

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(C₁₆H₁₄O₄)和蛇床子素(C₁₅H₁₆O₃)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

置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品适量,除去包衣,研细,取1.5g,加乙醇10ml,超声处理20分钟,离心,取上清液挥至约4ml,作为供试品溶液。另取乳香对照药材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,以正己烷-乙酸乙酯(17:3)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,显相同颜色的斑点。

(5)取本品适量,除去包衣,研细,取约3g,加石油醚(60~90℃)20ml,超声处理20分钟,滤过,滤液挥散至约1ml,作为供试品溶液。另取当归对照药材、川芎对照药材各1.0g,同法分别制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取上述三种溶液各10 μ l,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,展开,取出,晾干,置碘蒸气中熏约2分钟后取出,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,显相同的亮蓝色荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关各项规定(附录I D)。

【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-水(1:100)为流动相;检测波长为220nm。理论板数按天麻素峰计应不低于4000。

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25 μ g的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品20片,除去包衣,精密称定,研细,取约2.5g,精密称定,精密加入甲醇50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率250W,频率40kHz)30分钟,静置24小时,振荡后再超声处理30分钟,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密吸取续滤液20ml,置锥形瓶中,蒸干,残渣精密加水50ml,称定重量,超声处理30分钟,再称定重量,用水补足减失重量,摇匀,滤过,精密吸取续滤液25ml,用乙酸乙酯振摇提取5次(20ml,20ml,10ml,10ml,10ml),合并乙酸乙酯液,用水10ml振摇提取1次,合并水液,蒸干,残渣加水少量使溶解,转移至10ml量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含天麻以天麻素($C_{15}H_{18}O_7$)计,规格(1)、(3)不得少于0.09mg,规格(2)不得少于0.18mg。

【功能与主治】 养血祛风,散寒止痛。用于外感风寒、瘀血阻滞或血虚失养所致的偏正头痛、恶寒、鼻塞。

【用法与用量】 口服。规格(2)一次2~3片,规格(1)、(3)一次4~6片,一日3次。

【规格】 (1)薄膜衣片 每片重0.31g

(2)薄膜衣片 每片重0.62g

(3)糖衣片 片芯重0.3g

【贮藏】 密封。

天麻钩藤颗粒

Tianma Gouteng Keli

【处方】	天麻	钩藤
	石决明	栀子
	黄芩	牛膝
	盐杜仲	益母草
	桑寄生	首乌藤
	茯苓	

【制法】 以上十一味,天麻粉碎成细粉,备用;其余钩藤等十味加水煎煮二次,合并煎液,滤过,滤液浓缩至适量,加蔗糖、糊精适量与上述细粉混匀,制成颗粒,干燥,制成1000g;或取滤液浓缩至适量,取糊精适量与上述天麻细粉混匀,加浓缩液,喷雾干燥,制成500g(无蔗糖),即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒;味微苦、微甜;或味苦(无蔗糖)。

【鉴别】 (1)取本品10g或5g(无蔗糖),研细,加乙醇20ml,振摇10分钟,滤过,弃去乙醇液,残渣挥尽乙醇,加乙酸乙酯30ml,加热回流2小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取栀子苷对照品,加乙醇制成每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,吸取上述供试品溶液5~10 μ l,对照品溶液5 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-二氯甲烷-丙酮-甲醇-浓氨试液(4:5:4:3:0.8)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,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。

(2)取本品5g或2.5g(无蔗糖),加沸水40ml使溶解,放冷,离心,分取上清液,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次20ml,合并正丁醇液,用正丁醇饱和的水洗涤3次,每次20ml,弃去水液,分取正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品,加甲醇制成每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,吸取上述两种溶液各3~6 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-丁酮-醋酸-水(10:7:5:3)的上层液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%三氯化铁乙醇溶液。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。

(3)取本品10g或5g(无蔗糖),研细,加甲醇50ml,加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水10ml使溶解,再加盐酸2ml,置水浴中加热回流30分钟,立即冷却,用乙醚30ml分2次振摇提取,合并乙醚提取液,蒸干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为供试品溶液。另取大黄素对照品,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,吸取上述供试品溶液5~10 μ l,对照品溶液