

见分光光度法(通则 0401),在 500nm 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 2g,精密称定,加 60% 乙醇 30ml,加热回流 2 小时,放冷,滤过,残渣再分别加 60% 乙醇 25ml,加热回流 2 次,每次 1 小时,滤过,合并滤液,置 100ml 量瓶中,残渣用 60% 乙醇洗涤,洗液并入同一量瓶中,用 60% 乙醇稀释至刻度,摇匀。精密量取 25ml,置 50ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀,作为供试品溶液。精密量取供试品溶液 3ml,置 25ml 量瓶中,加 30% 乙醇至 6ml,照标准曲线制备项下的方法,自“加亚硝酸钠溶液 1ml”起,依法测定吸光度,同时取供试品溶液 3ml,除不加氢氧化钠试液外,其余同上操作,作为空白,从标准曲线上读出供试品溶液中含芦丁的重量(mg),计算,即得。

本品按干燥品计算,含总黄酮以芦丁($C_{27}H_{30}O_{16}$)计,不得少于 1.5%。

异鼠李素 照高效液相色谱法(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-0.4% 磷酸溶液(58:42)为流动相;检测波长为 370nm。理论板数按异鼠李素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取异鼠李素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入乙醇 50ml,称定重量,加热回流 1 小时,放冷,再称定重量,用乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 25ml,置具塞锥形瓶中,加盐酸 3.5ml,在 75 $^{\circ}$ C 水浴中加热水解 1 小时,立即冷却,转移至 50ml 量瓶中,用适量乙醇洗涤容器,洗液并入同一量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

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

本品按干燥品计算,含异鼠李素($C_{16}H_{12}O_7$)不得少于 0.10%。

【性味与归经】 酸、涩,温。归脾、胃、肺、心经。

【功能与主治】 健脾消食,止咳祛痰,活血散瘀。用于脾虚食少,食积腹痛,咳嗽痰多,胸痹心痛,瘀血经闭,跌扑瘀肿。

【用法与用量】 3~10g。

【贮藏】 置通风干燥处,防霉,防蛀。

沉香

Chenxiang

AQUILARIAE LIGNUM RESINATUM

本品为瑞香科植物白木香 *Aquilaria sinensis* (Lour.) Gilg 含有树脂的木材。全年均可采收,割取含树脂的木材,除

去不含树脂的部分,阴干。

【性状】 本品呈不规则块、片状或盔帽状,有的为小碎块。表面凹凸不平,有刀痕,偶有孔洞,可见黑褐色树脂与黄白色木部相间的斑纹,孔洞及凹窝表面多呈朽木状。质较坚实,断面刺状。气芳香,味苦。

【鉴别】 (1)本品横切面:射线宽 1~2 列细胞,充满棕色树脂。导管圆多角形,直径 42~128 μ m,有的含棕色树脂。木纤维多角形,直径 20~45 μ m,壁稍厚,木化。木间韧皮部扁长椭圆状或条带状,常与射线相交,细胞壁薄,非木化,内含棕色树脂;其间散有少数纤维,有的薄壁细胞含草酸钙柱晶。

(2)取〔浸出物〕项下醇溶性浸出物,进行微量升华,得黄褐色油状物,香气浓郁;于油状物上加盐酸 1 滴与香草醛少量,再滴加乙醇 1~2 滴,渐显樱红色,放置后颜色加深。

(3)取本品粉末 0.5g,加乙醚 30ml,超声处理 60 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加三氯甲烷 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取沉香对照药材 0.5g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 10 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙醚(10:1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光灯(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。

【特征图谱】 照高效液相色谱法(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(柱长为 25cm,内径为 4.6mm,粒径为 5 μ m, Diamonsil C18 或 Phenomenex luna C18 色谱柱);以乙腈为流动相 A,以 0.1% 甲酸溶液为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;流速为每分钟 0.7ml;柱温为 30 $^{\circ}$ C;检测波长为 252nm。理论板数按沉香四醇峰计算应不低于 6000。

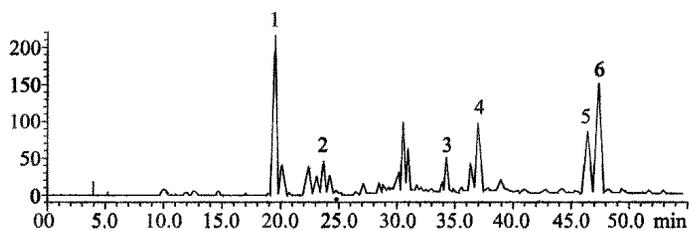
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~10	15→20	85→80
10~19	20→23	80→77
19~21	23→33	77→67
21~39	33	67
39~40	33→35	67→65
40~50	35	65
50.1~60	95	5

参照物溶液的制备 取沉香对照药材约 0.2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入乙醇 10ml,称定重量,超声处理(功率 250W,频率 40kHz)1 小时,放冷,再称定重量,用乙醇补足减失的重量,摇匀,静置,取上清液滤过,取续滤液,作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液,作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取〔含量测定〕项下的供试品溶液,即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

供试品特征图谱中应呈现 6 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱峰中的 6 个特征峰相对应, 其中峰 1 应与对照品参照物峰保留时间相一致。



对照特征图谱

6 个特征峰中 峰 1: 沉香四醇; 峰 3: 8-氯-2-(2-苯乙基)-5,6,7-三羟基-5,6,7,8-四氢色酮;
峰 5: 6,4'-二羟基-3'-甲氧基-2-(2-苯乙基)色酮

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(通则 2201)项下的热浸法测定, 用乙醇作溶剂, 不得少于 10.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(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, 0.1% 甲酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为 30℃; 检测波长为 252nm。理论板数按沉香四醇峰计算应不低于 6000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~10	15→20	85→80
10~19	20→23	80→77
19~21	23→33	77→67
21~25	33	67
25.1~35	95	5

对照品溶液的制备 取沉香四醇对照品适量, 精密称定, 加乙醇制成每 1ml 含 60μg 的溶液, 即得。

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, 精密加入乙醇 10ml, 称定重量, 浸泡 0.5 小时, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 1 小时, 放冷, 再称定重量, 用乙醇补足减失的重量, 摇匀, 静置, 取上清液滤过, 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 10μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品按干燥品计算, 含沉香四醇(C₁₇H₁₈O₆) 不得少于 0.10%。

饮片

【炮制】 除去枯废白木, 劈成小块。用时捣碎或研成细粉。

【性味与归经】 辛、苦, 微温。归脾、胃、肾经。

【功能与主治】 行气止痛, 温中止呕, 纳气平喘。用于胸腹胀闷疼痛, 胃寒呕吐呃逆, 肾虚气逆喘急。

【用法与用量】 1~5g, 后下。

【贮藏】 密闭, 置阴凉干燥处。

没 药

Moyao

MYRRHA

本品为橄榄科植物地丁树 *Commiphora myrrha* Engl. 或哈地丁树 *Commiphora molmol* Engl. 的干燥树脂。分为天然没药和胶质没药。

【性状】 天然没药 呈不规则颗粒性团块, 大小不等, 大者直径长达 6cm 以上。表面黄棕色或红棕色, 近半透明部分呈棕黑色, 被有黄色粉尘。质坚脆, 破碎面不整齐, 无光泽。有特异香气, 味苦而微辛。

胶质没药 呈不规则块状和颗粒, 多黏结成大小不等的团块, 大者直径长达 6cm 以上, 表面棕黄色至棕褐色, 不透明, 质坚实或疏松, 有特异香气, 味苦而有黏性。

【鉴别】 (1) 取本品粉末 0.1g, 加乙醚 3ml, 振摇, 滤过, 滤液置蒸发皿中, 挥尽乙醚, 残留的黄色液体滴加硝酸, 显褐紫色。

(2) 取本品粉末少量, 加香草醛试液数滴, 天然没药立即显红色, 继而变为红紫色, 胶质没药立即显紫红色, 继而变为蓝紫色。

(3) 取〔含量测定〕项下的挥发油适量, 加环己烷制成每 1ml 含天然没药 10mg 或胶质没药 50mg 的溶液, 作为供试品溶液。另取天然没药对照药材或胶质没药对照药材各 2g, 照挥发油测定法(通则 2204 乙法)加环己烷 2ml, 缓缓加热至沸, 并保持微沸约 2.5 小时, 放置后, 取环己烷溶液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(通则 0502)试验, 吸取上述两种溶液各 4μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙醚(4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 立即喷以 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】 杂质 天然没药不得过 10%, 胶质没药不得过 15%(通则 2301)。

总灰分 不得过 15.0%(通则 2302)。

酸不溶性灰分 不得过 10.0%(通则 2302)。

【含量测定】 取本品 20g(除去杂质), 照挥发油测定法(通则 2204 乙法)测定。

本品含挥发油天然没药不得少于 4.0%(ml/g), 胶质没药不得少于 2.0%(ml/g)。

饮片

【炮制】 醋没药 取净没药, 照醋炙法(通则 0213), 炒至表面光亮。

每 100kg 没药, 用醋 5kg。

本品呈不规则小块状或类圆形颗粒状, 表面棕褐色或黑褐色, 有光泽。具特异香气, 略有醋香气, 味苦而微辛。

【检查】 酸不溶性灰分 不得过 8.0%(通则 2302)。

【含量测定】 同药材, 含挥发油不得少于 2.0%(ml/g)。