

回流提取,滤过,滤渣再加50%乙醇回流提取二次,滤过,滤液合并,减压回收乙醇,干燥得干浸膏;川芎、蔓荆子、藜本和菊花提取挥发油,蒸馏后的水溶液滤过,滤液浓缩至适量,备用;药渣与白芍、墨旱莲、女贞子、牛膝加水煎煮三次,合并煎液,滤过,滤液浓缩至适量,与川芎等水煎浓缩液合并,放冷,加入乙醇使含醇量达65%,充分搅拌,静置,取上清液减压浓缩,干燥得干浸膏。取天麻细粉、丹参醇浸膏粉、水提醇沉浸膏粉及适量淀粉,混匀,60℃干燥,喷入川芎等挥发油,密封,装入胶囊,制成1000粒,即得。

【性状】 本品为硬胶囊,内容物为棕褐色的粉末;气芳香,味微甜酸、略苦。

【鉴别】 (1)取本品20粒的内容物,加乙醚60ml,超声处理15分钟,滤过,药渣备用,滤液挥干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取川芎对照药材、丹参对照药材各1g,同法制成对照药材溶液。再取丹参酮Ⅱ_A对照品,加乙酸乙酯制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取上述四种溶液各1~2 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯(19:1)为展开剂,展开,取出,晾干。供试品色谱中,在与丹参对照药材和丹参酮Ⅱ_A对照品色谱相应的位置上,显相同的暗红色斑点;置紫外光灯(365nm)下检视,在与川芎对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(2)取【鉴别】(1)项下乙醚提取后的药渣,挥尽乙醚,加甲醇40ml,加热回流20分钟,放冷,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3次,每次20ml,合并正丁醇液,用氨试液洗涤2次,每次20ml,再以水20ml洗涤,取正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取芍药苷对照品,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(附录VI B)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,以乙酸乙酯-冰醋酸-水(8:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,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,显相同的蓝紫色斑点。

【检查】 水分 应符合规定(附录IX H 第二法)。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录I L)。

【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-0.05%磷酸溶液(2:98)为流动相;检测波长为220nm。理论板数按天麻素峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取天麻素对照品适量,精密称定,加流动相制成每1ml含50 μ g的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品20粒的内容物,精密称定,混匀,取约2.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率500W,频率40kHz)40分钟,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液10ml,浓缩至近干,残渣加乙腈-水(2:98)混合溶液适量使溶解,转移至10ml量瓶中,并稀释至

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 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含天麻以天麻素(C₁₃H₁₈O₇)计,不得少于0.40mg。

【功能与主治】 平肝熄风,活血化痰。用于肝风夹痰证的偏头痛。

【用法与用量】 口服。一次5粒,一日3次。

【注意】 妊娠及哺乳期妇女禁用。

【规格】 每粒装0.4g

【贮藏】 密封。

天麻丸

Tianma Wan

【处方】

天麻 60g	羌活 100g
独活 50g	盐杜仲 70g
牛膝 60g	粉萆薢 60g
附子(制)10g	当归 100g
地黄 160g	玄参 60g

【制法】 以上十味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每100g粉末用炼蜜40~50g加适量的水泛丸,干燥,制成水蜜丸;或加炼蜜90~110g制成大蜜丸,即得。

【性状】 本品为黑褐色的水蜜丸或黑色的大蜜丸;气微香,味微甜、略苦麻。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:草酸钙针晶成束或散在,长25~48 μ m(天麻)。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 μ m(玄参)。橡胶丝条状或扭曲成团,表面带颗粒性(盐杜仲)。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)。油管含棕黄色分泌物,直径约100 μ m(当归)。草酸钙砂晶存在于薄壁细胞中(牛膝)。木化薄壁细胞淡黄色或黄色,成片或单个散在,长椭圆形、纺锤形或长梭形,一端常狭尖或有分枝,壁稍厚,纹孔横裂缝状,孔沟明显(粉萆薢)。

(2)取本品水蜜丸5g,研碎,加水饱和的正丁醇30ml;或取大蜜丸5g,剪碎,加硅藻土5g,研匀,加水饱和的正丁醇60ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣用水2ml溶解,加在D101型大孔吸附树脂柱(内径为1cm,柱高为16cm)上,先用水15ml以每分钟0.5ml的流速洗脱,再用10%乙醇40ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取天麻对照药材0.5g,加水饱和的正丁醇10ml,同法制成对照药材溶液。再取天麻素对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的对照品溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取供试品溶液1~2 μ l、对照药材溶液和对照品溶液各3 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-甲酸(8:1:3:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%磷钼酸乙醇溶液,在110℃加热至斑点显色清晰。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,显相同颜色的斑点。

(3)取本品水蜜丸5g,研碎,或取大蜜丸8g,剪碎,加硅藻土2g,研匀,加石油醚(60~90℃)20ml,加热回流20分钟,放冷,滤过,滤液挥干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取羌活对照药材0.5g,加石油醚(60~90℃)20ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取供试品溶液10 μ l、对照药材溶液3~5 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-甲苯-乙酸乙酯(2:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%香草醛硫酸溶液,在105℃加热约5分钟。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显一相同颜色的斑点。

(4)取当归对照药材0.2g,加乙醚10ml,加热回流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〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液5 μ l和上述对照药材溶液2 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-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,在与对照药材色谱相应的位置上,显一相同颜色的荧光主斑点。

(5)取本品水蜜丸10g,研碎,或取大蜜丸12g,剪碎,加硅藻土6g,研匀,加乙醚40ml,加热回流20分钟,滤过,取药渣,挥尽乙醚,加70%乙醇60ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液中加入盐酸2ml,加热回流1小时,浓缩至约5ml,加水10ml,用石油醚(60~90℃)振摇提取2次,每次20ml,合并石油醚液,蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取牛膝对照药材1g,加乙醚40ml,同法制成对照药材溶液,再取齐墩果酸对照品,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,吸取供试品溶液10 μ l、对照药材溶液和对照品溶液各5 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90℃)-三氯甲烷-甲醇(5:10:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热约5分钟。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-0.1%磷酸溶液(58:42)为流动相;检测波长为320nm;柱温为45℃。理论板数按异欧前胡素峰计算应不低于20000。

对照品溶液的制备 取异欧前胡素对照品和蛇床子素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml各含10 μ g的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸适量,研碎,混匀,取1g,精密称定;或取重量差异项下的大蜜丸,剪碎,混匀,取5g,精密称定,精密加入硅藻土5g,研匀,取4g,精密称定,置

具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25ml,密塞,称定重量,浸泡过夜,超声处理(功率250W,频率40kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,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。

本品含羌活和独活以异欧前胡素($C_{16}H_{14}O_4$)和蛇床子素($C_{15}H_{16}O_3$)的总量计,水蜜丸每1g不得少于0.2mg;大蜜丸每丸不得少于1.2mg。

【功能与主治】祛风除湿,通络止痛,补益肝肾。用于风湿痹阻、肝肾不足所致的痹病,症见肢体拘挛、手足麻木、腰腿痠痛。

【用法与用量】口服。水蜜丸一次6g,大蜜丸一次1丸,一日2~3次。

【注意】孕妇慎用。

【规格】大蜜丸 每丸重9g

【贮藏】密封。

天麻头痛片

Tianma Toutong Pian

【处方】	天麻	白芷
	川芎	荆芥
	当归	乳香(醋制)

【制法】以上六味,天麻、部分白芷及乳香粉碎成细粉,备用;川芎、荆芥、剩余白芷、当归粉碎成粗粉,用85%乙醇作溶剂进行渗漉,滤液回收乙醇,浓缩至适量,喷雾干燥,与上述细粉及淀粉适量,混匀,制粒,于60℃以下干燥,制成500片或1000片,包糖衣或薄膜衣,即得。

【性状】本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显浅棕色至棕色;气微香,味微辛、苦。

【鉴别】(1)取本品,置显微镜下观察:草酸钙针晶成束或散在,长25~48 μ m;含糊化多糖类物质薄壁细胞遇碘液显棕色或淡棕紫色(天麻)。淀粉粒复粒,由2~12粒组成(白芷)。

(2)照〔含量测定〕项下的方法试验,供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

(3)取本品适量,除去包衣,研细,取2g,加石油醚(60~90℃)40ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加三氯甲烷少量使溶解,将三氯甲烷液加于中性氧化铝柱(100~200目,2g,内径为10mm)上,以三氯甲烷30ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为供试品溶液。另取欧前胡素对照品,加乙酸乙酯制成每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,吸取上述两种溶液各5~10 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-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,在与对照品色谱相应的位