

ICS **, ***, **
C**



团体标准

T/CACM ****—20**

精准经方“桃红四物汤”质量规范

第1部分：精准药材

Specifications of Quality of Precision Classic Formula “Taohong Siwu
Tang”

Part 1: Precision Chinese Materia Medica
(公示稿)

201x-xx-xx 发布

201x-xx-xx 实施

中华中医药学会发布

目 次

前 言.....	II
引 言.....	1
1 范围.....	2
2 规范性引用文件	2
3 术语和定义.....	2
4 精准经方桃红四物汤用当归	2
5 精准经方桃红四物汤用白芍	3
6 精准经方桃红四物汤用生地黄	4
7 精准经方桃红四物汤用桃仁	5
8 精准经方桃红四物汤用红花	6
9 精准经方桃红四物汤用川芎	7
10 精准经方桃红四物汤用药材的质量特征要素	8
附录 A （规范性附录） 生地黄毛蕊花糖苷含量测定方法.....	10

前 言

本部分按照GB/T1.1—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。

T/CACM ****—2021《精准经方“桃红四物汤”质量规范》可以分为以下几个部分：

——第1部分 精准药材；

——第2部分 精准饮片；

——第3部分 精准煎煮。

本部分是T/CACM ****—2021的第1部分。

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。

本部分由北京中医药大学和河北橘井药业有限公司提出。

本部分由中华中医药学会归口。

本部分起草单位：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、河南中医药大学、甘肃中医药大学、安徽中医药大学、庆阳市妇女儿童医院、北京卫仁中药饮片厂有限公司、甘肃菁茂生态农业科技股份有限公司、北京同仁堂兴安保健科技有限责任公司内蒙分公司、平邑明德药业有限公司、福建天人药业股份有限公司、内蒙古九禾农业科技发展有限公司、石家庄浩大农业开发有限公司、凤庆县群芳农业发展有限责任公司、陇西泽兰药材有限公司、成都百草景天中药材有限公司、河北时济堂中药材有限公司。

本部分主要起草人：魏胜利、赵婷、张媛、张林、徐裕彬、张燕玲、胡秀华、陈随清、李成义、杜守颖、金传山、雷海民、余玉萍、杨蕊菁、张旭、张世雄、秦敬波、王晓檬、许启棉、刘跃飞、戚源、蓝文彬、吴佩根、朱洪文、谢发友。

引 言

精准经方中的“经方”是指至今仍广泛应用、疗效确切、具有明显特色与优势的中医典籍所记载的古代经典名方或经典方剂，是历代医家临床经验积累的结晶，是中医药应该重点传承的精华。在《中华人民共和国中医药法》《中共中央国务院关于促进中医药传承创新发展的意见》中均提出优化基于古代经典名方等具有临床应用经验的中药新药审评技术要求，加快古代经典名方制剂的研发进度。2019 年国家药品监督管理局颁布了《古代经典名方中药复方制剂物质基准的申报资料要求（征求意见稿）》和《古代经典名方中药复方制剂申报资料要求（征求意见稿）》，上述相关文件中特别强调了传承古人的用药经验，并且实现从中药材到制剂过程的标准化，确保经典名方安全、稳定、有效、可控。

因此，今后经典名方的应用势必形成经典名方颗粒和传统饮片制备而成的汤剂、散剂、丸剂并存的局面，事实上，在经典名方颗粒剂实现标准化的基础上，传统汤剂、散剂、丸剂的规范化则显得更为迫切。近年来，在国家药品监督管理局对中药材及饮片质量飞行检查中，不合格事件屡有发生，同时，在经典名方的辨证用药、合理制备方面，也存在诸多需要标准化的环节。

精准经方系列标准借鉴精准药学理念，在整合现有研究成果基础上，编制了“精准经方”系列规范，其核心是在借鉴国家药品监督管理局发布的《古代经典名方中药复方制剂物质基准的申报资料要求（征求意见稿）》和《古代经典名方中药复方制剂申报资料要求（征求意见稿）》中有关古代经典名方制剂质量控制核心元素基础上，进一步基于中医典籍和现代研究对经方进行精准定效，同时，基于质量标志物分别制定精准药材、精准饮片的质量规范，在使用中则制定了精准汤剂、精准散剂、精准丸剂的精准制备规范，从而实现经方传统制剂从药材、饮片到剂型制备的精准化控制，从而保证其安全性和有效性，为经方的传承创新与推广奠定基础。

本规范为精准经方桃红四物汤用精准药材质量规范，桃红四物汤出自《妇科冰鉴》，由酒洗当归、酒白芍、酒洗生地黄、燀桃仁、酒洗红花、川芎 6 味中药组成，具有养血，活血，逐瘀的功效。主治血虚血瘀证。症见妇女月经不调，血多有块，色紫质粘，腹痛腹胀等。本规范依据本草考证和现代研究证据，挖掘满足桃红四物汤养血、活血、逐瘀精准药效的质量标志物，在《中华人民共和国药典》标准的基础上，对精准经方桃红四物汤用精准药材进行质量控制。

精准经方“桃红四物汤”质量规范

第 1 部分：精准药材

1 范围

本部分规定了精准经方“桃红四物汤”用当归、生地黄、白芍、桃仁、红花、川芎 6 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。

本部分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“桃红四物汤”所用精准药材进行质量评价。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅此版本适用于本文件。凡是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。

《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 ****—2021 界定的术语和定义适用于本文件。

4 精准经方桃红四物汤用当归

4.1 来源

为伞形科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 的干燥根。产于甘肃、青海等省及其周边生态环境相似地域，秋末采挖，除去须根和泥沙，待水分稍蒸发后，捆成小把，上棚，用烟火慢慢熏干。

4.2 性状

本品略呈圆柱形，下部有支根 3~5 条或更多，长 15~25cm。外表灰棕色或棕褐色，全体具纵皱纹，支根部尤多，归头顶端圆平，直径 2~4 cm，有茎叶残基，常有不显著的环形皱纹，归身略呈圆柱形，表面凹凸不平，其下生有 3~5 条或更多的归尾，归尾上粗下细，多扭曲，表面有小疙瘩状的须根痕迹。质多柔韧，断面黄白色，有裂隙，中层有浅棕色环纹，并有多数棕色油点。气清香浓厚，味甘、辛、微苦。

4.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部当归项下【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、总灰分及酸不溶性灰分

分别按照《中华人民共和国药典》一部当归项下【检查】项中水分、总灰分及酸不溶性灰分项执行。

4.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量

重金属及有害元素按照《中华人民共和国药典》一部当归下【检查】项中重金属及有害元素项执行。

二氧化硫残留量、农药残留量按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

4.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部当归项下【浸出物】项执行。

4.6 药典指标含量测定

挥发油为精准经方桃红四物汤用当归的指标成分，按照《中华人民共和国药典》一部当归项下【含量测定】项执行。

4.7 质量标志物含量测定

阿魏酸($C_{10}H_{10}O_4$)为精准经方桃红四物汤用当归的质量标志物，按照《中华人民共和国药典》一部当归项下【含量测定】项执行。

5 精准经方桃红四物汤用白芍

5.1 来源

为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的干燥根。产于浙江、安徽、四川等省及其周边生态环境相似地域，于秋季采挖，洗净，除去头尾和细根，置沸水中煮后除去外皮，晒干。

5.2 性状

呈圆柱形，平直或稍弯曲，两端平截，长 5~18 cm，直径 1.3~2.5 cm。表面类白色或淡棕红色，光洁或有纵皱纹及细根痕，偶有残存的棕褐色外皮。质坚实，不易折断，断面较平坦，类白色或微带棕红色，无白心或裂断痕，形成层环明显，射线放射状。气微，味微苦、酸。

5.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部白芍项下【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》一部白芍项下【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

重金属及有害元素、二氧化硫残留量分别按照《中华人民共和国药典》一部白芍项下【检查】项中重金属及有害元素及二氧化硫残留量项执行。

农药残留量按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

5.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部白芍项下【浸出物】项执行。

5.6 质量标志物含量测定

芍药苷 ($C_{23}H_{28}O_{11}$) 和芍药内酯苷 ($C_{23}H_{28}O_{11}$) 为精准经方桃红四物汤用白芍的质量标志物。

5.6.1 芍药苷

按照《中华人民共和国药典》一部白芍项下【含量测定】项执行。

5.6.2 芍药内酯苷

本品按干燥品计算，含芍药内酯苷不得少于 0.33%。

按照《中华人民共和国药典》四部高效液相色谱法（通则0512）测定。

色谱条件：采用 ODS C_{18} 色谱柱（250 mm × 4.6 mm，5 μ m）；以乙腈-0.1%磷酸水溶液（14：86）为流动相；检测波长为 230 nm。

对照品溶液的制备：取芍药内酯苷对照品适量，精密称定，加甲醇各制成每 1 mL 含 60 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品中粉（全部通过四号筛，其中混有能通过五号筛不超过 60% 的粉末）约 0.1 g，精密称定，置 50 mL 量瓶中，加稀乙醇 35 mL，超声处理（功率 240 W，频率 45 kHz）30 min，放冷，加稀乙醇至刻度，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 μ L，注入液相色谱仪，测定，即得。

6 精准经方桃红四物汤用生地黄

6.1 来源

本品为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的干燥块根。产于河南省及其周边生态环境相似地域的地黄。秋季采挖，药材洗净，初焙干温度以 60℃ 烘焙 28 h 后翻动药材，以 60℃ 进行二次焙干，以药材八成干为度。

6.2 性状

多呈不规则的团块状或长圆形，中间膨大，两端稍细，有的细小，长条状，稍扁而扭曲，长 6~12 cm，直径 2~6 cm。表面棕黑色或棕灰色，极皱缩，具不规则的横曲纹。体重，质较软而韧，不易折断，断面棕黄色至黑色或乌黑色，有光泽，具黏性。气微，味微甜。

6.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部地黄项下【鉴别】项中生地黄的显微鉴别项及理化鉴别项执行。

6.4 检查

6.4.1 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》一部地黄项下【检查】项中水分、总灰分及酸不溶性灰分项执行。

6.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量

分别按照《中华人民共和国药典》四部通则 9302、0212 执行。

6.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部地黄项下【浸出物】项执行。

6.6 药典指标含量测定

地黄苷D为精准经方桃红四物汤用生地黄指标成分，按照《中华人民共和国药典》一部地黄项下【含量测定】项执行。

6.7 质量标志物含量测定

梓醇（ $C_{15}H_{22}O_{10}$ ）、毛蕊花糖苷（ $C_{29}H_{36}O_{15}$ ）为精准经方桃红四物汤用生地黄的质量标志物。梓醇（ $C_{15}H_{22}O_{10}$ ）按照《中华人民共和国药典》一部地黄【含量测定】项执行。毛蕊花糖苷（ $C_{29}H_{36}O_{15}$ ）按干燥品计算，含毛蕊花糖苷不得少于 0.010%，测定方法见附录A。

7 精准经方桃红四物汤用桃仁

7.1 来源

为蔷薇科植物山桃*Prunus davidiana* (Carr.) Franch. 的干燥成熟种子。产于河北、陕西、山东等省及其周边生态环境相似地域，于夏季果实成熟时采摘，除去果肉及核壳，取出种子，晒干。

7.2 性状

呈类卵圆形，较小而肥厚，长约 0.9 cm，宽约 0.7 cm，厚约 0.5 cm，种皮红棕色或黄棕色，表面颗粒较粗而密，颗粒均匀、饱满、整齐、不破碎。一端尖，中部膨大，另端钝圆稍偏斜，边缘较薄。尖端一侧有短线形种脐，圆端有颜色略深不甚明显的合点，自合点处散出多数纵向维管束。种皮薄，子叶 2，类白色，富油性。气微，味微苦。

7.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部桃仁项下【鉴别】项中山桃仁的显微鉴别项及理化鉴别项执行。

7.4 检查

7.4.1 水分

按照《中华人民共和国药典》一部桃仁项下【检查】项中水分项执行。

7.4.2 酸败度

按照《中华人民共和国药典》一部桃仁项下【检查】项中酸败度项执行。

7.4.3 黄曲霉毒素限量

按照《中华人民共和国药典》一部桃仁项下【检查】项中黄曲霉毒素项执行。

7.4.4 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量

重金属及有害元素按照《中华人民共和国药典》一部桃仁项下【检查】项中重金属及有害元素项执行。

二氧化硫残留量、农药残留量按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

7.5 药典指标含量测定

苦杏仁苷($C_{20}H_{27}NO_{11}$)为精准经方桃红四物汤用桃仁的指标成分,按照《中华人民共和国药典》一部桃仁项下【含量测定】项执行。

8 精准经方桃红四物汤用红花

8.1 来源

为菊科植物红花 *Carthamus tinctorius* L. 的干燥花。产于新疆、河南、云南等省区及其周边生态环境相似地域,于夏季当花由黄变红时采摘,阴干或晒干。

8.2 性状

为不带子房的管状花,长 1~2 cm。表面红色。花冠筒细长,先端 5 裂,裂片呈狭条形,长 0.5~0.8 cm;雄蕊 5,花药聚合成筒状,黄白色;柱头长圆柱形,顶端微分叉。质柔软无枝刺。气微香,味微苦。

8.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部红花项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

8.4 检查

8.4.1 杂质

按照《中华人民共和国药典》一部红花项下【检查】项中杂质项执行。

8.4.2 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》一部红花项下【检查】项中水分、总灰分及酸不溶性灰分项执行。

8.4.3 重金属及有害元素、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》四部通则 9302、0212 执行。

8.4.4 吸光度

按照《中华人民共和国药典》一部红花项下【检查】项中吸光度项执行。

8.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部红花项下【浸出物】项执行。

8.6 药典指标含量测定

山柰酚（ $C_{15}H_{10}O_6$ ）、羟基红花黄色素A（ $C_{27}H_{32}O_{16}$ ）为精准经方桃红四物汤用红花的指标成分，按照《中华人民共和国药典》一部红花项下【含量测定】项执行。

9 精准经方桃红四物汤用川芎

9.1 来源

为伞形科植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 的干燥根茎。产于四川、甘肃、贵州等省及其周边生态环境相似地域，于夏季当茎上的节盘显著突出，并略带紫色时采挖，除去泥沙，晒后烘干，再去须根。

9.2 性状

为不规则结节状拳形团块，直径 4~6 cm。表面灰褐色或褐色，粗糙皱缩，有多数平行隆起的轮节，顶端有凹陷的类圆形茎痕，下侧及轮节上有多数小瘤状根痕。质坚实，不易折断，断面黄白色，油性大，散有黄棕色的油室，形成层环呈波状。气浓香，味苦、辛，稍有麻舌感，微回甜。

9.3 鉴别

分别按照《中华人民共和国药典》一部川芎项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

9.4 检查

9.4.1 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》一部川芎项下【检查】项中水分、总灰分及酸不溶性灰分项执行。

9.4.2 重金属及有害元素、二氧化硫残留量、农药残留量

分别按照《中华人民共和国药典》四部通则 9302、0212 执行。

9.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部川芎项下【浸出物】项执行。

9.6 药典指标含量测定

阿魏酸($C_{10}H_{10}O_4$)为精准经方桃红四物汤用川芎的指标成分,按照《中华人民共和国药典》一部川芎项下【含量测定】项执行。

10 精准经方桃红四物汤用药材的质量特征要素

上述 6 种精准经方桃红四物汤用药材的精准指标,即精准药材质量规范与《中华人民共和国药典》2020 年版标准差异要素见表 1。

表1 精准经方桃红四物汤用药材与《中华人民共和国药典》差异化精准要素标准对照表

序号	药材名称	精准指标		精准经方桃红四物汤精准药材质量规范	《中华人民共和国药典》2020 年版
1	当归	产地		甘肃、青海等省及其周边生态环境相似地域	/
		性状特征		根头直径 2~4 cm	根头(归头)直径 1.5~4 cm
		含量测定	药典指标	含挥发油按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 0.4% (mL/g)
			质量标志物	含阿魏酸($C_{10}H_{10}O_4$)按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 0.050%
2	白芍	产地		浙江、安徽、四川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
		加工		置沸水中煮后除去外皮	置沸水中煮后除去外皮或去皮后再煮
		性状特征		无白心或裂断痕, 直径 1.3 ~ 2.5 cm	直径 1 ~ 2.5 cm
		质量标志物含量测定		含芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)按照《中华人民共和国药典》执行	不得低于 1.6%
				含芍药内酯苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)不得低于 0.33%	/
3	生地黄	产地		河南省等地及其周边生态环境相似地域	/
		加工		初焙干温度以 60℃烘焙 28 h后翻动药材, 以 60℃进行二次焙干, 以药材八成干为度	/

表1 精准经方桃红四物汤用药材与《中华人民共和国药典》差异化精准要素标准对照表

(续)

序号	药材名称	精准指标		精准经方桃红四物汤精准药材质量规范	《中华人民共和国药典》2020 年版
3	生地黄	含量测定	药典指标	含地黄苷D（C ₂₇ H ₄₂ O ₂₀ ）按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 0.10%
			质量标志物	含梓醇（C ₁₅ H ₂₂ O ₁₀ ）按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 0.20%
				含毛蕊花糖苷（C ₂₉ H ₃₆ O ₁₅ ）不得少于0.010 %	/
4	桃仁	基原		山桃 <i>Prunus davidiana</i> （Carr.）Franch.	桃 <i>Prunus persica</i> （L.）Batsch或山桃 <i>Prunus davidiana</i> （Carr.）Franch.
		产地		河北、陕西、山东等省及其周边环境相似地域	/
		性状特征		表面颗粒较粗而密，颗粒均匀、饱满、整齐、不破碎	/
		药典指标含量测定		含苦杏仁苷（C ₂₀ H ₂₇ NO ₁₁ ）按照《中华人民共和国药典》执行	不得低于 2.0%
5	红花	产地		新疆、河南、云南等省区及其周边环境相似地域	/
		药典指标含量测定	含山柰酚（C ₁₅ H ₁₀ O ₆ ）按照《中华人民共和国药典》 执行	不得少于 0.050%	
			含羟基红花黄色素 A（C ₂₇ H ₃₂ O ₁₆ ）按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 1.0%	
6	川芎	产地		四川、甘肃、贵州等省及其周边环境相似地域	/
		性状特征	断面黄白色		断面黄白色或灰黄色
			直径 4~6 cm，油性大		直径 2~7 cm
		药典指标含量测定		含阿魏酸（C ₁₀ H ₁₀ O ₄ ）按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 0.10%

附录 A

（规范性附录）

生地黄毛蕊花糖苷含量测定方法

毛蕊花糖苷为精准经方桃红四物汤用生地黄的质量标志物，本品按干燥品计算，含毛蕊花糖苷（ $C_{29}H_{36}O_{15}$ ）不得少于 0.010%。

色谱条件与系统适用性试验：采用 ODS C_{18} 色谱柱（4.6 mm×250 mm，5 μ m）；以乙腈-0.1% 醋酸水溶液（16：84）为流动相；检测波长为 334 nm。理论塔板数按毛蕊花糖苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液制备：取毛蕊花糖苷对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1 mL 含 10 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液制备：取本品最粗粉约 2 g，精密称定，置圆底烧瓶中，精密加入甲醇 100 mL，称定重量，加热回流 30 min，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 50 mL，减压回收溶剂近干，残渣用流动相溶解，转移至 10 mL 量瓶中，加流动相至刻度，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 μ L，注入液相色谱仪，测定，即得。