

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

萆麦配方颗粒

Bibo Peifangkeli

【来源】 本品为胡椒科植物萆麦 *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】 取萆麦饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~15%），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。另取萆麦对照药材 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（临用配制）。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，在与对照品及对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；喷以 10%硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰，在日光下检视，供试品色谱中，在与对照品及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 1.8 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 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm；理论板数按胡椒碱峰计算应均不低于 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 |
| 34~35 | 95→35 | 5→65 |

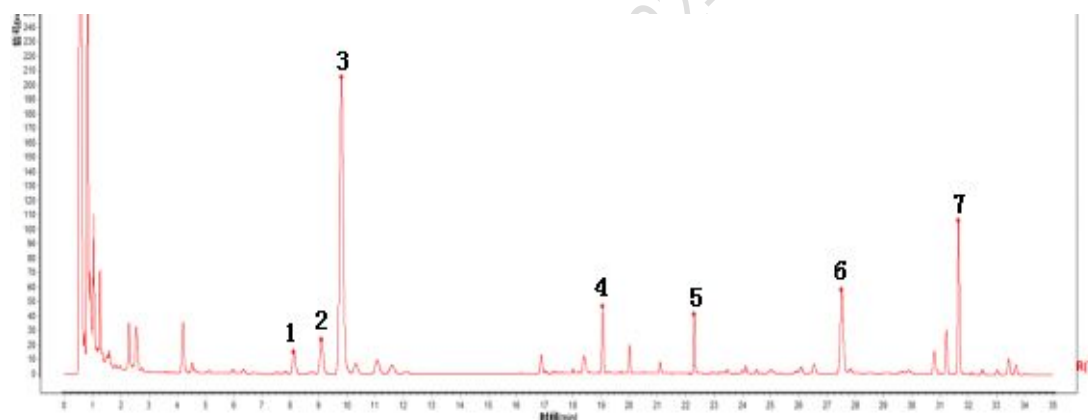
中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

参照物溶液的制备 取萆薢对照药材约 1.0g，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 取本品适量，研细，取约 0.2g，加甲醇 25mL，超声处理 40 分钟，放冷，滤过，取续滤液，即得。

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 应与胡椒碱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，采用 Mark 峰匹配，供试品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度不得低于 0.90。



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】 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 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 35 $^{\circ}$ C；

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿

检测波长为 343nm；理论板数按胡椒碱峰计算应均不低于 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 |
| 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，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，置锥形瓶中，精密加甲醇 25mL，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 3 μ L，注入液相色谱仪，测定，即得。

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

【规格】 每克中药配方颗粒相当于 5g 饮片。

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

芥子（芥）配方颗粒

Jiezi (Jie) Peifangkeli

【来源】 本品为十字花科植物芥 *Brassica juncea* (L.) Czern. et Coss. 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】 取芥子（芥）饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~19%），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】 本品为浅黄色至黄棕色的颗粒；气特异，味苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。取芥子碱硫氰酸盐对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。另取芥子（芥）对照药材 1g，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，吸取上述三种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水(3.5：5：1：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱和对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 278nm。理论板数按芥子碱硫氰酸盐峰计算应不低于 10000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~13 | 0→3 | 100→97 |
| 13~14 | 3→15 | 97→85 |
| 14~23 | 15 | 85 |
| 23~34 | 15→24 | 85→76 |
| 34~44 | 24→45 | 76→55 |
| 44~50 | 45→85 | 55→15 |

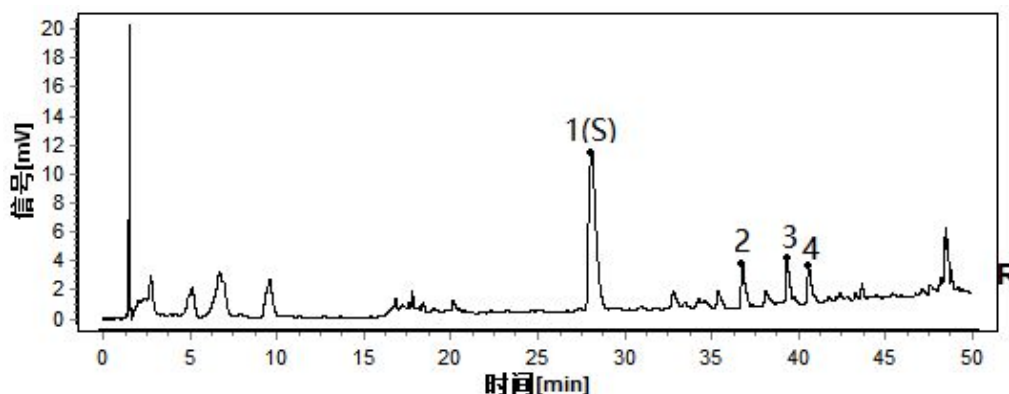
参照物溶液的制备 取芥子（芥）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 15ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 50ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取芥子碱硫氰酸盐对照品、芥子酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含芥子碱硫氰酸盐 100 μ g、芥子酸 20 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【含量测定】项。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿

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 2 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与芥子碱硫氰酸盐参照物相应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 3 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 之内，规定值为：1.32（峰 2）、1.42（峰 3）。



峰 1(S)：芥子碱硫氰酸盐、峰 4：芥子酸
芥子（芥）配方颗粒对照特征图谱
色谱柱：CORTECS T3；2.1mm \times 150mm，1.6 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 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-0.08mol/L 磷酸二氢钾溶液(10:90)为流动相；检测波长为 326nm。理论板数按芥子碱硫氰酸盐峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，加流动相制成每 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 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）30 分钟，取出，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 含芥子碱以芥子碱硫氰酸盐($C_{16}H_{24}NO_5 \cdot SCN$)计应为 13.0mg~24.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

海金沙配方颗粒

Haijinsha Peifangkeli

【来源】 本品为海金沙科植物海金沙 *Lygodium japonicum* (Thunb.) Sw. 的干燥成熟孢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】 取海金沙饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 3%~6%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.3g，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取海金沙对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 25ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 2 μ l、对照药材溶液 1 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲醇-冰醋酸-水（4：1：5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，晾干，在紫外光（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 检测波长为 220nm；其余同[含量测定]项。

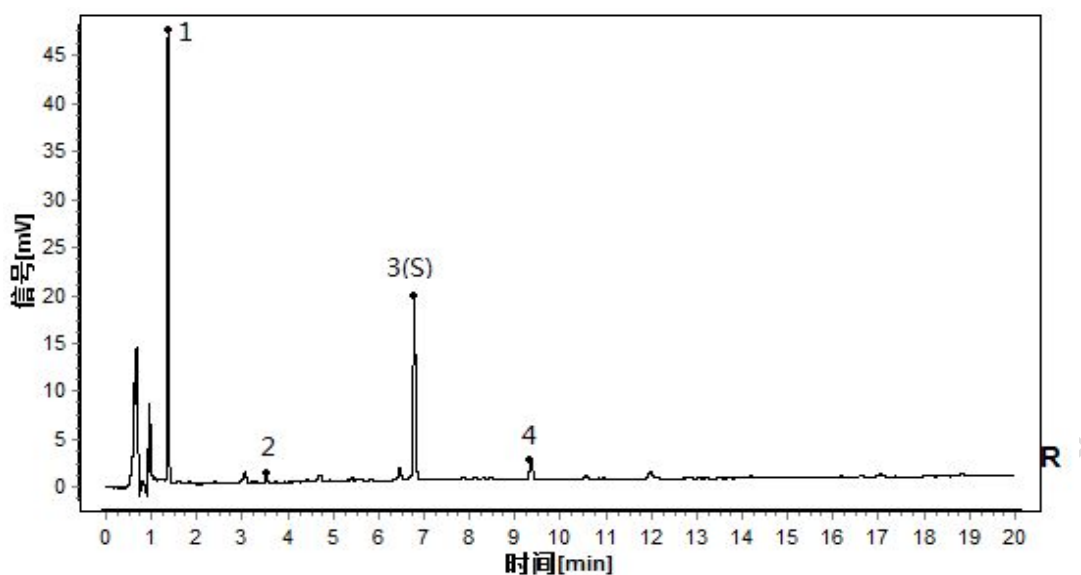
参照物溶液的制备 取海金沙对照药材约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10%甲醇 50ml，称定重量，加热回流 3 小时，取出，放冷，再称定重量，用 10%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取[含量测定]项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 3 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与咖啡酸对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2 和峰 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：0.21（峰 1）、0.50（峰 2）、1.39（峰 4）。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿



对照特征图谱

峰 3：咖啡酸；峰 4：对香豆酸

参考色谱柱：Triart C18；2.1mm×100mm，1.9μm

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

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

色谱条件与系统适用性试验 以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~1.9μm）；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 0.40ml；柱温为 30℃；检测波长为 323nm。理论板数按咖啡酸峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~5 | 7→15 | 93→85 |
| 5~20 | 15→30 | 85→70 |

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 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，加 70%甲醇 50ml，称定重量，加热回流 30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足缺失的重量，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 含咖啡酸（C₉H₈O₄）应为 0.6mg~4.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

芥子（白芥）配方颗粒

Jiezi (Baijie) Peifangkeli

【来源】 本品为十字花科植物白芥 *Sinapis alba* L. 的干燥成熟种子经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取芥子（白芥）饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~22%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅黄色至黄棕色的颗粒；气特异，味苦。

【鉴别】 取本品 0.5g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芥子（白芥）对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取芥子碱硫氰酸盐对照品，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 1 μ l、对照药材溶液 3 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（3.5：5：1：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 0.25ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 278nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于 8000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|---------------------|----------------------|
| 0~13 | 0 \rightarrow 3 | 100 \rightarrow 97 |
| 13~14 | 3 \rightarrow 15 | 97 \rightarrow 85 |
| 14~23 | 15 | 85 |
| 23~34 | 15 \rightarrow 24 | 85 \rightarrow 76 |
| 34~44 | 24 \rightarrow 45 | 76 \rightarrow 55 |
| 44~50 | 45 \rightarrow 85 | 55 \rightarrow 15 |

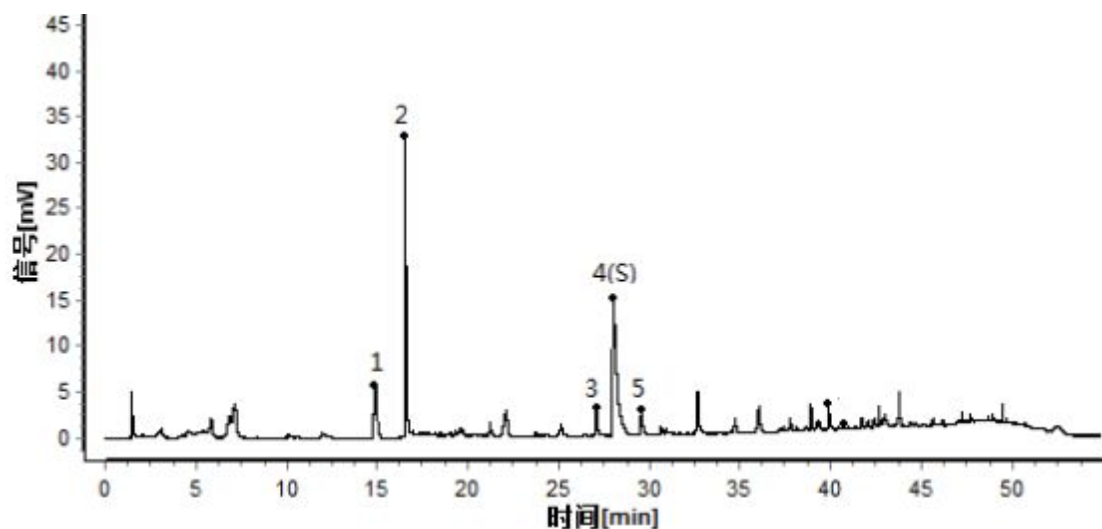
参照物溶液的制备 取芥子（白芥）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加水 15ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%甲醇 50ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下对照品溶液作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品 0.1g，研细，置具塞锥形瓶中，加入 50%甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

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 4 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相一致。与芥子碱硫氰酸盐参照物相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内，规定值为：0.51（峰 1）、0.60（峰 2）、0.96（峰 3）、1.07（峰 5）。



峰 4(S)：芥子碱硫氰酸盐
芥子（白芥）配方颗粒对照特征图谱
色谱柱：CORTECS T3；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】 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 19.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.08mol/L 磷酸二氢钾溶液（10：90）为流动相；检测波长为 326nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，加流动相制成每 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 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）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 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含芥子碱以芥子碱硫氰酸盐（ $C_{16}H_{24}NO_5 \cdot SCN$ ）计应为 17.0mg~32.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

炒芥子（芥）配方颗粒

Chaojiezi (Jie) Peifangkeli

【来源】本品为十字花科植物芥 *Brassica juncea* (L.) Czern. et Coss. 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】取炒芥子（芥）饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~18%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为黄色至棕黄色的颗粒；气特异，味苦。

【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。另取芥子（芥）对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取芥子碱硫氰酸盐对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液与对照药材溶液各 5 μ l、对照品溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（3.5：5：1：0.5）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 0.25ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 278nm。理论板数按芥子碱硫氰酸盐峰计算应不低于 8000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~13 | 0→3 | 100→97 |
| 13~14 | 3→15 | 97→85 |
| 14~23 | 15 | 85 |
| 23~34 | 15→24 | 85→76 |
| 34~44 | 24→45 | 76→55 |
| 44~50 | 45→85 | 55→15 |

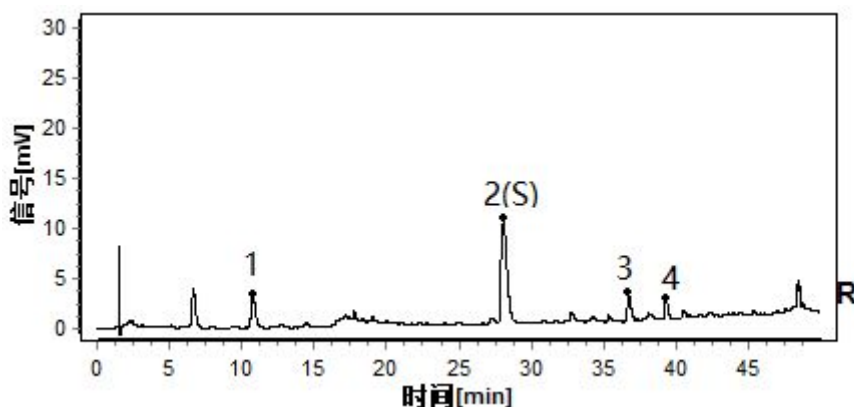
参照物溶液的制备 取（含量测定）项下的对照品溶液作为对照品参照物溶液。

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 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，与芥子碱参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：0.41（峰 1）、1.32（峰 3）、1.42（峰 4）。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿



峰 2(S): 芥子碱硫氰酸盐
炒芥子(芥)配方颗粒对照特征图谱
色谱柱: CORTECS T3 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】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 16.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.08mol/L 磷酸二氢钾溶液（10：90）为流动相；检测波长为 326nm。理论板数按芥子碱硫氰酸盐峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，加流动相制成每 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 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）30 分钟，取出，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 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含芥子碱以芥子碱硫氰酸盐（ $C_{16}H_{24}NO_5 \cdot SCN$ ）计应为 12.0mg~23.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

炒芥子（白芥）配方颗粒

Chaojiezi (Baijie) Peifangkeli

【来源】 本品为十字花科植物白芥 *Sinapis alba* L. 的干燥成熟种子经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取炒芥子（白芥）饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 13%~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】 本品为黄色至棕黄色的颗粒；气特异，味苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.2g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芥子（白芥）对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取芥子碱硫氰酸盐对照品，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 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（3.5：5：1：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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 0.25ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 278nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于 8000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~13 | 0→3 | 100→97 |
| 13~14 | 3→15 | 97→85 |
| 14~23 | 15 | 85 |
| 23~34 | 15→24 | 85→76 |
| 34~44 | 24→45 | 76→55 |
| 44~50 | 45→85 | 55→15 |

参照物溶液的制备 取（含量测定）项下对照品溶液作为对照品参照物溶液。

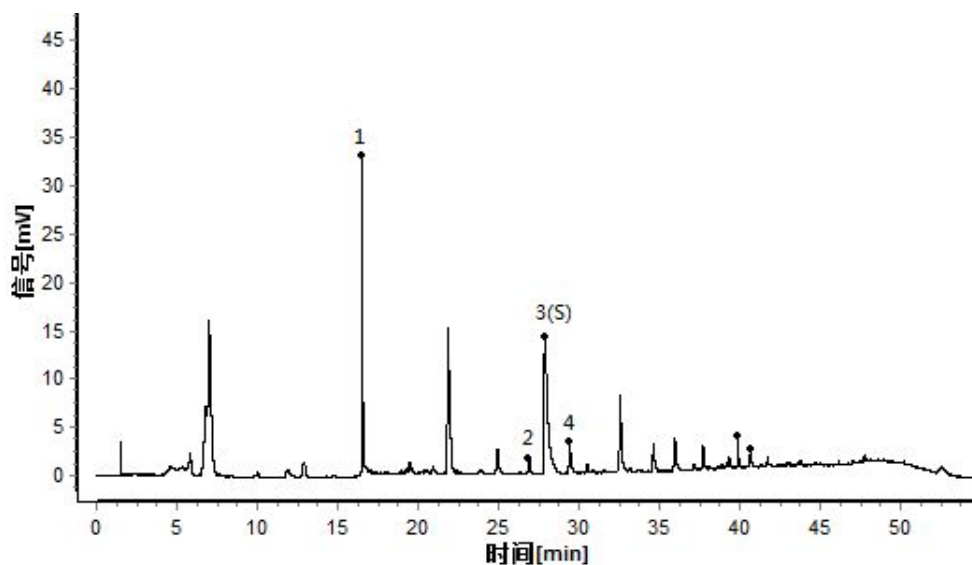
供试品溶液的制备 取本品 0.1g，研细，置具塞锥形瓶中，加入 50%甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 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，并与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿

对应；与芥子碱硫氰酸盐参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内，规定值为：0.60（峰 1）、0.96（峰 2）、1.07（峰 4）。



峰 3(S)：芥子碱硫氰酸盐
炒芥子（白芥）配方颗粒对照特征图谱
色谱柱：CORTECS T3；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 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-0.08mol/L 磷酸二氢钾溶液（10：90）为流动相；检测波长为 326nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，加流动相制成每 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 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 50kHz）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 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含芥子碱以芥子碱硫氰酸盐（ $C_{16}H_{24}NO_5 \cdot SCN$ ）计应为 15.0mg~28.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3g

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

蜜马兜铃（北马兜铃）配方颗粒

Mimadouling (beimadouling) Peifangkeli

【来源】 本品为马兜铃科植物北马兜铃 *Aristolochia contorta* Bge. 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】 取蜜马兜铃（北马兜铃）饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 20%~34%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.2g，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取马兜铃（北马兜铃）对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各 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-水（20：10：1：1）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 以苯基键合硅胶为填充剂（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 1%冰醋酸溶液（每 100ml 含 0.16ml 三乙胺）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱，流速为每分钟 1.0ml；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按马兜铃酸 I 峰计算应不低于 10000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~15 | 10→24 | 90→76 |
| 15~20 | 24→28 | 76→72 |
| 20~40 | 28→35 | 72→65 |
| 40~45 | 35→37 | 65→63 |
| 45~55 | 37→50 | 63→50 |

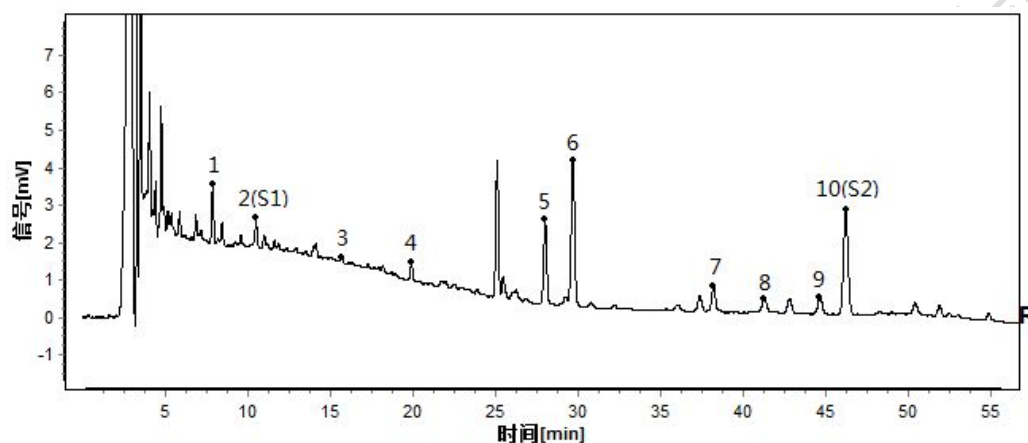
参照物溶液的制备 取马兜铃（北马兜铃）对照药材约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，称定重量，加热回流 30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇使溶解，置 50ml 量瓶中，加 70%甲醇至刻度，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取木兰花碱对照品、马兜铃酸 I 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 10 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿

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 10 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 10 个特征峰保留时间相对应；其中 2 个峰应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应；与木兰花碱参照物峰相对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 3、峰 4、峰 5、峰 6 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：0.74（峰 1）、1.45（峰 3）、1.86（峰 4）、2.54（峰 5）、2.68（峰 6）；与马兜铃酸 I 参照物峰相对应的峰为 S2 峰，计算峰 7、峰 8、峰 9 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：0.83（峰 7）、0.89（峰 8）、0.98（峰 9）。



峰 2 (S1): 木兰花碱; 峰 5: 7-羟基马兜铃酸 A; 峰 6: 马兜铃酸 D;
峰 8: 马兜铃酸 B; 峰 9: 马兜铃内酰胺 I; 峰 10 (S2): 马兜铃酸 I
蜜马兜铃（北马兜铃）配方颗粒对照特征图谱
色谱柱: Xbridge Phenyl (4.6mm \times 250mm, 5 μ m)

【检查】马兜铃酸 I 限量 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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6~1.8 μ m）；以乙腈-0.05%磷酸溶液（40：60）为流动相，流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30 $^{\circ}$ C；检测波长为 260nm。理论板数按马兜铃酸 I 峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取马兜铃酸 I 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 1 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 同[含量测定]项。

测定法 分别精密吸取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 含马兜铃酸 I（C₁₇H₁₁O₇N）应不得过 1.85mg。

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项下的热浸法（中国药典 2020 年版通则 2201）测定，不得少于 14.0%。

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

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿

以 0.2%磷酸溶液（每 100ml 含 0.14ml 三乙胺）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.2ml；柱温为 30℃；检测波长为 221nm。理论板数按木兰花碱峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~10 | 8→15 | 92→85 |
| 10~20 | 15→22 | 85→78 |
| 20~25 | 22→90 | 78→10 |
| 25~30 | 90 | 10 |

对照品溶液的制备 取木兰花碱对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 1 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，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各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含木兰花碱（C₂₀H₂₃NO₄）应为 0.30mg~1.55mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【注意】 本品含马兜铃酸，可引起肾脏损害等不良反应；儿童及老年人慎用；孕妇、婴幼儿及肾功能不全者禁用。

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

竹茹（青秆竹）配方颗粒

Zhuru(Qingganzhu) Peifangkeli

【来源】 本品为禾本科植物青秆竹 *Bambusa tuldooides* Munro 的茎秆的干燥中间层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】 取竹茹（青秆竹）饮片 10000 g，加水煎煮，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5%~10%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000 g，即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 1g，加水 20ml 使溶解，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚提取液，挥干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取竹茹对照药材 5g，加水 150ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤渣再加水 150ml，煮沸 25min，滤过，合并两次滤液，蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，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，吸取供试品溶液 3 μ l、对照药材溶液 8 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯-三氯甲烷-丙酮-甲酸（8：5：3：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 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 0.05%磷酸为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.40ml；柱温为 40℃；检测波长为 254nm。理论板数按对羟基肉桂酸峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
|--------|---------|---------|
| 0~13 | 4 | 96 |
| 13~23 | 4→7 | 96→93 |
| 23~26 | 7→9 | 93→91 |
| 26~38 | 9→13 | 91→87 |
| 38~39 | 13→90 | 87→10 |
| 39~45 | 90 | 10 |

参照物溶液的制备 取竹茹对照药材 2.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，称定重量，加热回流 30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。再分别取(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

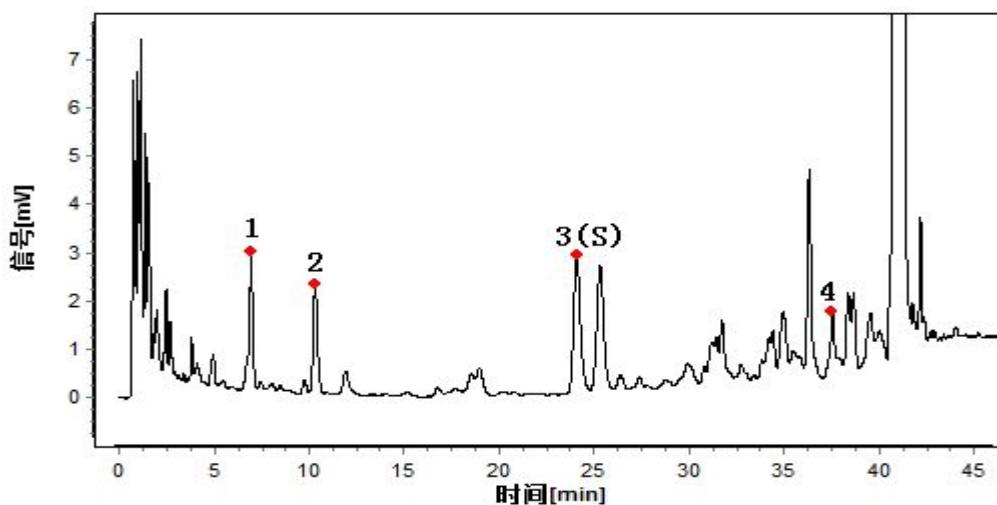
供试品溶液的制备 同[含量测定]项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，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。与对羟基肉桂酸对

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

照品参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.30（峰 1）、0.44（峰 2）。



对照特征图谱

峰 3 (S)：对羟基肉桂酸；峰 4：(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷

参考色谱柱：HSS T3 C18；2.1mm×100mm，1.8μm

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

【浸出物】 取本品适量，研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 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 150mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6~2.2μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.05%磷酸为流动相 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 206nm。理论板数按(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~20 | 2→13 | 98→87 |
| 20~35 | 13 | 87 |
| 35~40 | 13→90 | 87→10 |
| 40~45 | 90 | 10 |

对照品溶液的制备 取(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷对照品适量，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 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 10%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 10%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷（C₂₈H₃₈O₁₃）应为 2.5mg~16.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

姜竹茹（青秆竹）配方颗粒

Jiangzhuru(Qinggan zhu) Peifangkeli

【来源】 本品为禾本科植物青秆竹 *Bambusa tuldoides* Munro 的茎秆的干燥中间层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】 取姜竹茹（青秆竹）饮片 10000 g，加水煎煮，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 3%~9%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕黄色至深棕色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】（1）取本品适量，研细，取 1g，加水 20ml 使溶解，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚提取液，挥干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取竹茹对照药材 5g，加水 150ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤渣再加水 150ml，煮沸 25min，滤过，合并两次滤液，蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，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，吸取供试品溶液 2 μ l、对照药材溶液 8 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以甲苯-三氯甲烷-丙酮-甲酸（8：5：3：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品 2.5g，研细，加 80% 甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，加于聚酰胺柱（聚酰胺 100~200 目，2g，内径为 2cm，干法装柱）上，先用水 50ml 洗脱，弃去水洗液，再用 60% 甲醇 50ml 洗脱，收集 60% 甲醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取 6-姜辣素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）实验，吸取上述两种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60-90 $^{\circ}$ C）-三氯甲烷-乙酸乙酯（2：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以香草醛硫酸试液，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 0.05% 磷酸为流动相 B，按下表中的规定进行洗脱；流速为每分钟 0.40ml；柱温为 40 $^{\circ}$ C；检测波长为 254nm。理论板数按对羟基肉桂酸峰计算应不低于 5000。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿

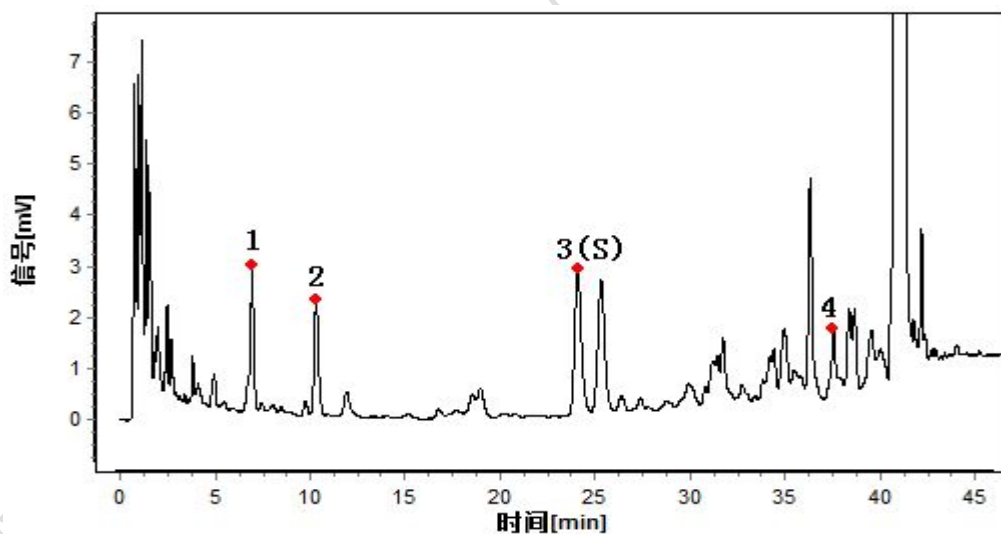
| 时间 (min) | 流动相A (%) | 流动相B (%) |
|----------|----------|----------|
| 0~13 | 4 | 96 |
| 13~23 | 4→7 | 96→93 |
| 23~26 | 7→9 | 93→91 |
| 26~38 | 9→13 | 91→87 |
| 38~39 | 13→90 | 87→10 |
| 39~45 | 90 | 10 |

参照物溶液的制备 取竹茹对照药材约 2g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，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。再分别取(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【含量测定】项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，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。与对羟基肉桂酸对照品参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应该在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：0.30（峰 1）、0.44（峰 2）。



对照特征图谱

峰 3：对羟基肉桂酸；峰 4：(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷

色谱柱：HSS T3 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 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。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿

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1.6~2.2 μ m）；以乙腈为流动相A，以0.05%磷酸为流动相B，按下表中的规定进行洗脱；流速为每分钟0.3ml；柱温为30 $^{\circ}$ C；检测波长为206nm。理论板数按(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷峰计算应不低于5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|---------------------|---------------------|
| 0~20 | 2 \rightarrow 13 | 98 \rightarrow 87 |
| 20~35 | 13 | 87 |
| 35~40 | 13 \rightarrow 90 | 87 \rightarrow 10 |
| 40~45 | 90 | 10 |

对照品溶液的制备 取(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每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0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入10%甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用10%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每1g含(+)-南烛木树脂酚-9'-O-葡萄糖苷（ $C_{28}H_{38}O_{13}$ ）应为3.5mg~20.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片10g

【贮藏】 密封。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022 年第三期）公示稿

紫苏梗配方颗粒

Zisugeng Peifangkeli

【来源】 本品为唇形科植物紫苏 *Perilla frutescens* (L.) Britt. 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】 取紫苏梗饮片 10000g，加水煎煮，滤过，浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 5%~10%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味淡。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取紫苏梗对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取迷迭香酸对照品，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，分别吸取供试品溶液 15 μ l、对照药材溶液 10 μ l、对照品溶液 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲酸（3：3：0.2）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 同[含量测定]项。

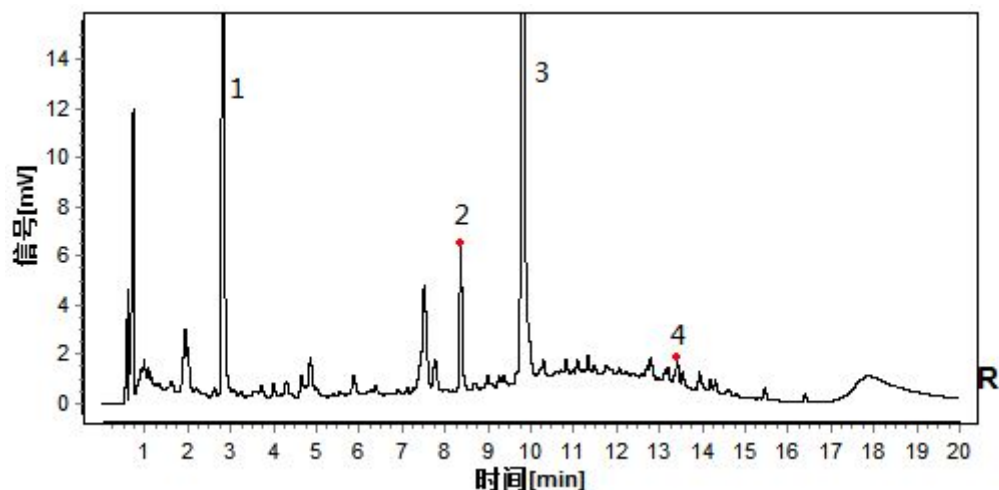
参照物溶液的制备 取紫苏梗对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 80%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（250W，40kHz）30 分钟，放冷，用 80%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取[含量测定]项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

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 1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 3 应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。

中药配方颗粒重庆市药品标准（2022年第三期）公示稿



对照特征图谱

峰 1：咖啡酸；峰 3：迷迭香酸

参考色谱柱：SB C18，2.1mm×100mm，1.8μm

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

【浸出物】 取本品研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法（中国药典 2020 年版通则 2201）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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.4ml；柱温为 30℃；检测波长为 330nm。理论板数按迷迭香酸峰计算应不低于 5000。

| 时间（分钟） | 流动相 A（%） | 流动相 B（%） |
|--------|----------|----------|
| 0~6 | 10→18 | 90→82 |
| 6~15 | 18→50 | 82→50 |

对照品溶液的制备 取咖啡酸与迷迭香酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 10μg 咖啡酸、70μg 迷迭香酸的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，置具塞锥形瓶中，精密加入 80% 甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，以 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 1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含咖啡酸（C₉H₈O₄）与迷迭香酸（C₁₈H₁₆O₈）总含量应为 2.5mg~26.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 10g

【贮藏】 密封。