

油,倾去上清液,沿管壁加入温水至刻度,离心,如法清洗3次,倾去上清液,离心管于105℃加热2小时,取出,置干燥器中冷却30分钟,精密称定,计算,即得。

本品水不溶物不得过2.0%。

重金属 取炽灼残渣(通则0841),依法检查(通则0821第二法),不得过30mg/kg。

其他 应符合胶剂项下有关各项规定(通则0184)。

【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 以十八烷基硅键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1mol/L醋酸钠溶液(用醋酸调节pH值至6.5)(7:93)为流动相A,以乙腈-水(4:1)为流动相B,按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为254nm。柱温为43℃。理论板数按L-羟脯氨酸峰计算应不低于4000。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~11	100→93	0→7
11~13.9	93→88	7→12
13.9~14	88→85	12→15
14~29	85→66	15→34
29~30	66→0	34→100

对照品溶液的制备 取L-羟脯氨酸对照品、甘氨酸对照品、丙氨酸对照品、L-脯氨酸对照品适量,精密称定,加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml含L-羟脯氨酸70μg、甘氨酸0.14mg、丙氨酸60μg、L-脯氨酸70μg的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粗粉约0.25g,精密称定,置25ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸溶液20ml,超声处理(功率300W,频率40kHz)30分钟,放冷,加0.1mol/L盐酸溶液至刻度,摇匀。精密量取2ml,置5ml安瓿中,加盐酸2ml,150℃水解1小时,放冷,移至蒸发皿中,用水10ml分次洗涤,洗液并入蒸发皿中,蒸干,残渣加0.1mol/L盐酸溶液溶解,转移至25ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸溶液至刻度,摇匀,即得。

精密量取上述对照品溶液和供试品溶液各5ml,分别置25ml量瓶中,各加0.1mol/L异硫氰酸苯酯(PITC)的乙腈溶液2.5ml,1mol/L三乙胺的乙腈溶液2.5ml,摇匀,室温放置1小时后,加50%乙腈至刻度,摇匀。取10ml,加正己烷10ml,振摇,放置10分钟,取下层溶液,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取衍生化后的对照品溶液与供试品溶液各5μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含L-羟脯氨酸不得少于5.4%、甘氨酸不得少于12.4%、丙氨酸不得少于5.2%、L-脯氨酸不得少于6.2%。

【性味与归经】 咸、甘、凉。归肝、肾、心经。

【功能与主治】 滋阴,养血,止血。用于阴虚潮热,骨蒸盗汗,腰膝酸软,血虚萎黄,崩漏带下。

【用法与用量】 3~9g,烔化兑服。

【贮藏】 密闭。

辛 夷

Xinyi

MAGNOLIAE FLOS

本品为木兰科植物望春花 *Magnolia biondii* Pamp.、玉兰 *Magnolia denudata* Desr. 或武当玉兰 *Magnolia sprengeri* Pamp. 的干燥花蕾。冬末春初花未开放时采收,除去枝梗,阴干。

【性状】 **望春花** 呈长卵形,似毛笔头,长1.2~2.5cm,直径0.8~1.5cm。基部常具短梗,长约5mm,梗上有类白色点状皮孔。苞片2~3层,每层2片,两层苞片间有小鳞芽,苞片外表面密被灰白色或灰绿色茸毛,内表面类棕色,无毛。花被片9,棕色,外轮花被片3,条形,约为内两轮长的1/4,呈萼片状,内两轮花被片6,每轮3,轮状排列。雄蕊和雌蕊多数,螺旋状排列。体轻,质脆。气芳香,味辛凉而稍苦。

玉兰 长1.5~3cm,直径1~1.5cm。基部枝梗较粗壮,皮孔浅棕色。苞片外表面密被灰白色或灰绿色茸毛。花被片9,内外轮同型。

武当玉兰 长2~4cm,直径1~2cm。基部枝梗粗壮,皮孔红棕色。苞片外表面密被淡黄色或淡黄绿色茸毛,有的最外层苞片茸毛已脱落而呈黑褐色。花被片10~12(15),内外轮无显著差异。

【鉴别】 (1)本品粉末灰绿色或淡黄绿色。非腺毛甚多,散在,多碎断;完整者2~4细胞,亦有单细胞,壁厚4~13μm,基部细胞短粗膨大,细胞壁极度增厚似石细胞。石细胞多成群,呈椭圆形、不规则形或分枝状,壁厚4~20μm,孔沟不甚明显,胞腔中可见棕黄色分泌物。油细胞较多,类圆形,有的可见微小油滴。苞片表皮细胞扁方形,垂周壁连珠状。

(2)取本品粗粉1g,加三氯甲烷10ml,密塞,超声处理30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。另取木兰脂素对照品,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(通则0502)试验,吸取上述两种溶液各2~10μl,分别点于同一硅胶H薄层板上,以三氯甲烷-乙醚(5:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在90℃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,显相同的紫红色斑点。

【检查】 **水分** 不得过18.0%(通则0832第五法)。

【含量测定】 **挥发油** 照挥发油测定法(通则2204)测定。

本品含挥发油不得少于1.0%(ml/g)。

木兰脂素 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 以辛基键合硅胶为填充剂;以乙腈-四氢呋喃-水(35:1:64)为流动相;检测波长为278nm。理论板数按木兰脂素峰计算应不低于9000。

对照品溶液的制备 取木兰脂素对照品适量,精密称定,

加甲醇制成每 1ml 含木兰脂素 0.1mg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粗粉约 1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入乙酸乙酯 20ml,称定重量,浸泡 30 分钟,超声处理(功率 250W,频率 33kHz)30 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 3ml,加在中性氧化铝柱(100~200 目,2g,内径为 9mm,湿法装柱,用乙酸乙酯 5ml 预洗)上,用甲醇 15ml 洗脱,收集洗脱液,置 25ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 4~10 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含木兰脂素($C_{23}H_{28}O_7$)不得少于 0.40%。

【性味与归经】 辛,温。归肺、胃经。

【功能与主治】 散风寒,通鼻窍。用于风寒头痛,鼻塞流涕,鼻衄,鼻渊。

【用法与用量】 3~10g,包煎。外用适量。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

羌 活

Qianghuo

NOTOPTERYGII RHIZOMA ET RADIX

本品为伞形科植物羌活 *Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang 或宽叶羌活 *Notopterygium franchetii* H. de Boiss. 的干燥根茎和根。春、秋二季采挖,除去须根及泥沙,晒干。

【性状】 羌活 为圆柱状略弯曲的根茎,长 4~13cm,直径 0.6~2.5cm,顶端具茎痕。表面棕褐色至黑褐色,外皮脱落处呈黄色。节间缩短,呈紧密隆起的环状,形似蚕,习称“蚕羌”;节间延长,形如竹节状,习称“竹节羌”。节上有多数点状或瘤状突起的根痕及棕色破碎鳞片。体轻,质脆,易折断,断面不平整,有多数裂隙,皮部黄棕色至暗棕色,油润,有棕色油点,木部黄白色,射线明显,髓部黄色至黄棕色。气香,味微苦而辛。

宽叶羌活 为根茎和根。根茎类圆柱形,顶端具茎和叶鞘残基,根类圆锥形,有纵皱纹和皮孔;表面棕褐色,近根茎处有较密的环纹,长 8~15cm,直径 1~3cm,习称“条羌”。有的根茎粗大,不规则结节状,顶部具数个茎基,根较细,习称“大头羌”。质松脆,易折断,断面略平坦,皮部浅棕色,木部黄白色。气味较淡。

【鉴别】 取本品粉末 1g,加甲醇 5ml,超声处理 20 分钟,静置,取上清液作为供试品溶液。另取紫花前胡苷对照品,加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(通则 0502)试验,吸取上述两种溶液各 2~4 μ l,分别点于同一用 3%醋酸钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(8:2)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,显相同的蓝色荧光斑点。

【检查】 总灰分 不得过 8.0%(通则 2302)。

酸不溶性灰分 不得过 3.0%(通则 2302)。

【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(非亲水性)为填充剂(柱长为 250mm,内径为 4.6mm,粒度为 5 μ m);以乙腈为流动相 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;柱温为 25 $^{\circ}$ C;检测波长为 246nm。理论板数按羌活醇峰计算应不低于 18000。

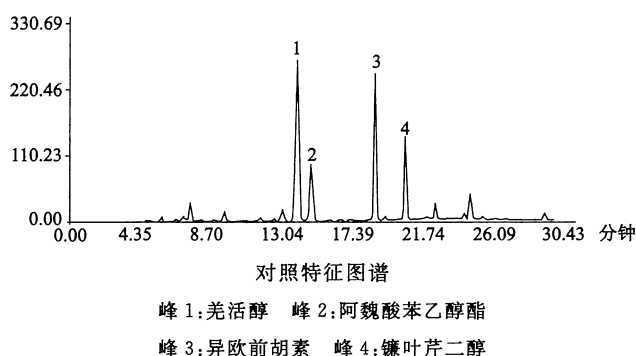
时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~6	48→53	52→47
6~12	53	47
12~20	53→80	47→20
20~30	80	20

对照提取物溶液的制备 取羌活对照提取物 10mg,精密称定,置 5ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

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 分别精密吸取对照提取物溶液与供试品溶液各 10 μ l,注入液相色谱仪,测定,记录色谱图,即得。

供试品特征图谱中应呈现与对照提取物中的 4 个主要特征峰保留时间相对应的色谱峰。



【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 15.0%。

【含量测定】 挥发油 照挥发油测定法(通则 2204)测定。

本品含挥发油不得少于 1.4%(ml/g)。

羌活醇和异欧前胡素 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;以乙腈-水(44:56)为流动相;检测波长为 310nm。理论板数按羌活醇峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取羌活醇对照品、异欧前胡素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含羌活醇 60 μ g、异欧前胡素 30 μ g 的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约 0.4g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50ml,称定重量,超