

# 上海市药品监督管理局

## 上海市中药配方颗粒标准

SH-PFKL-2023003

### 芒硝配方颗粒

#### Mangxiao Peifangkeli

**【来源】**本品为硫酸盐类矿物芒硝族芒硝精制加工而成的结晶体经密封包装制成。

**【制法】**取芒硝饮片适量，密封包装，即得。

**【性状】**本品为棱柱状、长方形或不规则块状及粒状，无色透明或类白色半透明。质脆，易碎，断面呈玻璃样光泽。气微、味咸。

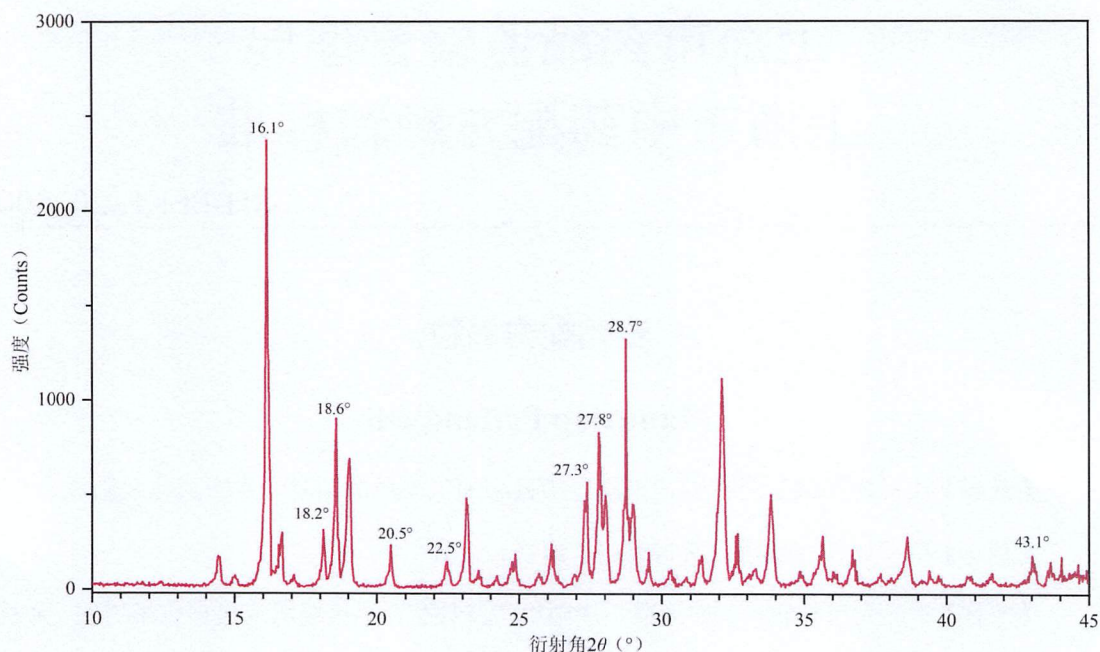
**【特征图谱】**照 X 射线衍射法（中国药典 2020 年版通则 0451 第二法）测定。

**参照物的制备** 取芒硝对照药材 1g，置玛瑙研钵内，冰浴条件下研磨至能通过 100 目筛粉末的重量不得少于 50%（应在 10 分钟内完成），取过筛后的粉末，即得。

**供试品的制备** 取本品 1g，置玛瑙研钵内，同参照物的制备方法制备，取过筛后的粉末，即得。

**测定法** 以  $\text{CuK}_\alpha$  为光源，光管电压和光管电流分别为 40kV 和 40mA，分别取参照物及供试品适量置于载样架上，在衍射角 ( $2\theta$ )  $10^\circ\sim 45^\circ$  的范围内扫描，记录衍射图谱，即得（测定过程应在 10 分钟内完成）。

供试品的 X 射线衍射图谱应与参照物图谱一致，在衍射角 ( $2\theta$ ) 为  $16.1^\circ$ 、 $18.2^\circ$ 、 $18.6^\circ$ 、 $20.5^\circ$ 、 $22.5^\circ$ 、 $27.3^\circ$ 、 $27.8^\circ$ 、 $28.7^\circ$  和  $43.1^\circ$  处（误差范围为  $\pm 0.2^\circ$ ）应有特征衍射峰。



对照特征图谱

**【检查】溶化性** 取本品 5g，加水 20ml，应全部溶解。

**铁盐与锌盐** 取本品 5g，加水 20ml 溶解后，加硝酸 2 滴，煮沸 5 分钟，滴加氢氧化钠试液中和，加稀盐酸 1ml，亚铁氰化钾试液 1ml 与适量的水使成 50ml，摇匀，放置 10 分钟，不得发生浑浊或显蓝色。

**镁盐** 取本品 2g，加水 20ml 溶解后，加氨试液与磷酸氢二钠试液各 1ml，5 分钟内不得发生浑浊。

**氯化物** 取本品 0.20g，依法检查（中国药典 2020 年版四部通则 0801），与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照溶液比较，不得更浓（0.035%）。

**干燥失重** 取本品，在 105℃ 干燥至恒重，减失重量应为 51.0%~57.0%（中国药典 2020 年版四部通则 0831）。

**重金属及有害元素** 取本品 0.2g，加 5% 硝酸溶解并定容至 50ml，照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版四部 2321）测定，铅不得过 5mg/kg、镉不得过 1mg/kg、砷不得过 2mg/kg、汞不得过 0.2mg/kg、铜不得过 20mg/kg。

**酸碱度** 取本品 1.0g，加水 20ml 使溶解，摇匀，照 pH 值测定法（中国药典 2020 年版四部通则 0631）测定，应为 5.0~8.0。

**【含量测定】钠** 照原子吸收分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则 0406 火焰原子化器法）测定。

**对照品贮备溶液的制备** 精密量取钠单元素标准溶液适量，加 1% 硝酸制成每 1ml 含钠

0.1mg 的溶液，摇匀，即得。

**标准曲线溶液的制备** 精密量取 0ml、1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml、7ml，分别置 10ml 量瓶中，各加 2%氯化铯溶液 1ml，用 1%硝酸定容至刻度，摇匀，即得。

**供试品溶液的制备** 取供试品适量，混匀，取 0.2g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加 1%硝酸溶解并稀释至刻度，摇匀；精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，加 2%氯化铯溶液 1ml，用 1%硝酸稀释至刻度，摇匀，即得。同法制备试剂空白溶液。

**测定法** 分别取标准曲线溶液和供试品溶液，在 330.3nm 波长处测定，计算，即得。

本品含含水硫酸钠以钠（Na）计，应为 14.0%~16.0%。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 1g。

**【贮藏】** 密闭，30℃以下保存，防风化。

# 上海市药品监督管理局

## 上海市中药配方颗粒标准

SH-PFKL-2023004

### 皮硝配方颗粒

#### Pixiao Peifangkeli

**【来源】**本品为硫酸盐类矿物芒硝族芒硝的粗制品经粉碎、密封包装制成。

**【制法】**取皮硝饮片适量，粉碎，密封包装，即得。

**【性状】**本品为不规则块、粒状或棱柱状结晶，无色透明或类白色半透明，稍有灰暗。质脆，易碎。气微，味咸。

**【特征图谱】**照 X 射线衍射法（中国药典 2020 年版通则 0451 第二法）测定。

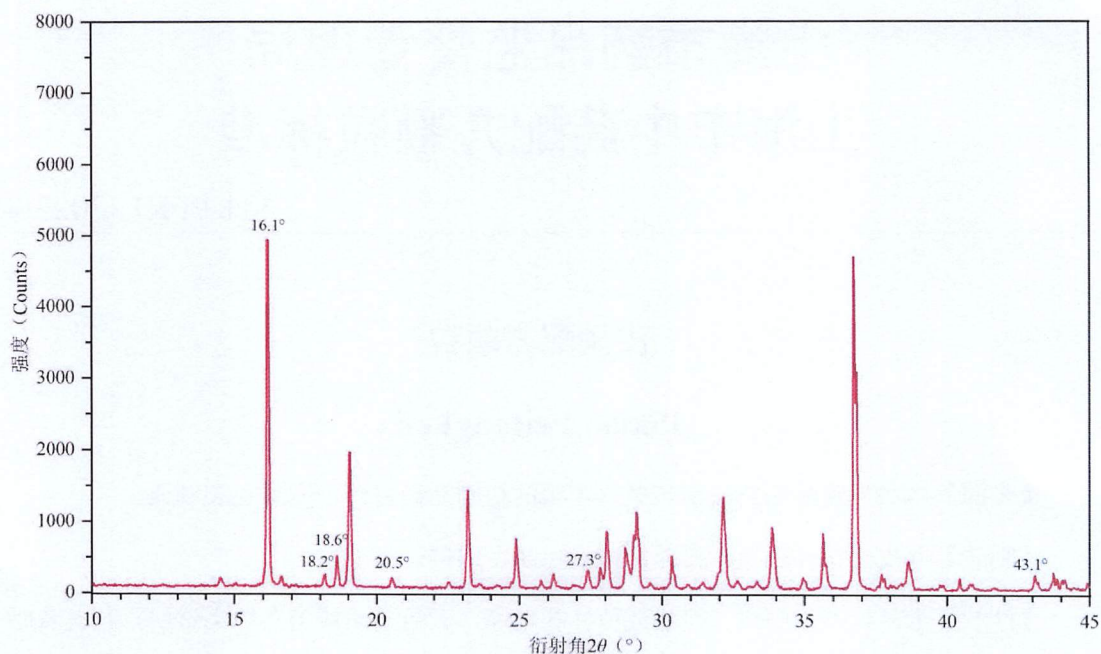
**参照物的制备** 取皮硝对照药材 1g，置玛瑙研钵内，冰浴条件下研磨至能通过 100 目筛粉末的重量不得少于 50%（应在 10 分钟内完成），取过筛后的粉末，即得。

**供试品的制备** 取本品 1g，置玛瑙研钵内，同参照物的制备方法制备，取过筛后的粉末，即得。

**测定法** 以  $\text{CuK}_\alpha$  为光源，光管电压和光管电流分别为 40kV 和 40mA，分别取参照物及供试品适量置于载样架上，在衍射角 ( $2\theta$ )  $10^\circ\sim 45^\circ$  的范围内扫描，记录衍射图谱，即得（测定过程应在 10 分钟内完成）。

供试品的 X 射线衍射图谱应与参照物图谱一致，在衍射角 ( $2\theta$ ) 为  $16.1^\circ$ 、 $18.2^\circ$ 、 $18.6^\circ$ 、 $20.5^\circ$ 、 $27.3^\circ$  和  $43.1^\circ$  处（误差范围为  $\pm 0.2^\circ$ ）应有特征衍射峰。





对照特征图谱

【检查】溶化性 取本品 5g，加水 20ml，应全部溶解。

【含量测定】钠 照原子吸收分光光度法（中国药典 2020 年版四部通则 0406 火焰原子化器法）测定。

对照品贮备溶液的制备 精密量取钠单元素标准溶液适量（1000 $\mu$ g/ml），加 1%硝酸制成每 1ml 含钠 0.1mg 的溶液，摇匀，即得。

标准曲线溶液的制备 精密量取 0ml、1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml、7ml，分别置 10ml 量瓶中，各加 2%氯化铯溶液 1ml，用 1%硝酸定容至刻度，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取供试品适量混匀，取 0.2g，精密称定，置 100ml 量瓶中，加 1%硝酸溶解并稀释至刻度，摇匀；精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，加 2%氯化铯溶液 1ml，用 1%硝酸稀释至刻度，摇匀，即得。同法制备试剂空白溶液。

测定法 分别取标准曲线溶液和供试品溶液，在 330.3nm 波长处测定，计算，即得。

本品含含水硫酸钠以钠（Na）计，应为 14.0%~19.0%。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 1g。

【贮藏】置阴凉密闭处，防风化，防潮湿。

# 上海市药品监督管理局

## 上海市中药配方颗粒标准

SH-PFKL-2023001

### 全蝎配方颗粒

#### Quanxie Peifangkeli

**【来源】**本品为钳蝎科动物东亚钳蝎 *Buthus martensii* Karsch 的干燥体经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

**【制法】**取全蝎饮片 3400g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 15.0%~21.0%),加入辅料适量,干燥(或干燥,粉碎),再加入辅料适量,混匀,制粒,制成 1000g,即得。

**【性状】**本品为灰黄色至黄棕色的颗粒;气微腥,味微咸。

**【鉴别】**取本品 0.5g,研细,加水 10ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。另取全蝎对照药材 0.5g,加水 25ml,加热回流 30 分钟,滤过,滤液浓缩至 10ml,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 5 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(3:1:1)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 同(含量测定)项。

**参照物溶液的制备** 取全蝎对照药材 0.2g,加 10%甲醇 10ml,超声处理 30 分钟,离心,取上清液,作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下的对照品溶液,作为酪氨酸对照品参照物溶液。再取色氨酸对照品适量,精密称定,加 10%甲醇制成每 1ml 含 10 $\mu$ g 的溶液,作为色氨酸对照品参照物溶液。

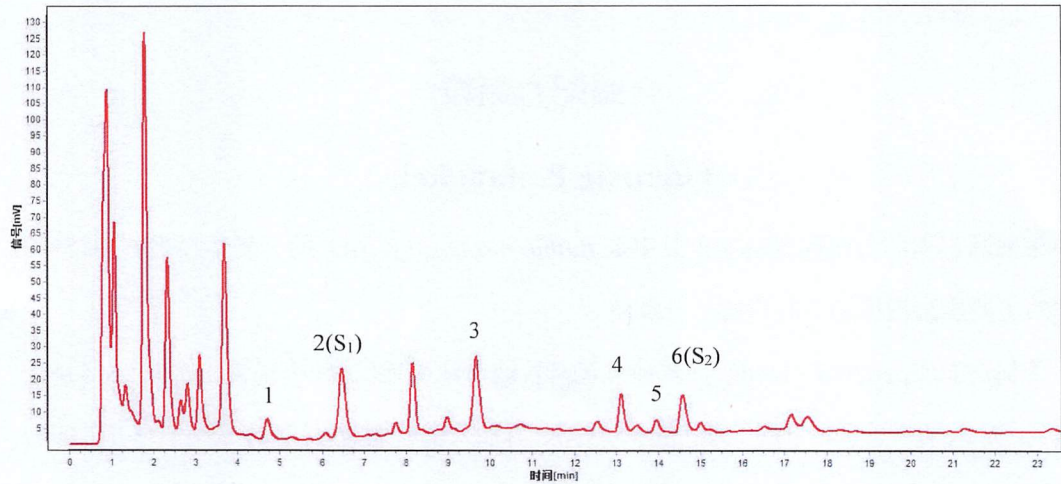
**供试品溶液的制备** 同(含量测定)项。

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

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰,并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应,其中峰 2、峰 6 应分别与酪氨酸、色氨酸对照品参照物峰保留时间相对应。与酪氨酸



酸参照物峰相对应的峰为 S<sub>1</sub> 峰，计算峰 1、峰 3 与 S<sub>1</sub> 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：0.71（峰 1）、1.53（峰 3）。与色氨酸参照物峰相对应的峰为 S<sub>2</sub> 峰，计算峰 4、峰 5 与 S<sub>2</sub> 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：0.90（峰 4）、0.96（峰 5）。



对照特征图谱

峰 1: 尿苷 峰 2 (S<sub>1</sub>): 酪氨酸 峰 6 (S<sub>2</sub>): 色氨酸

色谱柱: HSS T3, 2.1mm×100mm, 1.8μm

**【检查】重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过 10mg/kg；镉不得过 1mg/kg；砷不得过 5mg/kg；汞不得过 1mg/kg。

**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。

取本品适量，研细，取约 5g，精密称定，加入氯化钠 3g，照黄曲霉毒素测定法项下供试品的制备方法测定，计算，即得。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 不得过 5μg，黄曲霉毒素 G<sub>2</sub>、黄曲霉毒素 G<sub>1</sub>、黄曲霉毒素 B<sub>2</sub> 和黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的总量不得过 10μg。

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

**【浸出物】**照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 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 0.2%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃；

检测波长为 205nm。理论板数按酪氨酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	0	100
3~8	0→5	100→95
8~22	5→15	95→85
22~23	15	85
23~24	15→0	85→100
24~32	0	100

**对照品溶液的制备** 取酪氨酸对照品适量，精密称定，加 10%甲醇制成每 1ml 含 20 $\mu$ 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 10%甲醇 25ml，密塞，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 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 2 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含酪氨酸（C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>）应为 0.50mg~4.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.4g

**【贮藏】** 密封。



# 上海市药品监督管理局

## 上海市中药配方颗粒标准

SH-PFKL-2023002

### 蜈蚣配方颗粒

#### Wugong Peifangkeli

【来源】本品为蜈蚣科动物少棘巨蜈蚣 *Scolopendra subspinipes mutilans* L. Koch 的干燥体经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】取蜈蚣饮片 2800g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 18.0%~29.0%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为浅灰黄色至灰棕色的颗粒；气微腥，味微咸。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加稀乙醇 15ml，超声处理 15 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取蜈蚣对照药材 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 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-乙醇-冰醋酸-水（4：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 0.2%茚三酮丙酮溶液，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 以苯乙基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相 A，以 0.5%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 35 $^{\circ}$ C；检测波长为 210nm。理论板数按苯丙氨酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	0	100
10~15	0→4	100→96
15~30	4→8	96→92
30~40	8→15	92→85
40~50	15	85

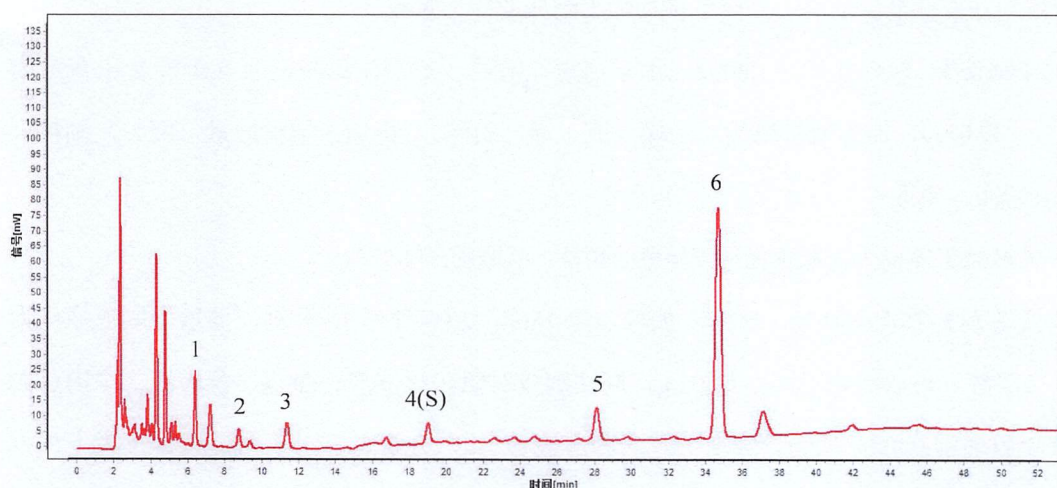
参照物溶液的制备 取蜈蚣对照药材 0.2g，加水 15ml，加热回流 60 分钟，放冷，滤过，

取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取尿苷对照品、肌苷对照品、苯丙氨酸对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 各含 20 $\mu$ 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 $\mu$ 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 4 应分别与尿苷、肌苷、苯丙氨酸对照品参照物峰保留时间相对应。与苯丙氨酸参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 5、峰 6 与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm$ 10%范围之内，规定值为：0.49（峰 2）、1.54（峰 5）、1.89（峰 6）。



对照特征图谱

峰 1：尿苷 峰 3：肌苷 峰 4（S）：苯丙氨酸

色谱柱：Eclips Plus Phenyl-Hexyl, 4.6mm $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m

**【检查】重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版通则 2321 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 10mg/kg；镉不得过 1mg/kg；砷不得过 5mg/kg；汞不得过 1mg/kg。

**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。

取本品适量，研细，取约 5g，精密称定，加入氯化钠 3g，照黄曲霉毒素测定法项下供试品的制备方法测定，计算，即得。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 不得过 5 $\mu$ g，黄曲霉毒素 G<sub>2</sub>、黄曲霉毒素 G<sub>1</sub>、黄曲霉毒素 B<sub>2</sub> 和黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 总量不得过 10 $\mu$ 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】**照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，

用乙醇作溶剂，不得少于 14.0%。

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

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.9 $\mu$ m）；以甲醇-0.3%磷酸溶液（16：84）为流动相，流速为每分钟 0.3ml；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 210nm。理论板数按色氨酸峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取色氨酸对照品适量，精密称定，加水制成每 1ml 含 15 $\mu$ 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 10%甲醇 15ml，密塞，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 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 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含色氨酸（ $C_{11}H_{12}N_2O_2$ ）应为 0.40mg~1.8mg。

**【规格】**每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.8g

**【贮藏】**密封。