

2 μ l,分别点于同一硅胶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,置氨蒸气中熏至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的红色斑点。

(4)取本品6g或3g(无蔗糖),研细,用浓氨试液湿润后,加三氯甲烷50ml,加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加无水乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取钩藤对照药材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,分别点于同一以1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上,以甲苯-三氯甲烷-丙酮-甲醇-浓氨试液(4:5:4:3:0.8)为展开剂,展开,取出,晾干,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】应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录I C)。

【含量测定】黄芩 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-磷酸(20:80:0.1)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2000。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量,精密称定,加70%乙醇制成每1ml含50 μ g的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物,研细,取约0.8g或0.4g(无蔗糖),精密称定,置25ml量瓶中,加70%乙醇20ml,超声处理(功率250W,频率60kHz)15分钟,放冷,加70%乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 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。

本品每袋含黄芩以黄芩苷(C₂₁H₁₈O₁₁)计,不得少于15.0mg。

天麻 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0.1%磷酸甲醇溶液为流动相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220nm。理论板数按天麻素峰计算应不低于2000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~15	3→6	97→94
15~45	6→50	94→50
45~46	50→3	50→97
46~56	3	97

对照品溶液的制备 取天麻素对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液,精密量取1ml,置10ml量瓶中,加乙腈-0.05%磷酸溶液(2:98)至刻度,摇匀,即得(每1ml含天麻素20 μ g)。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物,研细,取约1.6g或约0.8g(无蔗糖),精密称定,精密加入稀乙

醇25ml,称定重量,浸渍24小时,加热回流1小时,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5ml,蒸干,残渣加乙腈-0.05%磷酸溶液(2:98)溶解并转移至10ml量瓶中,加乙腈-0.05%磷酸溶液(2:98)稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 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。

本品每袋含天麻以天麻素(C₁₅H₁₈O₇)计,不得少于1.5mg。

【功能与主治】平肝熄风,清热安神。用于肝阳上亢所引起的头痛、眩晕、耳鸣、眼花、震颤、失眠;高血压见上述证候者。

【用法与用量】开水冲服。一次1袋,一日3次,或遵医嘱。

【规格】(1)每袋装5g(无蔗糖) (2)每袋装10g

【贮藏】密封,置干燥处。

天麻首乌片

Tianma Shouwu Pian

【处方】 天麻 白芷
何首乌 熟地黄
丹参 川芎
当归 炒蒺藜
桑叶 墨旱莲
女贞子 白芍
黄精 甘草

【制法】以上十四味,天麻、川芎、何首乌粉碎成细粉,过筛,混匀;白芷、当归提取挥发油,备用;药渣与其余熟地黄等九味加水煎煮二次,每次2小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩成相对密度为1.28~1.30(热测)的清膏,加入上述药粉,混匀,干燥,粉碎,过筛,制成颗粒,喷入上述白芷、当归挥发油,密闭,压制成1000片,包糖衣或薄膜衣,即得。

【性状】本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显棕褐色;气香,味微苦。

【鉴别】(1)取本品5片,除去包衣,研细,加乙醚25ml,加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取何首乌对照药材0.2g,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,分别点于同一硅胶G薄层板上使成条状,以苯-乙醇(2:1)为展开剂,展至约3.5cm,取出,晾干,再以苯-乙醇(4:1)为展开剂,展至约7cm,取出,晾干,喷以磷钼酸硫酸溶液(取磷钼酸2g,加水20ml使溶解,再缓缓加入硫酸30ml,摇匀),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,显相同颜色的主条斑。

(2)取本品20片,除去包衣,研细,加乙醚20ml,浸渍过夜,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。取川芎对照药材0.2g,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,显相同颜色的荧光主斑点。

(3)取本品10片,除去包衣,研细,加甲醇20ml。超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取桑叶对照药材1g,加水50ml,煮沸30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录VI B)试验,吸取供试品溶液20 μ l、对照药材溶液5 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上使成条状,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(5:2:1)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,显相同颜色的荧光主斑点。

【检查】应符合片剂项下有关的各项规定(附录I D)。

【含量测定】照高效液相色谱法(附录VI D)测定(避光操作)。

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(22:78)为流动相;检测波长为320nm。理论板数按2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 精密称取2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷对照品适量,加甲醇制成每1ml含40 μ g的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品10片,除去包衣,精密称定,研细,取适量(约相当于本品2片),精密称定,精密加入甲醇25ml,称定重量,加热回流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。

本品每片含何首乌以2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷(C₂₀H₂₂O₉)计,不得少于0.20mg。

【功能与主治】滋阴补肾,养血息风。用于肝肾阴虚所致的头晕目眩、头痛耳鸣、口苦咽干、腰膝酸软、脱发、白发;脑动脉硬化、早期高血压、血管神经性头痛、脂溢性脱发见上述证候者。

【用法与用量】口服。一次6片,一日3次。

【贮藏】密封。

天麻祛风补片

Tianma Qufeng Bupian

【处方】 地黄 160g 当归 160g
羌活 80g 独活 50g

附片(黑顺片)(砂炒)60g 肉桂 60g
天麻(姜汁制)60g 盐杜仲 70g
酒川牛膝 60g 玄参 60g
茯苓 60g

【制法】以上十一味,天麻、盐杜仲、茯苓粉碎成粗粉;肉桂粉碎成细粉,过筛;当归、独活、羌活提取挥发油,药渣与药液加入酒川牛膝、附片、地黄、玄参,加水煎煮三次,第一次3小时,第二、三次各2小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩成稠膏,与上述粗粉混匀,干燥,粉碎成细粉,加入肉桂细粉,混匀,制成颗粒,干燥,喷入当归等挥发油,混匀,压制成1000片,包糖衣,即得。

【性状】本品为糖衣片,除去糖衣后显棕褐色至黑褐色;味甜、苦、略麻。

【鉴别】(1)取本品,置显微镜下观察:不规则分枝状团块无色,遇水合氯醛液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径4~6 μ m(茯苓)。厚壁细胞多角形或长多角形,直径70~180 μ m,壁较厚,微波化,纹孔明显(天麻)。纤维单个散在,长梭形,直径24~50 μ m(肉桂)。橡胶丝呈条状或扭曲成团,表面带颗粒性(盐杜仲)。

(2)取本品20片,除去糖衣,研细,加乙醚40ml,回流提取30分钟,放冷,滤过,药渣备用,滤液挥干,残渣加无水乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品,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6~8 μ l,对照品溶液3 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯(8:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以二硝基苯胍乙醇试液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取独活对照药材1g,加水煮沸1小时,放冷,滤过,取滤液,用乙醚振摇提取2次,每次15ml,合并乙醚提取液,挥干,残渣加无水乙醇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】(2)项下供试品溶液10~20 μ l,上述对照药材溶液10 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-丙酮(17:3)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。

(4)取【鉴别】(2)项下乙醚提取后的残渣,挥尽乙醚,加水饱和的正丁醇40ml,加热回流30分钟,放冷,滤过,取滤液20ml蒸干,残渣加水5ml使溶解,通过D101型大孔吸附树脂柱(内径为1.4cm,柱高为12cm),先用水50ml洗涤,弃去洗涤液,再用10%乙醇50ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加无水乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取天麻素对照品,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,吸取上述两种溶液各5~10 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105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,