

# 团体标准

## 黄芩预制煮散

Huangqinyuzhizhusan

2024-04-07 发布

2024-07-07 实施

陕西省中药协会 发布

# 目次

前言 .....	1
1 范围 .....	2
2 规范性引用文件 .....	2
3 术语和定义 .....	2
4 名称 .....	2
5 来源 .....	2
6 规范性技术要素 .....	3
7 包装 .....	4
起草说明 .....	5
1 来源 .....	5
2 制法 .....	5
3 性状 .....	5
4 鉴别 .....	5
5 检查 .....	7
6 浸出物 .....	8
7 含量测定 .....	9
8 性味与归经 .....	10
9 功能与主治 .....	10
10 用法与用量 .....	10
11 规格 .....	10
12 贮藏 .....	10
13 包装和运输 .....	10
附录 .....	11
1 药材产地选择 .....	11
2 粒度检查法 .....	11
3 剂型检查法 .....	11
4 质量波动范围 .....	11

## 前言

本文件按照 GB/T11-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由西安良农本草医药科技有限公司提出。

本文件由陕西省中药协会归口。

本文件起草单位：西安良农本草医药科技有限公司、陕西师范大学西北濒危药材资源开发国家工程实验室、陕西子小力医药科技有限公司、四川康立德医药有限公司。

本文件主要起草人：康杰芳、王喆之、王建波、雷佳、魏峰、孙冲、邹斌、仝珍、张鹏飞、盛阳、孙力、任瑜。

# 黄芩预制煮散

## 1 范围

本文件规定了黄芩预制煮散的术语和定义、名称、来源、规范性技术要素、包装和运输等要求。

本文件适用于黄芩预制煮散的质量控制和检验标准。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- (1) 《中华人民共和国药品管理法》
- (2) 《中华人民共和国中医药法》
- (3) 《中华人民共和国药典》2020 版
- (4) 《陕西省药品标准管理办法（试行）》
- (5) GB/T 6543-2008 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
- (6) YBB00172002-2015 聚/铝/聚乙烯药用复合膜、袋

## 3 术语和定义

### 3.1 中药预制煮散

中药预制煮散是以全地区（道地产地和主产区）的中药材为主要原料，运用标准化作业，饮片经调配组合、粉碎成颗粒状、搅拌混匀、机械压制、干燥等制成，并进行预包装供中医临床或制剂生产使用。

### 3.2 黄芩预制煮散

将产自道地产地及主产区的黄芩饮片经过调配组合，粉碎制成黄芩颗粒，压制成片，干燥，包装，即得。

## 4 名称

包括第一行中文名和第二行汉语拼音。命名以中药饮片名加“预制煮散”构成，中药饮片名称按照《中国药典》命名，即为黄芩预制煮散/Huangqinyuzhizhusan。

## 5 来源

产自道地产地和主产区的唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根，春、秋二季采挖，除去须根和泥沙，晒后撞去粗皮，晒干，炮制成饮片后

的加工品。

## 6 规范性技术要素

**【制法】** 取道地产地及主产区黄芩药材共 5000g，炮制成饮片，充分混匀，制成 0.5~4.0mm 的颗粒，压制(或加适宜辅料)成 1000 片(直径不超过 40mm)，干燥，即得。

**【性状】** 本品为类圆形的片，浅黄色至棕黄色，气微，味苦。

**【鉴别】** (1) 本品粉末黄色。韧皮纤维单个散在或数个成束，梭形，长 60~250 $\mu$ m，直径 9~33 $\mu$ m，壁厚，孔沟细。石细胞类圆形、类方形或长方形，壁较厚或甚厚。木栓细胞棕黄色，多角形。网纹导管多见，直径 24~72 $\mu$ m。木纤维多碎断，直径约 12 $\mu$ m，有稀疏斜纹孔。淀粉粒甚多，单粒类球形，直径 2~10 $\mu$ m，脐点明显，复粒由 2~3 分粒组成。

(2) 取本品粉末 1g，加乙酸乙酯-甲醇(3:1)的混合溶液 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，取上清液作为供试品溶液。另取黄芩对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取黄芩苷对照品，加甲醇分别制成每 1ml 含 1mg、0.5mg、0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(按中国药典 2020 版通则 0502)试验，吸取上述供试品溶液、对照药材溶液各 2 $\mu$ l 及上述对照品溶液各 1 $\mu$ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(10:3:1:2)为展开剂，预饱和 30 分钟，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，显相同颜色的斑点。

**【检查】** 水分 不得过 8.0% (按中国药典 2020 版通则 0832 第二法)

总灰分 不得过 6.0% (按中国药典 2020 版通则 2302)

脆碎度 1 分钟内从 200mm 的高度自由落体 25 次，减重不得过 3%

崩解时限 在沸水中下检查，预制煮散片完全崩解不得过 3 分钟

重量差异 限度为 $\pm$ 5% (按中国药典 2020 版通则 0101)

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法(按中国药典 2020 版通则 2201)项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，本品每 1g 含浸出物应为 490.0~600.0mg。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(按中国药典 2020 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-磷酸(47:53:0.2)为流动相；检测波长为 280nm。理论板数按黄芩苷峰计算

应不低于 2500。

**对照品溶液的制备** 取在 60℃减压干燥 4 小时的黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 60μg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品中粉约 0.3g，精密称定，加 70%乙醇 40ml，加热回流 3 小时，放冷，滤过，滤液置 100ml 量瓶中，用少量 70%乙醇分次洗涤容器和残渣，洗液滤入同一量瓶中，加 70%乙醇至刻度，摇匀。精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，本品每 1g 含黄芩苷 (C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>O<sub>11</sub>) 应为 115.0~156.0mg。

**【性味与归经】**苦，寒。归肺、胆、脾、大肠、小肠经。

**【功能与主治】**清热燥湿，泻火解毒，止血，安胎。用于湿温、暑湿，胸闷呕恶，湿热痞满，泻痢，黄疸，肺热咳嗽，高热烦渴，血热吐衄，痈肿疮毒，胎动不安。

**【用法用量】**一次 1~2 片，沸水煎煮一次，10~15 分钟。遵医嘱酌情加减。

**【规格】**每片预制煮散相当于饮片 5g。

**【贮藏】**密闭，置阴凉干燥处，防潮。

**【注意事项】**本品若有少许颗粒散落，不影响疗效。

## 7 包装和运输

### 7.1 包装

产品包装后抽真空。内包装物应符合 YBB 00172002-2015 要求。外箱应符合 GB/T 6543-2008 要求。

### 7.2 运输

运输过程中应防止日晒、雨淋、受潮、发热等。

# 起草说明

## 1 来源

本品为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根经炮制后加工制成的预制煮散（见图 1）。



图 1 原料来源

## 2 制法

中药材种植分道地产地和主产区，因产地不同而有药性和指标成份差异，且这种差异会传递至饮片，影响中医临床治疗和制剂批间质量的稳定。为减少波动，提高中医临床疗效和制剂批间一致性，需对不同产地的具有一定质量波动的合格饮片，采用适当方法调配组合。预制煮散成品的最小使用单位则需由部分道地产地和部分主产区的饮片组成。

中药煮散是中药的传统用药形式，具有溶出高、用量小、煎煮时间短的特点。本预制煮散取上述产地黄芩药材共 5000g，炮制成饮片，充分混匀，制成 0.5~4.0mm 的煮散颗粒，压制（根据饮片特性可添加辅料增强颗粒流动性和片形稳定性）成 1000 片（直径不超过 40mm），干燥，即得。

## 3 性状

将黄芩预制煮散片置于白色 A4 纸中，在自然光下观察片剂色泽和状态，根据样品的形态、色泽、气、味考察，暂定本品的性状为“浅黄色至棕黄色的片，硬度适中；气微，味苦”。附样品性状图（见图 2）。

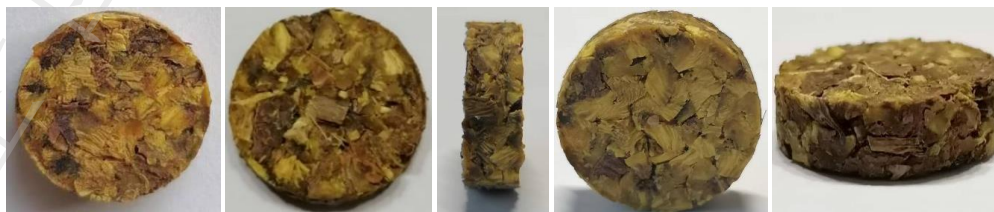


图 2 样品性状图

## 4 鉴别

根据本品的特点，参照中国药典相关内容，制定了粉末显微鉴别方法和薄层色谱鉴别方法。

#### 4.1 显微鉴别

根据样品的显微特征进行描述，详见正文，各显微特征分述如下（显微镜：OLYMPUS BX41）：（见图 3）。

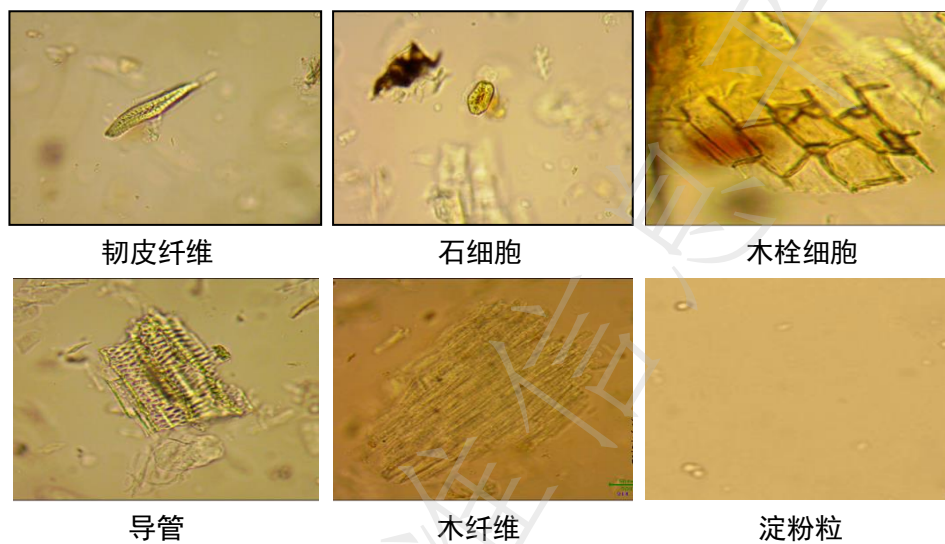
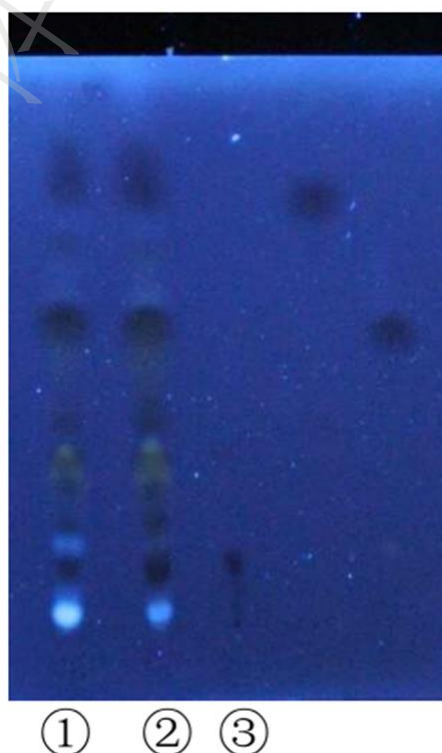


图 3 粉末显微特征图

#### 4.2 薄层鉴别

参照《中国药典》2020 年版一部黄芩项下的薄层鉴别方法进行鉴别。薄层色谱图(见图 4)：





①样品 (WPH220605203) (2 $\mu$ l) ; ②黄芩对照药材 (2 $\mu$ l) ; ③黄芩苷对照 (1 $\mu$ l)

图 4 薄层鉴别色谱图

经上述方法学验证试验, 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; 在与对照品色谱相应的位置上, 显一个相同的暗色斑点。

## 5 检查

本品由单味中药饮片粗颗粒或粗粉状物制成压制的片状型的预制煮散, 与一般中药片剂生产工艺不同。因此, 制定检查项目既考虑煮散饮片的特性, 又考虑片剂的特点, 针对本品的特征制定适宜的项目及其限度。

### 5.1 水分

所用不同产地 15 批饮片样品, 实测结果分别为 8.1%、8.0%、7.8%、7.6%、7.1%、7.0%、6.8%、6.7%、6.5%、6.5%、6.3%、5.9%、5.9%、5.6%、5.5%, 均值为 6.8%, 暂定本品水分不得过 8.0%。

实测样品三批, 平均值 6.6% (见表 1)。参照中国药典 2020 年版黄芩项下水分标准。

表 1 三批样品水分值

批号	水分 (%)	检测结果
20220713	6.1	合格
20220714	6.8	合格
20220715	7.2	合格

### 5.2 总灰分

所用不同产地 15 批饮片样品, 实测结果分别为 5.9%、5.8%、5.7%、5.7%、5.6%、5.5%、5.4%、5.4%、5.2%、5.1%、5.1%、5.0%、4.8%、4.3%、4.2%, 均值为 5.2%, 暂定本品总灰分不得过 6.0%。

实测样品三批, 平均值 5.3% (见表 2)。参照中国药典 2020 年版黄芩项下总灰分标准。

表 2 三批样品总灰分值

批号	总灰分 (%)	检测结果
20220713	5.7	合格
20220714	5.1	合格
20220715	5.2	合格

### 5.3 脆碎度

结合本品剂型特点以及多批试验的结果，制定本品的脆碎度检查方法如下：样品 1 分钟内从 200mm 的高度自由落体 25 次，测定三批，每批 6 片，要求减重不高于 3%，且不得有断裂、龟裂和粉碎的片为符合标准（见表 3）。

表 3 三批样品减重

批号	减重比例(%)	断裂、龟裂和粉碎
20220713	0.4	无
20220714	0.3	无
20220715	0.4	无

#### 5.4 崩解时限

取样品三批，每批 6 片，置于 1000ml 烧杯内，烧杯内预先装有 500ml 水浴加热至 100℃的水，所有样品规定均应在 3 分钟内自然完全崩解，如有 1 片不能完全崩解，则应另取 6 片复试，则符合规定，检查结果如下（见表 4）。

表 4 三批样品崩解时间

批号	崩解时间(分钟)	检测结果
20220713	1.0、1.1、1.1、1.2、1.2、1.3	合格
20220714	1.0、1.2、1.2、1.2、1.3、1.3	合格
20220715	1.0、1.0、1.1、1.2、1.2、1.2	合格

#### 5.5 重量差异

分别选取三批样品，每批 20 片，精密称定，根据公式计算片重差异限度。研究结果显示均符合要求，且低于其最高限度，检查结果如下（见表 5）。

表 5 三批样品重量差异

批号	平均片重(g)	片重差异范围(%)
20220713	5.0	-2.8~4.0%
20220714	4.9	-1.2~3.2%
20220715	4.9	-2.5~1.9%

## 6 浸出物

所用不同产地 15 批饮片样品，实测结果每 1g 分别为 628.4mg、612.7mg、584.4mg、583.2mg、576.1mg、572.6mg、565.0mg、557.7mg、544.0mg、542.0mg、521.6mg、507.8mg、503.8mg、453.1mg、417.2mg，均值为 544.6mg，按其平均值的±10%作为成品限度的制定幅度，以干燥品来计算含量，暂规定本品每 1g 含浸出物波动范围为 490.0~600.0mg。

照醇溶性浸出物测定法(通则 2201)项下的热浸法测定，用 70%乙醇作溶剂。

测定样品三批，平均值为533.3mg，符合规定（见表6）。

表6 三批样品浸出物(乙醇)

批号	浸出物 (mg)	检测结果
20220613	516.3	合格
20220614	534.7	合格
20220615	548.8	合格

## 7 含量测定

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-磷酸(47:53:0.2)为流动相；检测波长为 280nm，流速 1.0ml/分钟；柱温 25℃；进样量为 10 $\mu$ l。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2500。

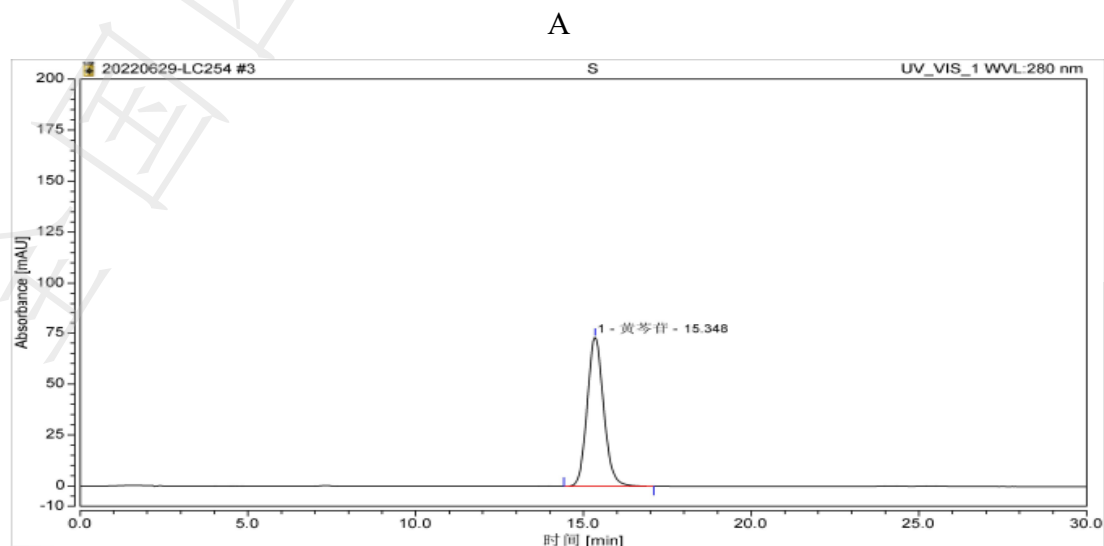
所用不同产地 15 批饮片样品，实测结果每 1g 分别为 188.6mg、177.1mg、162.1mg、155.2mg、149.0mg、145.1mg、142.0mg、134.2mg、128.5mg、125.1mg、122.2mg、115.5mg、101.1mg、95.2mg、91.1mg，均值为 135.5mg，按其平均值的  $\pm 15\%$  作为成品限度的制定幅度，以干燥品来计算含量，暂规定本品每 1g 含黄芩苷波动范围为 115.0~156.0mg。

测定三批样品，黄芩苷平均值为 128.7mg，符合规定（见表 7）

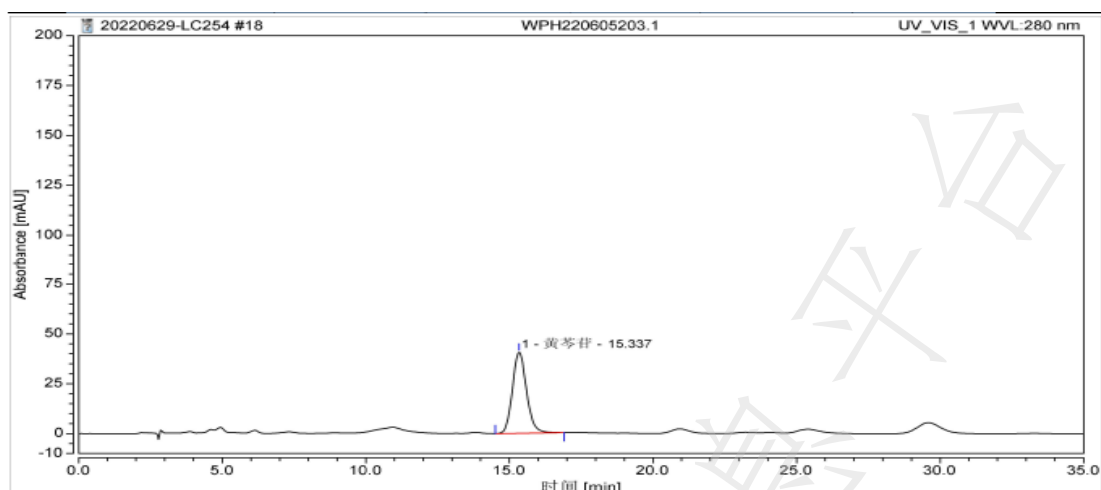
表 7 三批样品含量

批号	含量 (mg)	检测结果
20220613	115.6	合格
20220614	139.2	合格
20220615	131.4	合格

相关色谱图（见图 5）



## B



A 黄芩苷标准品图谱

B 黄芩预制煮散样品图谱

图5 黄芩预制煮散高效液相色谱图

## 8 性味与归经

参照《中国药典》2020年版一部黄芩项下规定。

## 9 功能与主治

参照《中国药典》2020年版一部黄芩项下规定。

## 10 用法与用量

参照《中国药典》2020年版一部黄芩，一次1~2片，加十倍水，沸水煎煮一次，10~15分钟。遵医嘱酌情加减。

## 11 规格

本品由5000g黄芩饮片制成1000片预制煮散，每片预制煮散相当于饮片5g。

## 12 贮藏

密闭，置阴凉干燥处，防潮。

## 13 包装和运输

### 13.1 包装

成品叠加放置，用透明真空袋包装。包装物应洁净、干燥、防潮、无污染。

### 13.2 运输

不应与农药、化肥等其他有毒、有害物质和可能污染其品质的货物混装运输。运载容器应具有较好的通气性，以保持干燥，应防雨、防潮、防污染。堆放及装卸应轻拿、轻放，避免包装破损。

## 附录

### 资料性附录

#### 1 药材产地选择

根据《中国中药区划》、《中华本草》、《金世元中药材传统鉴别经验》、《中国常用中药材》、《中药资源学》和现代研究资料等确定黄芩药材的道地产地和主产区，道地产地原药材分别从河北、山东、陕西、甘肃、山西、内蒙古等地选取；主产区原药材分别从东北、河南、宁夏、四川、安徽及其他地区选取。以上产地的黄芩药材组成黄芩预制煮散调配组合的主要材料。

#### 2 粒度检查法

称取黄芩颗粒 100g，精密称定，照粒度及粒度分布测定法（中国药典 2020 年版通则 0982 第二法）测定，置最上层 4.0mm 筛（GB/T6003.1 2012 R20）上，下层 0.5mm 筛，最下层配有密合的接收容器，筛上加盖，保持水平状态过筛，左右往返，边筛动边拍打 3 分钟。分别取不能通过 4.0mm 筛和能通过 0.5mm 筛的颗粒及粉末，称定重量，分别计算所占比例。暂定黄芩预制煮散不能通过 4.0mm 筛与能通过 0.5mm 筛的总和不得超过 15%。

#### 3 剂型检查法

##### 3.1 性状外观

本品为类圆形浅黄色至棕黄色的片，外观为立方体紧密块状，呈颗粒状，质地有疏松感、边缘呈层状结构。对压制后迅速脱模的预制煮散进行外观成型情况评价。压制脱模后成型好，3 小时后无松片、裂片、散落、脱落为合格。

##### 3.2 硬度测定

将预制煮散置 2m 的高度自由落体，观察其脱落状态，并测定自由落体前后预制煮散质量。

##### 3.3 尺寸测量

将预制煮散在未包装情况下，用游标卡尺分别于压制出模及放置 1 小时情况下测定其厚度以及直径。

#### 4 质量波动范围

一般应根据不低于 15 批样品的测定数据，确定各指标的合理范围，浸出物和指标成份的含量波动范围一般不超过均值的 $\pm 15\%$ 。