

# 上海市药品监督管理局

## 上海市中药配方颗粒标准

SH-PFKL-2022001

### 炒川芎配方颗粒

#### Chaochuanxiong Peifangkeli

【来源】本品为伞形科植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 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】取炒川芎饮片 3000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 17.0%~31.0%），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；气微，味微甜。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加水 25ml，加热回流 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。另取川芎对照药材 1g，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 0.2mg 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 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-二氯甲烷-冰醋酸（8：8：1）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% 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 300nm。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（%）
0~12	9	91
12~25	9 $\rightarrow$ 19	91 $\rightarrow$ 81
25~50	19 $\rightarrow$ 40	81 $\rightarrow$ 60

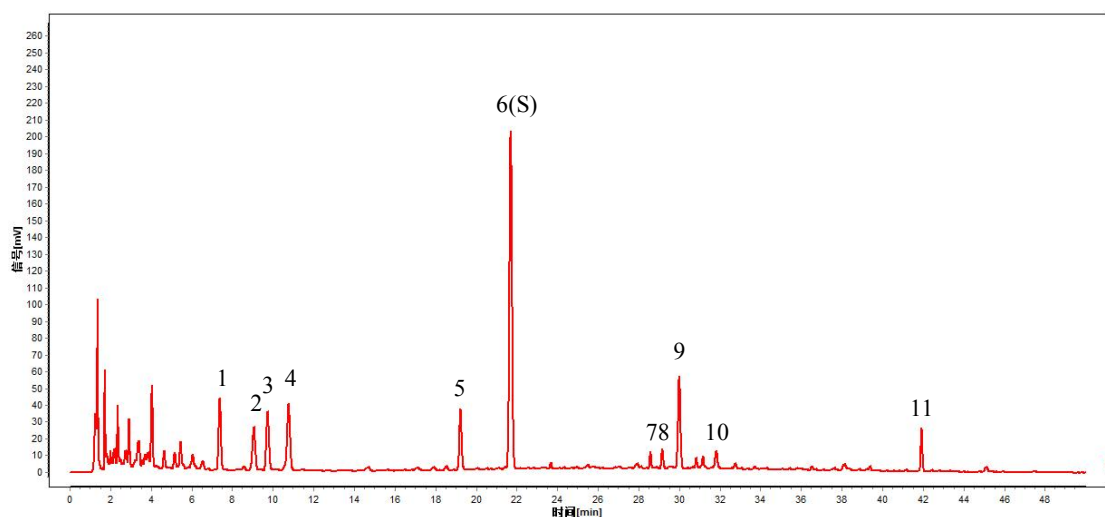
参照物溶液的制备 取川芎对照药材 0.5g，加水 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，取续

滤液，浓缩至近干，残渣加 50%甲醇 25ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取阿魏酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 50 $\mu$ 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 0.2g，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）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

供试品色谱中应呈现 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 6 应与阿魏酸对照品参照物峰保留时间相对应。与阿魏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：0.34（峰 1）、0.42（峰 2）、0.45（峰 3）、0.50（峰 4）、0.89（峰 5）、1.32（峰 7）、1.34（峰 8）、1.38（峰 9）、1.47（峰 10）、1.93（峰 11）。



对照特征图谱

峰 1：绿原酸 峰 2：隐绿原酸 峰 6 (S)：阿魏酸 峰 9：洋川芎内酯 I

**【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 1g，精密称定，加入硅藻土 2g，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 15.0%。

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

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液（15：85）为流动相；检测波长为 321nm。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 10 $\mu$ g 的溶

液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约0.1g，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，超声处理（功率1130W，频率37kHz）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10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含阿魏酸（C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>）应为1.5mg~4.5mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片3g。

**【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-2022002

### 炒椿皮配方颗粒

#### Chaochunpi Peifangkeli

**【来源】**本品为苦木科植物臭椿 *Ailanthus altissima* (Mill.) Swingle 的干燥根皮或干皮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】**取炒椿皮饮片 12000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 4.2%~8.3%），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 2g，研细，加乙醚 20ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取椿皮对照药材 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，吸取供试品溶液 15 $\mu$ l、对照药材溶液 10 $\mu$ 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（4：1）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。

**【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 254nm。理论板数按铁屎米酮峰计算应不低于 10000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	10→15	90→85
8~45	15→25	85→75
45~65	25→29	75→71

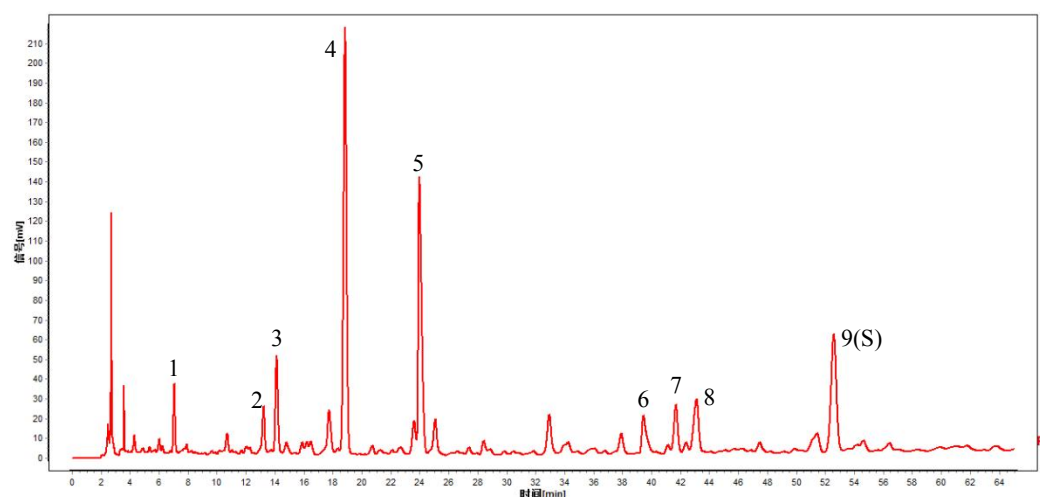
**参照物溶液的制备** 取炒椿皮对照饮片 5g，加水 50ml，加热回流 1.5 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 10%氨水溶液 25ml 使溶解，用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 25ml，合并

二氯甲烷液，挥干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照饮片参照物溶液。另取铁屎米酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 40 $\mu$ 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，加入 10%氨水溶液 25ml，振摇使溶解，用二氯甲烷提取 2 次，每次 25ml，合并二氯甲烷液，挥干，残渣用适量甲醇溶解并转移至 5ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各 10 $\mu$ 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，应与对照饮片参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应，其中峰 9 应与铁屎米酮对照品参照物峰的保留时间相对应。与铁屎米酮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 $\pm 10\%$ 之内。规定值为：0.13（峰 1）、0.25（峰 2）、0.27（峰 3）、0.36（峰 4）、0.46（峰 5）、0.75（峰 6）、0.79（峰 7）、0.82（峰 8）。



对照特征图谱

峰 1：5-羟甲基-1H-吡咯-2-甲醛 峰 4：松柏醇 峰 9（S）：铁屎米酮

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

**【浸出物】**取本品适量，研细，取约 3g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 15.0%。

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

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液（29：71）为流动相；检测波长为 360nm。理论板数按铁屎米酮峰计算应不低于 10000。

**对照品溶液的制备** 取铁屎米酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 7.5 $\mu$ g 的

溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 100W，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 20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含铁尿米酮（ $C_{14}H_8N_2O$ ）应为 0.070mg~1.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 12g。

**【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-2022003

### 高良姜配方颗粒

#### Gaoliangjiang Peifangkeli

**【来源】**本品为姜科植物高良姜 *Alpinia officinarum* Hance 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】**取高良姜饮片 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】**本品为棕色至棕褐色的颗粒；气香，味辛辣。

**【鉴别】**取本品 0.2g，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。另取高良姜对照药材 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 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯（3：1）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 220nm，其余同〔含量测定〕项。

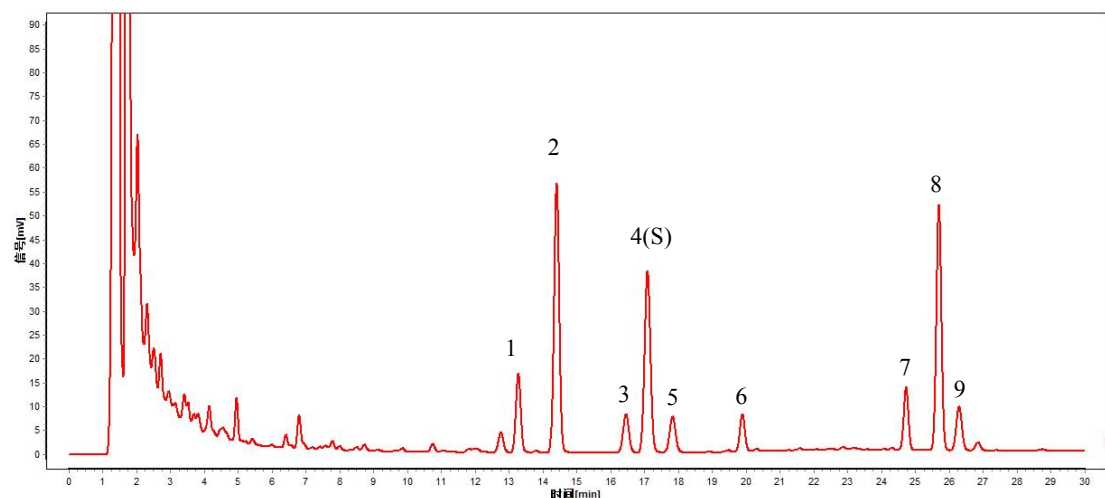
**参照物溶液的制备** 取高良姜对照药材 0.7g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，取上清液浓缩至近干，残渣加甲醇 25ml，超声处理（功率 1130W，频率 37kHz）15 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

**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 5 $\mu$ 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 4 应与高良姜素对照品参照物峰的保留时间相对应。与高良姜素参照物峰相对

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：0.78（峰1）、0.84（峰2）、0.96（峰3）、1.04（峰5）、1.16（峰6）、1.45（峰7）、1.50（峰8）、1.54（峰9）。



对照特征图谱

峰 2：二苯基庚烷 A 峰 3：乔松素 峰 4(S)：高良姜素 峰 5：山柰素

**【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 22.0%。

**【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 266nm。理论板数按高良姜素峰计算应不低于 6000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~16	33→39	67→61
16~20	39→49	61→51
20~30	49	51

**对照品溶液的制备** 取高良姜素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含25μg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（功率1130W，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5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g 含高良姜素（C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>）应为 2.2mg~7.7mg。

**【规格】** 每1g 配方颗粒相当于饮片 6g。

**【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-2022004

### 韭菜子配方颗粒

#### Jiucanzi Peifangkeli

**【来源】**本品为百合科植物韭菜 *Allium tuberosum* Rottl. ex Spreng. 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】**取韭菜子饮片 8000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 6.3%~12.5%），加入辅料适量，干燥（或干燥、粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】**本品为灰黄色至棕黄色的颗粒；气特异，味微辛。

**【鉴别】**取本品 0.5g，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 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取韭菜子对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液浓缩至约 20ml，自“用乙酸乙酯振摇提取 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 5 $\mu$ l，对照药材溶液 10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（14：4：0.5）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；以甲醇为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 257nm。理论板数按腺苷峰计算应不低于 5000。

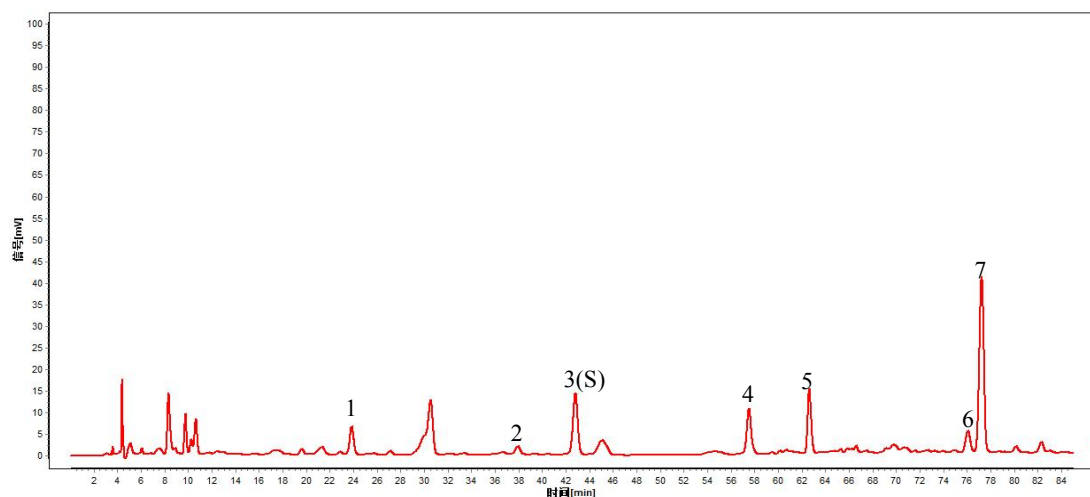
时间（分钟）	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	0	100
10~45	0→3	100→97
45~48	3	97

**参照物溶液的制备** 取韭菜子对照药材 2.0g，加水 100ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣加 30%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。另取腺苷对照品、鸟苷对照品适量，精密称定，加 30%甲醇制成每 1ml 各含 5 $\mu$ 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 10 $\mu$ 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 应分别与腺苷、鸟苷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 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：0.56（峰 1）、0.88（峰 2）、1.46（峰 5）、1.78（峰 6）、1.80（峰 7）。



对照特征图谱

峰 3(S)：腺苷 峰 4：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 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；检测波长为 257nm。理论板数按腺苷峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~4	0	100
4~12	0→8	100→92
12~13	8→60	92→40

**对照品溶液的制备** 取腺苷对照品适量，精密称定，加 30%甲醇制成每 1ml 含 5 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 30%甲醇 20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）15 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 2 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含腺苷（C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>）应为 0.50mg~2.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 8g。

**【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-2022005

### 马鞭草配方颗粒

#### Mabiancao Peifangkeli

【来源】本品为马鞭草科植物马鞭草 *Verbena officinalis* 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】取马鞭草饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.7%~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】本品为深棕色至棕褐色的颗粒；气香，味苦。

【鉴别】取本品 1g，研细，加二氯甲烷 20ml，超声处理 30 分钟，弃去二氯甲烷液，药渣加甲醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取马鞭草对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加二氯甲烷 20ml”起，同法制成对照药材溶液。再取马鞭草苷对照品和戟叶马鞭草苷对照品，加甲醇制成每 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，吸取供试品溶液和对照品溶液各 3 $\mu$ l、对照药材溶液 10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（9：2：1）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，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。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；以乙腈为流动相 A，以 0.05%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 210nm。理论板数按戟叶马鞭草苷峰计算应不低于 5000。

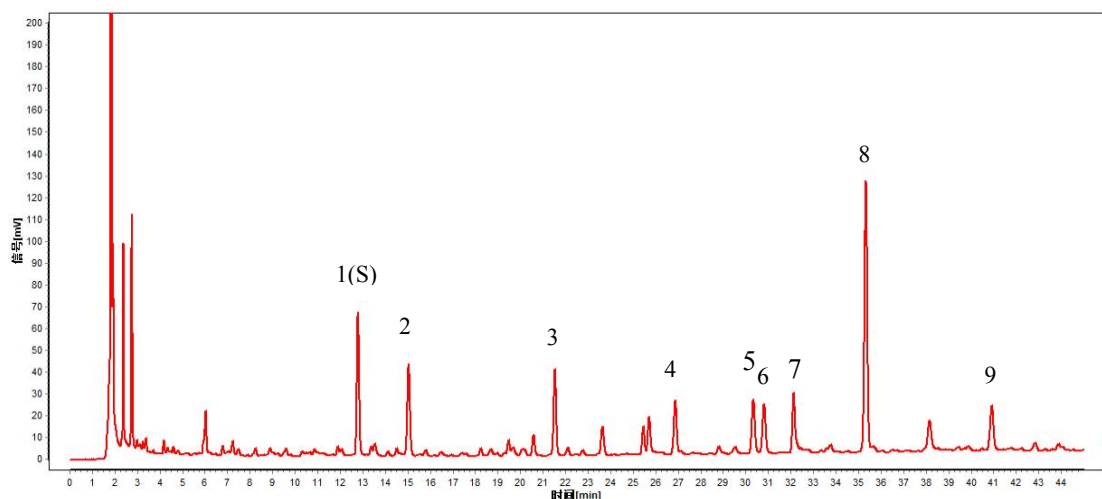
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~45	8→23	92→77

**参照物溶液的制备** 取马鞭草对照药材 1g，加水 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液浓缩至近干，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 $\mu$ 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 1 应与戟叶马鞭草苷对照品参照物峰保留时间相对应。与戟叶马鞭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：1.18（峰 2）、1.68（峰 3）、2.10（峰 4）、2.38（峰 5）、2.41（峰 6）、2.51（峰 7）、2.76（峰 8）、3.20（峰 9）。



对照特征图谱

峰 1 (S)：戟叶马鞭草苷 峰 2：马鞭草苷 峰 4：牡荆素 峰 7：毛蕊花糖苷

**【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；以乙腈-0.05%磷酸溶液（8：92）为流动相；检测波长为 235nm。理论板数按戟叶马鞭草苷峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取戟叶马鞭草苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 100 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.2g，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）10 分钟，放冷，

再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含戟叶马鞭草苷（ $C_{17}H_{24}O_{11}$ ）应为 9.0mg~50.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g。

**【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-2022006

### 毛冬青配方颗粒

#### Maodongqing Peifangkeli

【来源】本品为冬青科植物毛冬青 *Ilex pubescens* Hook. et Arn. 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】取毛冬青饮片 20000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 2.5%~5.0%），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；气微，味苦。

【鉴别】取本品 3g，研细，加无水乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取毛冬青对照药材 5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加无水乙醇 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 $\mu$ l、对照药材溶液 20 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（5：3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，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：0~18 分钟 327nm，18~60 分钟 210nm。理论板数按异绿原酸 C 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	8→16	92→84
15~25	16→20	84→80
25~29	20→24	80→76
29~37	24→28	76→72



37~46

28→39

72→61

46~60

39→70

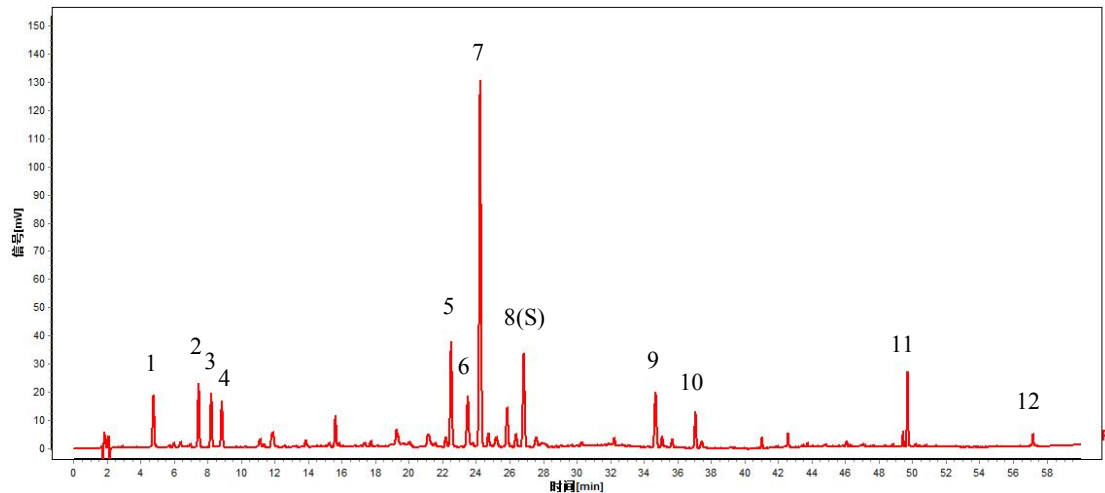
61→30

**参照物溶液的制备** 取毛冬青对照药材 1.0g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 80%甲醇 15ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取异绿原酸 C 对照品适量，精密称定，加 80%甲醇制成每 1ml 含 20 $\mu$ 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 5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 12 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应，其中峰 8 应与异绿原酸 C 对照品参照物峰的保留时间相对应。与异绿原酸 C 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：0.18（峰 1）、0.28（峰 2）、0.31（峰 3）、0.33（峰 4）、0.84（峰 5）、0.88（峰 6）、0.90（峰 7）、1.29（峰 9）、1.38（峰 10）、1.85（峰 11）、2.13（峰 12）。



对照特征图谱

峰 1：新绿原酸 峰 2：绿原酸 峰 3：隐绿原酸 峰 4：咖啡酸 峰 5：异绿原酸 B 峰 6：异绿原酸 A  
峰 8（S）：异绿原酸 C 峰 11：毛冬青皂苷 A 峰 12：冬青素 A

**【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-0.1%磷酸溶液（35：65）为流动相；检测波长为 203nm。理论板数按毛冬青皂苷 A 峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取毛冬青皂苷 A 对照品适量，精密称定，加 80%甲醇制成每 1ml 含 70 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.1g，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 1130W，频率 37kHz）15 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 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含毛冬青皂苷 A（ $C_{36}H_{56}O_{11}$ ）应为 10.0mg~100.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 20g。

**【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-2022007

### 千年健配方颗粒

#### Qiannianjian Peifangkeli

**【来源】**本品为天南星科植物千年健 *Homalomena occulta* (Lour.) Schott 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】**取千年健饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10.0%~17.0%），加入辅料适量，干燥（或干燥、粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】**本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气香，味微甜。

**【鉴别】**取本品 5g，研细，加乙酸乙酯 15ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取千年健对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加乙酸乙酯 15ml”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 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（20：4：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

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

色谱条件与系统适用性试验 同〔含量测定〕项。

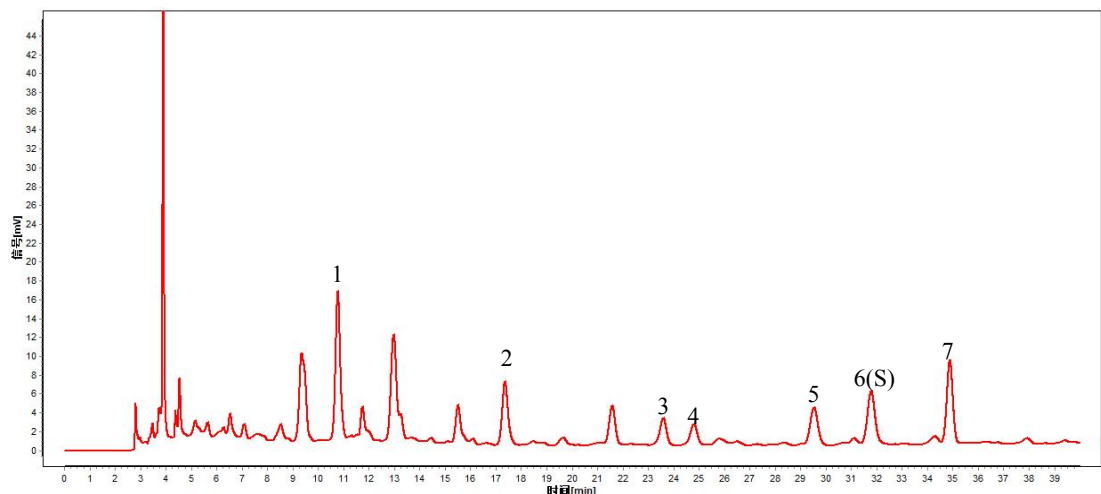
**参照物溶液的制备** 取千年健对照药材 1.0g，加水 30ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液浓缩至干，残渣加 50%甲醇 5ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

**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 $\mu$ 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 应与原儿茶酸对照品参照物峰保留时间相对应。与原儿茶酸参照物峰相对

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±10%范围之内，规定值为：0.34（峰 1）、0.54（峰 2）、0.75（峰 3）、0.78（峰 4）、0.93（峰 5）、1.10（峰 7）。



对照特征图谱

峰 6(S)：原儿茶酸

**【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 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；以甲醇为流动相 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；检测波长为 259nm。理论板数按原儿茶酸峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	5→8	95→92
10~20	8→10	92→90
20~40	10→20	90→80

**对照品溶液的制备** 取原儿茶酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 8 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40 kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品每 1g 含原儿茶酸 (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>) 应为 0.045mg~0.25mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g。

**【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-2022008

### 茜草配方颗粒

#### Qiancao Peifangkeli

【来源】本品为茜草科植物茜草 *Rubia cordifolia* L. 的干燥根和根茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】取茜草饮片 5000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 10.0%~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】本品为深棕色至棕褐色的颗粒; 气微, 味苦。

【鉴别】取本品 1g, 研细, 加甲醇 10ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液浓缩至 1ml, 作为供试品溶液。另取茜草对照药材 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。再取大叶茜草素对照品, 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 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-丙酮(4:1) 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, 在与对照药材色谱及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%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。理论板数按羟基茜草素峰计算应不低于 5000。

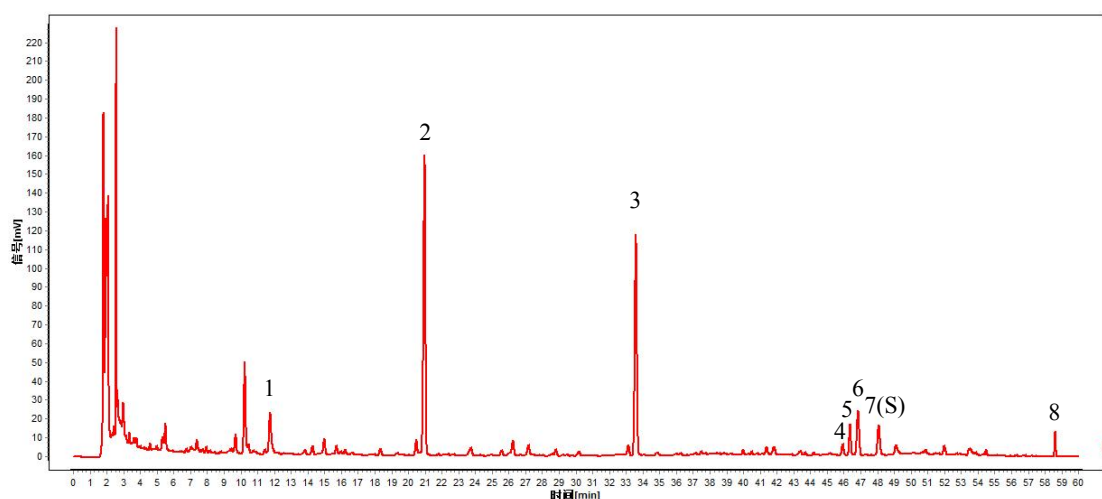
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~30	18→31	82→69
30~45	31→50	69→50
45~55	50→90	50→10
55~60	90	10

**参照物溶液的制备** 取茜草对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液浓缩至近干，残渣加 70%甲醇 25ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取羟基茜草素对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 3 $\mu$ 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 0.2g，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，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 $\mu$ 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，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 7 应与羟基茜草素对照品参照物峰保留时间相对应。与羟基茜草素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：0.24（峰 1）、0.44（峰 2）、0.70（峰 3）、0.95（峰 4）、0.96（峰 5）、0.97（峰 6）、1.22（峰 8）。



对照特征图谱

峰 4：6-羟基甲基异茜草素 峰 7（S）：羟基茜草素 峰 8：大叶茜草素

**【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】**取本品适量，研细，取约 3g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 15.0%。

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

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 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 250nm。理论板数按羟基茜草素峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~14	49	51
14~25	49→92	51→8
25~30	92	8

**对照品溶液的制备** 取羟基茜草素对照品、大叶茜草素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含羟基茜草素2 $\mu$ g、大叶茜草素1 $\mu$ 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0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）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15 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含羟基茜草素（C<sub>14</sub>H<sub>8</sub>O<sub>5</sub>）应为0.15mg~1.0mg，含大叶茜草素（C<sub>17</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>）应为0.10mg~1.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g。

**【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-2022009

### 锁阳配方颗粒

#### Suoyang Peifangkeli

**【来源】**本品为锁阳科植物锁阳 *Cynomorium songaricum* Rupr. 的干燥肉质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】**取锁阳饮片 2000g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 28.0%~50.0%),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】**本品为浅棕色至棕褐色的颗粒;气微,味甘、涩。

**【鉴别】**取本品 1g,研细,加水 10ml,浸渍 30 分钟,滤过,取滤液作为供试品溶液。另取锁阳对照药材 1g,加水 10ml,超声处理 10 分钟,滤过,取滤液作为对照药材溶液。再取脯氨酸对照品,加水制成每 1ml 含 2mg 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 2 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,以正丙醇-冰醋酸-乙醇-水(4:1:1:2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以茚哚醌试液,晾干,在 100 $^{\circ}$ 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;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 290nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 6000。

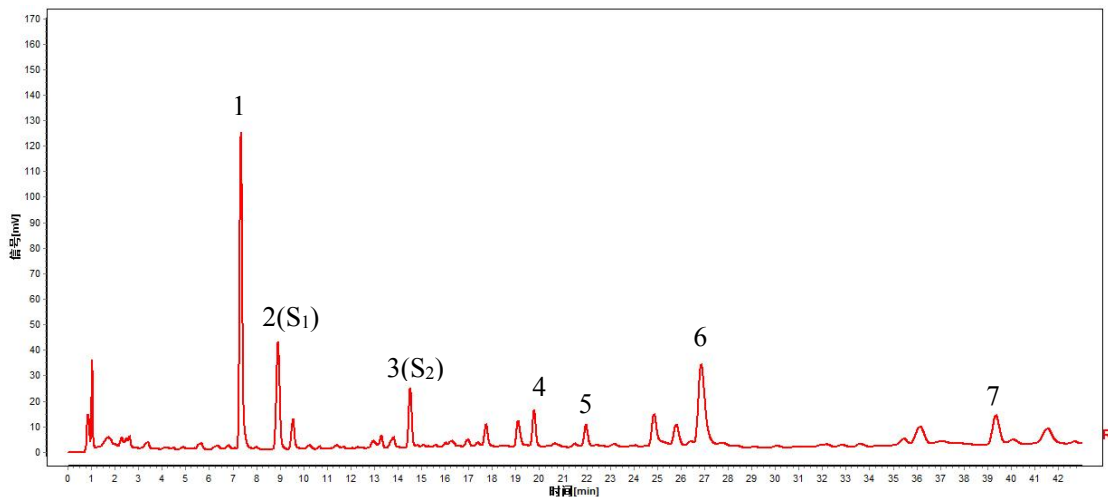
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~8	0→2	100→98
8~15	2→7	98→93
15~21	7→8	93→92
21~28	8	92

**参照物溶液的制备** 取锁阳对照药材 1.5g，加水 30ml，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 70%甲醇 5ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取没食子酸对照品、原儿茶酸对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 各含没食子酸 0.18mg、原儿茶酸 0.35mg 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，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 10ml，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，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 $\mu$ 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，并与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应，其中峰 2、峰 3 应分别与没食子酸、原儿茶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<sub>1</sub> 峰，计算峰 1 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  $\pm 10\%$  范围之内，规定值为：0.82（峰 1）；与原儿茶酸参照物峰相对应的峰为 S<sub>2</sub> 峰，计算峰 4~峰 7 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  $\pm 10\%$  范围之内，规定值为：1.36（峰 4）、1.51（峰 5）、1.85（峰 6）、2.71（峰 7）。



对照特征图谱

峰 2 (S<sub>1</sub>)：没食子酸 峰 3 (S<sub>2</sub>)：原儿茶酸 峰 6：儿茶素 峰 7：表儿茶素

**【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 1g，精密称定，加入硅藻土 2g，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-0.1%磷酸溶液（10：90）为流动相；检测波长为 280nm。理论板数按儿茶素峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取儿茶素对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含80 $\mu$ g的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约0.5g，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1130W，频率37kHz）15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 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含儿茶素（C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>）应为 0.80mg~6.0mg。

**【规格】**每 1g 配方颗粒相当于饮片 2g。

**【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-2022010

### 透骨草配方颗粒

#### Tougucao Peifangkeli

**【来源】**本品为凤仙花科植物凤仙花 *Impatiens balsamina* L. 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】**取透骨草饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 11.0%~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；气微，味苦。

**【鉴别】**取本品 1g，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。另取透骨草对照药材 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，自“加甲醇 25ml”起，同法制成对照药材溶液。再取东莨菪内酯对照品，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 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液和对照品溶液各 5 $\mu$ l、对照药材溶液 15 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（6：10：7：1.2）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；以甲醇为流动相 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；检测波长为 300nm。理论板数按东莨菪内酯峰计算应不低于 6000。

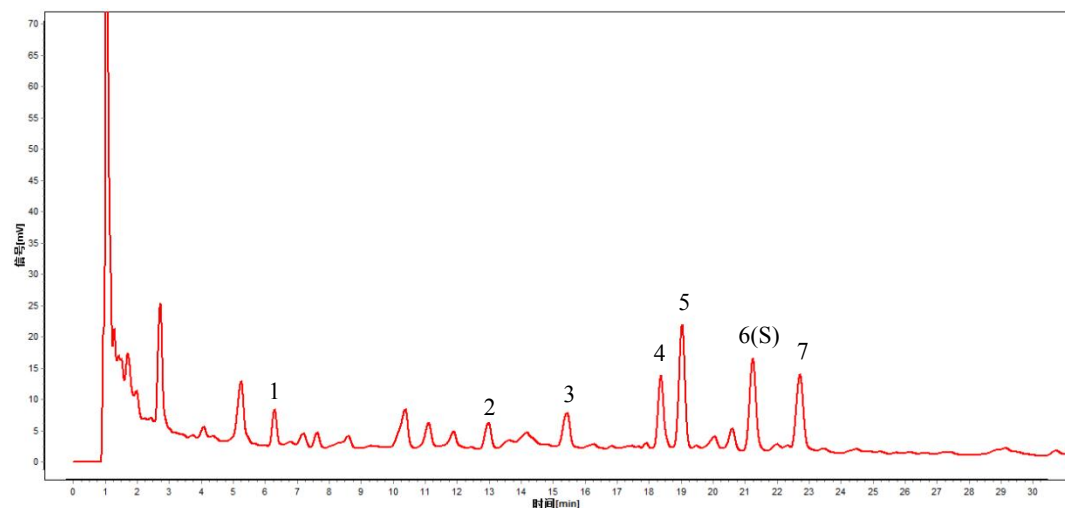
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	5→10	95→90
8~16	10→20	90→80

**参照物溶液的制备** 取透骨草对照药材 4g，加甲醇 100ml，超声处理（功率 200W，频率 59kHz）30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸至近干，残渣加甲醇 10ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取东莨菪内酯对照品、阿魏酸对照品适量，精密称定，加 20% 甲醇制成每 1ml 含东莨菪内酯 20 $\mu$ g、阿魏酸 10 $\mu$ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.8g，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 200W，频率 59kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 50ml，回收溶剂至干，残渣加甲醇适量使溶解，并转移至 5ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

**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 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、峰 7 应分别与东莨菪内酯、阿魏酸对照品参照物峰保留时间相对应。与东莨菪内酯参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1~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：0.29（峰 1）、0.61（峰 2）、0.72（峰 3）、0.86（峰 4）、0.89（峰 5）。



对照特征图谱

峰 6: 东莨菪内酯 峰 7: 阿魏酸

**【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 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；以甲醇-0.1%冰醋酸溶液（40：60）为流动相；检测波长为 345nm。理论板数按东莨菪内酯峰计算应不低于 6000。

**对照品溶液的制备** 取东莨菪内酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 25 $\mu$ g 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.6g，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 200W，频率 59kHz）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 20 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含东莨菪内酯（ $C_{10}H_8O_4$ ）应为 0.050mg~0.50mg。

**【规格】**每 1g 配方颗粒相当于饮片 5g。

**【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-2022011

### 仙茅配方颗粒

#### Xianmao Peifangkeli

**【来源】**本品为石蒜科植物仙茅 *Curculigo orchoides* Gaertn. 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】**取仙茅饮片 5000g, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 12.0%~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, 味微苦。

**【鉴别】**取本品 2g, 研细, 加乙醇 30ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 10ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取仙茅对照药材 2g, 加水 50ml, 煎煮 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣自“加乙醇 30ml”起, 同法制成对照药材溶液。再取仙茅苷对照品, 加乙醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液与对照药材溶液各 4 $\mu$ l、对照品溶液 1 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以二氯甲烷-丙酮-甲酸(5:2:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 香草醛的 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 置日光下检视。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; 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 274nm。理论板数按苔黑酚葡萄糖苷峰计算应不低于 5000。

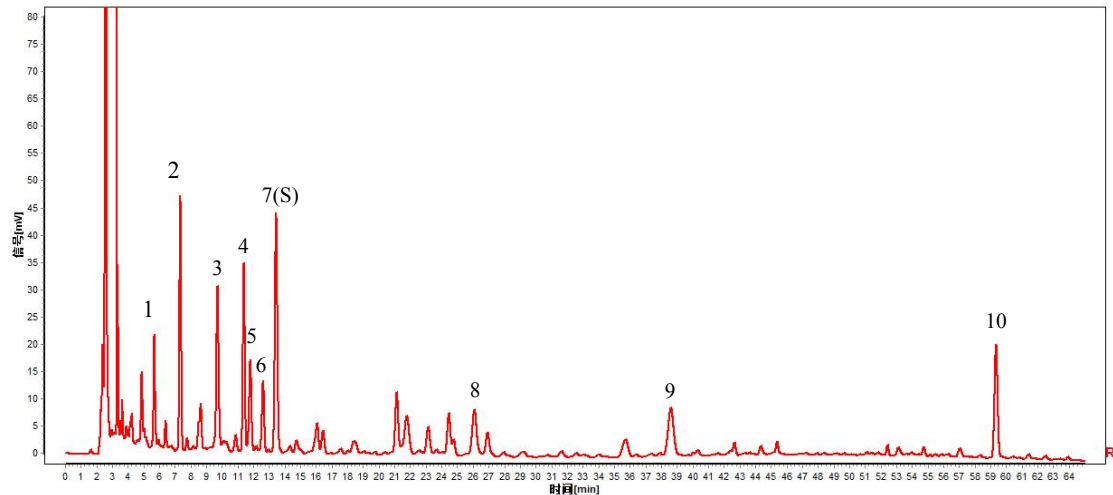
时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	5 $\rightarrow$ 7	95 $\rightarrow$ 93
10~30	7 $\rightarrow$ 10	93 $\rightarrow$ 90
30~40	10 $\rightarrow$ 14	90 $\rightarrow$ 86

**参照物溶液的制备** 取仙茅对照药材 1g，加水 50ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液浓缩至近干，残渣加 50%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。另取苔黑酚葡萄糖苷对照品、仙茅苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含苔黑酚葡萄糖苷 200 $\mu$ g、仙茅苷 40 $\mu$ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 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 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 5 $\mu$ 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，其中峰 7、峰 10 应分别与苔黑酚葡萄糖苷、仙茅苷对照品参照物峰保留时间相对应。与苔黑酚葡萄糖苷参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算峰 1~峰 6、峰 8、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：0.42（峰 1）、0.55（峰 2）、0.72（峰 3）、0.85（峰 4）、0.88（峰 5）、0.94（峰 6）、1.95（峰 8）、2.87（峰 9）。



对照特征图谱

峰 2: 5-羟甲基糠醛 峰 7 (S): 苔黑酚葡萄糖苷 峰 9: 2, 6-二甲氧基苯甲酸 峰 10: 仙茅苷

**【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；以乙腈-0.1%磷酸溶液



(19：81)为流动相；检测波长为285nm。理论板数按仙茅苷峰计算应不低于5000。

**对照品溶液的制备** 取仙茅苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含仙茅苷（ $C_{22}H_{26}O_{11}$ ）应为1.5mg~10.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片5g。

**【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-2022012

### 重楼（七叶一枝花）配方颗粒

#### Chonglou (Qiyeyizhijia) Peifangkeli

**【来源】**本品为百合科植物七叶一枝花 *Paris polyphylla* Smith var. *chinensis* (Franch.) Hara 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】**取重楼（七叶一枝花）饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 16.1%~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】**本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微苦。

**【鉴别】**取本品 1g，研细，加乙醇 10ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取重楼（七叶一枝花）对照药材 0.5g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，自“加乙醇 10ml”起，同法制成对照药材溶液。再取重楼皂苷 I 对照品、重楼皂苷 II 对照品和重楼皂苷 VII 对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 0.4mg 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 3 $\mu$ l、对照品溶液 1 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}$ C 下加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（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，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

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

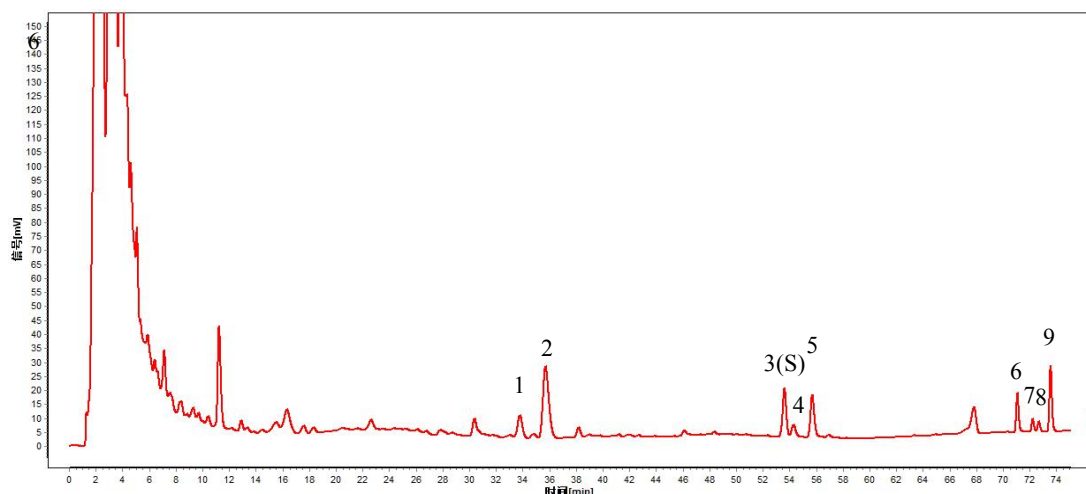
色谱条件与系统适用性试验 同（含量测定）项。

**参照物溶液的制备** 取重楼（七叶一枝花）对照药材 2g，加水 20ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 70%甲醇 4ml 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 10 $\mu$ 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 3、峰 6 和峰 9 应分别与重楼皂苷 VII、重楼皂苷 II 和重楼皂苷 I 对照品参照物峰保留时间相对应。与重楼皂苷 VII 参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算峰 1、峰 2、峰 4、峰 5、峰 7、峰 8 与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的  $\pm 10\%$  范围之内, 规定值为: 0.63 (峰 1)、0.67 (峰 2)、1.01 (峰 4)、1.04 (峰 5)、1.35 (峰 7)、1.36 (峰 8)。



对照特征图谱

峰 3(S): 重楼皂苷 VII 峰 6: 重楼皂苷 II 峰 9: 重楼皂苷 I

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

**【浸出物】**取本品适量, 研细, 取约 3g, 精密称定, 精密加入乙醇 100ml, 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定, 不得少于 15.0%。

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

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈为流动相 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 203nm。理论板数按重楼皂苷 VII 峰计算应不低于 5000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	25	75
10~20	25→30	75→70
20~30	30	70
30~40	30→35	70→65
40~45	35→40	65→60

45~55

40

60

55~75

40→60

60→40

---

**对照品溶液的制备** 取重楼皂苷 I 对照品、重楼皂苷 II 对照品和重楼皂苷 VII 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含重楼皂苷 I 80 $\mu$ g、重楼皂苷 II 50 $\mu$ g 和重楼皂苷 VII 120 $\mu$ 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 2.0g，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）60 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 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含重楼皂苷 I (C<sub>44</sub>H<sub>70</sub>O<sub>16</sub>)、重楼皂苷 II (C<sub>51</sub>H<sub>82</sub>O<sub>20</sub>)、重楼皂苷 VII (C<sub>51</sub>H<sub>82</sub>O<sub>21</sub>) 的总量应为 1.0mg~8.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g。

**【贮藏】** 密封。