

ICS  
CCS

T

团 体 标 准

T/GATCM XXX - XXXX

中药及相关产品中添加氯苯那敏等  
10种抗过敏类化学品的检查方法

Method for detecting 10 anti-allergic chemicals including Chlorpheniramine  
added to traditional Chinese medicine and related products

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国中药协会 发布

## 目 次

|                 |   |
|-----------------|---|
| 前 言 .....       | I |
| 1 范围 .....      | 1 |
| 2 规范性引用文件 ..... | 1 |
| 3 术语和定义 .....   | 1 |
| 附录 A .....      | 2 |
| 附录 B .....      | 5 |
| 附录 C .....      | 6 |

中国中药协会团体标准

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国中药协会提出并归口。

本标准起草单位：中国食品药品检定研究院、四川省药品检验研究院、甘肃省药品检验研究院、山东省食品药品检验研究院、广东省药品检验所。

本标准主要起草人：李明华、王献瑞、王君妍、吴玉、李雯、武浩楠、张佳婷、荆文光、郭晓晗、陈佳、王莹、程显隆、林永强、魏锋、苟琰、耿昭、马潇、张明童、汪冰、刘潇潇。

本标准属于技术方法类标准，只用于行业检测使用，不用于药品监管。

# 中药及相关产品中添加氯苯那敏等 10 种抗过敏类 化学品的检查方法

## 1 范围

本方法规定了中药及相关产品中抗过敏类化学品盐酸苯海拉明、氯苯那敏、盐酸异丙嗪、盐酸二氧丙嗪、盐酸氯丙嗪、氯雷他定、盐酸西替利嗪、地塞米松、醋酸泼尼松和咪唑斯汀的液相色谱-串联质谱检测方法。

本方法适用于薄荷、防风、干姜、广藿香、桂枝、黄芩、荆芥、苦参、麻黄、紫苏叶、肤痒颗粒、通窍鼻炎颗粒、辛芩颗粒、丹皮酚软膏中上述 10 种抗过敏类化学品的检测，其他中药及相关产品可参照执行。

## 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，仅注日期的版本适用于本文件。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》

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

中药及相关产品 traditional Chinese medicine and related products

包括：中药材、中药饮片、中成药、中药配方颗粒及相关保健品。

### 3.2

抗过敏类化学品 weight-loss chemicals

具有抗过敏功效的化学品类。

## 4 检查方法

见附录A。

## 附录A

## (规范性附录)

## 中药及相关产品中添加氯苯那敏等 10 种抗过敏类化学品的检查方法

## A.1 标准溶液的制备

分别称取盐酸苯海拉明、氯苯那敏、盐酸异丙嗪、盐酸二氧丙嗪、盐酸氯丙嗪、氯雷他定、盐酸西替利嗪、地塞米松、醋酸泼尼松和咪唑斯汀标准品 0.010 g，精密称定，置于 100 mL 容量瓶中，加甲醇溶解并至刻度，得到浓度为 0.1 mg/mL 的储备液，4 °C 避光贮存。

## A.2 混合标准溶液的制备

分别精密量取标准溶液适量，加甲醇稀释至浓度为 100ng/mL 的混合标准溶液，4 °C 避光贮存。

## A.3 供试品溶液的制备

分别取供试品粗粉约 1g，精密称定，置离心管中，加甲醇 20mL，超声处理（功率 500W，频率 45kHz）20 分钟，离心（转速为每分钟 4000 转）5 分钟，取上清液，置 25mL 量瓶中，加甲醇至刻度，经微孔滤膜过滤(0.22 μm，有机相)，即得。

## A.4 检测

## A.4.1 色谱、质谱条件与系统适用性试验

采用 Waters ACQUITY UPLC HSS T3 (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm) 色谱柱，以乙腈为流动相 A，0.1% 甲酸-5mmol/L 乙酸铵水溶液为流动相 B，按表 A.1 中的规定进行梯度洗脱，流速为 0.4ml/min，柱温为 40 °C；离子化方式：电喷雾离子化 (ESI)，检测方式：多反应检测 (MRM)，雾化气：N<sub>2</sub>，毛细管电压：3.00kV (ESI<sup>+</sup>)、2.50kV (ESI<sup>-</sup>)，锥孔电压：25 V，去溶剂温度：500 °C，去溶剂气流速：800 L/Hr。各化合物的离子对、碎裂电压、碰撞能量和离子化模式见表 A.2。取混合标准溶液，进样 1μl，按以下离子对测定的 MRM 色谱峰的信噪比均应大于 10：1。

表 A.1 梯度洗脱表

| 时间 (分钟) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|---------|-----------|-----------|
| 0       | 30        | 70        |

|    |     |    |
|----|-----|----|
| 4  | 40  | 60 |
| 8  | 40  | 60 |
| 10 | 55  | 45 |
| 14 | 100 | 0  |
| 16 | 100 | 0  |
| 17 | 30  | 70 |
| 22 | 30  | 70 |

表 A.2 标准品的主要质谱参数

| 序号 | 化合物    | 母离子<br>(m/z) | 子离子<br>(m/z) | 碎裂电压<br>(V) | 碰撞能量<br>(eV) | 离子化模式 |
|----|--------|--------------|--------------|-------------|--------------|-------|
| 1  | 盐酸苯海拉明 | 256.2        | 152.0        | 22          | 36           | +     |
|    |        | 256.2        | 167.1        | 22          | 22           | +     |
| 2  | 氯苯那敏   | 275.2        | 167.0        | 10          | 38           | +     |
|    |        | 275.2        | 230.0        | 10          | 16           | +     |
| 3  | 盐酸异丙嗪  | 285.0        | 86.0         | 24          | 16           | +     |
|    |        | 285.0        | 197.9        | 24          | 24           | +     |
| 4  | 盐酸二氧丙嗪 | 317.0        | 86.0         | 56          | 20           | +     |
|    |        | 317.0        | 167.0        | 56          | 40           | +     |
| 5  | 盐酸氯丙嗪  | 319.2        | 57.9         | 58          | 24           | +     |
|    |        | 319.2        | 85.9         | 58          | 18           | +     |
| 6  | 氯雷他定   | 383.1        | 267.0        | 14          | 34           | +     |
|    |        | 383.1        | 337.1        | 14          | 22           | +     |
| 7  | 盐酸西替利嗪 | 389.0        | 165.8        | 28          | 40           | +     |
|    |        | 389.0        | 200.9        | 28          | 16           | +     |
| 8  | 地塞米松   | 393.1        | 355.1        | 26          | 10           | +     |
|    |        | 393.1        | 373.1        | 26          | 10           | +     |

|    |       |       |       |    |    |   |
|----|-------|-------|-------|----|----|---|
| 9  | 醋酸泼尼松 | 401.2 | 295.2 | 22 | 16 | + |
|    |       | 401.2 | 383.2 | 22 | 10 | + |
| 10 | 咪唑斯汀  | 433.1 | 109.0 | 64 | 42 | + |
|    |       | 433.1 | 308.1 | 64 | 22 | + |

#### A.4.2 测定

分别吸取供试品溶液和混合标准溶液各 1 $\mu$ l，注入高效液相色谱-三重四极杆质谱联用仪，测定，即得。

#### A.5 结果判定

供试品的提取离子流色谱中，应不得同时出现与混合标准溶液色谱相应的色谱峰。

中国中药协会团体标准

**附录B**  
**(规范性附录)**

**标准品信息**

| 中文名称   | 英文名称                            | CAS 登录号     | 分子式                               | 相对分子<br>量 |
|--------|---------------------------------|-------------|-----------------------------------|-----------|
| 盐酸苯海拉明 | Diphenhydramine Hydrochloride   | 147-24-0    | $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$        | 291.82    |
| 氯苯那敏   | Chlorpheniramine                | 132-22-9    | $C_{16}H_{19}ClN_2$               | 274.79    |
| 盐酸异丙嗪  | Promethazine Hydrochloride      | 58-33-3     | $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$      | 320.89    |
| 盐酸二氧丙嗪 | Dioxopromethazine Hydrochloride | 15374-15-9  | $C_{17}H_{20}N_2O_2S \cdot HCl$   | 352.88    |
| 盐酸氯丙嗪  | Chlorpromazine Hydrochloride    | 69-09-0     | $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$    | 355.33    |
| 氯雷他定   | Loratadine                      | 79794-75-5  | $C_{22}H_{23}ClN_2O_2$            | 382.89    |
| 盐酸西替利嗪 | Cetirizine Hydrochloride        | 83881-52-1  | $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ | 461.81    |
| 地塞米松   | Dexamethasone                   | 50-02-2     | $C_{22}H_{29}FO_5$                | 392.47    |
| 醋酸泼尼松  | Prednisone Acetate              | 125-10-0    | $C_{23}H_{28}O_6$                 | 400.47    |
| 咪唑斯汀   | Mizolastine                     | 108612-45-9 | $C_{24}H_{25}FN_6O$               | 432.49    |

## 附录C

## (规范性附录)

## 标准品提取离子流色谱图

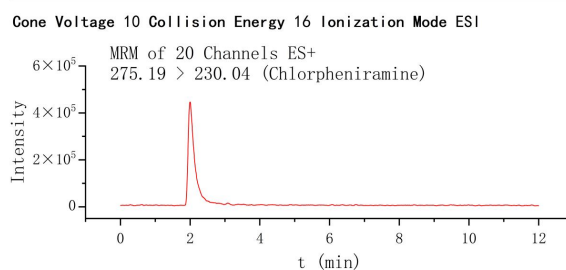
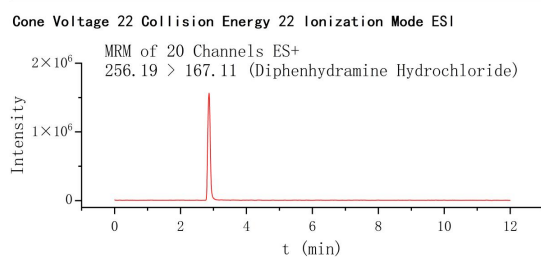
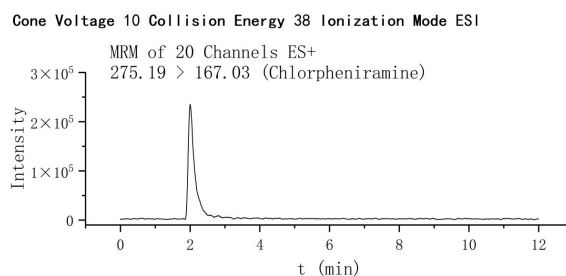
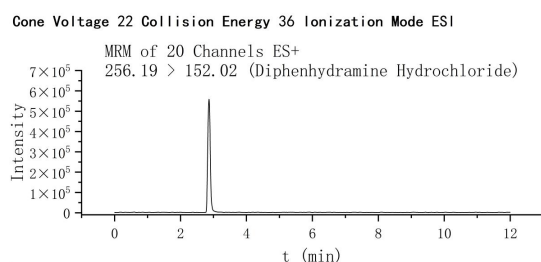


图 C.1 盐酸苯海拉明

图 C.2 氯苯那敏

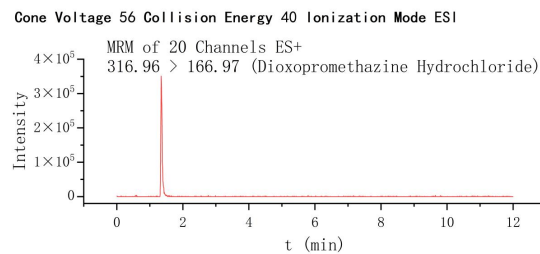
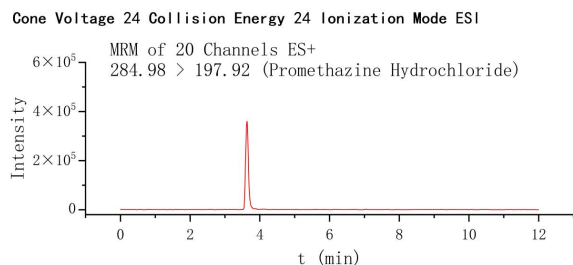
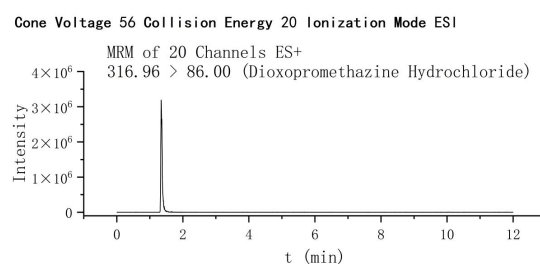
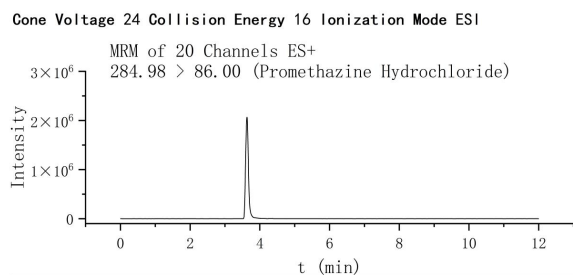


图 C.3 盐酸异丙嗪

图 C.4 盐酸二氧丙嗪

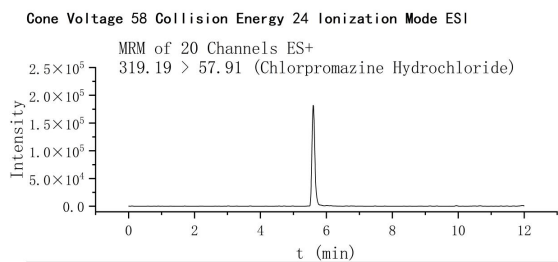


图 C.5 盐酸氯丙嗪

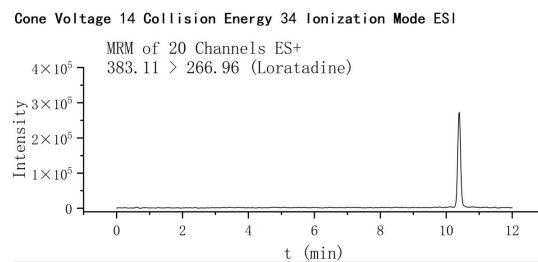


图 C.6 氯雷他定

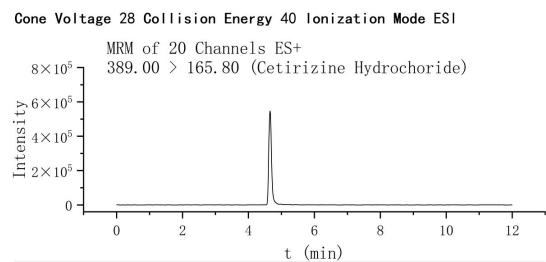
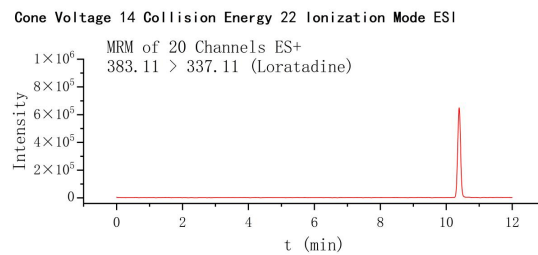
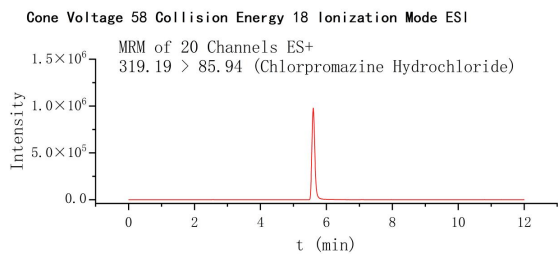


图 C.7 盐酸西替利嗪

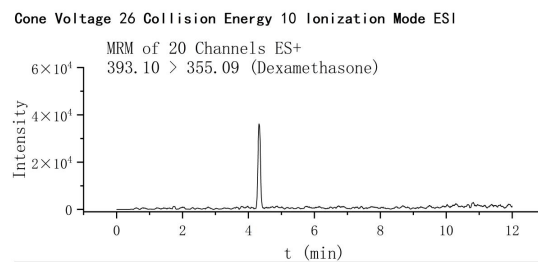
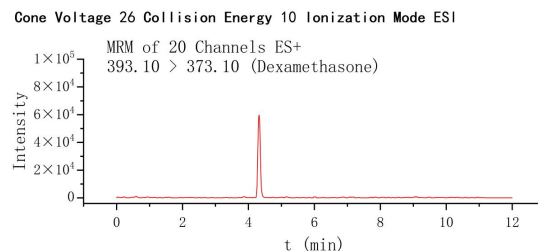
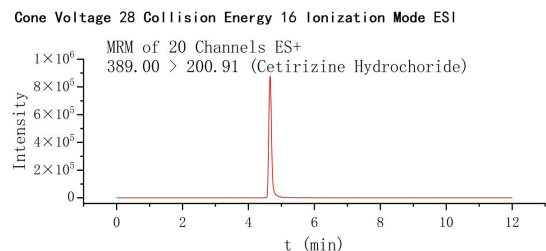


图 C.8 地塞米松



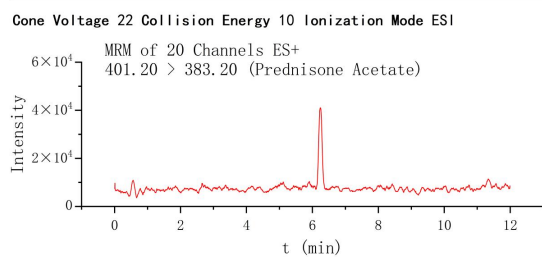
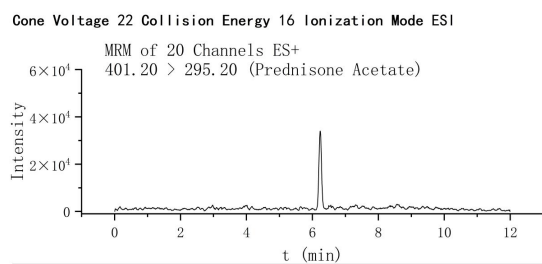


图 C.9 醋酸泼尼松

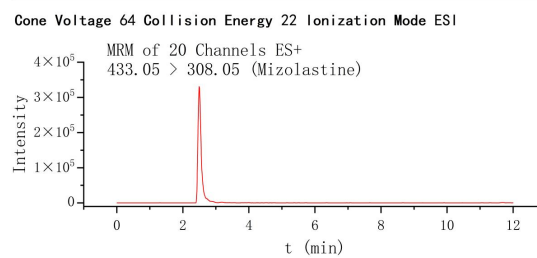
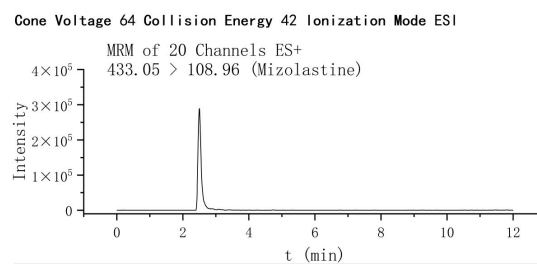


图 C.10 咪唑斯汀