

国家药品标准技术规范

# 国家药品标准工作手册

---

(第四版)

国家药典委员会 编

中国医药科技出版社

国家药品标准技术规范

# 国家药品标准工作手册

(第四版)

国家药典委员会 编

中国医药科技出版社

## 编纂工作委员会

---

主任	王立丰	张伟		
副主任	刘沛	周福成	王平	钱忠直
委员	张伯礼	何铭新	凌大奎	罗卓雅
	王军志	石上梅	李慧义	郭中平
	刘兴昌	任重远		

## 本版主要编审人员

### 中药标准

主编 钱忠直

审定 钱忠直 张伯礼 石上梅 李蒙蒙 宋宗华

编审 (按姓氏笔画排序)

于江泳	于妮娜	王旭	石上梅	白晓菊	冯丽
吕归宝	朱红宏	刘兴昌	江英桥	李振国	李萍
李蒙蒙	肖伟	肖新月	沈平娘	宋宗华	张卫东
张小茜	张立群	张志芬	张伯礼	张保献	张清波
张满来	陆惠文	林瑞超	明全忠	罗跃华	季申
季绍良	周富荣	周福成	郝博	侯世祥	祝明
贾天柱	钱忠直	倪龙	徐丽华	高其品	高学敏
郭伟	黄美声	梁茂新	屠鹏飞	鲁静	谢培山
翟为民					

### 化学药品标准

主编 王平

审定 王平 何铭新 凌大奎 罗卓雅 李慧义 张筱红  
韩鹏

编审 (按姓氏笔画排序)

王平	王祥	王绯	王志军	王鲁平	刘菱
许华玉	孙吉令	孙苓苓	杨仲元	李慧义	何铭新
余立	张仕斌	张启明	张培培	张筱红	陈坚行
陈桂良	陈镇生	罗卓雅	金有豫	周怡	周元瑶
周立春	周素文	周帼雄	胡昌勤	姜典卓	洪利娅
袁雯玮	夏军平	徐连连	高立勤	凌大奎	韩鹏

# 生物制品标准

主编 王 平

审定 王 平 郭中平 余 清 王军志

编审 (按姓氏笔画排序)

王军志 王国治 王晓娟 尹红章 史久华 任跃明

向建之 余 清 张效群 洪小栩 郭中平 郭盛洪

曹 琰 章以浩 董关木 程雅琴

## 标准相关工作规范

(国家药品标准物质研制技术要求)

审定 钱忠直 程翼宇 马双成

编审 (按姓氏笔画排序)

马双成 沈 琦 林文翰 尚 悦 果德安 庾石山

屠鹏飞 韩 鹏 程翼宇 谢志洁 戴 忠

# 前 言

## FOREWORD

为指导和规范国家药品标准的研究、起草、修订复核及审定工作，我委曾于1988年4月、1992年8月、1999年6月先后编制出版了《国家药品标准工作手册》。该手册出版发行以来，对实现国家药品标准的科学化、规范化发挥了十分重要的作用，也深受广大药学工作者的欢迎。根据药品标准化工作的需要，结合近些年来我国药品质量标准工作的实际，我委决定重新编制出版该书，作为国家药品标准技术规范的重要内容之一，本书主要收载了国家药品标准研究制定与应用的技术要求、指导原则；标准正文各论编写细则；起草说明编写细则，还包括了《中国药典注释》编写细则；《临床用药须知》编写原则和细则；《中国药典》英文版编译细则；中国药品通用名称命名原则等。为规范质量标准的起草、复核工作，本书还收载了国家药品标准起草、复核工作规范和技术要求等。

本书所收载的技术要求、指导原则、编写细则均经过广泛讨论和长时间、大范围征求意见，并力求把握科学、先进、实用、规范的原则，及时采用国际先进技术并紧密结合我国的实际情况，因此，它将成为今后一段时期我国开展药品质量标准制修订工作常用的必备工具书，也必将对提升我国药品质量标准水平发挥重要的指导和促进作用。

本书虽经反复斟酌，但难免存在不足和疏漏之处，敬请广大使用者不吝指正，以臻完善。

国家药典委员会

2013年6月

# 目 录

## CONTENTS

<b>中药标准</b> .....	(1)
国家药品标准(中药)研究制定技术要求 .....	(3)
国家药品标准(中药)正文各论编写细则 .....	(18)
第一部分 中药材和饮片标准编写细则 .....	(18)
第二部分 中药提取物标准编写细则 .....	(43)
第三部分 中药制剂标准编写细则 .....	(52)
附 对照品名称及分子式 .....	(88)
国家药品标准(中药)起草说明编写细则 .....	(94)
《中国药典注释》(一部)编写细则 .....	(99)
《中国药典》(一部)英文版编译细则 .....	(104)
<b>化学药品标准</b> .....	(137)
国家药品标准(化学药品)主要检测方法应用指导原则 .....	(139)
国家药品标准(化学药品)有关物质检查指导细则 .....	(157)
国家药品标准(化学药品)正文各论编写细则 .....	(162)
第一部分 总要求 .....	(162)
第二部分 原料药标准编写细则 .....	(164)
第三部分 制剂标准编写细则 .....	(246)
国家药品标准(化学药品)起草说明编写细则 .....	(273)
《中国药典注释》(二部)编写细则 .....	(275)
《中国药典》(二部)英文版编译细则 .....	(279)
<b>生物制品标准</b> .....	(313)
国家药品标准(生物制品)主要检测方法应用指导原则 .....	(315)
国家药品标准(生物制品)正文各论编写细则 .....	(325)
第一部分 总要求 .....	(325)
第二部分 预防类及体内诊断类生物制品标准编写细则 .....	(329)
第三部分 生物技术类制品标准编写细则 .....	(332)
第四部分 血液制品及抗毒素、抗血清类制品标准编写细则 .....	(333)
第五部分 体外生物诊断类制品标准编写细则 .....	(334)
国家药品标准生物制品使用说明编写细则 .....	(336)
第一部分 预防用生物制品使用说明编写细则 .....	(336)
第二部分 治疗类生物制品使用说明编写细则 .....	(338)

第三部分 生物诊断类制品使用说明编写细则 .....	(341)
国家药品标准(生物制品)起草说明编写细则 .....	(344)
《中国药典注释》(三部)编写细则 .....	(346)
《中国药典》(三部)英文版编译细则 .....	(349)
附 生物制品品种目录(中英对照) .....	(363)
<b>中国药品通用名称命名 .....</b>	<b>(371)</b>
中国药品通用名称命名原则 .....	(373)
附 国际非专利名称(INN)所用词干 .....	(380)
<b>标准相关工作规范 .....</b>	<b>(439)</b>
国家药品标准(中药)起草与复核工作规范 .....	(441)
国家药品标准(中药)复核技术要求 .....	(443)
国家药品标准(化药)复核技术要求 .....	(446)
国家药品标准物质研制技术要求 .....	(449)
《临床用药须知》(中药卷·中药饮片)编写细则 .....	(454)
《临床用药须知》(中药卷·成方制剂)编写细则 .....	(461)
《临床用药须知》(化学药和生物制剂卷)编写原则和细则 .....	(469)
国家药品标准中药材及饮片功能主治的原则与技术要求编写规范 .....	(473)
国家药品标准中成药品种功能主治的原则与技术要求编写规范 .....	(474)



# 中药标准



# 国家药品标准(中药)研究制定技术要求

为编制好《中国药典》等国家药品标准,体现中药质量标准制定符合中药的特点,促进中药质量标准的可控性,规范标准起草工作,特制定本技术要求。本技术要求由总则和各论二部分组成,各论分为中药材和饮片、中药提取物、中药成方制剂三部分。

## 总则

### 1 基本原则

#### 1.1 坚持保障公众用药安全的原则

国家药品标准是国家保障药品质量、维护公众健康的重要技术法规,必须坚持把确保公众用药安全作为药品标准工作的宗旨,坚持安全、有效、质量可控的原则,建立严格的药品质量标准,切实保障药品质量与用药安全,维护公众健康。

#### 1.2 坚持科学、先进、实用、规范的原则

国家药品标准应充分反映和体现现阶段国内外药品质量控制的先进水平和发展趋势,有效支撑药品科学监管,因此在方法上必须科学,在技术上必须先进,在应用上必须实用,在形式上必须规范,以检测药品质量是否达到药用要求并衡量其质量是否稳定均一。质量标准的研究制定以安全有效、质量可控为目标,应注重实用性。

#### 1.3 坚持继承、发展、创新的原则

国家药品标准是历史的和发展的。要继续药典编制的历史经验,尤其重视继承我国民族医药传统文化,巩固和扩大中药标准化成果,做到现代医药和传统医药并重。同时,要加强自主知识产权药品标准的研究,鼓励自主创新,促进医药创新成果通过标准快速转化为生产力。此外,要积极保护药用资源,发展绿色药品标准,推进医药事业的可持续发展。

#### 1.4 坚持国际交流合作与国际化的原则

《中国药典》是自主的和开放的。积极采用国际药品标准的先进技术与方法,达到国际先进水平,促进中国药品标准国际化,推动我国药品全球化发展战略,大力提高药物制剂水平和生物医药水平,尤其要把握世界医药市场有利于中药与天然药物发展的历史机遇,确立“以我为主”的立场与导向,引导建立国际化的中药标准。

### 2 实验室条件及人员的要求

承担《中国药典》等国家药品标准起草任务的单位应是具有通过计量认证或能满足起草任务要求的实验室,具有相应技术人员,具备中药质量标准研究与检验常用仪器和设备,能确保实验用试剂、试药及对照物质符合规定。

承担中药质量标准研究的人员应具有相关专业中级以上技术职称,五年以上中药检验、研究工作经历,并有一定的标准研究和起草经验。

### 3 供起草用样品及对照物质的要求

供研究用样品应具有代表性,覆盖面要广,一般至少应收集15批以上样品供研究用。样品量除满足起草研究、留样观察外,还应有不少于3倍检验量的样品供复核用,置阴凉干燥处保存。

质量标准制定应使用国家法定部门认可的对照物质(包括对照品、对照提取物和对照药材)。若使用新

增对照物质,在申报标准草案的同时,应按照相关的要求向中检院申报相应的研究资料和供标定用对照物质。

## 4 编写要求

标准正文应按“国家药品标准(中药)质量标准正文各论编写细则”的要求编写;标准起草说明应按“国家药品标准(中药)质量标准起草说明编写细则”的要求编写。

实验记录书写应真实、完整、清晰,保持原始性并具有可追溯性,应按要求建档永久保存,以备核查。

## 5 检测方法和检测指标的选择

中药质量标准的制定要体现中药的特点,其检测方法和检测指标的选择要体现复杂体系整体控制的设计思想,以建立符合中医药特点的质量标准体系。加强活性(有效)成分、多成分(组分)、生物测定及指纹或特征图谱的整体质量控制。提高中药检测方法与指标的专属性,建立科学合理的质量标准。

注重中药安全性检测方法和指标的建立和完善,加强对重金属及有害元素、残留农药、残留溶剂、残留二氧化硫、微生物、真菌毒素等外源污染物的检测。

实验中应注重绿色环保要求,尽量采用毒害小、污染少的试剂、试药,避免使用苯等毒性大的溶剂;并尽量采用《中国药典》附录中已收载的试剂与试液。

### 5.1 性状

性状应根据样品的实际情况进行准确描述。中药材和饮片的性状应包括形状、颜色、表面特征、质地、断面、气味等。提取物和成方制剂根据样品特征和各制剂的要求进行描述。

### 5.2 鉴别试验

鉴别试验应符合重现性、专属性和耐用性的验证要求,根据药品的性质可分别采用显微鉴别、理化鉴别与色谱鉴别等方法,制定的色谱鉴别方法应能反映该药的整体特性。

**5.2.1 显微鉴别** 系指利用显微镜对药材(饮片)切片、粉末、解离组织或表面以及含有药材粉末的制剂进行观察,并根据组织、细胞或内含物等特征进行相应鉴别的一种方法。

应选择容易观察、具有鉴别意义的专属特征列入标准。凡有下列情况的药材和饮片,应尽量规定显微鉴别:组织构造特殊或有明显特征,可以区别外形相似或破碎不易识别的类似品、伪品;或某些常以粉末入药、而又无专属性理化鉴别方法的药材和饮片,尤其是毒性或贵重药材和饮片。

成方制剂显微鉴别,原则上应对处方中所有以粉末投料的药材逐一进行研究,选择特征性强、与处方中其他药味无交叉干扰的显微特征作为鉴别依据,并对鉴别特征进行归属,所收载的特征应明显、易于检出。

**5.2.2 理化鉴别** 理化鉴别包括一般理化鉴别,荧光鉴别及光谱鉴别等方法,应根据所含成分的化学性质选择适宜的专属性方法。对于不易达到专属性要求的一般理化鉴别、荧光鉴别及光谱鉴别,一般不宜采用。

**5.2.3 薄层色谱鉴别** 薄层色谱具有直观、承载信息大、专属性强、快速、经济、操作简便等优点,可作为中药鉴别的重要方法。

**5.2.3.1** 在建立方法时,尽量采用以对照品和对照提取物或对照药材同时进行对照。当对照品不易获得时,可采用对照提取物或对照药材为对照;应参照主要斑点明确主要成分的比移值( $R_f$ )。

**5.2.3.2** 供试品溶液的制备应尽可能除去干扰,同时方法要尽量简便,应视被测物的特性来选择适宜的溶剂和方法进行提取、分离。

**5.2.3.3** 为了使图谱清晰,斑点明显,分离度与重现性符合要求,应根据被测物的特性选择合适的固定相、展开剂及显色方法等色谱条件。色谱条件的优化应对三个以上的展开系统进行考察。确定供试品取样量、提取和纯化方法、点样量等条件;选择合适的对照物质,确定对照物质用量、浓度、溶剂、点样量等。

**5.2.3.4** 由于实验时的温度、湿度常会影响薄层色谱结果,因此,建立方法时应应对上述因素进行考察。如有必要,应在标准正文中注明温、湿度要求。

**5.2.3.5** 除需要改性,原则上应采用预制的商品薄层板。不同品牌的薄层板或自制薄层板的薄层色谱结果有一定的差异,因此应进行考察后选择适宜的薄层板。

#### 5.2.4 液相色谱鉴别

5.2.4.1 应根据待测样品的性质选用适宜的色谱柱、流动相(注意流动相的 pH 值与色谱柱的 pH 值范围相适应, 尽量避免使用缓冲溶液)、检测器等, 进行系统适用性试验, 考察分离度、对称因子、理论板数等参数, 选择最佳色谱条件。

5.2.4.2 供试品溶液的制备应根据待测样品的特性选择适宜的制备方法, 包括供试品取样量, 提取和纯化方法、稀释度、进样量; 对照物质用量、浓度、溶剂、进样量等。

#### 5.2.5 气相色谱鉴别

5.2.5.1 应根据待测样品的性质, 选用合适的色谱柱、填料、固定相、涂布浓度、检测器等, 进行系统适用性试验, 确定进样口温度、柱温、检测器温度, 考察分离度、对称因子等参数。

5.2.5.2 供试品溶液的制备应根据待测样品的特性选择适宜的制备方法, 包括供试品取样量, 提取和纯化方法、稀释度、进样量; 对照物质用量、浓度、溶剂、进样量等。

5.2.6 DNA 分子标记鉴别 DNA 分子标记鉴别是指利用通用引物获得样品分子标记, 比较样品间 DNA 分子遗传多样性差异来鉴别待测样品基原的方法。适用于采用性状、显微、理化以及色谱等方法难以鉴定的样品, 如多基原药材、易混药材、动物药等的鉴别。

5.2.6.1 通过多种方法的优化, 建立切实可行的模板 DNA 提取、纯化方法, 确定最佳条件, 获取高质量的样品总 DNA。

5.2.6.2 对 DNA 分子标记方法进行研究, 通过多种方法和多批样品的比较, 优化各种条件、参数, 确定适用于目的物鉴别的分子标记方法。

5.2.6.3 优化 PCR 反应条件、参数。

5.2.6.4 优化琼脂糖凝胶电泳条件、参数。

5.2.6.5 必要时可通过 DNA 测序, 获得不同样品的 DNA 序列。

最终确定适用于目的物鉴定的分析方法, 并提供研究数据。在实验过程中, 应防止外源 DNA 的污染。

5.2.7 中药指纹图谱技术 中药指纹图谱系指中药经适当处理后, 采用一定的分析方法得到的能够体现中药整体特性的图谱。目的在于反映中药多成分作用特点, 整体控制中药质量, 确保其内在质量的均一、稳定。根据质量控制目的, 可分为指纹图谱和特征图谱。指纹图谱是基于图谱的整体信息, 用于中药质量的整体评价。特征图谱是选取图谱中某些重要的特征信息, 作为控制中药质量的重要鉴别手段。

中药指纹图谱建立的内容包括: 分析方法建立、方法学验证、数据处理和分析、方法认证等。

中药指纹图谱按照测试样品来源可以分为中药材、饮片、提取物或中间体、成方制剂指纹图谱。中药指纹图谱按照获取方式可以分为色谱及其他分析手段得到的图谱, 其中色谱是中药指纹图谱建立的首选和主要方式。

##### 5.2.7.1 分析方法建立

a. 供试品溶液的制备 根据待测样品所含成分的性质建立提取、纯化方法, 应对主要影响因素包括提取溶剂、方法、次数、时间、温度和纯化方法、条件等进行考察, 确定适宜的制备方法, 并提供相应的研究数据。对于成分类别相差较大的样品, 可根据类别成分的性质, 分别制备供试品溶液, 用于多张指纹图谱的建立。

b. 参照物溶液的制备 建立指纹图谱应设立参照物, 根据供试品中所含成分的性质, 选择适宜的对照品作为参照物, 参照物应说明名称、来源和纯度。如果没有适宜的对照品, 可选择适宜的内标物作为参照物。对参照物溶液制备的溶剂、浓度等进行考察。

c. 指纹图谱的获取 色谱指纹图谱的测定方法包括液相色谱、气相色谱、薄层色谱等。应根据样品中所含成分的理化性质, 选择适宜的获取方法。对于成分复杂的样品, 必要时可采用多种测定方法, 建立多张对照指纹图谱。根据选择的测定方法, 进行系统适用性试验, 提供相应的研究资料。

d. 对照图谱的建立 对照指纹图谱应根据 20 批以上样品的测定结果, 采用指纹图谱相似度评价软件获取共有模式作为对照指纹图谱, 或选取与共有模式具有最高相似度的指纹图谱作为对照指纹图谱。对照特征图谱系根据 15 批以上样品的测定结果, 选择各批样品均具有的主要色谱峰作为对照特征图谱, 必要时应对主要色谱峰的比例作出规定。

5.2.7.2 方法学验证 指纹图谱方法学验证包括精密度和耐用性等。

精密度试验包括重复性试验和重现性试验。重复性试验是取同一批号的供试品 6 份以上,按照供试品溶液的制备和检测方法制备供试品溶液并进行检测,其相似度应不低于 0.95。重现性试验是经不同实验室复核,指纹图谱与对照指纹图谱比较,其相似度应不低于 0.90。

耐用性:指纹图谱耐用性是指不同条件下分析同一样品所得测试结果的变化程度,是中药指纹图谱测定方法耐受不同实验条件变化的显示。应对不同实验环境(温度、湿度等),不同厂家仪器、试剂、色谱柱等进行考察,其相似度应不低于 0.90。其中稳定性试验是取同一供试品,分别在不同时间检测,考察色谱峰的相对保留时间和相对峰面积或相似度,其相似度应不低于 0.95。

**5.2.7.3 数据处理和分析** 指纹图谱分析:采用相似度评价软件,与对照指纹图谱比较或与对照提取物获得的指纹图谱比较进行相似度评价,根据 20 批以上样品的测定结果,制定合理的相似度。或采用相对保留时间和相对峰面积的比值进行评价,根据 20 批以上样品的测定结果,制定主要色谱峰的相对保留时间和相对峰面积比值的变化范围。

采用相似度评价软件计算相似度时,若峰数多于 10 个,且最大峰面积超过总峰面积的 70%,或峰数多于 20 个,且最大峰面积超过总峰面积的 60%,应考虑去除该色谱峰。

特征图谱分析:根据 15 批以上样品的测定结果,选择各批样品均具有的主要色谱峰作为特征峰,并标示各特征峰的相对保留时间。待测样品的图谱与对照图谱比较,应具有相对保留时间一致的特征峰。应对主要色谱峰的峰高或峰面积的比例进行研究,必要时作出规定。

#### **5.2.7.4 指纹图谱和特征图谱认证**

a. 指纹图谱的认证系指考察所建立的指纹图谱是否具有代表性,能否表征待测样品所含成分的整体性。

选择合适的溶剂对样品进行提取,提取液经适当处理后进样,并记录指纹图谱测定时间 2 倍以上的图谱,考察样品所包含的主要成分是否在图谱中体现,是否满足有效信息量最大化原则。选择适当的分析方法或联用技术对指纹图谱中主要色谱峰进行推测,或结合对照品对主要色谱峰进行确认。

b. 特征图谱的认证系指考察所建立的特征图谱是否具有代表性,能否表征待测样品所含成分的专属性。

选择适当的分析方法或联用技术对特征图谱中主要成分的特征峰进行推测,或结合对照品对主要特征峰进行确认。根据所确定的主要成分特征峰说明所建立图谱的专属性。

### **5.3 检查**

检查项主要包括安全性、均一性、纯度等方面。中药材和饮片、提取物根据各品种的特点建立检查项目,其检查方法按《中国药典》附录收载的方法执行。成方制剂的检查项目和方法应符合附录制剂通则项下的有关规定。附录收载有多种检查方法的项目,应考察每种方法对所测样品的适用性,一般应明确规定使用第几法并说明使用该方法的理由。制定检查限度时,至少应收集有代表性的 15 批以上样品,根据实测数据制定限度。

### **5.4 含量测定**

**5.4.1 测定成分的选择** 应以临床功效为导向,选择与功能主治及活性相关的专属性成分作为含量测定的指标,并尽可能采用多成分或多组分的检测方法。应选择样品中原型成分作为测定指标,避免选择分解(水解、降解等)产物或无专属性的指标成分及微量成分作为指标。

**5.4.2 供试品溶液制备方法选择** 根据待测成分的性质,确定提取分离纯化条件。应对提取溶剂、方法、时间及温度等条件进行比较,确定最佳条件。对需要纯化的样品,应选择适当的分离方法以排除干扰,如采用液-液萃取及聚酰胺、氧化铝、硅胶、大孔吸附树脂等纯化方法,并提供方法选择的依据及相应的研究数据。

**5.4.3 含量测定方法的选择及研究内容要求** 含量测定应选择具有专属性的方法,否则应采用其他方法进行补充,以达到整体的专属性。比如,可附加一种合适的鉴别试验(如特征图谱等)。

选用的分析方法应符合“中药质量标准分析方法验证指导原则”的要求。

**5.4.3.1 容量法** 容量法包括中和法、碘量法、银量法、络合量法等。应根据测定要求对样品进行必要的处理。取样量应满足精度要求,确定滴定液、滴定度及指示剂等,消耗滴定液控制在 10~20ml,指示剂对终点变色应敏锐、易观察、无其他颜色干扰。

**5.4.3.2 重量法** 应确定供试品用量、提取溶剂与方法、纯化及干燥等条件,必要时提供换算因子(保留

四位有效数字)。

**5.4.3.3 氮测定法** 主要用于含较多蛋白质或氨基酸中药的含量测定。根据品种情况确定使用常量法或微量法,照现行版《中国药典》附录收录的氮测定法测定并规定限度。

**5.4.3.4 紫外-可见分光光度法** 紫外-可见分光光度法用于在特定波长处对光有吸收或通过加入一定的显色剂后有吸收的单一成分或类别成分的含量测定,常用方法有对照品比较法和比色法。中药成分复杂、干扰因素不易排除,成分含量变化幅度大,因此紫外-可见分光光度法中的吸收系数法一般不宜采用。

供试品溶液的制备应尽量排除其他成分的干扰,取样量应适宜,提取、转移、稀释次数应尽量少;选择适宜的测定波长,吸光度一般应在0.3~0.7之间。

**5.4.3.5 薄层色谱扫描法** 薄层色谱扫描法用于中药含量测定时,应选择在一定条件下有紫外吸收或能产生荧光的成分,需靠显色剂显色后进行扫描测定的一般不宜采用。

应采用预制的商品薄层板;扫描方式一般选用反射方式;扫描方法可采用单波长扫描或双波长扫描。

供试品溶液的制备应根据待测成分的性质,确定提取分离条件。点样量应使被测成分的浓度在对照品高低浓度的范围内。应对薄层板和色谱条件进行选择,包括薄层板型号(注意对不同厂家及不同批号的薄层板进行分离效果比较)、薄层板的预处理、展开剂、展开条件、检视条件、扫描条件等。应考察实验环境(例如,温度、湿度)对结果的影响,对温、湿度敏感的品种应将温、湿度要求列入标准正文。计算方法一般采用外标二点法或多点法校正计算。

**5.4.3.6 高效液相色谱法** 测定方法有内标法和外标法。流动相组成可采用固定比例(等梯度洗脱)或按程序改变比例(梯度洗脱)。常用的检测器为紫外检测器(UV)、荧光检测器、示差折光检测器、蒸发光散射检测器(ELSD)、质谱检测器等。使用蒸发光散射检测器(ELSD)检测时,应根据供试品中被测成分的峰面积积分值或响应值进行数学转换后进行计算。

建立方法时应以二极管阵列检测或质谱检测对所测定的色谱峰进行纯度检查,并将检查结果列入起草说明中。根据被测成分的性质选用适宜的色谱柱,尽量选用通用的色谱柱。优化色谱条件,包括色谱柱、流动相组成及比例、洗脱程序、检测条件等;确定系统适用性试验参数(理论板数、分离度等)。

供试品溶液的制备应根据待测成分的性质,确定提取分离条件,包括供试品取用量、提取及纯化方法(采用超声处理时,应规定超声功率、频率),稀释体积等;选定对照品溶液配制用溶剂、配制浓度和方法等。

**5.4.3.7 气相色谱法** 气相色谱法主要用于含挥发性成分的含量测定,测定方法有内标法、外标法。检测器有氢火焰离子化检测器(FID)、热导检测器(TCD)、质谱检测器(MD)等,除另有规定外,一般选用氢火焰离子化检测器。

建立方法时可选择填充柱或毛细管柱,一般中药测定宜选用毛细管柱;选用毛细管柱时应考察确定毛细管柱种类、柱长、内径、膜厚度等;选用填充柱应考察确定固定相种类及涂布浓度。优化色谱条件,包括进样口温度、柱温(若为程序升温应确定初始温度、程序升温速度、达到温度、保持时间等)、载气流速、检测器温度、分流比等,确定系统适用性试验参数(理论板数、分离度等)。采用内标法时,应选定适宜的内标物质,内标物质的峰应能与样品中的被测成分及杂质峰达到较好的分离。采用外标法定量时,应保证进样误差符合规定。

供试品溶液的制备应根据待测成分的性质,确定提取分离条件,包括供试品取用量、提取及纯化方法(采用超声处理时,应规定超声功率、频率),稀释体积等;选定对照品溶液配制用溶剂、配制浓度和方法等。

**5.4.3.8 电感耦合等离子体质谱法** 电感耦合等离子体质谱法可用于中药复杂基质中多种元素的同时测定。测定模式有一般模式、氦气碰撞反应模式和氢气碰撞反应模式。

供试品溶液的制备方法应采用适宜的取样量、消化试剂、消化方法,一般使用微波消解方法,该方法不易污染,样品消解过程元素不易损失,亦可采用干法消解或湿法消解,但应对消解方法和温度等方法进行考察。上机溶液应澄清,酸度一般不大于10%。

测定前应对仪器进行灵敏度和干扰物调谐,达到要求后方可进行测定。定量方法有工作曲线法和标准加入法,一般首选工作曲线法。应考察工作曲线的线性浓度范围,相关系数不得小于0.990。供试品溶液中元素的浓度应在工作曲线的浓度范围之内,否则应调整取样量或稀释倍数,并同法制备空白溶液作为试样

空白。同时应制备并测定空白样品溶液，考察各待测元素的检测限；标准物质测定值应为参考值的70%~130%；加样回收试验结果应为60%~140%。

**5.4.3.9 原子吸收分光光度法** 原子吸收分光光度法用于测定原子态的金属元素和部分非金属元素，分为火焰原子吸收、石墨炉原子吸收、氢化物原子吸收和冷蒸气发生原子吸收。

应待测样品中元素含量的高低和所测元素的性质选择合适的原子化方法，一般中药中重金属及有害元素的测定，铅、镉采用石墨炉原子吸收法；砷和汞采用氢化物原子吸收法（汞一般用冷原子吸收法）；铜采用火焰原子吸收法。

供试品溶液的制备方法应采用适宜的取样量、消化试剂、消化方法。一般使用微波消解方法，该方法不易污染，样品消解过程元素不易损失，亦可采用干法消解或湿法消解，但应对消解方法和温度等进行方法考察。上机溶液应澄清，酸度一般不大于10%（V/V）。

测定前应对仪器灵敏度和基质干扰等因素进行优化，达到要求后方可进行测定。定量方法一般为工作曲线法和标准加入法，一般首选采用标准曲线法，应考察待测元素的线性浓度范围，相关系数不得小于0.995。如基体效应较强，无合适基体匹配时可考虑标准加入法。测定时每份样品至少读数2次或以上，若偏离太大（正常测定浓度范围内RSD > 20%）应重新测定或检查仪器及工作条件是否适当。

## 6 方法学验证

新增修的检测方法应按现行版《中国药典》附录收载的“中药质量标准分析方法验证指导原则”的要求进行方法学验证。验证的全部数据与照片及图谱应附在质量标准起草说明中（注：已进行研究但未列入标准的项目也应附有研究资料及照片和图谱）。

方法学验证的回收率、重复性和重现性要求如下：

含量测定方法加样回收率的要求见下表（回收率具体要求视样品含量范围不同而定）。

浓度	回收率
100 %	98% ~ 101%
10 %	95% ~ 102%
1 %	92% ~ 105%
0.1 %	90% ~ 108%
0.01 %	85% ~ 110%
10 μg/g (ppm)	80% ~ 115%
1 μg/g (ppm)	75% ~ 120%
10 μg/kg (ppb)	70% ~ 125%

含量测定方法重复性的要求如下表（重复性具体要求视样品含量范围不同而定）。

浓度	重复性理论值 (RSDr)	重复性可接受值
100%	1%	0.5% ~ 2%
10%	1.5%	0.75% ~ 3%
1%	2%	1% ~ 4%
0.1%	3%	1.5% ~ 6%
0.01%	4%	2% ~ 8%
10 μg/g (ppm)	6%	3% ~ 12%
1 μg/g	8%	4% ~ 16%
10 μg/kg (ppb)	15%	7.5% ~ 30%

含量测定方法重现性的要求如下表（重现性具体要求视样品含量范围不同而定）。



浓度	重现性 (RSDr)	重现性可接受值
100%	2%	1% ~ 4%
10%	3%	1.5% ~ 6%
1%	4%	2% ~ 8%
0.1%	6%	3% ~ 12%
0.01%	8%	4% ~ 16%
10 μg/g (ppm)	11%	5.5% ~ 22%
1 μg/g	16%	8% ~ 32%
10 μg/kg (ppb)	32%	16% ~ 64%

## 各论

### 1 中药材和饮片

中药材质量标准内容包括名称、来源、性状、鉴别、检查、浸出物、含量测定、贮藏等。

饮片质量标准内容包括名称、来源、炮制、性状、鉴别、检查、浸出物、含量测定、性味与归经、功能与主治、用法与用量、注意、贮藏等。

有关项目内容的技术要求如下：

#### 1.1 供试验用样品要求

收集样品前应考证该品种的沿革、基原、产地、资源情况。收集的样品应具有代表性，应选择在主产区收集，如有道地产区则选择在道地产区收集，避免在迁地植物种质保存区（如标本园）采集；产地加工遵循当地传统方法；对于容易区分的多来源品种，每种基原都要收集 3~5 批样品，单基原的品种至少应收集 15 批以上（道地产区或主产地样品至少不少于 3~5 批）。避免由同一供货渠道收集实际为一批样品的“多批样品”。同时还应注意多收集该品种的易混品供比较研究用。

收集到的药材和饮片样品应由专家鉴定，鉴定时应注意品种的变异情况，每份样品均应标明鉴定人，样品应予以编号，并标记清晰。新增药材品种要求附带 2 份腊叶标本，腊叶标本须经相关专家鉴定。收集药材样品的相关信息包括：样品编号、药材名称、拉丁学名（明确到种）、产地（如有可能标明野生或家种）、收集地、收集时间、收集人、鉴定人等应纳入起草说明。

收集饮片样品，至少 15 批以上，由全国不同省份的通过 GMP 认证的饮片加工企业生产。其中不少于 5 批应为委托 GMP 企业生产的药材来源清楚的饮片以供药材与饮片进行对比研究。并将饮片生产企业、生产批号、炮制工艺及原药材等相关信息纳入起草说明。

#### 1.2 名称

中药材名称包括中文名、汉语拼音及拉丁名，按《中药及天然药物命名原则》有关规定命名。加工方法仅为净制、切制的，饮片名称同药材，采用炮炙加工方法的，名称中取炙法与药材名称相呼应，如炙黄芪、煅石决明、炒神曲等。

#### 1.3 来源

包括基原即原植（动）物的科名、植（动）物的中文名、拉丁学名、药用部位、采收季节、产地加工和药材传统名称，必要时收载产地和生长年限；矿物药包括该矿物的类、族、矿石名或岩石名、主要成分及产地加工，必要时收载产地。

基原植物的科名、拉丁学名的主要参照依据为《Flora of China》、《中国植物志》及《中国高等植物》，如该植物不在上述文献中收载，可适当参照各地方植物志、《新编中药志》、《常用中药材品种整理和质量研究》、专业期刊等资料；基原动物的科名、拉丁学名的主要参照依据为《中国动物志》、《汉拉英动物药名称》及相关的文献资料；《中国药典》须保持相对的稳定，对于非公认的、较新的、过细的分类研究结果不宜急于跟进盲目采用。