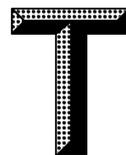


ICS 11.120.01
CCS C 23



团 体 标 准

T/CACM 1429.1—2022

精准经方质量规范 半夏泻心汤 第 1 部分：精准药材

Quality specifications of precision classic formula—Banxia xiexin tang—
Part 1: Precision Chinese materia medica

2022-11-14 发布

2022-11-14 实施

中华中医药学会 发布
中国标准出版社 出版

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—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。

本文件是 T/CACM 1429《精准经方质量规范 半夏泻心汤》的第 1 部分。T/CACM 1429 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：精准药材；
- 第 2 部分：精准饮片；
- 第 3 部分：精准煎煮。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由北京中医药大学和河北橘井药业有限公司提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：北京中医药大学、国家药品监督管理局中药监管科学研究院、中药材规范化生产教育部工程研究中心、河北橘井药业有限公司、成都中医药大学、北京市中医药研究所、中国中医科学院、湖南中医药大学、甘肃中医药大学、甘肃农业大学、北京卫仁中药饮片厂有限公司、承德恒德本草农业科技有限公司、景东光福草药资源开发有限公司、甘肃菁茂生态农业科技股份有限公司、石家庄浩大农业开发有限公司、内蒙古九禾农业科技发展有限公司、北京同仁堂兴安保健科技有限责任公司内蒙古分公司、辰风生物科技(北京)有限公司、辰风农业科技(北京)有限公司。

本文件主要起草人：魏胜利、赵婷、张媛、张林、徐裕彬、张燕玲、胡秀华、李敏、折改梅、王晶娟、李莉、詹志来、彭华胜、刘塔斯、李越峰、蔺海明、雷海民、刘凤波、韩风雨、刘济萱、祁晓娟、杨慧捷、尹光耀、陈潘、丁丽雪、唐进程、张学文、杨文发、张世雄、戚宏志、刘跃飞、秦敬波、许秀海、王永刚。

引 言

本文件为精准经方半夏泻心汤用精准药材质量规范,半夏泻心汤出自《伤寒论》,由半夏、干姜、黄芩、黄连、人参、大枣、甘草 7 味中药组成,具有寒热平调、消痞散结的功效。主治胃气不和之痞证。症见心下痞,但满而不痛,或呕吐,肠鸣下利,舌苔腻而微黄。本文件依据本草考证和现代研究证据,挖掘满足半夏泻心汤寒热平调、消痞散结药效的质量标志物,在《中华人民共和国药典》(2020 年版)规定的基础上,对精准经方半夏泻心汤用精准药材进行质量控制。

精准经方质量规范 半夏泻心汤

第 1 部分：精准药材

1 范围

本文件规定了精准经方“半夏泻心汤”用半夏、干姜、黄芩、黄连、人参、大枣和甘草 7 味精准药材的来源、性状、鉴别、检查及质量标志物含量测定的要求。

本文件适用于精准经方药材原料生产企业及饮片加工企业对精准经方“半夏泻心汤”所用精准药材进行质量评价。

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。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应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。

T/CACM 1421—2022 精准经方质量规范 通则

《中华人民共和国药典》(2020 年版一部)

《中华人民共和国药典》(2020 年版四部)

3 术语和定义

T/CACM 1421—2022 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

味连 wei lian

来源于毛茛科黄连属植物黄连 *Coptis chinensis* Franch. 的药材黄连的商品名。

4 精准经方半夏泻心汤用半夏

4.1 来源

本品为天南星科植物半夏 *Pinellia ternata* (Thunb.) Breit. 的干燥块茎。产于甘肃、湖北、河南、山东等省及其周边生态环境相似地域，于秋季采挖，洗净，除去外皮和须根，晒干。

4.2 性状

本品呈类球形，有的稍偏斜，直径 1 cm~1.6 cm，表面白色或浅黄色，顶端有凹陷的茎痕，周围密布麻点状根痕；下面钝圆，较光滑。质坚实，断面洁白，富粉性。气微，味辛辣、麻舌而刺喉。

4.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》(2020 年版一部)半夏项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

4.4 检查

4.4.1 水分及总灰分

分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)半夏项下【检查】项中水分及总灰分项执行。

4.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量

按照《中华人民共和国药典》(2020年版四部)通则 9302、0212 执行。

4.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)半夏项下【浸出物】项执行。

5 精准经方半夏泻心汤用干姜

5.1 来源

本品为姜科植物姜 *Zingiber officinale* Rosc. 的干燥根茎。产于四川、云南、浙江、广东等省及其周边生态环境相似地域,于冬季采挖,除去须根和泥沙,晒干或低温干燥。

5.2 性状

本品呈扁平块状,具指状分枝,长 3 cm~7 cm,厚 0.1 cm~0.2 cm。表面灰黄色或浅灰棕色,粗糙,具纵皱纹和明显的环节。分枝处常有鳞叶残存,分枝顶端有茎痕或芽。质坚实,断面黄白色,粉性足,内皮层环纹明显,维管束及黄色油点散在。气香特异,味辛辣。

5.3 鉴别

分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)干姜项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

5.4 检查

5.4.1 水分及总灰分

分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)干姜项下【检查】项中水分及总灰分项执行。

5.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量

按照《中华人民共和国药典》(2020年版四部)通则 9302、0212 执行。

5.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)干姜项下【浸出物】项执行。

5.6 药典指标含量测定

挥发油为精准经方半夏泻心汤用干姜的药典指标成分,按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)干姜项下【含量测定】项执行。

5.7 质量标志物含量测定

6-姜辣素($C_{17}H_{26}O_4$)、6-姜烯酚($C_{17}H_{24}O_3$)为精准经方半夏泻心汤用干姜的质量标志物。

5.7.1 6-姜辣素

含量测定方法按照 5.7.2 执行,6-姜辣素含量按照《中华人民共和国药典》(2020 年版一部)干姜项下【含量测定】项执行。

5.7.2 6-姜烯酚

本品按干燥品计算,含 6-姜烯酚不得少于 0.029%。

按照《中华人民共和国药典》(2020 年版四部)高效液相色谱法(通则 0512)测定。

色谱条件:采用 ODS C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相:水(A)-乙腈(B),梯度洗脱(0 min~30 min,65%~30% A),流速:1.0 mL·min⁻¹,柱温:25℃,紫外检测器,检查波长:220 nm(6-姜烯酚),280 nm(6-姜辣素)。

对照品溶液的制备:取 6-姜辣素、6-姜烯酚对照品适量,精密称定,加 75%甲醇制成每 1 mL 含 6-姜辣素 1.5 mg、6-姜烯酚 0.3 mg 的混合溶液,摇匀,即得。

供试品溶液的制备:取本品粉末(过三号筛)约 0.25 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加入 75%甲醇 20 mL,称定质量,超声处理 40 min,取出,放冷,再称定质量,用 75%甲醇补足减失质量,再放入离心管中,离心后取上清液,上清液过 0.25 μm 微孔滤膜,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 μL,注入液相色谱仪,测定,即得。

6 精准经方半夏泻心汤用黄芩

6.1 来源

本品为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根。产于河北、山西、山东、内蒙古等省(自治区)及其周边生态环境相似地域,于春季采挖,除去须根和泥沙,晒后撞去粗皮,晒干。

6.2 性状

本品呈圆锥形,扭曲,长 8 cm~25 cm,直径 1 cm~3 cm。表面棕黄色或深黄色,有顺纹和细皱纹,可见稀疏的疣状细根痕。质硬而脆,易折断,断面深黄色,无枯芯(习称“子芩”),具有“色深质坚”的特点。气微,味苦。

6.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》(2020 年版一部)黄芩项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

6.4 检查

6.4.1 水分及总灰分

分别按照《中华人民共和国药典》(2020 年版一部)黄芩项下【检查】项中水分及总灰分项执行。

6.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量

按照《中华人民共和国药典》(2020 年版四部)通则 9302、0212 执行。

6.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》(2020 年版一部)黄芩项下【浸出物】项执行。

6.6 质量标志物含量测定

黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)、汉黄芩苷($C_{22}H_{20}O_{11}$)为精准经方半夏泻心汤用黄芩的质量标志物。

6.6.1 黄芩苷

含量测定方法按照 6.6.2 执行,黄芩苷含量按照《中华人民共和国药典》(2020 年版一部)黄芩项下【含量测定】项执行。

6.6.2 汉黄芩苷

本品按干燥品计算,含汉黄芩苷不得少于 2.0%。

按照《中华人民共和国药典》(2020 年版四部)高效液相色谱法(通则 0512)测定。

色谱条件:ODS C_{18} 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μ m);流动相甲醇(A)-0.2%磷酸水溶液(B),按梯度洗脱,紫外检测器,检测波长:274 nm;流速:1 mL·min⁻¹;柱温:25 $^{\circ}$ C,见表 1。

表 1 黄芩苷、汉黄芩苷含量测定 HPLC 流动相洗脱梯度表

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0~10	45	55
10~55	45→70	55→30
55~60	70→45	30→55

对照品溶液的制备:取黄芩苷对照品、汉黄芩苷对照品适量,精密称定,加甲醇分别制成每 1 mL 含有黄芩苷 0.2 mg、汉黄芩苷 80 μ g 的混合溶液,摇匀,即得。

供试品溶液的制备:取黄芩药材粉末(过四号筛)0.2 g,精密称定,置于 50 mL 量瓶中,量取 45 mL 70%丙酮加入,60 $^{\circ}$ C 水浴超声 60 min,冷却,加 70%丙酮定容至刻度,过滤,精密量取续滤液 5 mL 于圆底烧瓶,旋转蒸发仪回收溶剂,残渣用甲醇溶解到 10 mL 量瓶,定容至刻度。经 0.45 μ m 滤膜过滤,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。

7 精准经方半夏泻心汤用黄连

7.1 来源

本品为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch. 的干燥根茎,习称“味连”。产于四川、重庆等省(直辖市)及其周边生态环境相似地域,于秋季采挖,除去须根和泥沙,干燥,撞去残留须根。

7.2 性状

本品多集聚成簇,常弯曲,形如鸡爪,单枝根茎长 3 cm~6 cm,直径 0.3 cm~0.8 cm。表面黄褐色,粗糙,有不规则结节状隆起、须根及须根残基,有的节间表面平滑如茎秆,习称“过桥”。粗壮坚实,断面不整齐,皮部橙红色,木部鲜黄色或橙黄色,呈放射状排列,中央髓部红黄色,偶有空心。气微,味极苦。

7.3 鉴别

分别按照《中华人民共和国药典》(2020 年版一部)黄连项下【鉴别】项味连的显微鉴别及理化鉴别

项执行。

7.4 检查

7.4.1 水分及总灰分

分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)黄连项下【检查】项中水分及总灰分项执行。

7.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量

按照《中华人民共和国药典》(2020年版四部)通则 9302、0212 执行。

7.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)黄连项下【浸出物】项执行。

7.6 药典指标含量测定

表小檗碱($C_{20}H_{17}NO_4$)为精准经方半夏泻心汤用黄连的药典指标成分,按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)黄连项下【含量测定】项的味连项执行。

7.7 质量标志物含量测定

小檗碱($C_{20}H_{17}NO_4$)、黄连碱($C_{19}H_{13}NO_4$)、巴马汀($C_{21}H_{21}NO_4$)为精准经方半夏泻心汤用黄连的质量标志物。

按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)黄连项下【含量测定】项味连含量测定项执行。

8 精准经方半夏泻心汤用人参

8.1 来源

本品为五加科植物人参 *Panax ginseng* C. A. Mey. 的干燥根和根茎。产于吉林、辽宁、黑龙江等省及其周边生态环境相似地域,于秋季采挖园参,洗净经晒干或烘干。

8.2 性状

本品主根呈纺锤形或圆柱形,长 3 cm~15 cm,直径 1 cm~2 cm。表面灰黄色,上部或全体有疏浅断续的粗横纹及明显的纵皱,下部有支根 2 条~3 条,并着生多数细长的须根,须根上常有不明显的细小疣状突出。根茎(芦头)长 1 cm~4 cm,直径 0.3 cm~1.5 cm,多拘挛而弯曲,具不定根(芦)和稀疏的凹窝状茎痕(芦碗)。质较硬,断面淡黄白色,显粉性,形成层环纹棕黄色,皮部有黄棕色的点状树脂道及放射状裂隙。香气特异,味微苦、甘。

8.3 鉴别

分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)人参项下【鉴别】项中显微鉴别及理化鉴别项执行。

8.4 检查

8.4.1 水分及总灰分

分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)人参项下【检查】项中水分及总灰分项执行。

8.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量、其他有机氯类农药残留量

重金属及有害元素、其他有机氯类农药残留量分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)人参项下【检查】项中重金属及有害元素及其他有机氯类农药残留量项执行。

二氧化硫残留量、农药残留量分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版四部)通则 9302、0212 执行。

8.5 药典指标含量测定

人参皂苷 Rg₁ (C₄₂H₇₂O₁₄)、人参皂苷 Re(C₄₈H₈₂O₁₈)、人参皂苷 Rb₁ (C₅₄H₉₂O₂₃) 为精准经方半夏泻心汤用人参的药典指标成分,按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)人参项下【含量测定】项执行。

9 精准经方半夏泻心汤用大枣

9.1 来源

本品为鼠李科植物枣 *Ziziphus jujuba* Mill. 的干燥成熟果实。产于河南、河北、山西、山东等省及其周边生态环境相似地域,于秋季果实成熟时采收,晒干。

9.2 性状

本品呈椭圆形或球形,长 2 cm~3.5 cm,直径 1.5 cm~2.5 cm。表面暗红色,略带光泽,有不规则皱纹。基部凹陷,有短果梗。外果皮薄,中果皮棕黄色或淡褐色,肉质,柔软,富糖性而油润。果核较小,长 1 cm~2.5 cm,直径 0.4 cm~1.1 cm,呈纺锤形,两端锐尖,质坚硬。气微香,味甜。

9.3 鉴别

分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)大枣项下【鉴别】项中显微鉴别及理化鉴别项执行。

9.4 检查

9.4.1 总灰分及黄曲霉毒素限量

分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)大枣项下【检查】项中总灰分及黄曲霉毒素项执行。

9.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量

按照《中华人民共和国药典》(2020年版四部)通则 9302、0212 执行

10 精准经方半夏泻心汤用甘草

10.1 来源

本品为豆科植物甘草 *Glycyrrhiza uralensis* Fisch. 的干燥根和根茎,产于内蒙古、甘肃、宁夏、新疆等省(自治区)及其周边生态环境相似地域,秋季采挖,除去须根,晒干。

10.2 性状

本品根呈圆柱形,长 25 cm~100 cm,直径 0.6 cm~3.5 cm。外皮细紧。表面红棕色、具显著的纵

皱纹、沟纹、皮孔及稀疏的细根痕。质坚实,断面略显纤维性,黄白色,粉性,形成层环明显,射线放射状,有的有裂隙。根茎呈圆柱形,表面有芽痕,断面中部有髓。气微,味甜而特殊。

10.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)甘草项下【鉴别】项显微鉴别及理化鉴别项执行。

10.4 检查

10.4.1 水分、总灰分及酸不溶性灰分

分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)甘草项下【检查】项中水分、总灰分及酸不溶性灰分项执行。

10.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量、其他有机氯类农药残留量

重金属及有害元素、其他有机氯类农药残留量分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)甘草项下【检查】项中重金属及有害元素及其他有机氯类农药残留量项执行。

二氧化硫残留量、农药残留量分别按照《中华人民共和国药典》(2020年版四部)通则 9302、0212 执行。

10.5 药典指标含量测定

甘草苷($C_{21}H_{22}O_9$)、甘草酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)为精准经方半夏泻心汤用甘草的药典指标成分,按照《中华人民共和国药典》(2020年版一部)甘草项下【含量测定】项执行。

11 精准经方半夏泻心汤用药材的质量特征要素

上述 7 种精准经方半夏泻心汤用药材的精准指标,即本文件与《中华人民共和国药典》(2020年版)差异要素见表 2。

表 2 精准经方半夏泻心汤用药材与《中华人民共和国药典》(2020年版)差异化精准要素对照表

序号	药材名称	精准指标	T/CACM 1429.1—2022	《中华人民共和国药典》(2020年版)
1	半夏	产地	甘肃、湖北、河南、山东等省及其周边生态环境相似地域	—
		采收期	秋季采挖	夏、秋二季采挖
		性状特征	直径 1 cm~1.6 cm	直径 0.7 cm~1.6 cm
2	干姜	产地	四川、云南、浙江、广东等省及其周边生态环境相似地域	—
		性状特征	断面黄白色,粉性足	断面黄白色或灰白色,粉性或颗粒性
		质量标志物含量测定	含 6-姜辣素($C_{17}H_{26}O_4$)按照《中华人民共和国药典》(2020年版)执行	不得少于 0.60%
		含 6-姜烯酚($C_{17}H_{24}O_3$)不得少于 0.029%	—	

表 2 精准经方半夏泻心汤用药材与《中华人民共和国药典》(2020 年版)差异化精准要素对照表(续)

序号	药材名称	精准指标	T/CACM 1429.1—2022	《中华人民共和国药典》(2020 年版)	
3	黄芩	产地	河北、山西、山东、内蒙古等省(自治区)及其周边生态环境相似地域	—	
		采收期	春季采挖	春、秋二季采挖	
		性状特征	有顺纹和细皱纹,可见稀疏的疣状细根痕	上部较粗糙,有扭曲的纵皱纹或不规则的网纹,下部有顺纹和细皱纹	
			断面深黄色,无枯芯,具有“色深质坚”的特点	断面黄色,中心红棕色;老根中心呈枯朽状或中空,暗棕色或棕黑色	
		质量标志物含量测定	含黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)按照《中华人民共和国药典》(2020 年版)执行	不得少于 9.0%	
含汉黄芩苷($C_{22}H_{20}O_{11}$)不得少于 2.0%	—				
4	黄连	基原	黄连 <i>Coptis chinensis</i> Franch.	黄连 <i>Coptis chinensis</i> Franch.、三角叶黄连 <i>Coptis deltoidea</i> C. Y. Cheng et Hsiao 或云连 <i>Coptis teeta</i> Wall.	
		产地	四川、重庆等省(直辖市)及其周边生态环境相似地域	—	
		性状特征	表面黄褐色,粗壮坚实,皮部橙红色	表面灰黄色或黄褐色,质硬,皮部橙红色或暗棕色	
		含量测定	药典指标	以盐酸小檗碱($C_{20}H_{18}ClNO_4$)计,含表小檗碱($C_{20}H_{17}NO_4$)按照《中华人民共和国药典》(2020 年版)执行	不得少于 0.80%
			质量标志物	含小檗碱($C_{20}H_{17}NO_4$)、黄连碱($C_{15}H_{13}NO_4$)、巴马汀($C_{21}H_{21}NO_4$)分别按照《中华人民共和国药典》(2020 年版)执行	分别不得少于 5.5%、1.6%和 1.5%
5	人参	产地	产于吉林、辽宁、黑龙江等省及其周边生态环境相似地域	—	
		药典指标含量测定	含人参皂苷 Rg_1 ($C_{42}H_{72}O_{14}$) 和人参皂苷 Re ($C_{48}H_{82}O_{18}$) 的总量、人参皂苷 Rb_1 ($C_{54}H_{92}O_{23}$) 分别按照《中华人民共和国药典》(2020 年版)执行	分别不得少于 0.30%和 0.20%	
6	大枣	产地	河南、河北、山西、山东等省及其周边生态环境相似地域	—	
		性状特征	果核较小,长 1 cm ~ 2.5 cm,直径 0.4 cm ~ 1.1 cm	—	

表 2 精准经方半夏泻心汤用药材与《中华人民共和国药典》(2020 年版)差异化精准要素对照表(续)

序号	药材名称	精准指标	T/CACM 1429.1—2022	《中华人民共和国药典》(2020 年版)
7	甘草	基原	甘草 <i>Glycyrrhiza uralensis</i> Fisch.	甘草 <i>Glycyrrhiza uralensis</i> Fisch.、胀果甘草 <i>Glycyrrhiza inflata</i> Bat. 或光果甘草 <i>Glycyrrhiza glabra</i> L.
		产地	内蒙古、甘肃、宁夏、新疆等省区及其周边生态环境相似地域	—
		采收期	秋季采挖	春、秋二季采挖
		性状特征	外皮细紧、外表面红棕色	外皮松紧不一、外表面红棕色或灰棕色
		药典指标含量测定	含甘草苷($C_{21}H_{22}O_9$)和甘草酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)按照《中华人民共和国药典》(2020 年版)执行	分别不得少于 0.50% 和 2.0%