

提取2次,每次5ml,分取三氯甲烷层,浓缩至干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取槟榔对照药材1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取上述两种溶液各5 μ l,分别点于同一以1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(2:4:2:1)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以碘化铯钾试液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的橙色斑点。

(3)取本品3g,研碎,加甲醇25ml,浸渍30分钟,时时振荡,滤过,滤液浓缩至1ml,作为供试品溶液。另取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品,加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取供试品溶液4 μ l、对照品溶液2 μ l,分别点于同一以1%氢氧化钠溶液制备的硅胶GF₂₅₄薄层板上,以苯-乙酸乙酯(6:1)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;再喷以5%香草醛硫酸溶液,80℃加热数分钟至斑点显色清晰,斑点变为紫红色至紫褐色。

(4)取本品4g,研碎,加2mol/L盐酸乙醇溶液30ml,加热回流1.5小时,滤过,滤液加水40ml,蒸至无醇味,加苯30ml,振荡提取,静置,分取苯液,滤过,滤液蒸干,残渣加无水乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取牵牛子对照药材1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取上述两种溶液各5~10 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,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,显相同的一个黄色斑点。

(5)取本品3g,研碎,加甲醇20ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml溶解,用盐酸调节pH值至1~2,用乙酸乙酯振荡提取2次,每次20ml,合并乙酸乙酯液,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(附录VI B)试验,吸取上述两种溶液各4~8 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇水(28:10:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%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,显相同的荧光斑点。

(6)取本品3g,研碎,加三氯甲烷25ml,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。另取木香对照药材1g,加三氯甲烷15ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取上述两种溶液各1~3 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-丙酮(10:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液。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】应符合丸剂项下有关的各项规定(附录I A)。

【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-冰醋酸-水(60:2:38)为流动相;检测波长294nm。理论板数按厚朴酚峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品适量,精密称定,加甲醇分别制成每1ml含厚朴酚40 μ g、和厚朴酚20 μ g的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇50ml,称定重量,超声处理40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10ml,浓缩至干,残渣用盐酸溶液(1→10)20ml分次搅拌溶解,再用三氯甲烷15ml分次溶解,振荡提取,分取三氯甲烷液,水液继用三氯甲烷振荡提取2次,每次15ml,合并三氯甲烷液,用水20ml洗涤1次,水液再用三氯甲烷10ml提取1次,合并三氯甲烷液,回收溶剂至干,残渣用90%甲醇溶解(必要时微热使溶解),转移至10ml量瓶中,并稀释至刻度,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10~20 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1g含姜厚朴以厚朴酚(C₁₈H₁₈O₂)及和厚朴酚(C₁₈H₁₈O₂)的总量计,不得少于1.1mg。

【功能与主治】消积化滞、行气止痛。用于气郁食滞所致的胸胁胀满、胃脘疼痛、暖气呃逆、食少纳呆。

【用法与用量】口服。一次3~9g,一日1~2次。

【注意】孕妇禁用;年老体弱者慎用。

【贮藏】密封。

天王补心丸

Tianwang Buxin Wan

【处方】	丹参 25g	当归 50g
	石菖蒲 25g	党参 25g
	茯苓 25g	五味子 50g
	麦冬 50g	天冬 50g
	地黄 200g	玄参 25g
	制远志 25g	炒酸枣仁 50g
	柏子仁 50g	桔梗 25g
	甘草 25g	朱砂 10g

【制法】以上十六味,朱砂水飞成极细粉;其余丹参等十五味粉碎成细粉,与上述粉末配研,过筛,混匀。每100g粉末用炼蜜20~30g加适量的水泛丸,干燥,制成水蜜丸;或加炼蜜50~70g制成小蜜丸或大蜜丸,即得。

【性状】本品为棕黑色的水蜜丸、褐黑色的小蜜丸或大蜜丸;气微香,味甜、微苦。

【鉴别】(1)取本品,置显微镜下观察:不规则分枝状团块无色,遇水合氯醛试液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径4~

6 μm (茯苓)。石细胞斜方形或多角形,一端稍尖,壁较厚,纹孔稀疏(党参)。石细胞黄棕色或无色,类长方形、类圆形或形状不规则,层纹明显,直径约94 μm (玄参)。石细胞长方形或长条形,直径50~110 μm ,纹孔极细密(天冬)。种皮表皮石细胞淡黄色或淡黄棕色,表面观类多角形,壁较厚,孔沟细密,胞腔含暗棕色物(五味子)。草酸钙针晶成束或散在,长24~50 μm ,直径约3 μm (麦冬)。联结乳管直径14~25 μm ,含淡黄色颗粒状物(桔梗)。薄壁组织灰棕色至黑棕色,细胞多皱缩,内含棕色核状物(地黄)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(甘草)。内种皮细胞棕黄色,表面观长方形或类方形,垂周壁连珠状增厚(炒酸枣仁)。不规则细小颗粒暗棕红色,有光泽,边缘暗黑色(朱砂)。

(2)取本品1g,水蜜丸捣碎;小蜜丸或大蜜丸剪碎,平铺于坩埚中,上盖一长柄漏斗,徐徐加热,至粉末微焦时停止加热,放冷,取下漏斗,用水5ml冲洗内壁,洗液置紫外光灯(365nm)下观察,显淡蓝绿色荧光。

(3)取本品4.5g,用水淘洗,得少量朱红色沉淀,取出,用盐酸湿润,在光洁铜片上轻轻摩擦,铜片表面即显银白色光泽,加热烘烤后,银白色即消失。

(4)取本品水蜜丸18g,研碎;或取小蜜丸或大蜜丸27g,剪碎,加水100ml,超声处理30分钟,用盐酸调节pH值至2,滤过,滤液用乙醚振摇提取3次,每次60ml,合并乙醚提取液,挥去乙醚,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取原儿茶酸对照品,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(附录VI B)试验,吸取供试品溶液10 μl 、对照品溶液3 μl ,分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上,以三氯甲烷-丙酮-甲酸(8:1:0.8)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,再置碘蒸气中熏,显相同的褐色斑点。

(5)取本品水蜜丸30g,研碎;或取小蜜丸或大蜜丸30g,剪碎,置250ml圆底烧瓶中,加水100ml,蒸馏,收集蒸馏液50ml,用石油醚(60~90 $^{\circ}\text{C}$)振摇提取2次,每次20ml,合并石油醚提取液,蒸干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取石菖蒲对照药材1g,加水50ml,同法制成对照药材溶液;取当归对照药材2g,加乙酸乙酯20ml,超声处理20分钟,滤过,滤液挥干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取上述三种溶液各1 μl ,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(9:1)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,在与当归对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。置碘蒸气中熏后在日光下检视,在与石菖蒲对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(6)取本品水蜜丸6g,研碎;或取小蜜丸或大蜜丸6g,剪碎,加乙醚100ml,加热回流1小时,弃去乙醚液,药渣挥尽溶剂,加甲醇100ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水40ml使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次

20ml,合并正丁醇提取液,用正丁醇饱和的水洗涤3次,每次30ml,弃去水洗液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g,加乙醚40ml,同法(其中甲醇用量为30ml)制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录VI B)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10%硫酸乙醇溶液,在105 $^{\circ}\text{C}$ 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】应符合丸剂项下有关的各项规定(附录I A)。

【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;以甲醇-水(45:55)为流动相;检测波长为250nm。理论板数按五味子醇甲峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取五味子醇甲对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含20 μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸适量,研细,取约1g,精密称定;或取小蜜丸适量,剪碎,取适量,精密称定,精密加入等量的硅藻土,研匀,取约3g,精密称定;或取重量差异项下的大蜜丸,剪碎,混匀,取适量,精密称定,精密加入两倍量的硅藻土,研匀,取约4.5g,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180W,频率50kHz)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10 μl ,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品含五味子以五味子醇甲($\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_7$)计,水蜜丸每1g不得少于0.19mg;小蜜丸每1g不得少于0.13mg;大蜜丸每丸不得少于1.22mg。

【功能与主治】滋阴养血,补心安神。用于心阴不足,心悸健忘,失眠多梦,大便干燥。

【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。

天菊脑安胶囊

Tianju Nao'an Jiaonang

【处方】	川芎	天麻
	菊花	蔓荆子
	藜本	白芍
	丹参	墨旱莲
	女贞子	牛膝

【制法】以上十味,天麻粉碎成细粉;丹参用85%乙醇