

碎。加乙醇 10ml, 振摇 15 分钟, 放置 1 小时, 滤过, 滤液作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品, 加乙醇制成每 1ml 含 1 μ l 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验, 吸取供试品溶液 15 μ l、对照品溶液 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(30~60℃)-乙酸乙酯(17:3)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以二硝基苯肼乙醇试液。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的橙红色斑点。

【检查】应符合丸剂项下有关的各项规定(附录 I A)。

【含量测定】山茱萸 照高效液相色谱法(附录 VI D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈为流动相 A, 以 0.05% 磷酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为 30℃; 检测波长为 236nm。理论板数按马钱苷峰计算应不低于 4000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~20	11	89
20~30	90	10
30~40	11	89

对照品溶液的制备 取马钱苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸, 研碎, 取约 1g, 精密称定; 或取小蜜丸或重量差异项下的大蜜丸, 剪碎, 混匀, 取约 1g, 精密称定。置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250W, 频率 33kHz)45 分钟, 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 25ml(剩余的续滤液备用), 蒸干, 残渣用甲醇溶解, 转移至 5ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品含山茱萸以马钱苷($C_{17}H_{28}O_{10}$)计, 水蜜丸每 1g 不得少于 0.53mg; 小蜜丸每 1g 不得少于 0.38mg; 大蜜丸每丸不得少于 3.40mg。

牡丹皮 照高效液相色谱法(附录 VI D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-水(70:30)为流动相; 检测波长为 274nm。理论板数按丹皮酚峰计算应不低于 3500。

对照品溶液的制备 取丹皮酚对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 15 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取山茱萸含量测定项下的备用续滤液, 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品含牡丹皮以丹皮酚($C_9H_{10}O_3$)计, 水蜜丸每 1g 不得少于 0.80mg; 小蜜丸每 1g 不得少于 0.60mg; 大蜜丸每丸不得少于 5.40mg。

【功能与主治】温补肾阳。用于肾阳不足, 腰膝痠冷, 肢

体浮肿, 小便不利或反多, 痰饮喘咳, 消渴。

【用法与用量】口服。水蜜丸一次 6g, 小蜜丸一次 9g, 大蜜丸一次 1 丸, 一日 2 次。

【规格】大蜜丸每丸重 9g

【贮藏】密封。

桂附理中丸

Guifu Lizhong Wan

【处方】肉桂 30g 附片 30g
党参 90g 白术(炒)90g
炮姜 90g 炙甘草 90g

【制法】以上六味, 粉碎成细粉, 过筛, 混匀。每 100g 粉末加炼蜜 120~140g 制成大蜜丸, 即得。

【性状】本品为棕褐色的大蜜丸, 气微, 味甜而辛辣。

【鉴别】(1)取本品, 置显微镜下观察: 纤维单个散在, 长梭形, 直径 24~50 μ m, 壁厚, 木化。联结乳管直径 12~15 μ m, 含细小颗粒状物。草酸钙针晶细小, 长 10~32 μ m, 不规则地充塞于薄壁细胞中。淀粉粒长卵形、广卵形或形状不规则, 直径 25~32 μ m, 脐点状, 位于较小端, 层纹明显。纤维束周围细胞含草酸钙方晶, 形成晶纤维。

(2)取本品 9g, 剪碎, 加硅藻土 4.5g, 加水 50ml, 研匀, 再加水 50ml, 搅拌 20 分钟, 抽滤, 药渣用水 50ml 洗涤后, 在 60℃ 干燥 2 小时, 置索氏提取器中, 加乙醇 70ml, 加热回流提取至回流提取液无色, 放冷, 滤过, 滤液浓缩至近干, 加乙醇 4ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取甘草对照药材 0.5g, 加乙醇 30ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 滤液浓缩至 1ml, 作为对照药材溶液。再取甘草酸单铵盐对照品, 加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验, 吸取上述三种溶液各 1 μ l, 分别点于同一用 0.8% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(15:1:1:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以硫酸乙醇溶液(1→10), 在 105℃ 加热 5~10 分钟, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品 9g, 剪碎, 加乙酸乙酯 20ml, 加热回流 30 分钟, 放冷, 滤过, 滤液低温浓缩至 5ml, 作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品, 加乙醇制成每 1ml 含 2 μ l 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验, 吸取供试品溶液 10 μ l、对照品溶液 2 μ l, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(17:3)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以二硝基苯肼乙醇试液。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的橘红色斑点。

【检查】乌头碱限量 取本品适量, 剪碎, 取 42g, 精密

称定,加硅藻土适量,研匀,加氨试液 10ml,拌匀,放置 2 小时,再加乙醚 100ml,振摇 1 小时,静置 48 小时,滤过,滤液蒸干,残渣用无水乙醇溶解使成 1ml,作为供试品溶液。另取乌头碱对照品适量,精密称定,加无水乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验,精密吸取供试品溶液 24 μ l、对照品溶液 5 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上使成条状,以三氯甲烷-丙酮-甲醇(6:1:1)为展开剂,展开,展距 13cm,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上出现的条斑应小于对照品条斑,或不出现条斑。

【功能与主治】 补肾助阳,温中健脾。用于肾阳衰弱,脾胃虚寒,脘腹冷痛,呕吐泄泻,四肢厥冷。

【用法与用量】 用姜汤或温开水送服。一次 1 丸,一日 2 次。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每丸重 9g

【贮藏】 密封。

桂林西瓜霜

Guilin Xiguashuang

【处方】 西瓜霜	硼砂(煨)
黄柏	黄连
山豆根	射干
浙贝母	青黛
冰片	无患子果(炭)
大黄	黄芩
甘草	薄荷脑

【制法】 以上十四味,除西瓜霜、硼砂、青黛、冰片、薄荷脑外,其余黄柏等九味粉碎成细粉,将西瓜霜、硼砂、青黛、冰片和薄荷脑分别研细,与上述细粉及适量的二氧化硅、甜菊素、枸橼酸等辅料配研,过筛,混匀,即得。

【性状】 本品为灰黄绿色的粉末;气香,味咸、甜、微苦而辛凉。

【鉴别】 (1)取本品 0.5g,加水 3ml,摇匀,滤过,滤液加氯化钡试液 1ml,即生成白色沉淀。此沉淀在盐酸中不溶解。

(2)取本品 0.5g,加硫酸 2ml,混合后加甲醇 8ml,点火焰燃烧,即产生边缘带绿色的火焰。

(3)取本品适量,进行微量升华,升华物呈无色或白色无定形结晶,有清香气。取结晶,加数滴乙醇使溶解,加新配制的 1%香草醛硫酸溶液 1~2 滴,即显紫色至紫红色。

(4)取本品 2g,加乙醇 20ml,浸渍 1 小时,时时振摇,滤过,药渣备用,滤液蒸干,残渣加水 15ml 使溶解,再加盐酸 0.5ml,加热回流 30 分钟,立即冷却,用乙醚振摇提取 2 次(10ml,5ml),合并乙醚液,挥干,残渣加三氯甲烷 0.5ml 使溶

解,作为供试品溶液。另取靛玉红对照品,加三氯甲烷制成每 1ml 含 1mg 的溶液;取大黄素对照品、大黄酚对照品,分别加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验,吸取供试品溶液 3~6 μ l、对照品溶液各 3 μ l,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,分别置日光及紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与靛玉红对照品色谱相应的位置上,日光下显相同颜色的斑点;分别在与大黄素、大黄酚对照品色谱相应的位置上,紫外光下显相同颜色的荧光斑点;置氨蒸气中熏后,日光下检视,斑点变成红色。

(5)取〔鉴别〕(4)项下的备用药渣,加氢氧化钠试液 5 滴、三氯甲烷 15ml,加热回流 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加三氯甲烷 5ml 使溶解,滤过,滤液浓缩至约 0.5ml,作为供试品溶液。另取苦参碱对照品,加三氯甲烷制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验,吸取供试品溶液 4~8 μ l、对照品溶液 3 μ l,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上,以苯-乙酸乙酯-丙酮-浓氨试液(10:20:15:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(6)取黄连对照药材 0.05g,同〔含量测定〕项下供试品的制备方法制成对照药材溶液。另取盐酸小檗碱对照品,加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验,吸取〔含量测定〕项下的供试品溶液、上述对照药材溶液及对照品溶液各 2 μ l,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上,以苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液(12:6:3:3:1)为展开剂,另槽内加入等体积的浓氨试液,预饱和 15 分钟,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合散剂项下有关的各项规定(附录 I B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录 VI D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 pH 值至 3)(30:70)为流动相;检测波长为 350nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取盐酸小檗碱对照品适量,精密称定,加盐酸-甲醇(1:100)的混合溶液制成每 1ml 含 40 μ g 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入盐酸-甲醇(1:100)的混合溶液 50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 33kHz)40 分钟,放冷,再称定重量,用上述混合溶液补足减失的重量,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 5 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。