

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



团体标准

精准经方“当归六黄汤”质量规范

第2部分：精准饮片

Specifications of Quality of Precision Classic Formula “Danggui Liu Huang Tang”

Part 2: Precision Decoction Pieces

(公示稿)

20**-**-**发布

20**-**-**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 精准经方当归六黄汤用当归饮片	2
5 精准经方当归六黄汤用生地黄饮片	3
6 精准经方当归六黄汤用熟地黄饮片	4
7 精准经方当归六黄汤用黄芩饮片	5
8 精准经方当归六黄汤用黄连饮片	6
9 精准经方当归六黄汤用黄柏饮片	7
10 精准经方当归六黄汤用黄芪饮片	8
11 精准经方当归六黄汤用饮片的质量特征要素	9
附录 A （规范性附录） 熟地黄毛蕊花糖苷含量测定方法.....	11

前 言

本部分按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第2部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

T/CACM ****—2021年《精准经方“当归六黄汤”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年的第2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、北京市中医药研究所、甘肃中医药大学、河南中医药大学、北京中医药大学继续教育学院、北京卫仁中药饮片厂有限公司。

本部分主要起草人：张媛、魏胜利、赵婷、徐裕彬、张燕玲、张林、胡秀华、李莉、李成义、陈随清、王晶娟、苑祯、彭博扬、吴琪、陈紫军、张旭。

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。

本规范为精准经方当归六黄汤用精准饮片质量规范，当归六黄汤出自金代医学家李东垣的《兰室秘藏》，由当归、生地黄、熟地黄、黄芩、黄连、黄柏、黄芪 7 味中药组成，具有滋阴泻火、固表止汗的功效。主治阴虚火旺所致的盗汗，发热盗汗，面赤心烦，口干唇燥，大便干结，小便黄赤，舌红苔黄，脉数。本规范依据本草考证和现代研究证据，挖掘满足当归六黄汤滋阴泻火、固表止汗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，对精准经方当归六黄汤用精准饮片进行质量控制。

精准经方“当归六黄汤”质量规范

第 2 部分：精准饮片

1 范围

本部分规定了精准经方“当归六黄汤”用当归、生地黄、熟地黄、黄连、黄芩、黄柏、黄芪 7 味精准饮片的来源、炮制、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饮片生产企业及使用机构对精准经方“当归六黄汤”所用精准饮片进行质量评价。

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 精准经方当归六黄汤用当归饮片

本品为精准经方当归六黄汤专用当归【T/CACM ****—2021】的炮制品。

4.1 炮制

按照《中华人民共和国药典》一部当归饮片项下【炮制】项执行。

4.2 性状

呈类圆形、椭圆形纵切薄片，厚 0.1~0.2 cm。外表皮浅棕色至棕褐色。切面浅棕黄色或黄白色，平坦，有裂隙，中间有浅棕色的形成层环，并有多数棕色的油点，香气浓郁，味甘、辛、微苦。

4.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部当归饮片项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

4.4 检查

4.4.1 药屑及杂质

按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

4.4.2 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》一部当归饮片项下【检查】项中水分、总灰分及酸不溶性灰分项执行。

4.4.3 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》一部当归饮片项下【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。

4.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部当归饮片项下【浸出物】项执行。

4.6 药典指标含量测定

挥发油为精准经方当归六黄汤专用当归饮片的药典指标成分，按照《中华人民共和国药典》一部当归饮片项下【含量测定】项执行。

4.7 质量标志物含量测定

阿魏酸（ $C_{10}H_{10}O_4$ ）为精准经方当归六黄汤专用当归饮片的质量标志物。按照《中华人民共和国药典》一部当归饮片项下【含量测定】项执行。

5 精准经方当归六黄汤用生地黄饮片

本品为精准经方当归六黄汤专用生地黄【T/CACM ****—2021】的炮制品。

5.1 炮制

按照《中华人民共和国药典》一部地黄饮片项下【炮制】项执行。

5.2 性状

本品呈类圆形或不规则的厚片。外表皮棕黑色或棕灰色，极皱缩，具不规则的横曲纹。切面棕黄色至黑色或乌黑色，有光泽，具黏性。气微，味微甜。

5.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部地黄饮片项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

5.4 检查

5.4.1 药屑及杂质

按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

5.4.2 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》一部地黄饮片项下【检查】项中水分、总灰分及酸不溶性灰分项执行。

5.4.3 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。

5.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部地黄饮片项下【浸出物】项执行。

5.6 药典指标含量测定

地黄苷 D ($C_{27}H_{42}O_{20}$) 为精准经方当归六黄汤专用生地黄饮片的药典指标成分，按照《中华人民共和国药典》一部地黄饮片项下【含量测定】项执行。

5.7 质量标志物含量测定

梓醇 ($C_{15}H_{22}O_{10}$) 为精准经方当归六黄汤专用生地黄饮片的质量标志物。按照《中华人民共和国药典》一部地黄饮片项下【含量测定】项执行。

6 精准经方当归六黄汤用熟地黄饮片

本品为精准经方当归六黄汤专用生地黄【T/CACM ****—2021】的炮制品。

6.1 炮制

浸润 1 h，浸润水量 0.2 L/kg，蒸制 3 h，切厚片，干燥，即得。

6.2 性状

为不规则的块片、碎块，大小、厚薄不一。表面乌黑色，有光泽，黏性大。质柔软而带韧性，不易折断，断面乌黑色，有光泽。气微，味甜。

6.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部熟地黄项下理化鉴别项执行。

6.4 检查

6.4.1 药屑及杂质

按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

6.4.2 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》一部熟地黄项下【检查】项中水分、总灰分及酸不溶性灰分项执行。

6.4.3 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。

6.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部熟地黄项下【浸出物】项执行。

6.6 药典指标含量测定

地黄苷 D ($C_{27}H_{42}O_{20}$) 为精准经方当归六黄汤专用熟地黄的药典指标成分, 按照《中华人民共和国药典》一部熟地黄项下【含量测定】项执行。

6.7 质量标志物含量测定

毛蕊花糖苷 ($C_{29}H_{36}O_{15}$) 为精准经方当归六黄汤专用熟地黄的质量标志物。本品按干燥品计算, 含毛蕊花糖苷不得少于 0.010 %。测定方法见附录 A。

7 精准经方当归六黄汤用黄芩饮片

本品为精准经方当归六黄汤专用黄芩【T/CACM ****—2021】的炮制品。

7.1 炮制

按照《中华人民共和国药典》一部黄芩饮片项下【炮制】项执行。

7.2 性状

本品为类圆形或不规则形薄片, 厚0.1~0.2 cm。外表皮黄棕色或棕褐色。切面黄棕色或黄绿色, 具放射状纹理。

7.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部黄芩饮片项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

7.4 检查

7.4.1 药屑、杂质及水分

按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 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

分别按照《中华人民共和国药典》四部通则 9302、0212 执行。

7.5 质量标志物含量测定

黄芩苷（ $C_{21}H_{18}O_{11}$ ）为精准经方当归六黄汤专用黄芩饮片的质量标志物。按照《中华人民共和国药典》一部黄芩饮片项下【含量测定】项执行。

8 精准经方当归六黄汤用黄连饮片

本品为精准经方当归六黄汤专用黄连【T/CACM ****—2021】的炮制品。

8.1 炮制

按照《中华人民共和国药典》一部黄连饮片项下【炮制】项执行。

8.2 性状

本品呈不规则的薄片，厚0.1~0.2cm。外表皮灰黄色或黄褐色，粗糙，有细小的须根。切面或碎断面鲜黄色或红黄色，具放射状纹理，气微，味极苦。

8.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部黄连饮片项下黄连片【鉴别】项中理化鉴别项执行。

8.4 检查

8.4.1 药屑及杂质

按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

8.4.2 水分及总灰分

分别按照《中华人民共和国药典》一部黄连饮片项下黄连片【检查】项中水分及总灰分项执行。

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。

8.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部黄连饮片项下黄连片【浸出物】项执行。

8.6 药典指标含量测定

黄连碱（ $C_{19}H_{13}NO_4$ ）、表小檗碱（ $C_{20}H_{17}NO_4$ ）、巴马汀（ $C_{21}H_{21}NO_4$ ）为精准经方当归六黄汤专用黄连饮片的药典指标成分，按照《中华人民共和国药典》一部黄连饮片项下黄连片【含量测定】项执行。

8.7 质量标志物含量测定

小檗碱（ $C_{20}H_{17}NO_4$ ）为精准经方当归六黄汤专用黄连饮片的质量标志物。按照《中华人民共和国药典》一部黄连饮片项下黄连片【含量测定】项执行。

9 精准经方当归六黄汤用黄柏饮片

本品为精准经方当归六黄汤专用黄柏【T/CACM ****—2021】的炮制品。

9.1 炮制

按照《中华人民共和国药典》一部黄柏饮片项下【炮制】项执行。

9.2 性状

呈丝条状，厚0.2~0.4cm，无栓皮。外表面黄褐色或黄棕色；内表面暗黄色或淡棕色，具细密的纵棱纹。体轻，质硬，断面纤维性，呈裂片状分层，深黄色。气微，味极苦，嚼之有黏性。

9.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部黄柏饮片项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

9.4 检查

9.4.1 药屑及杂质

按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

9.4.2 水分及总灰分

分别按照《中华人民共和国药典》一部黄柏饮片项下【检查】项中水分及总灰分项执行。

9.4.3 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。

9.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部黄柏饮片项下【浸出物】项执行。

9.6 药典指标含量测定

黄柏碱（ $C_{20}H_{23}NO_4$ ）为精准经方当归六黄汤专用黄柏饮片的药典指标成分，按照《中华人民共和国药典》一部黄柏饮片项下【含量测定】项执行。

9.7 质量标志物含量测定

小檗碱（ $C_{20}H_{17}NO_4$ ）为精准经方当归六黄汤专用黄柏饮片的质量标志物。按照《中华人民共和国药典》一部黄柏饮片项下【含量测定】项执行。

10 精准经方当归六黄汤用黄芪饮片

本品为精准经方当归六黄汤专用黄芪【T/CACM ****—2021】的炮制品。

10.1 炮制

按照《中华人民共和国药典》一部黄芪饮片项下【炮制】项执行。

10.2 性状

呈类圆形或椭圆形的厚片，厚度0.2~0.4cm。外表皮黄白色至淡棕褐色，可见纵皱纹或纵沟。切面皮部黄白色，木部淡黄色，有放射状纹理及裂隙，有的中心偶有枯朽状，黑褐色或呈空洞。气微，味微甜，嚼之有豆腥味。

10.3 鉴别

按照《中华人民共和国药典》一部黄芪饮片项下【鉴别】项中显微鉴别项及理化鉴别项执行。

10.4 检查

10.4.1 药屑及杂质

按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

10.4.2 水分及总灰分

分别按照《中华人民共和国药典》一部黄芪饮片项下【检查】项中水分及总灰分项执行。

10.4.3 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》一部黄芪饮片项下【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、农药残留量按照《中华人民共和国药典》四部通则 0212 执行。

10.5 浸出物

按照《中华人民共和国药典》一部黄芪饮片项下【浸出物】项执行。

10.6 药典指标含量测定

黄芪甲苷（ $C_{41}H_{68}O_{14}$ ）、毛蕊异黄酮葡萄糖苷（ $C_{22}H_{22}O_{10}$ ）为精准经方当归六黄汤专用黄芪饮片的药典指标成分，按照《中华人民共和国药典》2020 年版一部黄芪饮片项下【含量测定】项执行。

11 精准经方当归六黄汤用饮片的质量特征要素

上述精准经方当归六黄汤 7 种专用饮片的精准指标，即专用饮片团体标准与《中华人民共和国药典》标准差异部分要素，见表 1。

表 1 精准经方当归六黄汤用饮片与《中华人民共和国药典》差异化精准要素标准对照表

序号	饮片名称	精准指标		精准经方当归六黄汤精准饮片质量规范	《中华人民共和国药典》2020 年版
1	当归	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% ($mg \cdot L^{-1}$)
			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	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%
3	熟地黄	炮制		浸润 1 h，浸润水量 0.2 L/kg，蒸制 3 h，切厚片，干燥，即得	取生地黄，照蒸法（《中华人民共和国药典》2020 年版一部通则 0213）蒸至黑润，取出，晒至约八成干时，切厚片或块，干燥，即得
		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 0.050 %
			质量标志物	含毛蕊花糖苷（ $C_{29}H_{36}O_{15}$ ）不得少于 0.010 %	/
4	黄芩	炮制		除去杂质，蒸半小时，取出，切 1~2 mm 薄片，干燥（注意避免暴晒）	除去杂质，置沸水中煮 10 分钟，取出，闷透，切薄片，干燥；或蒸半小时，取出，切薄片，干燥（注意避免暴晒）
		质量标志物		含黄芩苷（ $C_{21}H_{18}O_{11}$ ）按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 8.0%

表 1 精准经方当归六黄汤用饮片与《中华人民共和国药典》差异化精准要素标准对照

表 (续)

5	黄连	含量测定	药典指标	含表小檗碱 ($C_{20}H_{17}NO_4$)、黄连碱 ($C_{19}H_{13}NO_4$) 和巴马汀 ($C_{21}H_{21}NO_4$) 总量按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 3.3%
			质量标志物	含小檗碱 ($C_{20}H_{17}NO_4$) 按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 5.0%
6	黄柏	性状特征		无栓皮	/
		含量测定	药典指标	含黄柏碱以盐酸黄柏碱 ($C_{20}H_{23}NO_4 \cdot HCl$) 计, 按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 0.34%
			质量标志物	含小檗碱以盐酸小檗碱 ($C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$) 计, 按照《中华人民共和国药典》执行	不得少于 3.0%
7	黄芪	含量测定	药典指标	含黄芪甲苷 ($C_{41}H_{68}O_{14}$)、毛蕊异黄酮葡萄糖苷 ($C_{22}H_{22}O_{10}$) 分别按照《中华人民共和国药典》执行	分别不得少于 0.080% 和 0.020%

附录 A

（规范性附录）

熟地黄毛蕊花糖苷含量测定方法

毛蕊花糖苷为精准经方当归六黄汤专用熟地黄饮片的质量标志物，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%。

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。