白头翁片

Baitouwengpian

【**药材来源**】 本品为毛茛科植物白头翁 *Pulsatilla chinensis* (Bge.) Regel 的干燥根。春、秋二季采挖,除去泥沙,干燥。以条粗长、质坚实、根头有白色毛茸者为佳。

【炮制】取原药材,除去杂质,浸泡 0.5~1 小时,取出,闷润 8~12 小时,至内外湿度一致,切厚片,干燥,筛去碎屑。

【性状】本品为类圆形的厚片。外表皮黄棕色或棕褐色,具不规则纵皱纹或 纵沟,近根头部有白色绒毛。切面皮部黄白色或淡黄棕色,木部淡黄色。气微, 味微苦涩。

【鉴别】(1)本品粉末灰棕色。韧皮纤维梭形或纺锤形,长 100~390 μ m, 直径 16~42 μ m,壁木化。非腺毛单细胞,直径 13~33 μ m,基部稍膨大,壁大多木化,有的可见螺状或双螺状纹理。具缘纹孔导管、网纹导管及螺纹导管,直径 10~72 μ m。

(2) 取本品 1g, 研细,加甲醇 10ml,超声处理 10 分钟,滤过,取滤液作为供试品溶液。另取白头翁对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 5 μ1,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-醋酸-水 (4:1:2)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 水分 不得过 13.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 总灰分 不得过 11.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

酸不溶性灰分 不得过 6.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法 (中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的冷浸法测定,用水饱和的正丁醇作溶剂,不得少于 17.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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(64:36)为流动相;检测波长为 201nm。理论板数按白头翁皂苷 B₄峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取白头翁皂苷 B_4 对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 $1ml \ge 0.1mg$ 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)0.2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加甲醇10ml,密塞,超声处理(功率150W,频率40kHz)25分钟,放冷,滤过,滤液置250ml量瓶中,用少量流动相洗涤容器及残渣,洗液并入同一量瓶中,加流动相至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 µ1, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品按干燥品计算,含白头翁皂苷 B_4 ($C_{59}H_{96}O_{26}$) 不得少于 4.6%。

【性味与归经】 苦,寒。归胃、大肠经。

【功能与主治】 清热解毒,凉血止痢。用于热毒血痢,阴痒带下。

【用法与用量】 9~15g。

【贮藏】 置通风干燥处。

北豆根段

Beidougenduan

【**药材来源**】 本品为防己科植物蝙蝠葛 Menispermum dauricum DC.的干燥根茎。春、秋二季采挖,除去须根及泥沙,干燥。以条粗长、外皮色黄棕、断面色浅黄者为佳。

【**炮制**】 取原药材,除去杂质及残茎,大小分开,洗净,取出,闷润 8~16 小时,至内外湿度一致,切段,干燥,筛去碎屑。

【性状】 本品为圆柱形的段。外表皮棕黄色至暗棕色,切面黄白色或淡黄色,木部呈放射状排列,中心有白色髓。气微,味苦。

【鉴别】(1)本品粉末淡棕黄色。石细胞单个散在,淡黄色,分枝状或不规则形,直径 43~147 μ m (200 μ m),胞腔较大。中柱鞘纤维多成束,淡黄色,直径 18~34 μ m,常具分隔。木纤维成束,直径 10~26 μ m,壁具斜纹孔或交叉纹孔。具缘纹孔导管。草酸钙结晶细小。淀粉粒单粒直径 3~12 μ m; 复粒 2~8分粒。

(2) 取本品粉末 0.5g, 加乙酸乙酯 15ml、浓氨试液 0.5ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取北豆根对照药材 0.5g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 吸取上述两种溶液各 2 μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(9:1:1 滴)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【**检查**】 水分 不得过 12.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 7.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

酸不溶性灰分 不得过 2.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的 热浸法测定,用乙醇作溶剂,不得少于 13.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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-0.05%三乙胺溶液(45:55)为流动相;检测波长为 284nm。理论板数按蝙蝠葛碱峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备 取经硅胶 G减压干燥 18小时以上的蝙蝠葛苏林碱对照品、蝙蝠葛碱对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加甲醇制成每 1ml 含蝙蝠葛苏林碱 20 μg,蝙蝠葛碱 35 μg 的混合溶液,即得(临用前新制,避光保存)。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约 0.2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 140W,频率 42kHz)30分钟,取出,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,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 10 µ1, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品按干燥品计算,含蝙蝠葛苏林碱($C_{37}H_{42}N_2O_6$)和蝙蝠葛碱($C_{38}H_{44}N_2O_6$)的总量不得少于 0.45%。

【性味与归经】 苦,寒;有小毒。归肺、胃、大肠经。

【功能与主治】 清热解毒,祛风止痛。用于咽喉肿痛,热毒泻痢,风湿痹痛。

【用法与用量】 3~9g。

【贮藏】 置干燥处。

北沙参片

Beishashenpian

【**药材来源**】本品为伞形科植物珊瑚菜 *Glehnia littoralis* Fr. Schmidt ex Miq. 的干燥根。夏、秋二季采挖,除去须根,洗净,稍晾,置沸水中烫后,除去外皮,干燥。或洗净直接干燥。以条均匀、质坚实、色白者为佳。

【**炮制**】 取原药材,除去杂质及残茎,洗净,闷润 8~12 小时,至内外湿度一致,切厚片,干燥。

【性状】 本品为类圆形厚片,外表皮淡黄白色,略粗糙,有细纵皱纹和纵沟,并有棕黄色点状细根痕。切面皮部浅黄白色,木部黄色。气特异,味微甘。

【检查】 水分 不得过 15.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 5.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【性味与归经】 甘、微苦,微寒。归肺、胃经。

【功能与主治】 养阴清肺,益胃生津。用于肺热燥咳,劳嗽痰血,胃阴不足,热病津伤,咽干口渴。

【用法与用量】 $5\sim12g$ 。

【注意】 不宜与藜芦同用。

【贮藏】 置通风干燥处,防蛀。

鳖甲块

Biejiakuai

【**药材来源**】本品为鳖科动物鳖 *Trionyx sinensis* Wiegmann 的背甲。全年均可捕捉,以秋、冬二季为多,捕捉后杀死,置沸水中烫至背甲上的硬皮能剥落时,取出,剥取背甲,除去残肉,晒干。以完整、无残肉者为佳。

【炮制】 取原药材,置蒸锅内,蒸 45 分钟,至皮膜、残肉易于除去时,取出,放入热水中,立即用硬刷除净皮肉,洗净,干燥,加工成块。

【性状】 本品为长方形的块片。外表面黑褐色或墨绿色,略有光泽,具细网状皱纹和灰黄色或灰白色斑点。内表面类白色,具肋骨,并伸出边缘,两侧边缘均具细锯齿。质坚硬。气微腥,味淡。

【检查】水分 不得过 12.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的 热浸法测定,用稀乙醇作溶剂,不得少于 5.0%。

【性味与归经】 咸,微寒。归肝、肾经。

【功能与主治】 滋阴潜阳,退热除蒸,软坚散结。用于阴虚发热,骨蒸劳热,阴虚阳亢,头晕目眩,虚风内动,手足瘈疭,经闭,癥瘕,久疟疟母。

【用法与用量】 9~24g, 用时捣碎, 先煎。

【贮藏】 置干燥处,防蛀。

枸骨叶丝

Gouguyesi

【**药材来源**】 本品为冬青科植物枸骨 *Ilex cornuta* Lindl. ex Paxt.的干燥叶。 秋季采收,除去杂质,晒干。以叶大、色绿者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质,洗净,稍润,切宽丝,干燥,筛去碎屑。

【性状】 本品为不规则宽丝,多卷曲。上表面黄绿色或绿褐色,有光泽,下表面灰黄色或灰绿色,有的边缘具刺齿。革质,硬而厚。气微,味微苦。

【鉴别】取本品粉末 2g, 加 70%乙醇 40ml, 超声处理 30 分钟, 滤过,滤液蒸干, 残渣加水 40ml 使溶解, 用三氯甲烷 40ml 振摇提取, 弃去三氯甲烷液,水层加浓氨试液 2ml, 摇匀, 用水饱和的正丁醇 40ml 振摇提取, 分取正丁醇液,浓缩至干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取枸骨叶对照药材 2g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 1 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(1:3:1:0.3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【**检查**】 **水分** 不得过 8.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 **总灰分** 不得过 6.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【性味与归经】 苦,凉。归肝、肾经。

【功能与主治】 清热养阴,益肾,平肝。用于肺痛咯血,骨蒸潮热,头晕目眩。

【用法与用量】 $9\sim15g$ 。

【贮藏】 置干燥处。

骨碎补段

Gusuibuduan

【**药材来源**】 本品为水龙骨科植物槲蕨 *Drynaria fortunei*(Kunze)J. Sm. 的干燥根茎。全年均可采挖,除去泥沙,干燥,或再燎去茸毛(鳞片)。以条粗大、色棕红者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质,洗净,浸泡 4~8 小时,取出,闷润 8~12 小时,至内外湿度一致,切段,干燥,筛去碎屑。

【性状】 本品为扁平条状段。表面深棕色至棕褐色,有残留的细小棕色鳞片,有的可见圆形的叶痕。切面红棕色或棕黄色,黄色的维管束点状排列成环。体轻,质脆,易折断。气微,味淡、微涩。

【鉴别】取本品粉末 0.5g, 加甲醇 30ml, 加热回流 1 小时, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取骨碎补对照药材 0.5g, 同法制成对照药材溶液。再取柚皮苷对照品,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(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 吸取上述三种溶液各 4 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(1:12:2.5:3)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以三氯化铝试液,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**】 **水分** 不得过 14.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 **总灰分** 不得过 7.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的 热浸法测定,用稀乙醇作溶剂,不得少于 16.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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-醋酸-水(35:4:65)为流动相;检测波长为 283nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取柚皮苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 60 μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粗粉约 0.25g,精密称定,置锥形瓶中,加甲醇 30ml,加热回流 3 小时,放冷,滤过,滤液置 50ml 量瓶中,用少量甲醇分数次洗涤容器,洗液滤入同一量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ1, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品按干燥品计算,含柚皮苷($C_{27}H_{32}O_{14}$)不得少于 0.50%。

【性味与归经】 苦,温。归肝、肾经。

【功能与主治】 疗伤止痛,补肾强骨;外用消风祛斑。用于跌扑闪挫,筋骨折伤,肾虚腰痛,筋骨痿软,耳鸣耳聋,牙齿松动;外治斑秃,白癜风。

【用法与用量】 3~9g。

【贮藏】 置干燥处。

广陈皮块

Guangchenpikuai

【**药材来源**】本品为芸香科植物橘 Citrus reticulata Blanco 及其栽培变种的干燥成熟果皮。药材分为"陈皮"和"广陈皮"。采摘成熟果实,剥取果皮,晒干或低温干燥。以色鲜艳、香气浓者为佳。

【炮制】 取广陈皮原药材,除去杂质,加工成块。

【性状】 本品呈不规则块状。外表面橙红色或红棕色,有细皱纹和凹下的点状油室。内表面浅黄色或黄白色,粗糙,附黄白色或黄棕色筋络状维管束。质较柔软。气香,味辛、苦。

- 【鉴别】(1)本品粉末黄白色至黄棕色。中果皮薄壁组织众多,细胞形状不规则,壁不均匀增厚,有的成连珠状。果皮表皮细胞表面观多角形、类方形或长方形,垂周壁稍厚,气孔类圆形,直径 18~26 μ m,副卫细胞不清晰;侧面观外被角质层,靠外方的径向壁增厚。草酸钙方晶成片存在于中果皮薄壁细胞中,呈多面体形、菱形或双锥形,直径 3~34 μ m,长 5~53 μ m,有的一个细胞内含有由两个多面体构成的平行双晶或 3~5 个方晶。橙皮苷结晶大多存在于薄壁细胞中,黄色或无色,呈圆形或无定形团块,有的可见放射状条纹。可见螺纹导管、孔纹导管和网纹导管及较小的管胞。
- (2)取本品粉末 0.3g,加甲醇 10ml,超声处理 20 分钟,滤过,取滤液 5ml,浓缩至 1ml,作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品,加甲醇制成饱和溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 2 μ l,分别点于同一用 0.5%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂,展至约 3cm,取出,晾干,再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层溶液为展开剂,展至约 8cm,取出,晾干,喷以三氯化铝试液,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。
- (3)取广陈皮对照提取物,加甲醇超声处理 20 分钟,制成每 1ml 含 15mg 的溶液,作为对照提取物溶液。另取 2-甲氨基苯甲酸甲酯对照品,加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液,作为对照品溶液,照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液及上述对照提取物溶液与对照品溶液各 2 μ1,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-水

(10:4:2:0.5) 10℃以下放置的上层溶液为展开剂,展至约 5cm,取出,晾干,再以环己烷为展开剂,展至约 8cm,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照提取物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】 水分 不得过 13.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第四法)。

黄曲霉毒素 照真菌毒素测定法(中国药典 2020 年版通则 2351)测定。

取本品粉末(过二号筛)约 5g,精密称定,加氯化钠 3g,照黄曲霉毒素测定法项下的供试品溶液的制备方法测定,计算,即得。

本品每 1000g 含黄曲霉毒素 B_1 不得过 $5 \mu g$,含黄曲霉毒素 G_2 、黄曲霉毒素 G_3 、黄曲霉毒素 G_4 、黄曲霉毒素 G_5 和黄曲霉毒素 G_5 和黄曲霉毒素 G_6 和黄曲霉毒素 G_7 和黄曲霉毒素 G_8 和黄曲霉毒素 G_8 和黄曲霉毒素 G_8 和黄曲霉毒素 G_8 和黄曲霉毒素 G_9 和黄曲霉素 G_9 和黄曲

【含量测定】照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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,以水为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;橙皮苷检测波长为283nm,川陈皮素和橘皮素检测波长为330nm。理论板数按橙皮苷峰和川陈皮素峰计算均应不低于2000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B(%)	检测波长 (nm)
0~10	22	78	283
10~20	22→48	78 → 52	283
20~35	48	52	330

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品、川陈皮素对照品、橘皮素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含橙皮苷 0.2mg、川陈皮素 25 μg、橘皮素 15 μg 的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粗粉 (过二号筛)约 0.2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 300W,频率 40kHz)45分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,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 μ1, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品按干燥品计算,含橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)不得少于 1.75%; 含川陈皮素 ($C_{21}H_{22}O_8$) 和橘皮素($C_{20}H_{20}O_7$)的总量,不得少于 0.40%。

【性味与归经】 苦、辛,温。归肺、脾经。

【功能与主治】 理气健脾,燥湿化痰。用于脘腹胀满,食少吐泻,咳嗽痰 多。

【用法与用量】 3~10g。

【贮藏】 置阴凉干燥处,防霉,防蛀。

注: 栽培变种主要有茶枝柑 Citrus reticulata 'Chachi'(广陈皮)、大红袍 Citrus reticulata 'Dahongpao'、温州蜜柑 Citrus reticulata 'Unshiu'、福橘 Citrus reticulata 'Tangerina'。

红参厚片

Hongshenhoupian

【**药材来源**】 本品为五加科植物人参 *Panax ginseng* C. A. Mey.的栽培品经蒸制后的干燥根和根茎。秋季采挖,洗净,蒸制后,干燥。以体完整、条粗、腿长、质坚实者为佳。

【炮制】取原药材,除去芦头,上笼隔水蒸软(10~20分钟),取出,稍晾,切2~3mm片,干燥。

【性状】本品为圆形、类圆形厚片或斜切片。外表皮红棕色,切面红棕色或深红色,切面平坦,角质样。质硬而脆。气微香而特异,味甘、微苦。

【鉴别】 (1) 本品横切面: 木栓层为数列细胞。栓内层窄。韧皮部外侧有裂隙,内侧薄壁细胞排列较紧密,有树脂道散在,内含黄色分泌物。形成层成环。木质部射线宽广,导管单个散在或数个相聚,断续排列成放射状,导管旁偶有非木化的纤维。薄壁细胞含草酸钙簇晶。

粉末淡黄白色。树脂道碎片易见,含黄色块状分泌物。草酸钙簇晶直径 20~68 μm,棱角锐尖。木栓细胞表面观类方形或多角形,壁细波状弯曲。网纹导管和梯纹导管直径 10~56 μm。淀粉粒糊化轮廓模糊。

(2)取本品粉末 1g,加三氯甲烷 40ml,加热回流 1 小时,弃去三氯甲烷液, 药渣挥干溶剂,加水 0.5ml 搅拌湿润,加水饱和正丁醇 10ml,超声处理 30 分钟, 吸取上清液加 3 倍量氨试液,摇匀,放置分层,取上层液蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取人参对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。再 取人参皂苷 Rb1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rf 对照品及人参皂苷 Rg1 对照品,加甲醇制成每 1ml 各含 2mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄 层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述三种溶液各 1~2 μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃ 以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰,分别置日光和紫外光灯(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,分别显相同颜色的斑点 或荧光斑点。

【检查】 水分 不得过 12.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。

其他有机氯类农药残留量 照气相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0521) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 分析柱:以键合交联 14%氰丙基苯基二甲基硅氧烷为固定液 (DM1701 或同类型)的毛细管柱 (30m×0.32mm×0.25 μ m),验证柱:以键合交联 5%苯基甲基硅氧烷为固定液(DB5 或同类型)的毛细管柱(30m×0.32mm×0.25 μ m); 63Ni-ECD 电子捕获检测器;进样口温度 230℃,检测器温度 300℃,不分流进样。恒压控制模式,初始流速为每分钟 1.5ml。程序升温:初始温度 60℃,保持 0.5 分钟,以每分钟 60℃升至 170℃,再以每分钟 15℃升至 220℃,保持 5 分钟,再以每分钟 1℃升至 240℃,以每分钟 15℃升至 280℃,保持 5 分钟。理论板数按五氯硝基苯峰计算应不低于 1×105,两个相邻色谱峰的分离度应大于 1.5。

混合对照品储备液的制备 分别精密称取五氯硝基苯、六氯苯、七氯(七氯、环氧七氯)、氯丹(顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹)农药对照品适量,精密称定,用正己烷溶解分别制成每 1ml 约含 100 μg 的溶液。精密量取上述对照品溶液各 1ml,置同一 100ml 量瓶中,加正己烷至刻度,摇匀;或精密量取有机氯农药混合对照品溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,加正己烷至刻度,摇匀,即得(每 1ml 含各农药对照品 1 μg)。

混合对照品溶液的制备 精密量取上述混合对照品储备液,用正己烷制成每1ml分别含1ng、2ng、5ng、10ng、20ng、50ng、100ng的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品,粉碎成细粉(过二号筛),取约 5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加水 30ml,振摇 10 分钟,精密加入丙酮 50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 300W,频率 40kHz) 30 分钟,放冷,再称定重量,用丙酮补足减失的重量,再加氯化钠约 8g,精密加入二氯甲烷 25ml,称定重量,超声处理(功率 300W,频率 40kHz) 15 分钟,放冷,再称定重量,用二氯甲烷补足减失的重量,振摇使氯化钠充分溶解,静置,转移至离心管中,离心(每分钟3000 转) 3 分钟,使完全分层,将上层有机相转移至装有适量无水硫酸钠的具塞锥形瓶中,放置 30 分钟。精密量取 15ml,置 40℃水浴中减压浓缩至约 1ml,加正己烷约 5ml,减压浓缩至近干,用正己烷溶解并转移至 5ml 量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,转移至离心管中,缓缓加入硫酸溶液(9→10) 1ml,振摇 1 分钟,

离心(每分钟 3000 转) 10 分钟,分取上清液,加水 1ml,振摇,取上清液,即得。

测定法 分别精密吸取供试品溶液和与之相应浓度的混合对照品溶液各 1 µ l, 注入气相色谱仪,分别连续进样 3 次,取平均值,按外标法计算,即得。

本品中含五氯硝基苯不得过 0.1mg/kg; 六氯苯不得过 0.1mg/kg; 七氯(七氯、环氧七氯之和)不得过 0.05mg/kg; 氯丹(顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹之和)不得过 0.1mg/kg。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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,以水为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为 203nm。理论板数按人参皂苷 Rg1 峰计算应不低于 6000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~35	19	81
35~55	19→29	81→71
55~70	29	71
70~100	29→40	71 → 60

对照品溶液的制备 分别取人参皂苷 Rg_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rb_1 对照品,加甲醇制成每 1ml 含人参皂苷 Rg_1 0.5mg、人参皂苷 Re 0.3mg、人参皂苷 Rb_1 0.5mg 的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过四号筛)约1g,精密称定,置索氏提取器中,加三氯甲烷适量,加热回流3小时,弃去三氯甲烷液,药渣挥干溶剂;连同滤纸筒移入具塞锥形瓶中,精密加入水饱和的正丁醇50ml,密塞,放置过夜,超声处理(功率250W,频率50kHz)30分钟,滤过。精密量取续滤液25ml,置蒸发皿中蒸干,残渣加甲醇溶解,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 10 µ1 与供试品溶液 10~20 µ1,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含人参皂苷 Rg_1 ($C_{42}H_{72}O_{14}$)和人参皂苷 Re($C_{48}H_{82}O_{18}$)的总量不得少于 0.22%,人参皂苷 Rb_1 ($C_{54}H_{92}O_{23}$)不得少于 0.18%。

【性味与归经】 甘、微苦,温。归脾、肺、心、肾经。

【功能与主治】 大补元气,复脉固脱,益气摄血。用于体虚欲脱,肢冷脉微,气不摄血,崩漏下血。

【用法与用量】 3~9g, 另煎兑服。

【注意】不宜与藜芦、五灵脂同用。

【贮藏】置阴凉干燥处,密闭,防蛀。

胡黄连片

Huhuanglianpian

【药材来源】 本品为玄参科植物胡黄连 Picrorhiza scrophulariiflora Pennell 的干燥根茎。秋季采挖,除去须根及泥沙,晒干。以条粗、质脆、折断时有粉尘、味苦者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质,大小分开,洗净,闷润 8~12 小时,至内外湿度一致,切厚片,干燥,筛去碎屑。

【性状】 本品呈不规则的圆形厚片。外表皮灰棕色至暗棕色。切面灰黑色或棕黑色,木部有4~10个类白色点状维管束排列成环。气微,味极苦。

【鉴别】 (1) 取本品粉末 0.5g, 置适宜器皿中, 60~80℃升华 4 小时, 置显微镜下观察, 可见针状、针簇状、棒状、板状结晶及黄色球状物。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的升华物,加三氯甲烷数滴使溶解,作为供试品溶液。另取香草酸对照品、肉桂酸对照品,加三氯甲烷制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 5 μl,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上,以正己烷-乙醚-冰醋酸(5:5:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。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。

【检查】 水分 不得过 13.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 **总灰分** 不得过 7.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

酸不溶性灰分 不得过 3.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的 热浸法测定,用乙醇作溶剂,不得少于 30.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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-磷酸(35:65:0.1)为流动相;检测波长为 275nm。理论板数按胡黄连苷 II 峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取胡黄连苷 I 对照品、胡黄连苷 II 对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 各含 40ug 的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约 0.1g,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) 30 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 1ml, 置 5ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 µ1, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品按干燥品计算,含胡黄连苷 $I(C_{24}H_{28}O_{11})$ 与胡黄连苷 $II(C_{23}H_{28}O_{13})$ 的总量不得少于 9.0% 。

【性味与归经】 苦,寒。归肝、胃、大肠经。

【功能与主治】 退虚热,除疳热,清湿热。用于骨蒸潮热,小儿疳热,湿 热泻痢,黄疸尿赤,痔疮肿痛。

【用法与用量】 3~10g。

【贮藏】 置干燥处。

滑石块

Huashikuai

【**药材来源**】 本品为硅酸盐类矿物滑石族滑石,主含含水硅酸镁 [Mg₃(Si₄O₁₀)(OH)₂]。采挖后,除去泥沙和杂石。以色白、滑润者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂石,洗净,干燥,加工成小碎块。

【性状】 本品为不规则碎块。白色、黄白色或淡蓝灰色,有蜡样光泽。质软,细腻,手摸有滑润感,无吸湿性,置水中不崩散。气微,味淡。

【鉴别】(1) 取本品粉末 0.2g, 置铂坩埚中,加等量氟化钙或氟化钠粉末,搅拌,加硫酸 5ml,微热,立即将悬有 1 滴水的铂坩埚盖盖上,稍等片刻,取下铂坩埚盖,水滴出现白色浑浊。

(2) 取本品粉末 0.5g,置烧杯中,加入盐酸溶液(4→10)10ml,盖上表面皿,加热至微沸,不时摇动烧杯,并保持微沸 40 分钟,取下,用快速滤纸滤过,用水洗涤残渣 4~5 次。取残渣约 0.1g,置铂坩埚中,加入硫酸(1→2)10 滴和氢氟酸 5ml,加热至冒三氧化硫白烟时,取下冷却后,加水 10ml 使溶解,取溶液 2 滴。加镁试剂(取对硝基偶氮间苯二酚 0.01g 溶于 4%氢氧化钠溶液 1000ml中)1 滴,滴加氢氧化钠溶液(4→10)使成碱性,生成天蓝色沉淀。

【性味与归经】 甘、淡,寒。归膀胱、肺、胃经。

【功能与主治】 利尿通淋,清热解暑,外用祛湿敛疮。用于热淋,石淋,尿热涩痛,暑湿烦渴,湿热水泻,外治湿疹,湿疮,痱子。

【用法与用量】 10~20g, 先煎。外用适量。

【贮藏】 胃干燥处。

黄芩厚片

Huangqinhoupian

【**药材来源**】本品为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根。 春、秋二季采挖,除去须根及泥沙,晒后撞去粗皮,晒干。以条长、色黄者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质,置沸水中煮 10~20 分钟或置适宜容器内蒸制 30 分钟,取出,闷润 1~3 小时至透,切厚片,干燥(注意避免曝晒)。

【性状】本品为类圆形或不规则形厚片。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,中心部分有的呈枯朽状,暗棕色。气微,味苦。

【鉴别】(1)本品粉末黄色。韧皮纤维单个散在或数个成束,梭形,长60~250μm,直径9~33μm,壁厚,孔沟细。石细胞类圆形、类方形或长方形,壁较厚或甚厚。木栓细胞棕黄色,多角形。网纹导管多见,直径24~72μm。木纤维多碎断,直径约12μm,有稀疏斜纹孔。淀粉粒甚多,单粒类球形,直径2~10μm,脐点明显,复粒由2~3分粒组成。

(2) 取本品粉末 1g,加乙酸乙酯-甲醇(3:1)的混合溶液 30ml,加热回流 30分钟,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 5ml 使溶解,取上清液作为供试品溶液。另取黄芩对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。再取黄芩苷对照品、黄芩素对照品、汉黄芩素对照品,加甲醇分别制成每 1ml 含 1mg、0.5mg、0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020年版通则 0502)试验,吸取供试品溶液和对照药材溶液各 2 μl、对照品溶液各 1 μl,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(10:3:1:2)为展开剂,预饱和 30分钟,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点;在与对照品色谱相应的位置上,显三个相同的暗色斑点。

【检查】 水分 不得过 12.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 **总灰分** 不得过 6.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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-磷酸(47:53:0.2)为流动相;检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取在 60℃减压干燥 4 小时的黄芩苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 60 μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品中粉约 0.3g, 精密称定,加 70% 乙醇 40ml,加热回流 3 小时,放冷,滤过,滤液置 100ml 量瓶中,用少量 70% 乙醇分次洗涤容器和残渣,洗液滤入同一量瓶中,加 70% 乙醇至刻度,摇匀。精密量取 1ml,置10ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ1, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品按干燥品计算,含黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)不得少于 8.0%。

【性味与归经】 苦,寒。归肺、胆、脾、大肠、小肠经。

【功能与主治】 清热燥湿,泻火解毒,止血,安胎。用于湿温、暑湿,胸闷呕恶,湿热痞满,泻痢,黄疸,肺热咳嗽,高热烦渴,血热吐衄,痈肿疮毒,胎动不安。

【用法与用量】 3~9g。

【贮藏】 置通风干燥处,防潮。

京制炒槟榔

Jingzhi Chaobinglang

【**药材来源**】 本品为棕榈科植物槟榔 Areca catechu L.的干燥成熟种子。春末至秋初采收成熟果实,用水煮后,干燥,除去果皮,取出种子,干燥。以个大、体重、质坚、无破裂者为佳。

【炮制】 取槟榔片,置热锅内,用文火炒至稍变色,预先将炼蜜加适量沸水稀释,取蜜水喷洒均匀,再略炒,取出,晾凉。

每 100kg 槟榔片, 用炼蜜 5kg。

【性状】 本品为类圆形薄片。表面微黄色,可见大理石样花纹。质脆,易碎。气微,味涩、微苦。

【鉴别】本品粉末黄色。内胚乳细胞极多,多破碎,完整者呈不规则多角形或类方形,直径 56~112 μm, 纹孔较多,甚大,类圆形或矩圆形。外胚乳细胞呈类方形、类多角形或长条状,直径 40~72 μm,孔沟可察见,胞腔内大多数充满红棕色至深棕色物。种皮石细胞呈纺锤形,多角形或长条形,直径 24~64 μm,淡黄棕色,纹孔少数,裂缝状,有的胞腔内充满红棕色物。

【性味与归经】 苦、辛,温。归胃、大肠经。

【功能与主治】 消食导滞。用于食积不消,泻痢后重。

【用法与用量】 3~9g。

【贮藏】 置通风干燥处,防蛀。

京制焦槟榔

Jingzhi Jiaobinglang

本品为槟榔的炮制加工品。

【炮制】 取槟榔片,置热锅内,用中火炒至焦黄色,预先将炼蜜加适量沸水稀释,取蜜水喷洒均匀,再略炒,取出,晾凉。

每 100kg 槟榔片,用炼蜜 5kg。

【性状】 本品为类圆形薄片。表面焦黄色,可见大理石样花纹。质脆,易碎。气微,味涩、微苦。

【鉴别】本品粉末焦黄色。内胚乳细胞极多,多破碎,完整者呈不规则多角形或类方形,直径 56~112 μm, 纹孔较多,甚大,类圆形或矩圆形。外胚乳细胞呈类方形、类多角形或长条状,直径 40~72 μm,孔沟可察见,胞腔内大多数充满红棕色至深棕色物。种皮石细胞呈纺锤形,多角形或长条形,直径 24~64 μm,淡黄棕色,纹孔少数,裂缝状,有的胞腔内充满红棕色物。

【性味与归经】【功能与主治】【用法与用量】【贮藏】同炒槟榔。

酒黄芩厚片

Jiuhuangqinhoupian

本品为黄芩的炮制加工品。

【炮制】 取黄芩厚片,加黄酒拌匀,闷润 1~2 小时,至黄酒被吸尽,置热锅内,用文火炒干,取出,晾凉。

每 100kg 黄芩厚片,用黄酒 15kg。

【**性状**】 本品为类圆形或不规则形厚片。外表皮棕褐色。切面黄棕色,具放射状纹理,中心部分有的呈枯朽状,暗棕色。微有酒香气。

【**鉴别**】(1)本品粉末黄色。照黄芩厚片项下的〔鉴别〕(1)试验,显相同的结果。

(2) 取本品粉末 1g, 照黄芩厚片项下的(鉴别)(2) 试验, 显相同的结果。

【**含量测定**】 取本品中粉约 0.3g, 精密称定, 照黄芩厚片项下的〔含量测定〕方法测定。

【性味与归经】 同黄芩厚片。

【功能与主治】 清热解毒,止血止咳。目赤肿痛,瘀血壅盛,上部积血失血,上焦肺热咳嗽。

【用法与用量】【贮藏】同黄芩厚片。

蜜前胡片

Miqianhupian

本品为前胡的炮制加工品。

【炮制】 取炼蜜,加适量沸水稀释,淋入前胡片中,拌匀,闷润 2~4 小时, 置热锅内,用文火炒至表面深黄色,不粘手时,取出,晾凉。

每 100kg 前胡片, 用炼蜜 25kg。

【性状】 本品为类圆形或不规则形的厚片。表面深黄色至黄褐色,略有光泽。味微甜。

【鉴别】取本品粉末 0.5g, 照前胡片项下的〔鉴别〕试验, 显相同的结果。

【检查】 水分 不得过 13.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 8.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

酸不溶性灰分 不得过 2.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的冷浸法测定,用稀乙醇作溶剂,不得少于 20.0%。

【含量测定】取本品粉末(过三号筛)约0.5g,精密称定,照前胡片项下的〔含量测定〕方法测定。

【性味与归经】 同前胡片。

【功能与主治】 润肺止咳。用于肺燥咳嗽,咳嗽痰黄,咽喉干燥。

【用法与用量】 【贮藏】 同前胡片。

前胡片

Qianhupian

【**药材来源**】 本品为伞形科植物白花前胡 Peucedanum praeruptorum Dunn 的干燥根。冬季至次春茎叶枯萎或未抽花茎时采挖,除去须根,洗净,晒干或低温干燥。以条粗壮、质柔软、香气浓者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质及残茎,洗净,浸泡 1~2 小时,取出,闷润 8~12 小时,至内外湿度一致,切厚片,晒干或低温干燥,筛去碎屑。

【性状】 本品为类圆形或不规则形的厚片。外表皮黑褐色或灰黄色,有时可见残留的纤维状叶鞘残基。切面黄白色至淡黄色,皮部散有多数棕黄色油点,可见一棕色环纹及放射状纹理。气芳香,味微苦、辛。

【鉴别】取本品粉末 0.5g,加三氯甲烷 10ml,超声处理 10 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 5ml 使溶解,作为供试品溶液。另取白花前胡甲素对照品、白花前胡乙素对照品,加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各5 μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 水分 不得过 12.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 **总灰分** 不得过 6.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的冷浸法测定,用稀乙醇作溶剂,不得少于 20.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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 (75:25)为流动相;检测波长为 321nm。理论板数按白花前胡甲素峰计算应不 低于 3000。

对照品溶液的制备 取白花前胡甲素对照品和白花前胡乙素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 各含 50 μg 的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入三氯甲烷 25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 33kHz)10 分钟,放冷,再称定重量,用三氯甲烷补足减失的重量,摇匀,

滤过;精密量取续滤液 5ml,蒸干,残渣加甲醇溶解并转移至 25ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ1, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品按干燥品计算,含白花前胡甲素($C_{21}H_{22}O_7$)不得少于 0.90%,含白花前胡乙素($C_{24}H_{26}O_7$)不得少于 0.24%。

【性味与归经】 苦、辛、微寒。归肺经。

【功能与主治】 降气化痰,散风清热。用于痰热咳喘,咯痰黄稠,风热咳嗽痰多。

【用法与用量】 3~10g。

【贮藏】 置阴凉干燥处,防霉,防蛀。

秦艽段

Qinjiaoduan

【药材来源】 本品为龙胆科植物秦艽 Gentiana macrophylla Pall、麻花秦艽 Gentiana straminea Maxim、粗茎秦艽 Gentiana crassicaulis Duthie ex Burk.或小秦艽 Gentiana dahurica Fisch.的干燥根。前三种按性状不同分别习称"秦艽"和"麻花艽",后一种习称"小秦艽"。春、秋二季采挖,除去泥沙;秦艽及麻花艽晒软,堆置"发汗"至表面呈红黄色或灰黄色时,摊开晒干,或不经"发汗"直接晒干;小秦艽趁鲜时搓去黑皮,晒干。以粗大、质实、色棕黄、气味浓厚者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质及残茎,大小分开,洗净,闷润 1~2 小时,至内外湿度一致,切段,干燥,筛去碎屑。

【性状】 本品为不规则圆柱形的段。外表皮黄棕色、灰黄色或棕褐色,粗糙,有纵向或扭曲的纵皱纹。切面皮部黄色或棕黄色,木部黄色,有的中心呈枯朽状。偶见残存茎基及纤维状叶鞘。气特异,味苦、微涩。

【鉴别】 (1) 取本品粉末 0.5g, 加甲醇 10ml, 超声处理 15 分钟, 滤过, 取滤液作为供试品溶液。另取龙胆苦苷对照品, 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(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 吸取供试品溶液 5 μl、对照品溶液 1 μl, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲醇-水(10:2:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254nm)下检视。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。

(2) 取栎瘿酸对照品,加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液 5 μ1和上述对照品溶液 1 μ1,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-甲酸(50:1:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰。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。

【检查】 水分 不得过 9.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 8.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

酸不溶性灰分 不得过 3.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的 热浸法测定,用乙醇作溶剂,不得少于 20.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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-0.1% 醋酸溶液(9:91)为流动相; 检测波长为 254nm。理论板数按龙胆苦苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取龙胆苦苷对照品、马钱苷酸对照品适量,精密称定,分别加甲醇制成每 1ml 含龙胆苦苷 0.5mg、马钱苷酸 0.3mg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 20ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 500W,频率 40kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,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 5~10 µ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品按干燥品计算,含龙胆苦苷($C_{16}H_{20}O_9$)和马钱苷酸($C_{16}H_{24}O_{10}$)的总量不得少于 2.5% 。

【性味与归经】 辛、苦, 平。归胃、肝、胆经。

【功能与主治】 祛风湿,清湿热,止痹痛,退虚热。用于风湿痹痛,中风半身不遂,筋脉拘挛,骨节酸痛,湿热黄疸,骨蒸潮热,小儿疳积发热。

【用法与用量】 $3\sim10g$ 。

【贮藏】 置通风干燥处。

桑寄生段

Sangjishengduan

【药材来源】本品为桑寄生科植物桑寄生 Taxillus chinensis (DC.) Danser 的干燥带叶茎枝。冬季至次春采割,除去粗茎,切段,干燥,或蒸后干燥。以枝细嫩、色红褐、叶多者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质,粗细分开,将叶另放。取茎、枝,洗净,浸泡 6~12 小时,取出,闷润 12~24 小时,至内外湿度一致,切长段。再取叶,洗净,稍闷润,切长段。将茎、枝、叶混合均匀,干燥,筛去碎屑。若为产地段,除去杂质。

【性状】 本品为不规则的段。外表皮红褐色或灰褐色,具细纵纹,并有多数细小突起的棕色皮孔,嫩枝有的可见棕褐色茸毛。切面皮部红棕色,木部浅红棕色。叶多卷曲或破碎,完整者展平后呈卵形或椭圆形,表面黄褐色,幼叶被细茸毛,先端钝圆,基部圆形或宽楔形,全缘; 革质。气微,味涩。

【鉴别】(1)本品茎横切面:表皮细胞有时残存。木栓层为10余列细胞,有的含棕色物。皮层窄,老茎有石细胞群,薄壁细胞含棕色物。中柱鞘部位有石细胞群和纤维束,断续环列。韧皮部甚窄,射线散有石细胞。束内形成层明显。木质部射线宽1~4列细胞,近髓部也可见石细胞;导管单个散列或2~3个相聚。髓部有石细胞群,薄壁细胞含棕色物。有的石细胞含草酸钙方晶或棕色物。

(2)取本品粉末 5g,加甲醇-水(1:1)60ml,加热回流 1 小时,趁热滤过,滤液浓缩至约 20ml,加水 10ml,再加稀硫酸约 0.5ml,煮沸回流 1 小时,用乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 30ml,合并乙酸乙酯液,浓缩至 1ml,作为供试品溶液。另取槲皮素对照品,加乙酸乙酯制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 10 μ1,分别点于同一用 0.5%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上,以甲苯(水饱和)-甲酸乙酯-甲酸(5:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5%三氯化铝乙醇溶液,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】强心苷 取本品粗粉 10g, 加 80% 乙醇 50ml, 加热回流 30 分钟, 滤过,滤液蒸干,残渣加热水 10ml 使溶解,滤过,滤液用乙醚振摇提取 4 次,每次 15ml,弃去乙醚液,水液加醋酸铅饱和溶液至沉淀完全,滤过,滤液加乙醇 10ml,加硫酸钠饱和溶液脱铅,滤过,滤液用三氯甲烷振摇提取 3 次,每次 15ml,合并三氯甲烷液,浓缩至 1ml。取浓缩液点于滤纸上,挥干后,滴加碱性 3,5-二硝基苯甲酸溶液(取二硝基苯甲酸试液与氢氧化钠试液各 1ml,混合),不得显紫红色。

【性味与归经】 苦、甘,平。归肝、肾经。

【功能与主治】 祛风湿,补肝肾,强筋骨,安胎元。用于风湿痹痛,腰膝酸软,筋骨无力,崩漏经多,妊娠漏血,胎动不安,头晕目眩。

【用法与用量】 $9\sim15g$ 。

【贮藏】 置干燥处,防蛀。

锁阳片

Suoyangpian

【药材来源】本品为锁阳科植物锁阳 Cynomorium songaricum Rupr.的干燥肉质茎。春季采挖,除去花序,切段,晒干。以条粗壮、体重、质硬、断面显油润者为佳。

【炮制】取原药材,除去杂质,洗净,浸泡 6~8 小时,取出,闷润 6~10 小时,至内外湿度一致,切厚片,干燥,筛去碎屑。

【性状】本品为不规则或类圆形厚片。外表皮棕色或棕褐色,粗糙,具明显 纵沟及不规则凹陷。切面浅棕色或棕褐色,散在黄色三角状维管束。质硬。气微, 味甘而涩。

- 【鉴别】 (1) 本品粉末黄棕色。淀粉粒极多,常存在于含棕色物的薄壁细胞中,或包埋于棕色块中;单粒类球形或椭圆形,直径 4~32 μm,脐点十字状、裂缝状或点状,大粒层纹隐约可见。栓内层细胞淡棕色,表面观呈类方形或类长方形,壁多细波状弯曲,有的表面有纹理。导管黄棕色或近无色,主为网纹导管,也有螺纹导管,有的导管含淡棕色物。棕色块形状不一,略透明,常可见圆孔状腔隙。
- (2) 取本品粉末 1g, 加水 10ml, 浸渍 30 分钟,滤过,取滤液作为供试品溶液。另取脯氨酸对照品,加水制成每 1ml 含 2mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 5 μl,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,以正丙醇-冰醋酸-乙醇-水 (4:1:1:2) 为展开剂,展开,取出,晾干,喷以吲哚醌试液,晾干,在 100℃加热至斑点显色清晰。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。
- (3) 取本品粉末 1g,加乙酸乙酯 20ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液浓缩至 1ml,作为供试品溶液。另取熊果酸对照品,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(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取供试品溶液 10 μ1、对照品溶液 4 μ1,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20:4:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的紫红色斑点。

【检查】 水分 不得过 12.0%(中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 9.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法 (中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的 热浸法测定,用乙醇作溶剂,不得少于 12.0%。。

【性味与归经】甘,温。归肝、肾、大肠经。

【功能与主治】 补肾阳,益精血,润肠通便。用于肾阳不足,精血亏虚,腰膝痿软,阳痿滑精,肠燥便秘。

【用法与用量】 5~10g。

【贮藏】 置通风干燥处。

天冬段

Tiandongduan

【**药材来源**】本品为百合科植物天冬 *Asparagus cochinchinensis* (Lour.) Merr. 的干燥块根。秋、冬二季采挖,洗净,除去茎基和须根,置沸水中煮或蒸至透心,趁热除去外皮,洗净,干燥。以条粗壮、色黄白、半透明者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质,抢水洗,闷润 12~16 小时,切段,干燥。

【性状】 本品为不规则段。外表面黄白色至淡黄棕色,半透明,光滑或具深浅不等的纵皱纹,偶有残存的灰棕色外皮。切面角质样,中心黄白色。质硬或柔润,有黏性。气微,味甜、微苦。

【鉴别】 (1) 本品横切面:根被有时残存。皮层宽广,外侧有石细胞散在或断续排列成环,石细胞浅黄棕色,长条形、长椭圆形或类圆形,直径 32~110 μm,壁厚,纹孔和孔沟极细密;黏液细胞散在,草酸钙针晶束存在于椭圆形黏液细胞中,针晶长 40~99 μm。内皮层明显。中柱韧皮部束和木质部束各 31~135 个,相互间隔排列,少数导管深入至髓部,髓细胞亦含草酸钙针晶束。

(2) 取本品粉末 1g,加甲醇 25ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液回收溶剂至干,残渣加水 5ml 使溶解,通过已处理好的 C18 固相萃取柱(1.0g,6ml,依次用甲醇与水各 6ml 预洗),依次用水、10%甲醇、甲醇各 10ml 洗脱,收集甲醇洗脱液,回收溶剂至干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取天冬对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 6μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,使成条状。以三氯甲烷-甲醇-水(13:7:2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰,分别置日光及紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点和荧光斑点。

【**检查**】**水分** 不得过 16.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 **总灰分** 不得过 5.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

二氧化硫残留量 照二氧化硫残留量测定法(中国药典 2020 年版通则 2331)测定,不得过 400mg/kg。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的 热浸法测定,用稀乙醇作溶剂,不得少于 80.0%。

【性味与归经】 甘、苦,寒。归肺、肾经。

【功能与主治】 养阴润燥,清肺生津。用于肺燥干咳,顿咳痰黏,腰膝酸痛,骨蒸潮热,内热消渴,热病津伤,咽干口渴,肠燥便秘。

【用法与用量】 $6\sim12g$ 。

【贮藏】 置通风干燥处,防霉,防蛀。

西洋参枝

Xiyangshenzhi

【**药材来源**】 本品为五加科植物西洋参 Panax quinquefolium L.的干燥根。 秋季采挖,洗净,晒干或低温干燥。以条匀、表面横纹紧密、断面色黄白、气清香、味浓者为佳。

【炮制】取原药材,剪去根茎(芦头)、侧根及须根,按形状、大小分等。

【性状】 本品呈圆柱形、圆锥形或不规则类圆球形。表面浅黄褐色或黄白色,可见横向环纹和线形皮孔状突起,并有细密浅纵皱纹,偶见侧根痕。体重,质坚实,不易折断,断面平坦,浅黄白色,略显粉性,皮部可见黄棕色点状树脂道,形成层环纹棕黄色,木部略呈放射状纹理。气微而特异,味微苦、甘。

【鉴别】 取本品粉末 1g, 加甲醇 25ml, 加热回流 30 分钟, 滤过,滤液蒸干,残渣加水 20ml 使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次,每次 25ml,合并正丁醇液,用水洗涤 2 次,每次 10ml,分取正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇 4ml 使溶解,作为供试品溶液。另取西洋参对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。再取拟人参皂苷 F11 对照品、人参皂苷 Rb1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rg1 对照品,加甲醇制成每 1ml 各含 2mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述六种溶液各 2 μ1,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)5~10 ℃ 放置 12 小时的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105 ℃ 加热至斑点显色清晰,分别置日光和紫外光灯(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,分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【**检查**】 **水分** 不得过 13.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 **总灰分** 不得过 5.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

人参 取人参对照药材 1g,照〔鉴别〕项下对照药材溶液制备的方法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取〔鉴别〕项下的供试品溶液和上述对照药材溶液各 2 μ1,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13:7:2)5~10 ℃ 放置 12 小时的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105 ℃ 加热至斑点显色清晰,分别置日光和紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,不得显与对照药材完全

相一致的斑点。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法(中国药典 2020 年版通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法)测定,铅不得过 5mg/kg; 镉不得过 1mg/kg; 砷不得过 2mg/kg; 汞不得过 0.2mg/kg; 铜不得过 20mg/kg。

其他有机氯类农药残留量 照气相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0521) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 分析柱: 以键合交联 14%氰丙基苯基二甲基硅氧烷为固定液(DM1701 或同类型)的毛细管柱($30m\times0.32mm\times0.25 \mu m$),验证柱: 以键合交联 5%苯基甲基硅氧烷为固定液(DB5 或同类型)的毛细管柱($30m\times0.32mm\times0.25 \mu m$); 63 Ni-ECD 电子捕获检测器; 进样口温度 230° C,检测器温度 300 $\mathbb C$,不分流进样。柱温为程序升温:初始温度 60° C,保持 0.3 分钟,以每分钟 60 $\mathbb C$ 升至 170 $\mathbb C$,再以每分钟 10 $\mathbb C$ 升至 220 $\mathbb C$,保持 10 分钟,再以每分钟 1 $\mathbb C$ 升至 240 $\mathbb C$,每分钟 15 $\mathbb C$ 升至 280 $\mathbb C$,保持 5 分钟。理论板数按五氯硝基苯峰计算应不低于 1×10^5 ,两个相邻色谱峰的分离度应大于 1.5。

混合对照品储备液的制备 分别精密称取五氯硝基苯、六氯苯、七氯(七氯、环氧七氯)、氯丹(顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹)农药对照品适量,加正己烷溶解并分别制成每 1ml 约含 100 μg 的溶液。精密量取上述对照品溶液各 1ml,置同一 100ml 量瓶中,加正己烷至刻度,摇匀;或精密量取有机氯农药混和对照品溶液 1ml,置 10ml 量瓶中,加正己烷至刻度,摇匀,即得(每 1ml 含各农药对照品 1 μg)。

混合对照品溶液的制备 精密量取上述混合对照品储备液,加正己烷制成每1ml分别含1ng、2ng、5ng、10ng、20ng、50ng、100ng的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过二号筛)约5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加水30ml,振摇10分钟,精密加入丙酮50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率300W,频率40kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用丙酮补足减失的重量,再加氯化钠约8g,精密加入二氯甲烷25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率300W,频率40kHz)15分钟,再称定重量,用二氯甲烷补足减失的重量,振摇使氯化钠充分溶解,静置,转移至离心管中,离心(每分钟3000转)3分钟,使完全分层,将有机相转移至装有适量无水硫酸钠的具塞锥形瓶中,放置30分钟。精密量取15ml,置40℃水浴中减压浓缩至约1ml,加正己烷约5ml,

减压浓缩至近干,加正己烷溶解并转移至 5ml 量瓶中,加正己烷稀释至刻度,摇匀,转移至离心管中,缓缓加入硫酸溶液 (9→10) 1ml,振摇 1 分钟,离心 (每分钟 3000 转)10 分钟,分取上清液,加水 1ml,振摇,取上清液,即得。

测定法 分别精密吸取供试品溶液和与之相应浓度的混合对照品溶液各 1 µ l, 注入气相色谱仪,分别连续进样 3 次,取 3 次平均值,按外标法计算,即得。

本品中含五氯硝基苯不得过 0.1mg/kg; 六氯苯不得过 0.1mg/kg; 七氯(七氯、环氧七氯之和)不得过 0.05mg/kg; 氯丹(顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹之和)不得过 0.1mg/kg。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的 热浸法测定,用 70% 乙醇作溶剂,不得少于 30.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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 0.1%磷酸溶液为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为 203nm;柱温 40%。理论板数按人参皂苷 Rb_1 峰计算应不低于 5000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~25	19→20	81→80
25~60	20→40	80→60
60~90	40→55	60→45
90~100	55→60	45→40

对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rg_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rb_1 对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 各含人参皂苷 $Rg_10.1mg$ 、人参皂苷 Re0.4mg、人参皂苷 Rb_11mg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入水饱和的正丁醇50ml,密塞,称定重量,置水浴中加热回流1.5小时,放冷,再称定重量,用水饱和的正丁醇补足减失的重量,摇匀,滤过。精密量取续滤液25ml,蒸干,残渣加50%甲醇适量使溶解,并转移至10ml量瓶中,加50%甲醇稀释至刻度,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 µ1, 注入液相色谱仪,测定,即得。

本品含人参皂苷 Rg1(C42H72O14)、人参皂苷 Re(C48H82O18)和人参皂苷

Rb₁ (C₅₄H₉₂O₂₃) 的总量不得少于 2.0%。

【性味与归经】 甘、微苦,凉。归心、肺、肾经。

【功能与主治】 补气养阴,清热生津。用于气虚阴亏,虚热烦倦,咳喘痰血,内热消渴,口燥咽干。

【用法与用量】 3~6g, 另煎兑服。

【注意】 不宜与藜芦同用。

【贮藏】 置阴凉干燥处,密闭,防蛀。

西洋参节

Xiyangshenjie

本品为西洋参的炮制加工品。

【**炮制**】取原药材修剪下的较粗的主根尾部和侧根,剪成 1~7cm 的段,大小分等。

【性状】本品为不规则圆柱形的段,长 1~7cm。表面浅黄褐色或黄白色,可见横向环纹和线形皮孔状突起,并有细密浅纵皱纹和须根痕。体重,质坚实,不易折断,断面平坦,浅黄白色,略显粉性,皮部可见黄棕色点状树脂道,形成层环纹棕黄色,木部略呈放射状纹理。气微而特异,味微苦、甘。

【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】同西洋参枝。

西洋参须

Xiyangshenxu

本品为西洋参的炮制加工品。

【炮制】取原药材修剪下的须根或较小的侧根与须根,除去杂质。

【性状】本品为不规则的细小圆柱形小段,长短不一。表面浅黄褐色或黄白色,可见横向环纹和线形皮孔状突起。断面平坦,浅黄白色,略显粉性。气微而特异,味微苦、甘。

【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】同西洋参枝。

香加皮段

Xiangjiapiduan

【药材来源】本品为萝藦科植物杠柳Periploca sepium Bge.的干燥根皮。春、秋二季采挖,剥取根皮,晒干。以皮厚、香气浓者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质,洗净,闷润 8~12 小时,至内外湿度一致,切段,干燥,筛去碎屑。

【性状】 本品为不规则的段。外表面灰棕色或黄棕色,栓皮松软常呈鳞片状,易剥落。内表面淡黄色或淡黄棕色,较平滑,有细纵纹。切面黄白色。有特异香气,味苦。

【鉴别】 (1) 本品粉末淡棕色。草酸钙方晶直径 9~20μm。石细胞长方形或类多角形,直径 24~70μm。乳管含无色油滴状颗粒。木栓细胞棕黄色,多角形。淀粉粒甚多,单粒类圆形或长圆形,直径 3~11μm; 复粒由 2~6 分粒组成。

- (2) 取本品粉末 10g, 置 250ml 烧瓶中,加水 150ml,加热蒸馏,馏出液具特异香气,收集馏出液 10ml,分置二支试管中,一管中加 1%三氯化铁溶液 1滴,即显红棕色;另一管中加硫酸肼饱和溶液 5ml 与醋酸钠结晶少量,稍加热,放冷,生成淡黄绿色沉淀,置紫外光灯(365nm)下观察,显强烈的黄色荧光。
- (3) 取本品粉末 1g,加乙醇 10ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液置 25ml量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 20ml量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(中国药典 2020 年版通则 0401)测定,在 278nm的波长处有最大吸收。
- (4) 取本品粉末 2g, 加甲醇 30ml, 加热回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取 4-甲氧基水杨醛对照品,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(中国药典 2020 年版通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯-冰醋酸(20:3:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以二硝基苯肼试液。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。

【**检查**】 **水分** 不得过 13.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 **总灰分** 不得过 10.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

酸不溶性灰分 不得过 4.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512)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-醋酸(70:30:2)为流动相;检测波长为 278nm。理论板数按 4-甲氧基水杨醛峰计算应不低于 1000。

校正因子测定 取对羟基苯甲酸丁酯适量,精密称定,加 60%甲醇制成每 1ml 含 6mg 的溶液,作为内标溶液。取 4-甲氧基水杨醛对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加 60%甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液。精密量取 4ml,置 25ml量瓶中,精密加入内标溶液 2ml,加 60%甲醇至刻度,摇匀。吸取 20 μl,注入液相色谱仪,计算校正因子。

测定法 取本品粗粉适量,于 60℃干燥 4 小时,取 0.25~0.5g,精密称定,置 50ml 烧瓶中,加 60%甲醇 15ml,加热回流 1.5 小时,滤过,滤液置 25ml 量瓶中,用少量 60%甲醇洗涤容器,洗液滤入同一量瓶中,精密加入内标溶液 2ml,加 60%甲醇至刻度,摇匀,滤过,吸取续滤液 20 μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品含 4-甲氧基水杨醛($C_8H_8O_3$)不得少于 0.20%。

【性味与归经】 辛、苦,温;有毒。归肝、肾、心经。

【功能与主治】 利水消肿, 祛风湿, 强筋骨。用于下肢浮肿, 心悸气短, 风寒湿痹, 腰膝酸软。

【用法与用量】 $3\sim 6g$ 。

【注意】 本品有毒,不宜过量服用。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

玉竹片

Yuzhupian

【药材来源】 本品为百合科植物玉竹 *Polygonatum odoratum*(Mill.)Druce 的干燥根茎。秋季采挖,除去须根,洗净,趁鲜加工成纵切薄片,晒干。以条长、肥壮、色黄白、光泽柔润者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质。

【性状】 本品为纵切薄片。外表皮黄白色至淡黄棕色,半透明,有时可见 微隆起的环节。切面角质样或显颗粒性。质稍软。气微,味甘,嚼之发黏。

【检查】水分 不得过 16.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 3.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【**浸出物**】 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的冷浸法测定,用 70% 乙醇作溶剂,不得少于 50.0%。

【含量测定】 对照品溶液的制备 取无水葡萄糖对照品适量,精密称定,加水制成每 1ml 含 0.6mg 的溶液,即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 1.0ml、1.5ml、2.0ml、2.5ml、3.0ml,分别置 50ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀。精密量取上述各溶液 2ml,置具塞试管中,分别加 4%苯酚溶液 1ml,混匀,迅速加入硫酸 7.0ml,摇匀,于 40℃水浴中保温 30 分钟,取出,置冰水浴中 5 分钟,取出,以相应试剂为空白,照紫外-可见分光光度法(中国药典 2020 年版通则 0401),在 490nm 的波长处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

测定法 取本品粗粉约 1g,精密称定,置圆底烧瓶中,加水 100ml,加热回流 1 小时,用脱脂棉滤过,如上重复提取 1 次,合并两次滤液,浓缩至适量,转移至 100ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀,精密量取 2ml,加乙醇 10ml,搅拌,离心,取沉淀加水溶解,置 50ml 量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,照标准曲线的制备项下的方法,自"加 4%苯酚溶液 1ml"起,依法测定吸光度,从标准曲线上读出供试品溶液中无水葡萄糖的重量(mg),计算,即得。

本品按干燥品计算,含玉竹多糖以葡萄糖($C_6H_{12}O_6$)计,不得少于 6.0%。

【性味与归经】 甘,微寒。归肺、胃经。

【功能与主治】 养阴润燥,生津止渴。用于肺胃阴伤,燥热咳嗽,咽干口渴,内热消渴。

【用法与用量】 $6\sim12g$ 。

【贮藏】 置通风干燥处,防霉,防蛀。

郁金片

Yujinpian

【**药材来源**】本品为姜科植物温郁金 *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling、姜黄 *Curcuma longa* L.、广西莪术 *Curcuma kwangsiensis* S. G. Lee et C. F. Liang 或蓬莪术 *Curcuma phaeocaulis* Val.的干燥块根。前两者分别习称"温郁金"和"黄丝郁金",其余按性状不同习称"桂郁金"或"绿丝郁金"。冬季茎叶枯萎后采挖,除去泥沙及细根,蒸或煮至透心,干燥。以质坚实、外皮皱纹细者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质,洗净,浸泡 4~8 小时,至约七成透时,取出,闷润 12~24 小时,至内外湿度一致,切厚片,干燥,筛去碎屑。

【性状】 本品呈椭圆形或长条形厚片。外表皮灰黄色、灰褐色至灰棕色, 具不规则的纵皱纹。切面灰棕色、橙黄色至灰黑色。角质样,内皮层环明显。

【鉴别】取本品粉末 2g, 加无水乙醇 25ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取郁金对照药材 2g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 吸取上述两种溶液各 5 μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(17:3)为展开剂, 预饱和 30 分钟,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰。置日光和紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点或荧光斑点。

【检查】 水分 不得过 15.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。 **总灰分** 不得过 9.0% (中国药典 2020 年版通则 2302)。

【性味与归经】 辛、苦,寒。归肝、心、肺经。

【功能与主治】 活血止痛,行气解郁,清心凉血,利胆退黄。用于胸胁刺痛,胸痹心痛,经闭痛经,乳房胀痛,热病神昏,癫痫发狂,血热吐衄,黄疸尿赤。

【用法与用量】 $3\sim10g$ 。

【注意】 不宜与丁香、母丁香同用。

【贮藏】 置干燥处,防蛀。

皂角刺段

Zaojiaociduan

【**药材来源**】 本品为豆科植物皂荚 *Gleditsia sinenisi* Lam.的干燥棘刺。全年均可采收,干燥。以皮色紫棕者为佳。

【炮制】 取原药材,除去杂质,加工成 $2\sim 4$ cm 的段。

【性状】 本品为不规则的段。常带有尖细的刺端,表面紫棕色或棕褐色,稍光亮;切面木部黄白色,髓部疏松,淡红棕色。质脆,易折断。气微,味淡。

【鉴别】 (1) 本品横切面:表皮细胞1列,外被角质层,有时可见单细胞非腺毛。皮层为2~3 列薄壁细胞,细胞中有的含棕红色物。中柱鞘纤维束断续排列成环,纤维束周围的薄壁细胞有的含草酸钙方晶,偶见簇晶,纤维束旁常有单个或2~3个相聚的石细胞,壁薄。韧皮部狭窄。形成层成环。木质部连接成环,木射线宽1~2 列细胞。髓部宽广,薄壁细胞含少量淀粉粒。

(2) 取本品粉末 1g, 加甲醇 10ml, 超声处理 30 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 10ml 使溶解, 用乙酸乙酯 10ml 振摇提取, 分取乙酸乙酯液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取皂角刺对照药材 1g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 吸取供试品溶液 5~10 μl、对照药材溶液 5 μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以二氯甲烷-甲醇-浓氨试液(9:1:0.2)的下层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

【性味与归经】 辛,温。归肝、胃经。

【功能与主治】 消肿托毒,排脓,杀虫。用于痈疽初起或脓成不溃,外治 疥癣麻风。

【用法与用量】 3~10g。外用适量。

【贮藏】 置干燥处。