

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-水(55:45)为流动相;检测波长为 246nm。理论板数按补骨脂素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取补骨脂素对照品、异补骨脂素对照品适量,精密称定,分别加甲醇制成每 1ml 各含 20 μ g 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约 0.5g,精密称定,置索氏提取器中,加甲醇适量,加热回流提取 2 小时,放冷,转移至 100ml 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 5~10 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含补骨脂素($C_{11}H_6O_3$)和异补骨脂素($C_{11}H_6O_3$)的总量不得少于 0.70%。

饮片

【炮制】 补骨脂 除去杂质。

【性状】 **【鉴别】** **【检查】**(水分 总灰分 酸不溶性灰分) **【含量测定】** 同药材。

盐补骨脂 取净补骨脂,照盐炙法(通则 0213)炒至微鼓起。

本品形如补骨脂。表面黑色或黑褐色,微鼓起。气微香,味微咸。

【检查】 水分 同药材,不得过 7.5%。

总灰分 同药材,不得过 8.5%。

【鉴别】 **【含量测定】** 同药材。

【性味与归经】 辛、苦,温。归肾、脾经。

【功能与主治】 温肾助阳,纳气平喘,温脾止泻;外用消风祛斑。用于肾阳不足,阳痿遗精,遗尿尿频,腰膝冷痛,肾虚作喘,五更泄泻;外用治白癜风,斑秃。

【用法与用量】 6~10g。外用 20%~30% 酊剂涂患处。

【贮藏】 置干燥处。

灵 芝

Lingzhi

GANODERMA

本品为多孔菌科真菌赤芝 *Ganoderma lucidum* (Leyss. ex Fr.) Karst. 或紫芝 *Ganoderma sinense* Zhao, Xu et Zhang 的干燥子实体。全年采收,除去杂质,剪除附有朽木、泥沙或培养基质的下端菌柄,阴干或在 40~50℃ 烘干。

【性状】 赤芝 外形呈伞状,菌盖肾形、半圆形或近圆形,直径 10~18cm,厚 1~2cm。皮壳坚硬,黄褐色至红褐色,有光泽,具环状棱纹和辐射状皱纹,边缘薄而平截,常稍内卷。菌肉白色至淡棕色。菌柄圆柱形,侧生,少偏生,长 7~15cm,直径 1~3.5cm,红褐色至紫褐色,光亮。孢子细小,黄褐色。

气微香,味苦涩。

紫芝 皮壳紫黑色,有漆样光泽。菌肉锈褐色。菌柄长 17~23cm。

栽培品 子实体较粗壮、肥厚,直径 12~22cm,厚 1.5~4cm。皮壳外常被有大量粉尘样的黄褐色孢子。

【鉴别】 (1) 本品粉末浅棕色、棕褐色至紫褐色。菌丝散在或粘结成团,无色或淡棕色,细长,稍弯曲,有分枝,直径 2.5~6.5 μ m。孢子褐色,卵形,顶端平截,外壁无色,内壁有疣状突起,长 8~12 μ m,宽 5~8 μ m。

(2) 取本品粉末 2g,加乙醇 30ml,加热回流 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取灵芝对照药材 2g,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 4 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60~90℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,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。

(3) 取本品粉末 1g,加水 50ml,加热回流 1 小时,趁热滤过,滤液置蒸发皿中,用少量水分次洗涤容器,合并洗液并入蒸发皿中,置水浴上蒸干,残渣用水 5ml 溶解,置 50ml 离心管中,缓缓加入乙醇 25ml,不断搅拌,静置 1 小时,离心(转速为每分钟 4000 转),取沉淀物,用乙醇 10ml 洗涤,离心,取沉淀物,烘干,放冷,加 4mol/L 三氟乙酸溶液 2ml,置 10ml 安瓿瓶或顶空瓶中,封口,混匀,在 120℃ 水解 3 小时,放冷,水解液转移至 50ml 烧瓶中,用 2ml 水洗涤容器,洗涤液并入烧瓶中,60℃ 减压蒸干,用 70% 乙醇 2ml 溶解,置离心管中,离心,取上清液作为供试品溶液。另取半乳糖对照品、葡萄糖对照品、甘露糖对照品和木糖对照品适量,精密称定,加 70% 乙醇制每 1ml 各含 0.1mg 的混合溶液,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 3 μ l,分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-丙酮-水(5:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以对氨基苯甲酸溶液(取 4-氨基苯甲酸 0.5g,溶于冰醋酸 9ml 中,加水 10ml 和 85% 磷酸溶液 0.5ml,混匀),在 105℃ 加热约 10 分钟,在紫外光灯(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。其中最强荧光斑点为葡萄糖,甘露糖和半乳糖荧光斑点强度相近,位于葡萄糖斑点上、下两侧,木糖斑点在甘露糖上,荧光斑点强度最弱。

【检查】 水分 不得过 17.0%(通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 3.2%(通则 2302)。

【浸出物】 照水溶性浸出物测定法(通则 2201)项下的热浸法测定,不得少于 3.0%。

【含量测定】 多糖 对照品溶液的制备 取无水葡萄糖对照品适量,精密称定,加水制成每 1ml 含 0.12mg 的溶液,即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.2、0.4、0.6、

0.8、1.0、1.2ml, 分别置 10ml 具塞试管中, 各加水至 2.0ml, 迅速精密加入硫酸葱酮溶液(精密称取葱酮 0.1g, 加硫酸 100ml 使溶解, 摆匀)6ml, 立即摇匀, 放置 15 分钟后, 立即置冰浴中冷却 15 分钟, 取出, 以相应的试剂为空白, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 625nm 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。

供试品溶液的制备 取本品粉末约 2g, 精密称定, 置圆底烧瓶中, 加水 60ml, 静置 1 小时, 加热回流 4 小时, 趁热滤过, 用少量热水洗涤滤器和滤渣, 将滤渣及滤纸置烧瓶中, 加水 60ml, 加热回流 3 小时, 趁热滤过, 合并滤液, 置水浴上蒸干, 残渣用水 5ml 溶解, 边搅拌边缓慢滴加乙醇 75ml, 摆匀, 在 4℃ 放置 12 小时, 离心, 弃去上清液, 沉淀物用热水溶解并转移至 50ml 量瓶中, 放冷, 加水至刻度, 摆匀, 取溶液适量, 离心, 精密量取上清液 3ml, 置 25ml 量瓶中, 加水至刻度, 摆匀, 即得。

测定法 精密量取供试品溶液 2ml, 置 10ml 具塞试管中, 照标准曲线制备项下的方法, 自“迅速精密加入硫酸葱酮溶液 6ml”起, 同法操作, 测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中无水葡萄糖的含量, 计算, 即得。

本品按干燥品计算, 含灵芝多糖以无水葡萄糖($C_6H_{12}O_6$)计, 不得少于 0.90%。

三萜及甾醇 对照品溶液的制备 取齐墩果酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液, 即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5ml, 分别置 15ml 具塞试管中, 挥干, 放冷, 精密加入新配制的香草醛冰醋酸溶液(精密称取香草醛 0.5g, 加冰醋酸使溶解成 10ml, 即得)0.2ml、高氯酸 0.8ml, 摆匀, 在 70℃ 水浴中加热 15 分钟, 立即置冰浴中冷却 5 分钟, 取出, 精密加入乙酸乙酯 4ml, 摆匀, 以相应试剂为空白, 照紫外-可见分光光度法(通则 0401), 在 546nm 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。

供试品溶液的制备 取本品粉末约 2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加乙醇 50ml, 超声处理(功率 140W, 频率 42kHz)45 分钟, 滤过, 滤液置 100ml 量瓶中, 用适量乙醇, 分次洗涤滤器和滤渣, 洗液并入同一量瓶中, 加乙醇至刻度, 摆匀, 即得。

测定法 精密量取供试品溶液 0.2ml, 置 15ml 具塞试管中, 照标准曲线制备项下的方法, 自“挥干”起, 同法操作, 测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液中齐墩果酸的含量, 计算, 即得。

本品按干燥品计算, 含三萜及甾醇以齐墩果酸($C_{30}H_{48}O_3$)计, 不得少于 0.50%。

【性味与归经】 甘, 平。归心、肺、肝、肾经。

【功能与主治】 补气安神, 止咳平喘。用于心神不宁, 失眠心悸, 肺虚咳喘, 虚劳短气, 不思饮食。

【用法与用量】 6~12g。

【贮藏】 置干燥处, 防霉, 防蛀。

阿胶

Ejiao

ASINI CORII COLLA

本品为马科动物驴 *Equus asinus* L. 的干燥皮或鲜皮经煎煮、浓缩制成的固体胶。

【制法】 将驴皮浸泡去毛, 切块洗净, 分次水煎, 滤过, 合并滤液, 浓缩(可分别加入适量的黄酒、冰糖及豆油)至稠膏状, 冷凝, 切块, 晾干, 即得。

【性状】 本品呈长方形块、方形块或丁状。棕色至黑褐色, 有光泽。质硬而脆, 断面光亮, 碎片对光照视呈棕色半透明状。气微, 味微甘。

【鉴别】 取本品粉末 0.1g, 加 1% 碳酸氢铵溶液 50ml, 超声处理 30 分钟, 用微孔滤膜滤过, 取续滤液 100μl, 置微量进样瓶中, 加胰蛋白酶溶液 10μl(取序列分析用胰蛋白酶, 加 1% 碳酸氢铵溶液制成每 1ml 中含 1mg 的溶液, 临用时配制), 摆匀, 37℃ 恒温酶解 12 小时, 作为供试品溶液。另取阿胶对照药材 0.1g, 同法制成对照药材溶液。照高效液相色谱-质谱法(通则 0512 和通则 0431)试验, 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(色谱柱内径为 2.1mm); 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 0.3ml。采用质谱检测器, 电喷雾正离子模式(ESI⁺), 进行多反应监测(MRM), 选择质荷比(m/z)539.8(双电荷)→612.4 和 m/z 539.8(双电荷)→923.8 作为检测离子对。取阿胶对照药材溶液, 进样 5μl, 按上述检测离子对测定的 MRM 色谱峰的信噪比均应大于 3:1。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~25	5→20	95→80
25~40	20→50	80→50

吸取供试品溶液 5μl, 注入高效液相色谱-质谱联用仪, 测定。以质荷比(m/z)539.8(双电荷)→612.4 和 m/z 539.8(双电荷)→923.8 离子对提取的供试品离子流色谱中, 应同时呈现与对照药材色谱保留时间一致的色谱峰。

【检查】水分 取本品 1g, 精密称定, 加水 2ml, 加热溶解后, 置水浴上蒸干, 使厚度不超过 2mm, 照水分测定法(通则 0832 第二法)测定, 不得过 15.0%。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法(通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法)测定, 铅不得过 5mg/kg; 镉不得过 0.3mg/kg; 砷不得过 2mg/kg, 汞不得过 0.2mg/kg, 铜不得过 20mg/kg。

水不溶物 取本品 1.0g, 精密称定, 加水 5ml, 加热使溶解, 转移至已恒重 10ml 具塞离心管中, 用温水 5ml 分 3 次洗涤, 洗液并入离心管中, 摆匀。置 40℃ 水浴保温 15 分钟, 离心(转速为每分钟 2000 转)10 分钟, 去除管壁浮油, 倾去上清