检测波长为 210nm。理论板数按石斛酚峰计应不低于 6000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	88	12
2	88	12
7	84	16
20	68	32
40	68	32

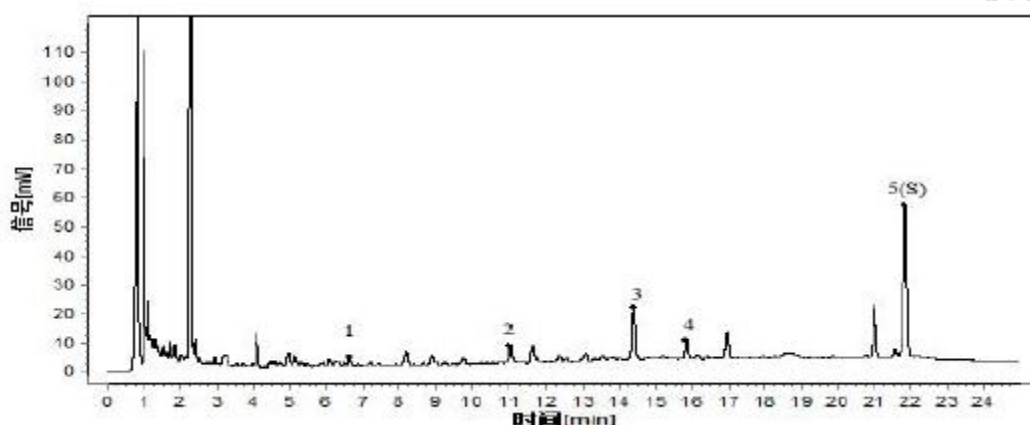
参照物溶液的制备 取石斛酚对照品适量，精密称定，加 75%甲醇制成每 1ml 含 50 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

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 75%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）

30 分钟，放冷，再称定重量，用 75% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，其中峰 5 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。峰 1~4 与 S 峰（峰 5）的相对保留时间依次约为：0.29、0.50、0.65、0.74。



对照特征图谱

峰 1：丁香脂素双糖苷 峰 2：丁香脂素单糖苷 峰 3：Tristin；

峰 4：丁香脂素 峰 5（S）：石斛酚

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

【检查】 应符合颗粒剂（中国药典 通则 0104）项下有关的各项规定。

【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 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 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 同【特征图谱】项

对照品溶液的制备 同【特征图谱】项下的对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【特征图谱】项。

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

本品每 1g 含石斛酚（C₁₆H₁₈O₄）应为 0.62~3.00mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 7.5g

【贮藏】 密封。

天竺黄（青皮竹）配方颗粒

Tianzhuhuang (Qingpizhu) Peifangkeli

【来源】 本品为禾本科植物青皮竹 *Bambusa textilis* McClure 秆内的分泌液干燥后的块状物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】 取天竺黄（青皮竹）饮片 16000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（出膏率为 3.2~6.2%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取【含量测定】项下供试品溶液 30ml，水浴蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取对香豆酸对照品，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 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-乙酸乙酯-冰乙酸（15：10：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照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 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，0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表梯度洗脱；流速为 0.35ml/min；柱温为 40℃；检测波长为 306nm。理论板数按对香豆酸峰计应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	5	95
1	5	95
14	28	72
15	28	72
16	5	95
20	5	95

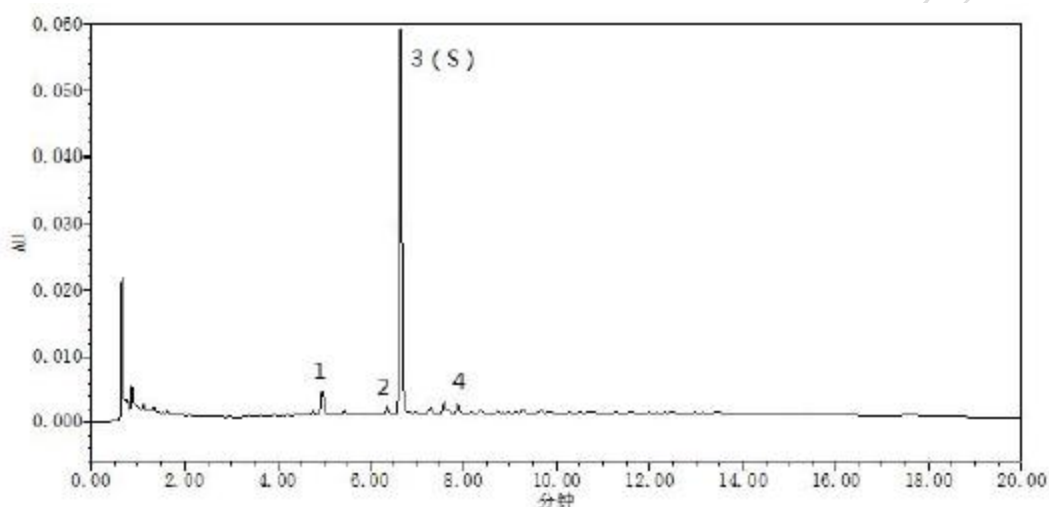
参照物溶液的制备 取天竺黄对照药材 1g，加 3%氨水^{（注）} 25ml，加热回流 3 小时，取出，放冷，加甲酸 1ml，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取对香豆酸对照品适量，精密称定，用 50%甲醇溶解并稀释制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，精密量取 1ml，置 50ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 2g，精密称定，置具塞锥形

瓶中，精密加入 3%氨水^(注) 50ml，称定重量，加热回流 2 小时，取出，放冷，称定重量，用 3%氨水^(注) 补足减失的重量，加入甲酸 1ml，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与对照药材参照物色谱图中 4 个保留时间相对应的特征峰，其中峰 3 应与对照品参照物峰保留时间相对应。峰 1~2、峰 4 与 S 峰（峰 3）的相对保留时间依次约为：0.75、0.96、1.18。



对照特征图谱

峰 3 (S)：对香豆酸峰

色谱柱：ACQUITY UPLC BEH C18 (2.1mm×100mm, 1.7 μ m)

【检查】 溶化性 照颗粒剂（中国药典 通则 0104）溶化性检查方法检查，加热水 200ml，煮沸 20 分钟，适时加水，保持水量约为 200ml，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（中国药典 通则 0104）项下有关的各项规定。

【浸出物】 取本品适量，研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 50ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 5.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 同【特征图谱】项

对照品溶液的制备 同【特征图谱】项下的对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【特征图谱】项。

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，

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

测定，即得。

本品按干燥品计算，每 1g 含对香豆酸 ($C_9H_8O_3$) 应为 0.31~4.27mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 16g

【贮藏】 密封。

注：3%氨水的配制：取浓氨试液 30ml，加水至 1000ml，摇匀，即得。

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

珍珠母（三角帆蚌）配方颗粒

Zhenzhumu (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】 取珍珠母（三角帆蚌）饮片 50000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（出膏率为 1.0~2.0%），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】 本品为类白色至灰白色的颗粒；气微腥，味淡。

【鉴别】 取本品 1g，研细，加甲醇 10ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液挥至约 2ml，作为供试品溶液。另取缬氨酸对照品、亮氨酸对照品适量，分别加 70% 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 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，以正丁醇-冰醋酸-水（4：1：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 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，按下表梯度洗脱；检测波长为 254nm。理论板数按丙氨酸峰计应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	10	90
5	18	82
25	29	71
32	35	65
47	36	64
65	36	64

参照物溶液的制备 取珍珠母（三角帆蚌）对照药材 0.5g，置 50ml 离心管中，加乙醇 2ml 浸润，慢慢加入稀盐酸 10ml，震荡 1 小时，离心，弃去上清液，沉淀用水 5ml 洗涤三次，弃去洗液，沉淀加 0.1mol/L 盐酸 4ml，分次转移至 10ml

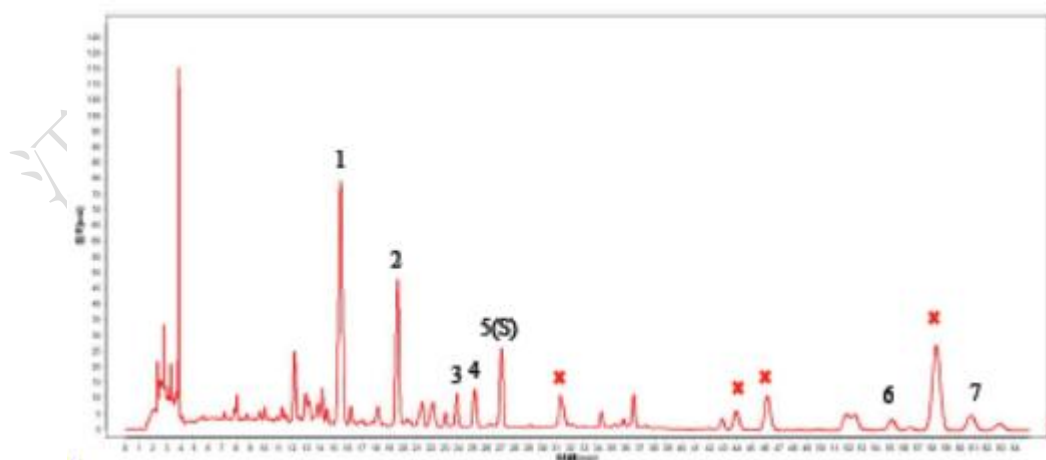
西林瓶中，加盐酸 2ml，150℃水解 1 小时，放冷，移至蒸发皿中，用水 10ml 分次洗涤西林瓶，洗液并入蒸发皿中，蒸干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并转移至 25ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度，摇匀，作为对照药材参照物溶液。另取 L-天冬酰胺对照品、甘氨酸对照品、丙氨酸对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含 L-天冬酰胺 90μg、甘氨酸 20μg、丙氨酸 15μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置 25ml 量瓶中，精密加水 10ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 37kHz）15 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，即得。

精密量取上述参照物溶液各 10ml，分别置 25ml 量瓶中，与上述供试品溶液量瓶中，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 2 小时后，加 50%乙腈至刻度，摇匀（供试品溶液需离心处理）。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参照物溶液与供试品溶液各 5~10μl，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，且呈现与对照药材参照物色谱图中 5 个保留时间相对应的特征峰（除峰 1、峰 3 外），其中峰 1~2、峰 5 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。峰 3~4、峰 6~7 与 S 峰（峰 5）的相对保留时间依次约为：0.88、0.93、2.04、2.24。



对照特征图谱

峰 1：L-天冬酰胺；峰 2：甘氨酸；峰 3：谷氨酸

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

峰 4: 天冬氨酸; 峰 5 (S): 丙氨酸; ×: 衍生化试剂信号

【检查】 除溶化性外, 其他应符合颗粒剂(中国药典 通则 0104)项下有关的规定。

【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 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 通则 0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 同**【特征图谱】**项。**对照品溶液的制备** 取甘氨酸对照品、丙氨酸对照品适量, 精密称定, 加水制成每 1ml 含甘氨酸 20 μ g、丙氨酸 15 μ g 的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备 同**【特征图谱】**项。

精密量取上述对照品溶液 10ml, 置 25ml 量瓶中, 与上述供试品溶液量瓶中, 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 2 小时后, 加 50%乙腈至刻度, 摇匀(供试品溶液需离心处理)。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 5~10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含甘氨酸($C_2H_5NO_2$)和丙氨酸($C_3H_7NO_2$)的总量应为 0.15~1.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 50g

【贮藏】 密封。

制草乌配方颗粒

Zhicaowu Peifangkeli

【来源】 本品为毛茛科植物北乌头 *Aconitum kusnezoffii* Reichb. 的干燥块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】 取制草乌饮片 3300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（出膏率为 19~25%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至黄棕色颗粒；气微，味微辛辣，稍有麻舌感。

【鉴别】 取本品 2g，研细，加氨试液 2ml 润湿，加入乙醚 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加二氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品及苯甲酰新乌头原碱对照品，加异丙醇-三氯甲烷（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 通则 0502）试验，吸取供试品溶液 20 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，置氨蒸气饱和 20 分钟的展开缸内，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（6.4：5.6：1）为展开剂，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（中国药典 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%磷酸水为流动相 B，按下表梯度洗脱；流速为 0.3ml/min；柱温为 30℃；检测波长为 240nm。理论板数按苯甲酰新乌头原碱计应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	2	98
5	2	98
17	8	92
19	12	88
31	19	81
40	26	74
44	26	74
45	2	98

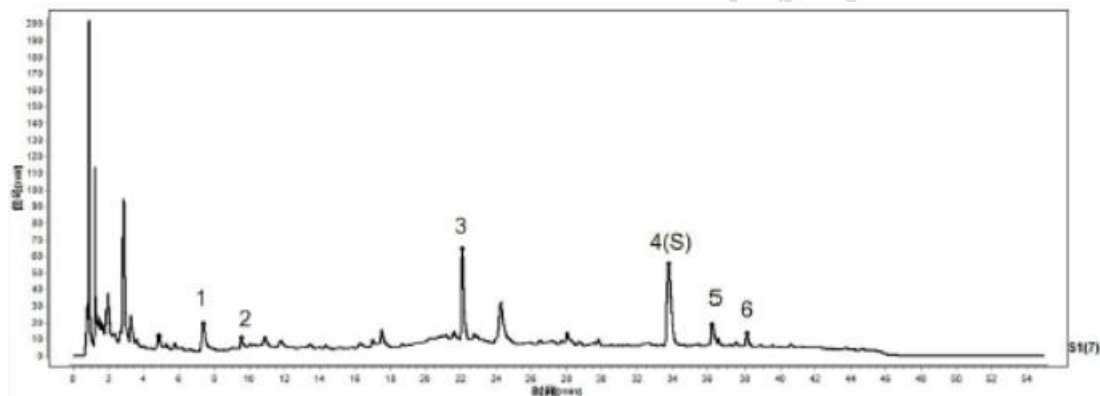
参照物溶液的制备 取草乌对照药材约 0.4g，置具塞锥形瓶中，加水 30ml，

煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，加入 30% 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。另取苯甲酰新乌头原碱对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含苯甲酰新乌头原碱 100 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 1g，置具塞锥形瓶中，加入 30% 甲醇 25ml，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 3 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图中 6 个保留时间相对应的特征峰，其中峰 4 应与相应对照品参照物峰保留时间相对应。峰 1~3、峰 5~6 与 S 峰（峰 4）的相对保留时间依次约为：0.23、0.30、0.65、1.07、1.12。



对照特征图谱

峰 4 (S): 苯甲酰新乌头原碱; 峰 5: 苯甲酰乌头原碱;

峰 6: 苯甲酰次乌头原碱

色谱柱: HSS T3 (2.1mm $\times$ 100mm, 1.8 μ m)

【检查】 双酯型生物碱 照高效液相色谱法（中国药典 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 理论板数按新乌头碱峰计算应不低于 3000，其余同【含量测定】项。

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）5mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液使溶解并稀释至刻度，摇匀，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。

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

本品含双酯型生物碱以乌头碱($C_{34}H_{47}NO_{11}$)、次乌头碱($C_{33}H_{45}NO_{10}$)和新乌头碱($C_{33}H_{45}NO_{11}$)的总量计,不得超过 0.030%。

其他 应符合颗粒剂(中国药典 通则 0104)项下有关的各项规定。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 通则 2201)项下的热浸法测定,用乙醇作溶剂,不得少于 8.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 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-四氢呋喃(25:15)为流动相 A, 0.1mol/L 醋酸铵(每 1000ml 加 0.5ml 冰醋酸)为流动相 B,按下表梯度洗脱;流速为 1.0ml/min;检测波长为 235nm。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计应不低于 3000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	15	85
48	26	74
48.1	35	65
58	35	65
65	15	85

对照品溶液的制备 取苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱、苯甲酰新乌头原碱对照品适量,精密称定,加 0.01%盐酸甲醇溶液制成每 1ml 含苯甲酰新乌头原碱 50 μ g、苯甲酰乌头原碱 16 μ g、苯甲酰次乌头原碱 25 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 1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 0.01%盐酸水溶液 20ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 300W,频率 40kHz;水温 40℃以下)30 分钟,放冷,再称定重量,用 0.01%盐酸水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 10 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含苯甲酰乌头原碱($C_{32}H_{45}NO_{10}$)、苯甲酰次乌头原碱($C_{31}H_{43}NO_9$)、苯甲酰新乌头原碱($C_{31}H_{43}NO_{10}$)的总量应为 0.80~2.30mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.3g

【贮藏】 密封。

【注意】 孕妇慎用;不宜与半夏、瓜蒌、瓜蒌子、瓜蒌皮、天花粉、川贝母、浙贝母、平贝母、伊贝母、湖北贝母、白蔹、白及同用。