吉林省中药材标准

第一册

吉林省药品监督管理局　编

吉林科学技术出版社

图书在版编目（CIP）数据

吉林省中药材标准. 第一册 / 吉林省药品监督管理局编. -- 长春 : 吉林科学技术出版社, 2019.5
ISBN 978-7-5578-5404-1

Ⅰ. ①吉… Ⅱ. ①吉… Ⅲ. ①中药材－标准－汇编－吉林 Ⅳ. ①R282-65

中国版本图书馆CIP数据核字(2019)第102836号

吉林省中药材标准.第一册 Jilinsheng Zhongyaocai Biaozhun. Diyice

编　吉林省药品监督管理局
出 版 人　李　梁
责任编辑　孟　盟　赵　渤
封面设计　雅硕图文工作室
制　　版　雅硕图文工作室
幅面尺寸　210 mm×285 mm
字　　数　700千字
印　　张　26
版　　次　2019年5月第1版
印　　次　2019年5月第1次印刷

出　　版　吉林科学技术出版社
发　　行　吉林科学技术出版社
地　　址　长春市净月区福祉大路5788号
邮　　编　130000
发行部电话/传真　0431-81629529　81629530　81629531
　　81629532　81629533　81629534
储运部电话　0431-86059116
编辑部电话　0431-81629506
网　　址　www.jlstp.net
印　　刷　吉广控股有限公司

书　　号　ISBN 978-7-5578-5404-1
定　　价　350.00元
如有印装质量问题　可寄出版社调换
版权所有　翻印必究　　举报电话：0431-81629510

内 容 简 介

本书是吉林省药品监督管理局依据《中华人民共和国药品管理法》组织制定和颁布实施的地方性中药材标准。全书由凡例、目录、正文构成，共收载吉林省常用的中药材品种35个，均为国家标准未收载品种，包括植物根及根茎类、叶类、全草类、果实及种子类、皮类和动物类等，每个品种质量标准正文后均附有质量标准起草说明，体现了吉林省地方中药材的应用特色。

本书适用于从事中药材生产、经营、使用、检验及监督管理的专业人员应用。

吉林省中药材标准（第一册）
编委会名单

主任委员： 刘宝芳

副主任委员： 王　宏　姜国明　田振海

委　　员：（按姓氏笔画排序）

王心宇　朱先锋　华吉年　孙　伟
李秀芬　李晓红　秦桂连　徐　飞
徐鸿韬　高君芝　韩晓东

编审人员：（按姓氏笔画排序）

于　艳　于　澎　马　彧　王丹彧
王晓林　王维礼　王　辉　王路宏
付　萍　冯　家　史　磊　刘治民
吕德利　曲艳丽　朴明杰　朴　宪
邢　潇　吴庆淼　吴　镝　张迎红
张　辉　李红梅　李　莉　杨世海
杨利民　杨志伟　杨树东　杨荣艳
杨晓腾　杨　晶　沈丽娟　邱智东
周丽丽　孟庆群　弥　宏　南善姬
姚金福　姜启娟　柳　莹　荀丽梅
赵俊华　赵　艳　倪亚娜　夏冰晶
徐彤彤　徐雅娟　栾国华　耿代云
贾洪伟　都宇佳　商丽丽　崔业波
曹志强　彭振宇　睢大筠　雷　杨
蔡晓东　鞠长河　魏忠宝

前　言

为加强中药材质量监督管理，保障公众用药安全有效，促进吉林省中医药事业健康发展，吉林省药品监督管理局组织全省药品监督、检验、科研、教学、生产、经营单位的专家和技术人员，依据《中华人民共和国药品管理法》等法律法规，结合吉林省实际情况，编制了《吉林省中药材标准》，作为吉林省药品研究、生产、经营、使用、检验和监督管理的法定技术标准。由吉林省药品监督管理局批准颁布实施。

本标准共收载了吉林省习用和常用中药材品种35个，是在《吉林省药品标准》（1977）和历年来批准颁布实施的吉林省中药材标准的基础上，结合《中国药典》2015年版以及近年来我省中医（朝医）临床使用情况，进行了清理整顿、修订及增补而成，收载的品种基本反映了我省中药材中医临床使用的特色。

本标准的特点主要体现在：

注重与国家标准的衔接。本标准收载的内容遵循依法依规，收编有据。不再收载与国家药品标准内容相同的品种，药材品种来源与国家药品标准规定不同的，均另名收载。

药品安全性保障进一步提高。制定了人参芦头、人参须标准中16种有机氯农药残留的检查。

药品有效性控制进一步完善。本标准对检测方法进行了全面的增修订，增加或完善有效性检查项目。《吉林省中药材标准》第一册收载的35个品种均增加了薄层色谱鉴别；有31个品种增加了显微鉴别；鹿心标准中采用了DNA分子鉴定；牛髓标准中建立了特征谱带鉴别；返魂草标准中建立了特征图谱；34个品种建立了水分、灰分限度；26个品种制定了浸出物控制指标；26个品种采用高效液相色谱法、紫外-可见分光光度法、原子吸收分光光度法等检测方法建立了含量测定检验项目，并制定了限度。以上项目的增加使检测项目及方法的确定更加科学合理。

注重保护朝药。重视朝药，在整理挖掘、研究的基础上，保留了榛子花、朝白术等朝鲜族习用品种，提高并完善了朝药质量标准，体现了我省民族医药特色。

本标准在编制工作的组织保障和科学管理方面进行了大胆探索和管理上的创新，制定了逐年立项、滚动推进、周期评审、分段颁布、持续提高的地方标准研究编制规划和中药材地方标准编制工作程序，为保证标准编制工作质量保驾护航。确立围绕临床用药和质量监管的现实要求，实现了对标准编制工作进行常态化管理并形成循环完善提高的工作机制。

本标准编制工作充分发挥了编委会全体委员及编审人员的专业特长和技术骨干作用，充分调动了社会资源参与本标准编制工作的积极性和主动性，充分发挥了管理部门的组织协调作用，并通过各种渠道和方式争取经费支持，为本标准工作提供了重要的保障作用。

本标准为我省地方特色中药材生产、经营、使用、检验和监督管理的法定技术标准。为不断提高我省中药材质量标准水平，希望各有关单位在执行过程中不断总结经验，积累资料，及时提出改进意见，以便在今后的修订和监管实践中完善提高。

吉林省中药材标准编委会

2019年4月17日

目　　录

本标准不再收载的已有国家标准品种名单（17个）…… Ⅰ
本标准不再收载已经废止的省标品种名单（1个）…… Ⅰ
凡例…… Ⅱ
品名目次…… Ⅲ ~ Ⅳ

正文及质量标准起草说明…… 1 ~ 391

索引
中文名索引…… 392
药材汉语拼音索引…… 394
药材拉丁名索引…… 396
植（动）物拉丁学名索引…… 398

编写说明

本标准不再收载的已有国家标准品种名单（17个）

人参叶
火绒草
红花子
刺猬皮
胡妥子
蛤士蟆油
干蟾
北独活
灵砂
抱茎苦荬菜
鹿胎
橡子
水菖蒲
巨胜子
赤包
松萝
鹿鞭

本标准不再收载已经废止的省标品种名单（1个）

豹骨胶

凡　例

一、《吉林省中药材标准》（以下简称《标准》），是依据《中华人民共和国药品管理法》，由吉林省药品监督管理局组织制定并颁布实施，是吉林省中药材质量的法定技术依据。《标准》一经颁布实施，同品种的原吉林省中药材标准同时废止。

二、本《标准》适用于吉林省辖区内中药材的生产、经营、使用、检验及监督管理。

三、本《标准》依法收载了国家药品标准中未收载的，吉林省地方性中药材及朝药材品种35个，其中少数品种与国家药典收载的中药材为同一植物来源，但药用部位及名称不相同，也作为吉林习用中药材收入本标准。之前颁布实施的《吉林省药品标准》（1977）及吉林省中药材散页标准所规定的名称、药材拉丁名、拉丁学名、来源、药用部位等，若与本《标准》不一致者均按本《标准》规定执行。

四、本《标准》内容包括编写委员会名单、前言、本标准不再收载已有国家标准品种名单、本标准不再收载已经废止的省标品种名单、凡例、品名目次、标准正文及质量标准起草说明、索引（中文名索引、药材汉语拼音索引、药材拉丁名索引、植（动）物拉丁学名索引）、编写说明等九部分。

凡例是正确使用本《标准》进行中药材质量检定的基本指导原则，是对正文及与质量检定有关共性问题的统一规定。凡例中的有关规定具有法定约束力。

五、本《标准》所用术语、计量单位、符号、试药、试液及检验方法等，除另有规定外，均应按照《中国药典》现行版凡例及通则项下有关规定执行。

六、正文品种编排顺序，按药材的中文名称字首笔画数顺序排列，同笔画数的按起笔笔型顺序排列。各品种项下参照《中国药典》新版格式顺序排列：（1）品名（包括中文名、汉语拼音、拉丁名）；（2）来源；（3）性状；（4）鉴别；（5）检查；（6）浸出物；（7）特征图谱或指纹图谱；（8）含量测定；（9）炮制；（10）性味与归经；（11）功能与主治；（12）用法与用量；（13）注意；（14）贮藏等。

七、本《标准》中涉及的《中国药典》及国家药品标准未收载的对照品、对照药材，对照提取物，由吉林省药品监督管理局指定单位制备，吉林省药品检验所负责标定及发放。

八、正文各品种项下的【性味与归经】、【功能与主治】、【用法与用量】是根据吉林省境内中医（朝医）临床用药经验和中医（朝医）理论及参考文献编写，并经有经验的中医（朝医）专家审定规范，作为临床用药的参考。【用法与用量】，除另有规定外，用法系指水煎内服；用量系指成人一日常用剂量，必要时可根据需要酌情增减。

九、每个品种正文后附有质量标准起草说明，是对正文收载的有关项目的说明或注释，供使用本《标准》时参考。

十、本《标准》的修订和解释权归吉林省药品监督管理局。

品名目次

1. 人参芦头…… 1
人参芦头质量标准起草说明…… 3
2. 人 参 果 …… 16
人参果质量标准起草说明…… 18
3. 人 参 须 …… 27
人参须质量标准起草说明…… 29
4. 山葡萄藤…… 40
山葡萄藤质量标准起草说明…… 42
5. 山 紫 菀 …… 52
山紫菀质量标准起草说明…… 54
6. 牛　髓…… 63
牛髓质量标准起草说明…… 65
7. 月见草子…… 75
月见草子质量标准起草说明…… 77
8. 龙牙楤木…… 86
龙牙楤木质量标准起草说明…… 88
9. 东北苦菜…… 96
东北苦菜质量标准起草说明…… 98
10. 北 香 薷…… 109
北香薷质量标准起草说明 …… 111
11. 北鼠妇虫 …… 118
北鼠妇虫质量标准起草说明 …… 120
12. 西洋参叶 …… 128
西洋参叶质量标准起草说明 …… 130
13. 列　当 …… 137
列当质量标准起草说明 …… 139
14. 返 魂 草…… 149
返魂草质量标准起草说明 …… 152
15. 驴　肾 …… 167
驴肾质量标准起草说明 …… 169
16. 虎眼万年青 …… 176
虎眼万年青质量标准起草说明 …… 178

17. 金盏银盘 …… 186
金盏银盘质量标准起草说明 …… 187
18. 草 苁 蓉 …… 192
草苁蓉质量标准起草说明 …… 194
19. 核桃楸皮 …… 204
核桃楸皮质量标准起草说明 …… 206
20. 高山红景天 …… 217
高山红景天质量标准起草说明 …… 219
21. 萝　藦 …… 228
萝藦质量标准起草说明 …… 230
22. 野玫瑰根 …… 242
野玫瑰根质量标准起草说明 …… 244
23. 猪 胆 汁 …… 253
猪胆汁质量标准起草说明 …… 255
24. 鹿　心 …… 263
鹿心质量标准起草说明 …… 265
25. 葎　草 …… 274
葎草质量标准起草说明 …… 276
26. 朝白术（叨百克怵） …… 287
朝白术（叨百克怵）质量标准起草说明 …… 289
27. 雄 蜂 蛹 …… 300
雄蜂蛹质量标准起草说明 …… 301
28. 紫丁香叶 …… 307
紫丁香叶质量标准起草说明 …… 309
29. 貂　肾 …… 319
貂肾质量标准起草说明 …… 321
30. 蒺 藜 草 …… 328
蒺藜草质量标准起草说明 …… 330
31. 榛 子 花 …… 338
榛子花质量标准起草说明 …… 340
32. 缬　草 …… 351
缬草质量标准起草说明 …… 353
33. 蟋　蟀 …… 364
蟋蟀质量标准起草说明 …… 365
34. 藜芦茎叶 …… 371
藜芦茎叶质量标准起草说明 …… 373
35. 藤 合 欢 …… 379
藤合欢质量标准起草说明 …… 381

人参芦头

Renshenlutou

GINSENG RHIZOMA

本品为五加科植物人参*Panax ginseng* C. A. Mey. 的干燥根茎。多于秋季采收，洗净，晒干或烘干。

【性状】 本品为不规则圆柱形，多拘挛而弯曲，长1～4cm，最长可至15cm，直径0.3～1.5cm，具有稀疏的凹陷状茎痕，习称为芦碗。质较硬，断面淡黄白色，显粉性，形成层环纹棕黄色，皮部有黄棕色的点状树脂道及放射状裂隙。香气特异，味微苦、甘。

【鉴别】 （1）本品粉末淡黄白色。草酸钙簇晶多见，直径18～63μm，棱角锐尖。木栓细胞表面观类方形或多角形，壁细波状弯曲。网纹导管和梯纹导管直径16～40μm。淀粉粒单粒类球形、半圆形或不规则多角形，直径3～39μm，脐点点状或裂缝状，复粒由2～6分粒组成。树脂道碎片可见，含黄色块状分泌物。

（2）取本品粉末1g，加三氯甲烷40ml，加热回流1小时，弃去三氯甲烷液，药渣挥干溶剂，加水0.5ml拌匀湿润后，加水饱和正丁醇10ml，超声处理30分钟，吸取上清液，加2倍量氨试液，摇匀，放置分层，取上层液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参芦头对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg_1对照品，加甲醇制成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光及紫外光灯（365nm）下检视。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，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

农药残留量 照农药残留量测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2341 有机氯类农药残留量测定法—第二法）测定。

含总六六六（α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC之和）不得过0.2mg/kg；总滴滴涕

（*pp*'-DDE、*pp*'-DDD、*op*'- DDT、*pp*'- DDT之和）不得过 0.2mg/kg；五氯硝基苯不得过0.1mg/kg；六氯苯不得过0.lmg/kg；七氯（七氯、环氧七氯之和）不得过0.05mg/kg；艾氏剂不得过0.05mg/kg；氯丹（顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹之和）不得过0.lmg/kg。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 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，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为203nm。理论板数按人参皂苷Rg_1峰计算应不低于6000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0 ~ 35	19	81
35 ~ 55	19→29	81→71
55 ~ 80	29	71
80 ~ 100	29→40	71→60
100 ~ 101	40→19	60→81
101 ~ 110	19	81

对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Re对照品及人参皂苷Rb_1对照品，加甲醇制成每1ml各含0.2mg的混合溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷加热回流3小时，弃去三氯甲烷液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，精密加入水饱和正丁醇50ml，密塞，放置过夜，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，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，含人参皂苷Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）和人参皂苷Re（$C_{48}H_{82}O_{18}$）的总量不得少于0.30%，人参皂苷Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）不得少于0.20%。

【性味与归经】 甘，微苦，温。归胃、脾、肺经。

【功能与主治】 升阳举陷。用于脾虚气陷的久泻，脱肛。

【用法与用量】 3 ~ 10g。

【注意】 不宜与藜芦、五灵脂同用。

【贮藏】 置阴凉干燥处，密闭保存，防蛀。

人参芦头质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　人参芦头
汉语拼音名　　Renshenlutou
拉丁名　　GINSENG RHIZOMA

【概述】 人参芦头为五加科植物人参*Panax ginseng* C. A. Mey. 的干燥根茎。主要分布在吉林省敦化、延吉、吉安、抚松、长白、靖宇等地。多于秋季采挖，洗净，晒干或烘干。

由于中国古代中医认为参芦具有催吐作用，因此，人参一直去芦使用，每年去除的参芦达150吨以上。但近年来，一些药品研究机构和生产单位对参芦催吐作用及药理活性进行了再评价，用实验药理学和比较药理学方法进行了系统试验，结果表明，参芦、不去芦的全参和去芦的人参有相似的药理作用，且毒性也相仿，从而说明参芦不仅无催吐作用，还具有与人参相似的生物活性，人参不去芦对其应有生理效应的发挥及毒性也无影响[1~5]。人参芦头为固元片与固元颗粒的原料药材，由于人参芦头无法定质量标准，存在用药安全隐患，因此，亟需制定完善合理的质量标准，全面监控药材的质量，为其制剂提供合格的原料药材，为保证制剂质量的安全、稳定、有效、可控提供前提条件。

【来源】 人参芦头为五加科植物人参*Panax ginseng* C. A. Mey. 的干燥根茎。

植物形态：多年生草本，高30～60cm。主根肥厚，肉质，黄白色，圆柱形或纺锤形，下面稍有分枝；根状茎（芦头）短，直立。茎直立，圆柱形，不分枝；一年生植株茎顶只有一叶，叶具三小叶，俗名“三花”；二年生茎仍只一叶，但具5小叶，叫“巴掌”；三年生者具有二个对生的5小叶的复叶，叫“二甲子”；四年生者增至3个轮生复叶，叫“灯台子”；五年生者增至4个轮生复叶，叫“四匹叶”；六年生者茎顶有5个轮生复叶，叫“五匹叶”；复叶掌状，小叶3～5片，中间3片近等大，有小叶柄；小叶片椭圆形或微呈倒卵形，长4～15cm，宽2～6.5cm，先端渐尖，基部楔形，边缘有细锯齿，上面脉上散生少数刚毛，下面无毛，最下1对小叶甚小，无小叶柄。夏季开花，伞形花序单一顶生叶丛中，总花梗长达30cm，每花序有4～40余花，小花梗长约5mm。苞片小，条状披针形；萼钟形，与子房愈合，裂片5，绿色；花瓣5，卵形，全缘，淡黄绿色；雄蕊5，花丝短；雌蕊1，子房下位，2室，花柱2，上部分离，下部合生。果实为核果状浆果，扁球形，直径5～9mm，多数，集成头状，成熟时呈鲜红色，种子2颗，乳白色。

图1 人参种植原植物

图2 人参标本

起草样品收集情况：收集到10批人参芦头药材，详细信息见表1。

表1 人参芦头样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
RSLT-1	根茎	吉林省梅河口市山城镇人参种植基地	药材
RSLT-2	根茎	吉林省白山市长白县长白镇	药材
RSLT-3	根茎	吉林省抚松县万良镇人参交易市场	商品药材
RSLT-4	根茎	吉林省靖宇人参有限公司	商品药材
RSLT-5	根茎	吉林省白山市江源县	药材
RSLT-6	根茎	吉林省通化市同松堂参茸行	商品药材
RSLT-7	根茎	吉林省通化市通化县快大人参市场	商品药材
RSLT-8	根茎	吉林省吉林市昌邑区吉丰参茸行	商品药材
RSLT-9	根茎	吉林省辽源市东辽县东方参茸商行	药材
RSLT-10	根茎	吉林省通化市柳河县人参种植专业合作社	药材

【性状】 根据收集到的10批药材的实际特征进行描述：本品为不规则圆柱形，多拘挛而弯曲，长1～4cm，最长可至15cm，直径0.3～1.5cm，具有稀疏的凹陷状茎痕，习称为芦碗。质较硬，断面淡黄白色，显粉性，形成层环纹棕黄色，皮部有黄棕色的

点状树脂道及放射状裂隙。香气特异，味微苦、甘。见图3。

图3 人参芦头药材性状

【鉴别】（1）粉末显微特征：取10批人参芦头药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末淡黄白色。草酸钙簇晶多见，直径18～63μm，棱角锐尖。木栓细胞表面观类方形或多角形，壁细波状弯曲。网纹导管和梯纹导管直径16～40μm。淀粉粒单粒类球形、半圆形或不规则多角形，直径3～39μm，脐点点状或裂缝状；复粒由2～6分粒组成。树脂道碎片可见，含黄色块状分泌物。见图4。

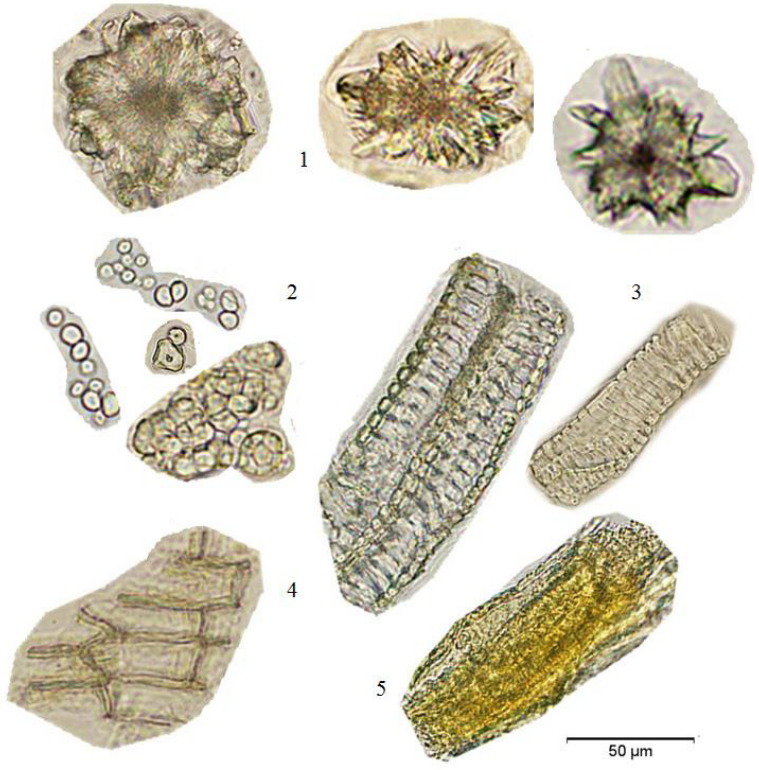


图4 人参芦头粉末

1.草酸钙簇晶　2.淀粉粒　3.导管　4.木栓细胞　5.树脂道碎片

（2）取本品粉末1g，加三氯甲烷40ml，加热回流1小时，弃去三氯甲烷液，药渣挥干溶剂，加水0.5ml拌匀湿润后，加水饱和正丁醇10ml，超声处理30分钟，吸取上清液，加2倍量氨试液，摇匀，放置分层，取上层液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参芦头对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg_1对照品，加甲醇制成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光及紫外光灯（365nm）下检视。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，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。10批样品按本法检验，均符合规定，阴性无干扰，见图5、图6。重现性较好。

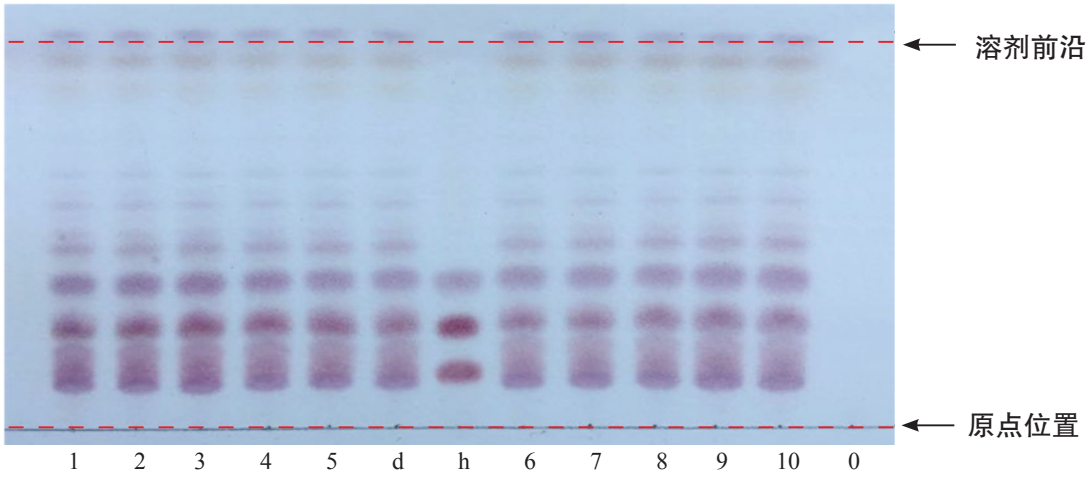


图5 人参芦头样品TLC图（日光下）

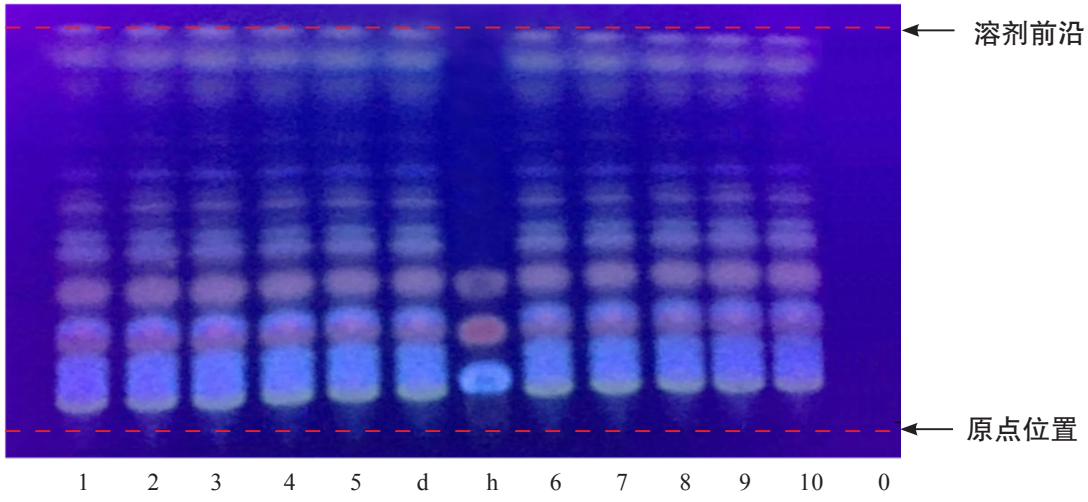


图6 人参芦头样品TLC图（紫外光下）

0.空白　1.RSLT-1　2. RSLT-2　3.RSLT-3　4.RSLT-4　5.RSLT-5　6.RSLT-6
7.RSLT-7　8. RSLT-8　9.RSLT-9　10. RSLT-10　h.混合对照品　d.人参芦头对照药材

色谱条件：硅胶G薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂；批号：20101108；规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：5μl；展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：50%；展开剂：三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液；显色条件：10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光及紫外光灯（365nm）下检视。

耐用性考察：对不同薄层板（青岛海洋化工厂分厂、青岛海浪、烟台市化学工业研究所）、不同温度（10℃、20℃、30℃）、不同相对湿度（70%、50%、30%）进行考察，结果表明本法的耐用性良好。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

10批人参芦头样品的水分进行测定，结果见表2。10批样品的水分测定值在5.8%～10.3%之间，规定本品水分限值为不得过12.0%。

表2 人参芦头样品水分测定结果

样品编号	水分%	样品编号	水分%
RSLT-1	9.6	RSLT-6	8.6
RSLT-2	10.3	RSLT-7	9.2
RSLT-3	5.8	RSLT-8	9.4
RSLT-4	8.2	RSLT-9	9.0
RSLT-5	8.4	RSLT-10	8.0

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

10批人参芦头样品的总灰分进行测定，结果见表3。10批样品的总灰分测定值在7.0%～9.7%之间，规定本品总灰分限值为不得过10.0%。

表3 人参芦头样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分%	样品编号	总灰分%
RSLT-1	9.7	RSLT-6	9.3
RSLT-2	8.2	RSLT-7	8.6
RSLT-3	9.1	RSLT-8	9.2
RSLT-4	8.7	RSLT-9	8.3
RSLT-5	7.0	RSLT-10	7.8

农药残留量 照农药残留量测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2341 有机氯类农药残留量测定法—第二法）测定。

限值照《中国药典》2015年版人参农药残留量项下的限值确定。含总六六六（α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC之和）不得过0.2mg/kg；总滴滴涕（*pp*'-DDE、*pp*'-DDD、*op*'- DDT、*pp*'- DDT之和）不得过 0.2mg/kg；五氯硝基苯不得过0.1mg/kg；六氯

苯不得过0.lmg/kg；七氯（七氯、环氧七氯之和）不得过0.05mg/kg；艾氏剂不得过0.05mg/kg；氯丹（顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹之和）不得过0.lmg/kg。

【含量测定】 本品主要含有人参皂苷类成分，人参皂苷Rg_1、人参皂苷Rb_1、人参皂苷Re是主要活性成分也是含量较高的三个成分，为提高本品质量控制，采用高效液相色谱法，对本品种人参皂苷Rg_1、人参皂苷Rb_1、人参皂苷Re总量进行测定[6, 7]。结果显示该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品内在质量的控制方法，测定方法考察及验证结果如下。

1.方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈（A）-水（B）为流动相梯度洗脱，梯度洗脱程序见表4；进样量10μl；柱温25℃±1℃，流速1.0ml/min。人参皂苷Rg_1、人参皂苷Rb_1、人参皂苷Re经DAD检测器在200～400nm范围内进行光谱扫描。根据文献查询、基线情况及最大吸收波长，综合考虑选择203nm作为实验的吸收波长。

表4 梯度洗脱程序

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～50	19	81
50～80	19→36	81→64
80～81	36→70	64→30
81～90	70	30
90～91	70→19	81
91～100	19	81

1.2 提取方法

1.2.1 提取溶剂考察

1.2.1.1 除脂溶剂考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，分别加三氯甲烷、二氯甲烷、石油醚加热回流3小时，弃去不同溶液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，精密加水饱和正丁醇50ml，密塞，放置过夜，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

不同除脂溶剂比较结果显示，石油醚除脂效果不好，二氯甲烷相对三氯甲烷更易挥发，因此选用三氯甲烷作为除脂溶剂。

1.2.1.2　提取溶剂考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷加热回流3小时，弃去三氯甲烷溶液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，分别精密加入水饱和正丁醇、甲醇、乙醇50ml，密塞，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，测定。

不同提取溶剂比较结果显示，水饱和正丁醇含量最高，因此选择水饱和正丁醇作为提取溶剂。结果见表5。

表5 提取溶剂考察结果

溶剂	人参皂苷Rg_1（%）	人参皂苷Re（%）	人参皂苷Rb_1（%）	合计（%）
水饱和正丁醇	0.111	0.182	0.517	0.81
甲醇	0.082	0.151	0.105	0.34
乙醇	0.079	0.120	0.101	0.36

1.2.2　提取方法考察

1.2.2.1　除脂方法考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，加三氯甲烷，分别采用超声、回流、索氏提取提取3小时，弃去三氯甲烷溶液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，精密加水饱和正丁醇50ml，密塞，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，测定。

不同除脂方法比较结果显示，索氏提取除脂效果最好，回流可能因为加热原因会影响Rb_1的含量，超声严重影响人参皂苷的含量，因此选择索氏提取，结果见表6。

表6 提取方法考察结果

方法	人参皂苷Rg_1（%）	人参皂苷Re（%）	人参皂苷Rb_1（%）	合计（%）
超声	0.054	0.104	0.030	0.19
回流	0.116	0.224	0.113	0.45
索氏	0.111	0.182	0.517	0.81

1.2.2.2　提取方法考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷加热回流3小时，弃去三氯甲烷溶液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，分别精密加入水饱和正丁醇50ml，密塞，分别采用超声、回流、振荡提取30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，测定。

不同提取方法比较结果显示，超声提取效果最好，因此选择超声提取。结果见表7。

表7 提取方法考察结果

方法	人参皂苷Rg_1（%）	人参皂苷Re（%）	人参皂苷Rb_1（%）	合计（%）
超声	0.111	0.182	0.517	0.81
回流	0.054	0.122	0.028	0.20
振荡	0.103	0.234	0.074	0.41

1.2.2.3　提取溶剂量考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷加热回流3小时，弃去三氯甲烷溶液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，分别精密加入30ml、50ml、70ml的水饱和正丁醇，密塞，放置过夜，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，测定。

结果显示，加入30ml水饱和正丁醇超声提取不完全，50ml与70ml相比较，提取效率无显著差异，从节约溶剂的角度考虑，选择50ml作为提取溶剂量。结果见表8。

表8 提取溶剂量考察结果

体积	人参皂苷Rg_1（%）	人参皂苷Re（%）	人参皂苷Rb_1（%）	合计（%）
30ml	/	/	/	/
50ml	0.243	0.567	0.337	1.15
70ml	0.409	0.755	0.225	1.39

1.2.3　提取时间考察

1.2.3.1　除脂提取时间考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷分别加热回流2小时、3小时、5小时，弃去三氯甲烷溶液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，精密加入50ml的水饱和正丁醇，密塞，放置过夜，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，测定。

比较色谱图，结果显示除脂提取时间3小时和5小时无明显差异，因此选用3小时作为除脂提取时间。

1.2.3.2　提取时间考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷加热回流3小时，弃去三氯甲烷溶液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，

精密加入50ml的水饱和正丁醇，密塞，放置过夜，分别超声处理（功率250W，频率50kHz）10分钟、30分钟、50分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，测定。

结果显示超声时间为30分钟提取效率基本达到平衡，因此选择超声提取30分钟，见表9。

表9 超声时间考察结果

超声时间	人参皂苷Rg_1（%）	人参皂苷Re（%）	人参皂苷Rb_1（%）	合计（%）
10min	0.231	0.442	0.226	0.90
30min	0.243	0.567	0.337	1.15
50min	0.205	0.615	0.391	1.21

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷加热回流3小时，弃去三氯甲烷溶液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，分别精密加入水饱和正丁醇50ml，密塞，分别放置过夜和不放置过夜，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，测定。

放置过夜成分含量明显提高，因此选择放置过夜后超声提取。结果见表10。

表10 浸泡时间考察结果

方法	人参皂苷Rg_1（%）	人参皂苷Re（%）	人参皂苷Rb_1（%）	合计（%）
放置过夜	0.243	0.567	0.337	1.15
不放置过夜	0.111	0.182	0.517	0.81

通过对影响供试品溶液制备的主要因素进行考察，确定最佳供试品溶液制备方法为：取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷加热回流3小时，弃去三氯甲烷液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，精密加入水饱和正丁醇50ml，密塞，放置过夜，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

对照品溶液制备：精密称取人参皂苷Rg_1、人参皂苷Re、人参皂苷Rb_1对照品适

量，分别加甲醇适量使溶解，并稀释制成每1ml含量人参皂苷Rg_1 0.213mg、人参皂苷Re 0.195mg、人参皂苷Rb_1 0.187mg的对照品溶液。

分别精密吸取对照品溶液人参皂苷Rg_1：2μl、5μl、10μl、30μl、40μl，人参皂苷Re：5μl、10μl、20μl、30μl、40μl，人参皂苷Rb_1：2μl、5μl、40μl、50μl、60μl，上述系列对照品溶液，依次注入液相色谱仪，记录色谱图，以峰面积为纵坐标，各对照品进样量（μg）为横坐标，绘制标准曲线，结果表明：人参皂苷Rg_1进样量在0.43~8.52μg范围内与峰面积呈良好线性关系，回归方程为$Y = 1958.3X - 533.14$，$r = 0.9998$；人参皂苷Re进样量在0.983~7.81μg范围内与峰面积呈良好线性关系，回归方程为$Y = 1541.8X - 181.08$，$r = 0.9997$；人参皂苷Rb_1进样量在0.373~11.10μg 范围内与峰面积呈良好线性关系，回归方程为$Y = 1457.2X + 361.69$，$r = 0.9999$。

2.2 重复性试验

取同一供试品6份，照正文含量测定项下的方法测定，计算人参皂苷Rg_1、人参皂苷Re和人参皂苷Rb_1的含量。人参皂苷Rg_1含量的平均值为0.38%，RSD=1.0%（n=6），人参皂苷Re含量的平均值为0.43%，RSD=1.6%（n=6），人参皂苷Rb_1含量的平均值为0.35%，RSD=2.7%（n=6），结果表明本法的重复性良好。

2.3 仪器精密度

取同一供试品溶液，按照正文的色谱条件，连续进样6次，每次10μl，记录峰面积。人参皂苷Rg_1峰面积平均值8407.6，RSD=0.50%（n=6）、人参皂苷Re峰面积平均值9072.05，RSD=0.28%（n=6），人参皂苷Rb_1峰面积平均值3093.4，RSD=0.87%（n=6）结果表明仪器精密度良好。

2.4 准确度试验

准确度验证采用向已知浓度的供试品溶液中加入已知量的人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Re对照品和人参皂苷Rb_1对照品，计算回收率。

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷加热回流3小时，弃去三氯甲烷液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，分别精密加入相当于50%，100%，150%的供试品中人参皂苷Rg_1、人参皂苷Re和人参皂苷Rb_1的混合对照品，每个浓度制备3份，精密加入水饱和正丁醇50ml，密塞，放置过夜，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，测定。结果表明，人参皂苷Rg_1、人参皂苷Rb_1、人参皂苷Re回收率均在90%~108%之间，RSD<3%（n=9）

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

取同一供试品溶液，选择3根不同色谱柱进行考察［Agilent TC_{18}（4.6 mm×250mm，

5μm）、Waters symmetry C_{18}（4.6 mm × 250mm，5μm）、Agilent SB-C_{18}（4.6 mm × 250mm 5μm）］。结果三根色谱柱均能将人参皂苷Rg_1、人参皂苷Re、人参皂苷Rb_1分离。

2.5.2 仪器的考察

分别采用不同安捷伦高效液相色谱系统，测定供试品中人参皂苷Rg_1、人参皂苷Rb_1、人参皂苷Re的含量，结果表明不同仪器测定的人参皂苷Rg_1、人参皂苷Rb_1、人参皂苷Re含量的RSD <3%（n=3）。

对10批人参芦头样品进行含量测定，结果见表11。

表11 人参芦头含量测定结果

样品编号	人参皂苷Rg_1 含量（%）	人参皂苷Re 含量（%）	人参皂苷Rb_1 含量（%）
RSLT-1	0.35	0.52	0.36
RSLT-2	0.24	0.43	0.53
RSLT-3	0.24	0.23	0.08
RSLT-4	0.23	0.26	0.11
RSLT-5	0.23	0.45	0.39
RSLT-6	0.21	0.24	0.61
RSLT-7	0.31	0.35	0.27
RSLT-8	0.22	0.25	0.35
RSLT-9	0.20	0.23	0.45
RSLT-10	0.20	0.23	0.48

本品按干燥品计算，将人参皂苷Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）和人参皂苷Re（$C_{48}H_{82}O_{18}$）的总含量定为不得少于0.30%，人参皂苷Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）含量定为不得少于0.20%。混合对照品人参皂苷Rg_1、人参皂苷Rb_1、人参皂苷Re图，人参芦头供试品图分别见图7、图8。

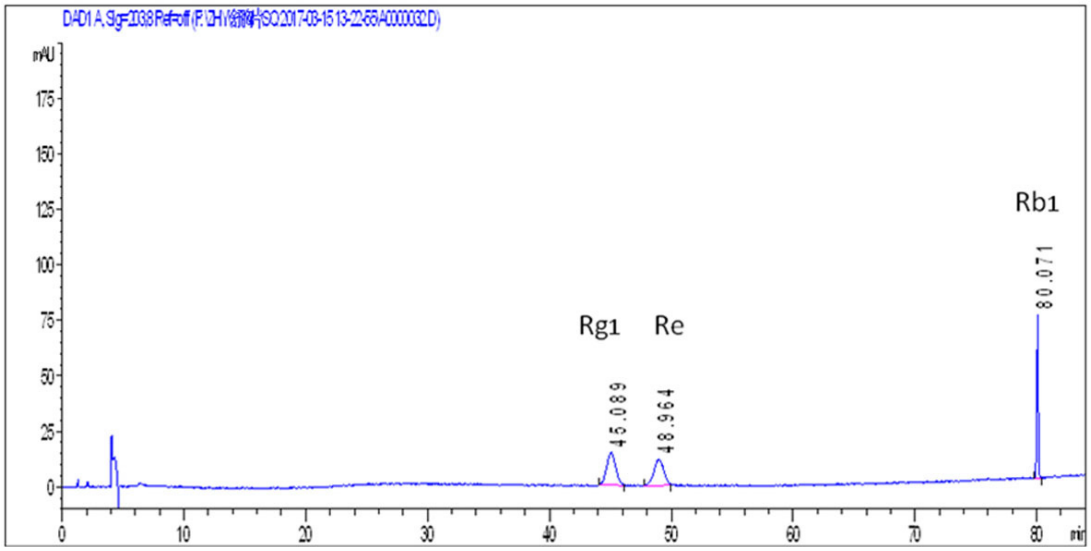


图7 混合对照品HPLC图

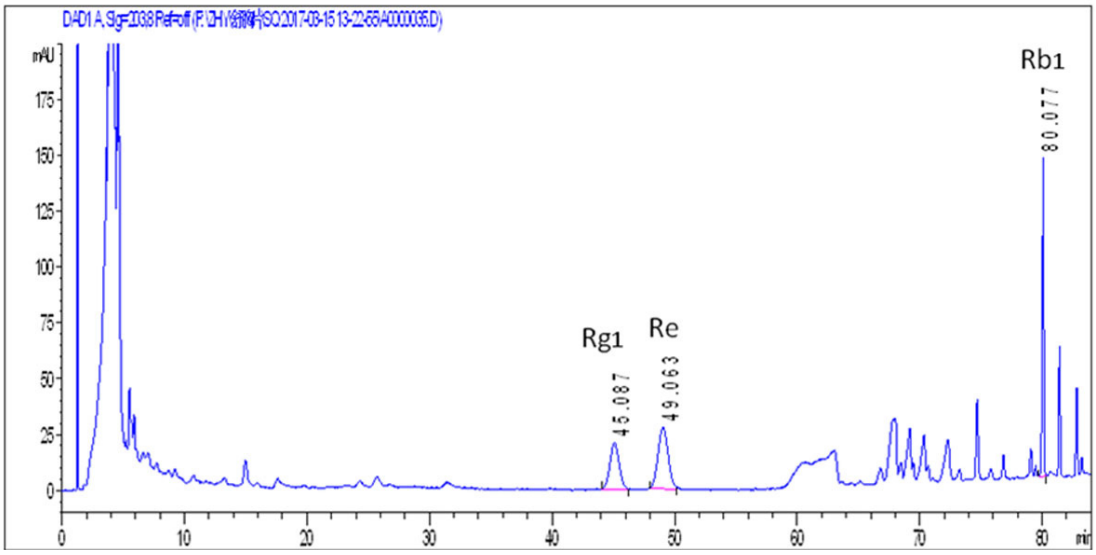


图8 人参芦头样品HPLC图

【性味与归经】、**【功能与主治】**、**【用法与用量】**、**【注意】**根据《中华本草》和《中药大辞典》归纳，并经医学专家审核确定如下[8-9]：

【性味与归经】 甘、微苦，温。归胃、脾、肺经。

【功能与主治】 升阳举陷。用于脾虚气陷的久泻，脱肛。

【用法与用量】 3～10g。

【注意】 不宜与藜芦、五灵脂同用。

【贮藏】 根据药材自身特点，参考《中国药典》2015年版一部，确定为“置阴凉干燥处，密闭保存，防蛀”。

参考文献

[1]吴睿凡、赵松岩、刘运嘉, 等. 利用LC/MS/MS方法检测人参芦头中人参皂苷Rg_1和Re的含量[J]. 中国中医基础医学杂志, 2012,（10）: 1136～1139.

[2]李向高. 人参芦头药用问题讨论[J]. 中药通报, 1988,（01）: 52～55.

[3]李向高, 张福仁. 人参芦头有效成分的研究[J]. 中药材科技, 1981,（04）: 21～22.

[4]王春来. 对人参芦头入药原因的探讨[J]. 光明中医, 2013,（07）: 1494～1495.

[5]张永鹤, 李景道. 人参芦头研究概况[J]. 延边医学院学报, 1990,（03）: 222～223.

[6]付聪. 高效液相色谱法测定人参不同部位人参皂苷Rg_1、Re及Rb_1的含量[J]. 亚太传统医药, 2015,（11）: 32～34.

[7]林世和, 余南才, 易艳东, 吴建国. HPLC法测定人参芦中人参皂苷Rb_1、Rg_1、Re的含量[J]. 中国药师, 2010,（04）: 531～533.

[8] 中华本草编委会. 中华本草: 第五卷[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 825-826.

[9] 南京中医药大学. 中药大辞典[M]. 上海: 上海科学出版社, 1991: 51-52.

研究起草人：徐彤彤　邢潇　孙治　梁玉冰　张鑫　徐丹
起草单位：长春市食品药品检验中心
复核单位：吉林省药品检验所
审　　校：王路宏　杨树东

DBY-22-JLYC-002-2017

人参果

Renshenguo

PANAX GINSENG FRUCTUS

本品为五加科植物人参*Panax ginseng* C.A.Mey.的干燥成熟果实。夏末秋初果实成熟时采摘，除去果梗和杂质，晒干或烘干。

【性状】 本品呈不规则的扁球形或肾形，直径4～9 mm，表面暗红色，果肉皱缩。种子1～2枚，扁球形，背侧呈弓状隆起，黄白色，粗糙。气微，味甘、辛。

【鉴别】 （1）本品粉末黄棕色。树脂道碎片含黄色块状分泌物。草酸钙簇晶直径4～8μm，类圆形，或直径16～52μm，棱角锐尖。厚壁细胞交错排列，最长可至400μm以上。网纹导管和梯纹导管直径9～18μm。

（2）取【含量测定】项下的供试品溶液，作为供试品溶液。另取人参果对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Re对照品适量，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，分别吸取上述三种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，预饱和20分钟，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。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，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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（20∶80）为流动相；检测波长为203nm。理论板数按人参皂苷Re峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷Re对照品适量，加甲醇制成每1ml中含0.7mg的溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末约1g，精密称定，加三氯甲烷50ml，超声处理（250W，50kHz）30分钟，滤过，滤渣挥干溶剂，再加甲醇50ml，超声提取（250W，

50kHz）两次，每次30分钟，合并提取液，滤过，蒸干，残渣加水20ml使溶解，水液通过D101型大孔吸附树脂柱（内径为1.5cm，柱高为15cm），用水洗至无色，弃去水液，再用80%乙醇100ml洗脱，收集洗脱液，蒸干。残渣加甲醇使溶解，转移至10ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，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，含人参皂苷Re（$C_{48}H_{82}O_{18}$）不得少于0.32%。

【性味与归经】 甘、微苦，微温。归脾、肺、心、肾经。

【功能与主治】 补气强身。用于久病体虚，倦怠乏力，头晕失眠，胸闷气短。

【用法与用量】 3～10g。

【注意】 反藜芦、畏五灵脂。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

人参果质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　人参果
汉语拼音名　　Renshenguo
拉丁名　　PANAX GINSENG FRUCTUS

【概述】 人参果始载于《中药大辞典》，又名为人参子，“人参子，如腰子式，生青熟红，如小黄豆大。凡痘不能起发分标行浆者，药内加参子，后日无痒塌之患。”所谓“发痘行浆与无痒塌之患”，主要是指人参果具有益气托毒，使之痘疹之毒发出体表，不至于引起痘疹毒内陷的坏症。从而可知，在当时的医家已经认识到人参果的功效，不但与人参雷同，而且还有其独到之处。《中药大辞典》和《中华本草》中均对其药用价值、原植物、地理分布等有简要记述。药材基源即为五加科植物人参的果实。历版《中国药典》未有本品药材质量标准的收载。

本品在吉林省民间多用于补气强身，延缓衰老，体虚乏力等症，目前主要应用于提取其中的皂苷，制成药品和保健食品；如：振源胶囊，振源口服液等。人参果原植物为人参，主要分布于辽宁东部、吉林东半部和黑龙江东部，海拔数百米的落叶阔叶林或针叶阔叶混交林下；现吉林、辽宁、黑龙江栽培甚多，河北、山西亦有引种，其中吉林省抚松县被誉为“人参之乡”。

【来源】 本品为五加科植物人参*Panax ginseng* C.A.Mey.的干燥成熟果实。

植物形态：多年生草本，高30～60cm。主根肥厚，肉质，黄白色，圆柱形或纺锤形，下面稍有分枝；根状茎（芦头）短，直立。茎直立，圆柱形，不分枝；一年生植株茎顶只有一叶，叶具三小叶，俗名“三花”；二年生茎仍只一叶，但具5小叶，叫“巴掌”；三年生者具有二个对生的5小叶的复叶，叫“二甲子”；四年生者增至3个轮生复叶，叫“灯台子”；五年生者增至4个轮生复叶，叫“四匹叶”；六年生者茎顶有5个轮生复叶，叫“五匹叶”；复叶掌状，小叶3～5片，中间3片近等大，有小叶柄；小叶片椭圆形或微呈倒卵形，长4～15cm，宽2～6.5cm，先端渐尖，基部楔形，边缘有细锯齿，上面脉上散生少数刚毛，下面无毛，最下1对小叶甚小，无小叶柄。夏季开花，伞形花序单一顶生叶丛中，总花梗长达30cm，每花序有4～40余花，小花梗长约5mm。苞片小，条状披针形；萼钟形，与子房愈合，裂片5，绿色；花瓣5，卵形，全缘，淡黄绿色；雄蕊5，花丝短；雌蕊1，子房下位，2室，花柱2，上部分离，下部合生。果实为核果状浆果，扁球形，直径5～9mm，多数，集成头状，成熟时呈鲜红色，种子2颗，乳白色。

人参果为人参药材的果实入药，夏末秋初果实成熟时采收，除去果梗和杂质，晒干或烘干。栽培的人参从播种出苗到开花结果需要三年的时间，三年以后年年开花结实。由于人参生长年份不同，结果数量也不同，三年生果实小、种子也小，果实及种子数量都少；五、六年生人参结果数目多，果大种子也大。人参果实是由伞形花序外围渐次向内成熟，红熟的果实会自然落地，七月下旬至八月上旬成熟采摘。近代研究表明，人参果中皂苷含量明显高于人参药材。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 人参果样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
RSG-1	果实	集安有机人参示范基地	药材
RSG-2	果实	集安有机人参示范基地	药材
RSG-3	果实	集安有机人参示范基地	药材
RSG-4	果实	集安有机人参示范基地	药材
RSG-5	果实	吉林益盛药业有限公司	药材
RSG-6	果实	吉林益盛药业有限公司	药材
RSG-7	果实	吉林益盛药业有限公司	药材
RSG-8	果实	吉林益盛药业有限公司	药材
RSG-9	果实	抚松万良人参市场	药材
RSG-10	果实	靖宇县新宇土特产公司	药材

备注：人参果样品RSG-2同时制备成标本，经吉林农业大学杨利民教授鉴定为五加科植物人参，实验中所采用的对照药材及人参皂苷对照品均来自于中国食品药品检定研究院。

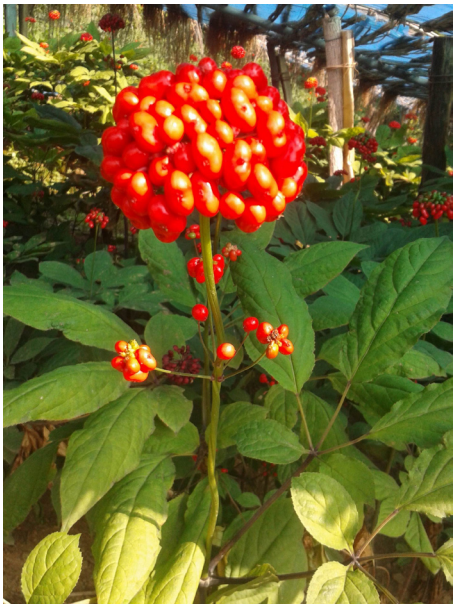


图1 人参原植物

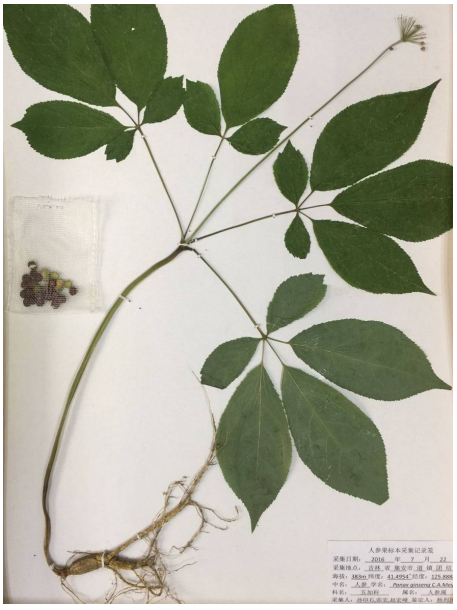


图2 人参植物标本

【性状】 根据对收集到的10批人参果样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈不规则的扁球形或肾形，直径4～9mm，表面暗红色，果肉皱缩，种子1～2枚，扁球形，背侧呈弓状隆起，黄白色，粗糙。气微，味甘、辛。详见图3。

图3 人参果药材（RSG-5）

【鉴别】 （1）粉末显微特征：取10批人参果药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末黄棕色。树脂道碎片含黄色块状分泌物。草酸钙簇晶直径4～8μm，类圆形，或直径16～52μm，棱角锐尖。厚壁细胞交错排列，最长可至400μm以上。网纹导管和梯纹导管直径9～18μm。（见图4）

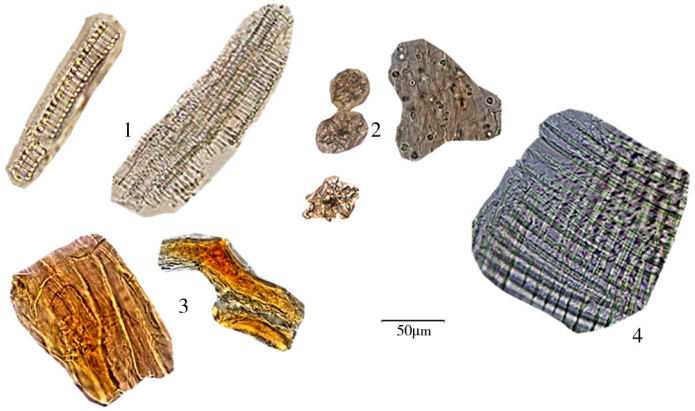


图4 人参果粉末

1.导管　2.草酸钙簇晶　3.树脂道　4.厚壁细胞

（2）取【含量测定】项下的供试品溶液，作为供试品溶液。另取人参果对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Re对照品适量，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，分别吸取上述三种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯

甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，预饱和20分钟，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。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，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

三批不同产地样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好。见图5、图6。

耐用性考察：对两个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工有限公司，批号：20150406；烟台化工研究所，批号：20150703）的展开效果进行考察，对不同展开温度（8℃、30℃）和不同展开相对湿度（30%、72%）进行考察，结果表明本法的耐用性良好。

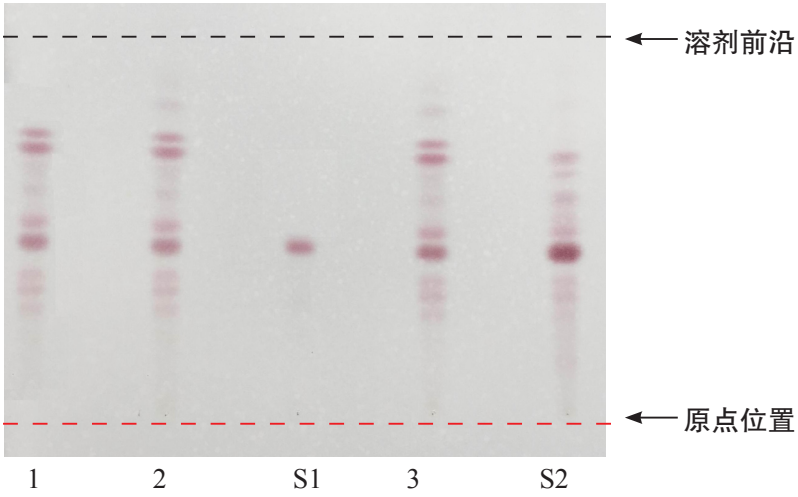


图5 人参果TLC图（日光下）

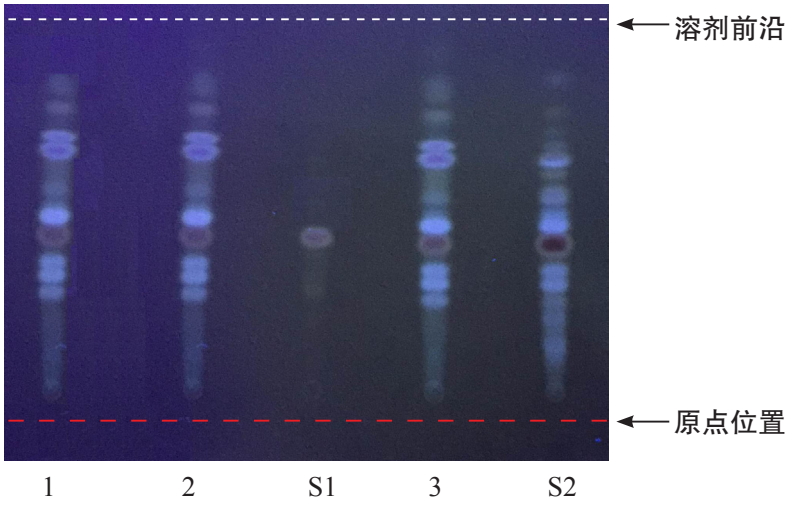


图6 人参果TLC图（365nm荧光下）

S1.人参皂苷Re对照品　1.RSG-1　2.RSG-6　3.RSG-9　S2.人参果对照药材

色谱条件：硅胶G薄层板，生产厂家：青岛海洋化工有限公司，批号：20150406，规格：10cm×10cm；条带状点样，点样量：10μl；展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：50%；

展开剂：三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液；

显色与检视：喷10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

对10批样品进行水分测定，结果见表2，据据最高值、最低值及平均值，并考虑该药材在加工及储运等过程中的影响，规定本品药材水分限值为不得过12.0%。

表2 人参果样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
RSG-1	6.5	RSG-6	8.6
RSG-2	10.2	RSG-7	10.3
RSG-3	8.6	RSG-8	9.2
RSG-4	9.2	RSG-9	8.8
RSG-5	7.4	RSG-10	9.6

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对本品10批样品进行总灰分测定，结果见表3，据最高值、最低值及平均值，将本品总灰分限值定为不得过10.0%。

表3 人参果样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
RSG-1	6.2	RSG-6	7.7
RSG-2	5.2	RSG-7	6.3
RSG-3	7.6	RSG-8	6.2
RSG-4	8.2	RSG-9	8.6
RSG-5	7.4	RSG-10	7.2

【含量测定】 为确保人参果药材质量的可控，对人参果中所含有效成分人参皂苷Re进行含量测定方法研究。方法学研究结果显示，该方法灵敏度高，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品的内在质量控制方法。测定方法考察及验证结果如下。

1.方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（20∶80）为流动相；进样量10μl；柱温：30℃；流速：1ml/min。用紫外-可见分光光度计在200～400nm范围内扫描，人参皂苷Re在203nm波长处有最大吸收，故确定检测波长为203nm。详见图7。

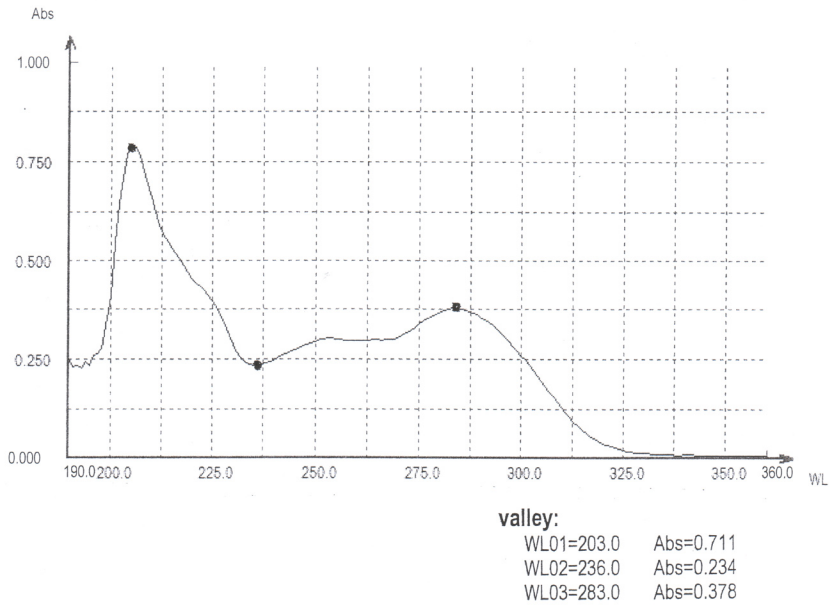


图7 人参皂苷Re对照品紫外扫描图

1.2 提取方法

本研究参考《中国药典》2015年版一部人参叶的提取方法，考察索式提取与超声提取对人参皂苷含量的影响，结果详见表4。

表4 不同提取方法考察结果

提取方法	索式提取法	超声提取法
人参皂苷Re含量（%）	0.419	0.421

分别取本品（RSG-5）样品粉末约1g，精密称定，分别按下述方法制备。

方法一：置索氏提取器中，加三氯甲烷50ml，加热回流1小时，弃去三氯甲烷液，药渣挥去三氯甲烷，加甲醇50ml，加热回流3小时，提取液蒸干，残渣加水20ml使溶解。

方法二：加三氯甲烷50ml，超声处理（250W，50kHz）30分钟，滤过，滤渣挥干溶剂，再加甲醇50ml，超声提取（250W，50kHz）两次，每次30分钟，合并提取液，滤过，蒸干，残渣加水20ml使溶解。

水液通过D101型大孔吸附树脂柱（内径为1.5cm，柱高为15cm），用水洗至无色，弃去水液，再用80%乙醇100ml洗脱，收集洗脱液，蒸干。残渣加甲醇使溶解，转移至10ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

结果表明，两种提取方法所测得的含量基本一致，考虑超声方法简单便捷，故采用超声提取法处理样品。

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

对照品溶液的制备：精密称取人参皂苷Re对照品适量，加甲醇制成每1ml含人参皂苷Re 0.726mg的溶液，作为对照品溶液。

分别精密吸取对照品溶液4μl、7μl、10μl、13μl、19μl，依次注入液相色谱仪，记录色谱图，以峰面积为纵坐标，对照品进样量（μg）为横坐标，绘制标准曲线，结果表明，当人参皂苷Re进样量在2.904 ~ 13.794μg范围时，进样量与峰面积呈良好的线性关系，回归方程为Y=182765.8413X–12078.5461，r=0.9992。

2.2 精密度试验

2.2.1 重复性试验

取同一批供试品（RSG-1）粉末约1g，精密称定，按正文方法平行测定6份，结果测得6份样品中人参皂苷Re含量的平均值为0.642%，RSD=2.53%（n=6）。结果表明本方法重复性良好。

2.2.2 中间精密度

取同一批供试品（RSG-1）粉末约1g，精密称定，不同分析人员及不同仪器（LC-10ATVP和Agilent 1260），按照正文的方法平行测定6份，计算6份样品中人参皂苷Re的含量，均值为0.642%，RSD=2.52%（n=6）。结果表明本方法的精密度良好。

2.3 仪器精密度（进样重复性）试验

取同一批样品（RSG-2），按正文拟定的色谱条件，连续测定6次。结果表明6次测定的人参皂苷Re的峰面积平均值为1510826.771，RSD=0.90%（n=6）。

2.4 准确度试验

取已知含量的样品（RSG-1，含量0.642%）粉末约0.5g，共6份，精密称定，再分别加入人参皂苷Re对照品适量，照标准正文项下方法制备供试品溶液。同法测定人参皂苷Re含量，计算回收率，结果人参皂苷Re的平均回收率为93.13%，RSD 为2.10%（n=6）。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

分别采用不同品牌的色谱柱Apollo C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Alltima^{TM} C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、WondaCract ODS-2（4.6mm×250mm，5μm）按正文的色谱条件，测定样品（RSG-2）中人参皂苷Re的含量，结果：三根色谱柱测定结果平均值为0.42%，RSD=2.8%（n=3）；三根色谱柱的理论板数以人参皂苷Re计，分别为8552、10555和12460。表明本方法耐用性良好。

2.5.2 溶液的稳定性

取同一供试品溶液（RSG-6），按照拟定色谱条件，分别于0、2、4、8、12、16、24小时测定，记录人参皂苷Re的峰面积，24小时内人参皂苷Re峰面积的平均值为1450313.562，RSD=2.16%。表明，供试品溶液24小时内稳定性良好。

3. 样品测定及含量限度的确定

按照正文含量测定方法，测定了10批样品中的人参皂苷Re的含量（详见表5），根据最高值、最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，规定本品含量限度为：本品按干燥品计算，含人参皂苷Re（$C_{48}H_{82}O_{18}$）不得少于0.32%。

人参皂苷Re对照品HPLC图、人参果样品HPLC图分别见图8、图9。

表5 人参果样品含量测定结果

样品编号	人参皂苷Re含量（%）	样品编号	人参皂苷Re含量（%）
RSG-1	0.642	RSG-6	0.417
RSG-2	0.548	RSG-7	0.338
RSG-3	0.467	RSG-8	1.432
RSG-4	0.523	RSG-9	1.066
RSG-5	0.421	RSG-10	0.420

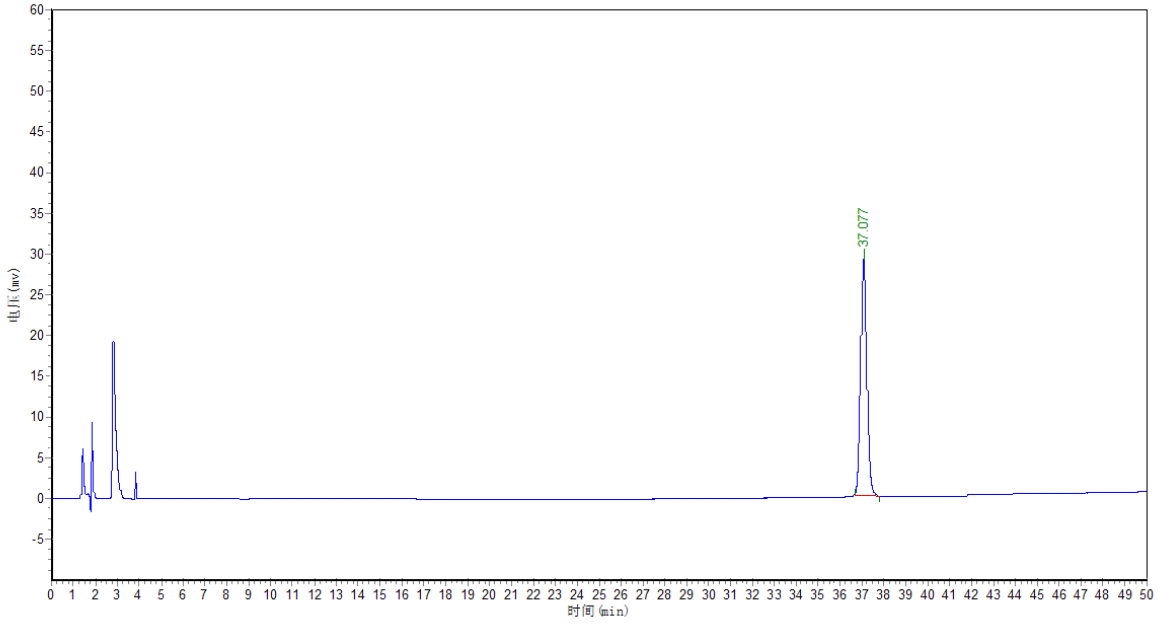


图8 人参皂苷Re对照品HPLC图

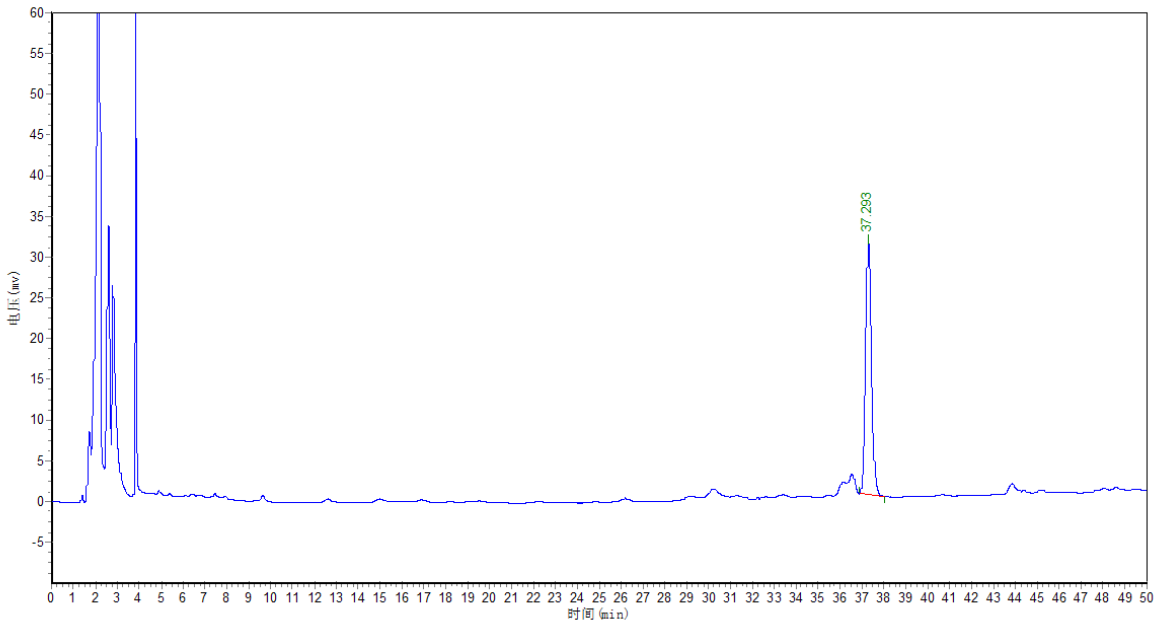


图9 人参果样品HPLC图

【性味与归经】、【功能与主治】、【用法与用量】、【注意】均参考《中药大辞典》、《中国药典》2015年版一部等归纳，并经医学专家审核确定如下：

【性味与归经】甘、微苦，微温。归脾、肺、心、肾经。

【功能与主治】补气强身。用于久病体虚，倦怠乏力，头晕失眠，胸闷气短。

【用法与用量】3～10g。

【注意】反藜芦、畏五灵脂。

【贮藏】根据药材自身特点，参考《中国药典》2015年版一部，确定为“置阴凉干燥处”。

研究起草人：弥宏[1]　赵宏峰[1]　孙印石[2]　李珊珊[2]　庞威[1]　曲芯瑶[1]　汪亿晗[1]

起草单位：1.吉林省中医药科学院　2.中国农业科学院特产研究所

复核单位：吉林省药品检验所

审　　校：雷杨　赵俊华

人参须

Renshenxu

GINSENG LEPTORADIX

本品为五加科植物人参*Panax ginseng* C.A.Mey.的栽培品（俗称园参）的干燥支根及须根。多于秋季采挖，加工人参时，取下的支根或须根，洗净，晒干或烘干。

【性状】 本品较粗的支根，习称“白直须”，呈圆柱形或长圆锥形，较直或略弯曲，下部偶有分枝，长3～15cm，直径0.1～1.0cm。表面灰黄色，其上偶见不明显的细小疣状突起。质脆，易折断，断面平坦，黄白色，木质部、韧皮部和形成层清晰可见。较纤细的须根，习称“白弯须”，常成团状，表面灰黄色，有细小疣状突起。二者常混成团状，习称“白混须”。气微香而特异，味微苦、微甘。

【鉴别】 （1）本品粉末黄白色。树脂道碎片易见，含黄色块状分泌物。草酸钙簇晶较小，棱角锐尖。木栓细胞表面观类方形或多角形，壁薄，略波状弯曲。网纹及梯纹导管清晰可见。淀粉粒甚多，单粒类球形，脐点点状、裂隙状或三叉状；复粒由2～6分粒组成。

（2）取本品粉末1g，加乙醚40ml，加热回流1小时，弃去乙醚溶液；药渣挥干溶剂，加水0.5ml，搅拌湿润，加水饱和正丁醇10ml，超声处理30分钟，吸取上清液加3倍量氨试液，摇匀，放置分层，取上清液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rf对照品及人参皂苷Rg_1对照品，加甲醇制成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各1～2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光及紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应位置上，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过5.5%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

农药残留量 照农药残留量测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2341 有机氯类农药残留量测定法—第二法）测定。

含总六六六（α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC之和）不得过0.2mg/kg；总滴滴涕（*pp'*-DDE、*pp'*-DDD、*op'*-DDT、*pp'*-DDT之和）不得过0.2mg/kg；五氯硝基苯不得过0.1mg/kg；六氯苯不得过0.1mg/kg；七氯（七氯、环氧七氯之和）不得过0.05mg/kg；艾氏剂不得过0.05mg/kg；氯丹（顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹之和）不得过0.1mg/kg。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为203nm。理论板数按人参皂苷Rg_1峰计算应不低于6000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～35	19	81
35～55	19→29	81→71
55～70	29	71
70～100	29→40	71→60

对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rb_1对照品，加甲醇制成每1ml依次含0.1 mg、0.2mg、0.2mg的混合溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置索氏提取器中，加乙醚加热回流3 小时，弃去乙醚液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，精密加入水饱和正丁醇50ml，密塞，放置过夜，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至10ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液20μl与供试品溶液10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含人参皂苷Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）和人参皂苷Re（$C_{48}H_{82}O_{18}$）的总量不得少于0.50%，人参皂苷Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）不得少于0.25%。

【性味与归经】 甘、微苦，性平。归肺、胃经。

【功能与主治】 益气，生津，止渴。用于咳嗽吐血，口渴，胃虚呕逆。

【用法与用量】 3～9g；或泡茶。

【注意】 不宜与藜芦、五灵脂同用。

【贮藏】 置阴凉干燥处，密闭保存，防蛀。

人参须质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　人参须
汉语拼音名　　Renshenxu
拉丁名　　GINSENG LEPTORADIX

【概述】 人参须始载于《本经逢源》，其后吴仪洛在《本草从新》及张山雷在《本草正义》中，均对参须与人参、人参条功效的区别进行了论述；《中药大辞典》和《中华本草》中均对其药用价值、原植物、地理分布等进行简要记述。历版中国药典和《吉林省中药材标准》未有本品药材质量标准的收载。人参须在吉林省民间多用于咳嗽吐血，口渴，胃虚呕逆等症，目前被广泛应用于食品、药品和保健食品中，例如：心可宁胶囊，益气生津降糖胶囊。人参须原植物为人参，主要分布于辽宁东部、吉林东半部和黑龙江东部，海拔数百米的落叶阔叶林或针叶阔叶混交林下；现吉林、辽宁栽培甚多，河北、山西亦有引种，其中吉林省抚松县被誉为“人参之乡”。

【来源】 人参须为五加科植物人参*Panax ginseng* C.A.Mey.的栽培品（俗称园参）的干燥支根及须根。

植物形态：多年生草本，高30～60cm。主根肥厚，肉质，黄白色，圆柱形或纺锤形，下面稍有分枝；根状茎（芦头）短，直立。茎直立，圆柱形，不分枝；一年生植株茎顶只有一叶，叶具三小叶，俗名“三花”；二年生茎仍只一叶，但具5小叶，叫“巴掌”；三年生者具有二个对生的5小叶的复叶，叫“二甲子”；四年生者增至3个轮生复叶，叫“灯台子”；五年生者增至4个轮生复叶，叫“四匹叶”；六年生者茎顶有5个轮生复叶，叫“五匹叶”；复叶掌状，小叶3～5片，中间3片近等大，有小叶柄；小叶片椭圆形或微呈倒卵形，长4～15cm，宽2～6.5cm，先端渐尖，基部楔形，边缘有细锯齿，上面脉上散生少数刚毛，下面无毛，最下1对小叶甚小，无小叶柄。夏季开花，伞形花序单一顶生叶丛中，总花梗长达30cm，每花序有4～40余花，小花梗长约5mm。苞片小，条状披针形；萼钟形，与子房愈合，裂片5，绿色；花瓣5，卵形，全缘，淡黄绿色；雄蕊5，花丝短；雌蕊1，子房下位，2室，花柱2，上部分离，下部合生。果实为核果状浆果，扁球形，直径5～9mm，多数，集成头状，成熟时呈鲜红色，种子2颗，乳白色。

人参须为人参药材的支根和须根，秋季采挖，加工人参时，取下的支根或须根，洗净，晒干或烘干。近代研究表明，人参须其皂苷含量明显高于人参药材；具有抗肿瘤及调节老年人免疫力的功效，在吉林民间应用已久。

起草样品收集情况：共收集到样品11批，详细信息见表1，见图1、图2。

表1 人参须样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
RSX-1	支根和须根	四平市	商品药材
RSX-2	支根和须根	四平市	商品药材
RSX-3	支根和须根	吉林吉尔吉药业有限公司	商品药材
RSX-4	支根和须根	临江市六道沟参场	药材
RSX-5	支根和须根	抚松县露水河镇参场	药材
RSX-6	支根和须根	安图县二道镇参场	药材
RSX-7	支根和须根	抚松县兴隆乡参场	药材
RSX-8	支根和须根	抚松县漫江镇参场	药材
RSX-9	支根和须根	抚松县北岗镇参场	药材
RSX-10	支根和须根	抚松县抽水乡参场	药材
RSX-11	支根和须根	万良三道沟参场	药材

备注：人参须样品RSX-4同时制成标本，经韩忠明教授鉴定为五加科植物人参，实验中所采用的对照药材及人参皂苷对照品均来自于中国食品药品检定研究院。

图1 人参原植物

图2 人参标本

【性状】 根据对收集到的11批人参须样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品较粗的支根，习称“白直须”，呈圆柱形或长圆锥形，较直或略弯曲，下部偶有分枝，长3～15cm，直径0.1～1cm。表面灰黄色，其上偶见不明显的细小疣状突起。质脆，易折断，断面平坦，黄白色，木质部、韧皮部和形成层清晰可见。较纤细

的须根，习称“白弯须”，常成团状，表面灰黄色，有细小疣状突起。二者常混成团状，习称“白混须”。气微香而特异，味微苦、微甘。

本品主要鉴别特征为白弯须具细小疣状突起，白直须断面木质部、韧皮部和形成层清晰可见。详见图3。

图3 人参须药材

【鉴别】（1）粉末显微特征：取11批人参须药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末黄白色。树脂道碎片易见，含黄色块状分泌物。草酸钙簇晶较小，棱角锐尖。木栓细胞表面观类方形或多角形，壁薄，略波状弯曲。网纹及梯纹导管清晰可见。淀粉粒甚多，单粒类球形，脐点点状、裂隙状或三叉状；复粒由2～6分粒组成。

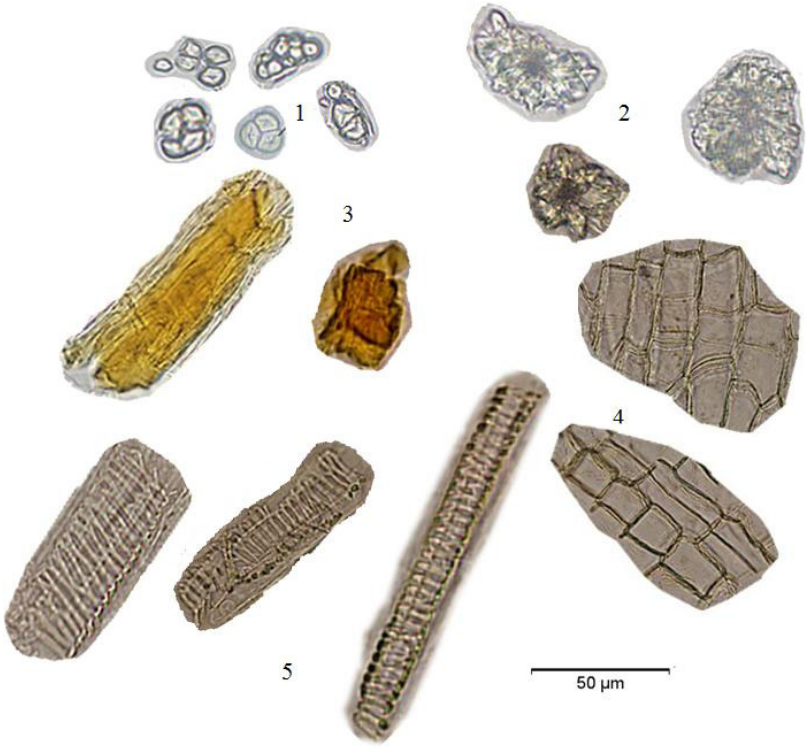


图4 人参须粉末

1.淀粉粒　2.草酸钙簇晶　3.树脂道碎片　4.木栓细胞　5.导管

（2）取本品粉末1g，加乙醚40ml，加热回流1小时，弃去乙醚溶液；药渣挥干溶剂，加水0.5ml，搅拌湿润，加水饱和正丁醇10ml，超声处理30分钟，吸取上清液加3倍量氨试液，摇匀，放置分层，取上清液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶

液。另取人参对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rf对照品及人参皂苷Rg_1对照品，加甲醇制成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各1～2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光及紫外光灯（365nm）下检视。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，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。11批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好。

耐用性实验考察：对三家不同厂家薄层板（青岛海洋化工有限公司，批号：20150529；烟台化工研究所，批号：20151012；上海市盛亚化工有限公司，批号：20111019）的展开效果进行考察，对不同展开温度（10℃、30℃）和相对湿度（30%、60%）进行考察，结果除烟台化工研究所生产的薄层板分离效果欠佳外，其余因素影响不大，有良好的耐用性。详见图5、图6。

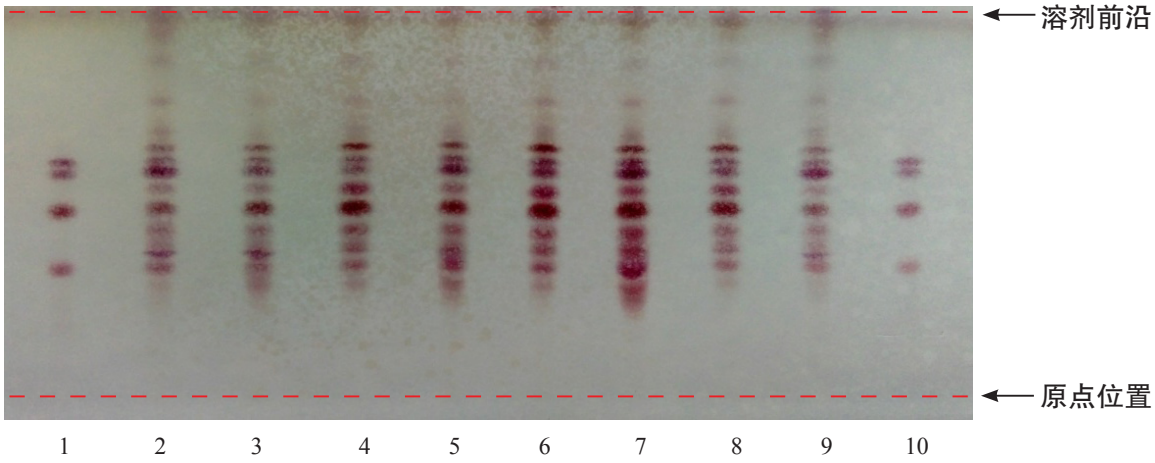


图5 人参须TLC图（日光下）

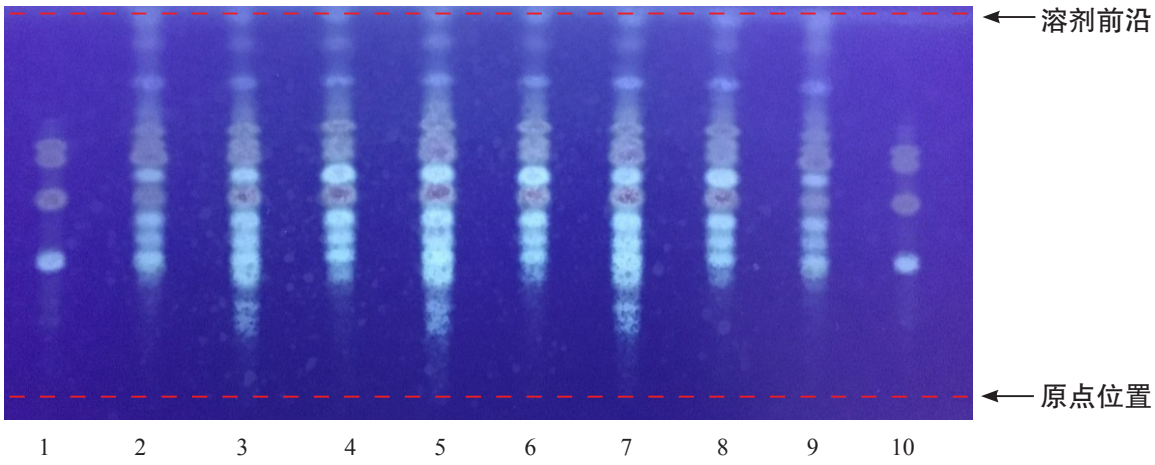


图6 人参须TLC图（365nm荧光下）

1和10.人参皂苷对照品（从上而下依次为人参皂苷Rf、Rg_1、Re、Rb_1）2和9.人参对照药材
3.RSX-1　4.RSX-2　5.RSX-3　6.RSX-4　7.RSX-5　8.RSX-6

色谱条件：硅胶G薄层板，生产厂家：青岛海洋化工有限公司，批号：20150529，规格：10cm×20cm；点状点样，点样量：1μl；展距：8cm；温度：30℃；相对湿度：65%；
展开剂：三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液；
显色与检视：喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热斑点显色，再分别置日光及紫外光灯（365nm）下检视。

【检查】 水分　照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对人参须11批样品进行水分测定，结果见表2。据据最高值、最低值及平均值，并考虑该药材加工储运过程的影响，暂定药材水分限值为不得过13.0%。

表2 人参须样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
RSX-1	8.2	RSX-7	12.3
RSX-2	8.9	RSX-8	12.2
RSX-3	7.3	RSX-9	11.8
RSX-4	11.8	RSX-10	11.0
RSX-5	12.2	RSX-11	12.8
RSX-6	12.2		

总灰分　照灰分测定法（中国药典2015年版 四部 通则 2302）测定。

对人参须11批样品进行总灰分测定，结果见表3。据最高值、最低值及平均值，将药材总灰分限值定为不得过5.5%。

表3 人参须样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
RSX-1	5.9	RSX-7	4.0
RSX-2	5.2	RSX-8	3.8
RSX-3	4.5	RSX-9	3.9
RSX-4	4.4	RSX-10	5.2
RSX-5	4.1	RSX-11	5.0
RSX-6	4.1		

农药残留量　照农药残留量测定法（《中国药典》2015年版四部通则2341有机氯类农药残留量测定法-第二法）测定，结果见表4。

表4 人参须有机氯类农药残留量测定结果（单位mg/kg）

样品编号	总六六六	总滴滴涕	五氯硝基苯	六氯苯	七氯	艾氏剂	氯丹
RSX-1	未检出	未检出	0.110	0.014	0.032	未检出	未检出
RSX-2	未检出	未检出	0.115	0.006	0.021	未检出	未检出
RSX-3	未检出	未检出	0.080	0.004	0.010	未检出	未检出
RSX-4	未检出	未检出	0.096	0.006	0.076	未检出	未检出
RSX-5	未检出	未检出	0.068	0.004	0.031	未检出	未检出
RSX-6	未检出	未检出	0.165	0.013	0.121	未检出	未检出
RSX-7	未检出	未检出	0.282	0.020	0.134	未检出	未检出
RSX-8	0.050	未检出	0.038	0.003	0.084	未检出	未检出
RSX-9	未检出	未检出	0.086	0.007	0.038	未检出	未检出
RSX-10	未检出	未检出	0.076	0.004	0.070	未检出	未检出
RSX-11	未检出	未检出	0.086	0.004	0.050	未检出	未检出

目前人参已经形成规模化种植，野生的人参极为罕见，结合本次研究结果，有必要将农药残留量列入质量标准正文，尽管有些农药残留未检出，考虑批量及覆盖面的因素，本次未检出的农药残留参考人参药材标准一并列入正文。参照人参药材项下的限度，含总六六六（α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC之和）不得过0.2mg/kg；总滴滴涕（pp′-DDE、pp′-DDD op′-DDT pp′-DDT之和）不得过0.2mg/kg；五氯硝基苯不得过0.1mg/kg；六氯苯不得过0.1mg/kg；七氯（七氯、环氧七氯之和）不得过0.05mg/kg；艾氏剂不得过0.05mg/kg；氯丹（顺式氯丹、反式氯丹、氧化氯丹之和）不得过0.1mg/kg。

【含量测定】 人参须主要的药效成分为人参皂苷Rg_1、Re、Rf、Rc、Rb_3、Rd、Rb_1、Rb_2等人参皂苷成分[1~6]。采用《中国药典》2015年版第一部人参含量测定项下的色谱条件，对人参须中人参皂苷Rg_1、Re和Rb_1含量进行测定，而将原标准脱脂试剂三氯甲烷改为乙醚，从而降低对环境的污染。

1.方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；用紫外-可见分光光度计在200～400nm范围内扫描，人参皂苷成分无明显的最大紫外吸收峰；因此，参考人参药材质量标准，沿用203nm作为检测波长，理论板数按人参皂苷Rg_1峰计算应不低于6000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0 ~ 35	19	81
35 ~ 55	19→29	81→71
55 ~ 70	29	71
70 ~ 100	29→40	71→60

1.2 提取方法

本研究参考《中国药典》2015年版一部，人参药材质量标准中的提取方法，考察脱脂试剂三氯甲烷与乙醚对人参皂苷含量的影响，结果详见表5。

取人参须样品粉末约1g，6份，精密称定，置索氏提取器中，加乙醚/三氯甲烷加热回流3 小时，弃去乙醚/三氯甲烷液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，精密加入水饱和正丁醇50ml，密塞，放置过夜，超声处理（功率250 W，频率50kHz）30分钟，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液25ml，置蒸发皿中蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至10ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。实验证明，乙醚与三氯甲烷脱脂对人参皂苷含量测定无影响，且乙醚可降低对环境的污染，确定提取溶剂为乙醚。

表5 脱脂试剂考察结果

脱脂试剂	Rg_1+Re总量%	Rb_1含量%	Rb_2含量%
氯仿	0.86	0.38	0.25
乙醚	0.86	0.36	0.24

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

对照品溶液制备：精密称取人参皂苷Rg_1、Re、Rb_1和Rb_2对照品适量，用甲醇溶解并稀释，制成依次含量为0.094mg/ml、0.196mg/ml、0.205mg/ml和0.096mg/ml的混合对照品溶液。

分别精密吸取混合对照品溶液5μl、10μl、15μl、20μl、25μl，依次注入液相色谱仪中，记录色谱图，以峰面积为纵坐标，各对照品进样量（μg）为横坐标，绘制标准曲线。得到人参皂苷Re、Rg_1、Rb_1、Rb_2的线性回归方程分别为$Y = 301.9787X + 54.8705$，$r = 0.9990$；$Y = 626.3647X + 19.4914$，$r = 0.9998$；$Y = 283.6198X - 7.2552$，$r = 0.9999$；$Y = 304.3704X - 3.4206$，$r = 0.9999$。结果表明：人参皂苷Re、Rg_1、Rb_1、Rb_2分别在0.98 ~ 4.90μg，0.47 ~ 2.35μg，1.03 ~ 5.15μg，0.48 ~ 2.40μg的范围内呈良好线性关系。

2.2 精密度试验

2.2.1 重复性试验

取同一批样品，按标准文本的处理方法，制备6份供试品溶液，按标准文本拟定的色谱条件测定。结果表明人参皂苷Re+Rg_1、人参皂苷Rb_1和人参皂苷Rb_2的含量依次为0.86%，RSD=2.2%（n=6）；0.36%，RSD=2.8%（n=6）；0.24%，RSD=3.1%（n=6）。

2.2.2 中间精密度

取同一批样品，不同分析人员在不同时间按标准文本的处理方法，制备供试品溶液6份，在不同的仪器上测定，计算6份样品中人参皂苷Re+Rg_1、人参皂苷Rb_1和人参皂苷Rb_2的含量，依次为0.82%，RSD=3.1%（n=6）；0.37%，RSD=2.8%（n=6）；0.27%，RSD=3.0%（n=6）。试验结果表明本方法的中间精密度良好。

2.3 准确度试验

精密称取人参皂苷Re、Rg_1、Rb_1和Rb_2对照品，分别制成含量依次为Re（1.96mg/ml）、Rg_1（1.19mg/ml）、Rb_1（2.05mg/ml）和Rb_2（1.60mg/ml）的溶液，作为对照品储备液。

取同一批供试品粉末约1g，精密称定，共6份，分别置索氏提取器中，加乙醚加热回流3小时，弃去乙醚液，药渣挥干溶剂，连同滤纸筒移入100ml锥形瓶中，精密吸取上述对照品储备液适量，按1:1加入对照品，照标准正文拟定的方法测定，计算加样回收率，结果人参皂苷Re+Rg_1、Rb_1和Rb_2的回收率依次：93%，RSD=0.6%（n=6）；94%，RSD=2.8%（n=6）；104%，3.0%（n=6）。

2.4 耐用性试验

2.4.1 色谱柱的考察

分别采用不同的色谱柱［Sepax BR-C_{18}（4.6 mm×250mm，5μm）、WondaSil C_{18}-WR（4.6mm×250mm，5μm）、Inertsil ODS-3 C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）］测定样品中人参皂苷Re+Rg_1、Rb_1和Rb_2的含量，结果三根色谱柱测定结果平均值依次0.86%，RSD=1.8%（n=3）；0.35%，RSD=3.3%（n=3）；0.25%，RSD=4.0%（n=3）。

2.4.2 溶液稳定性的考察

取同一样品按标准正文的方法，制成供试品溶液，分别于0小时、2小时、4小时、6小时、8小时、10小时、12小时、14小时、24小时时测定，记录人参皂苷Re、Rg_1、Rb_1和Rb_2的峰面积，其24小时内人参皂苷Re、Rg_1、Rb_1和Rb_2峰面积的平均值依次为：1492934，RSD=0.3%（n=9）；2674743，RSD=0.4%（n=9）；2974041，RSD=1.0%（n=9）；1793221，RSD=1.0%（n=9）。结果表明供试品溶液稳定性良好。

3.样品测定及含量限度的确定

照标准正文含量测定方法，测定11批样品的人参皂苷Re+Rg_1、Rb_1和Rb_2的含量（详见表6），据最高值，最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况及标准征求意见的情况，本品人参皂苷含量限度规定：本品按干燥品计算，含人参皂苷Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）和人参皂苷Re（$C_{48}H_{82}O_{18}$）的总量不得少于0.50%，人参皂苷Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）不得少于 0.25%；根据人参须项目征求意见及人参皂苷Rb_2目前研究的深度等多方面考虑，暂不列入正文。

表6 人参须样品含量测定结果

样品编号	产地/采集地点	人参皂苷Re+Rg_1含量（%）	Rb_1含量（%）	Rb_2含量（%）
RSX-1	四平市	1.16	0.91	0.56
RSX-2	四平市	1.02	0.73	0.42
RSX-3	吉林吉尔吉药业有限公司	0.74	0.53	0.31
RSX-4	临江市六道沟参场	0.88	0.53	0.34
RSX-5	抚松县露水河镇参场	0.69	0.34	0.21
RSX-6	安图县二道镇参场	0.93	0.49	0.32
RSX-7	抚松县兴隆乡参场	0.83	0.51	0.27
RSX-8	抚松县漫江镇参场	0.86	0.36	0.24
RSX-9	抚松县北岗镇参场	0.99	0.60	0.34
RSX-10	抚松县抽水乡参场	0.81	0.56	0.30
RSX-11	万良三道沟参场	0.56	0.34	0.19

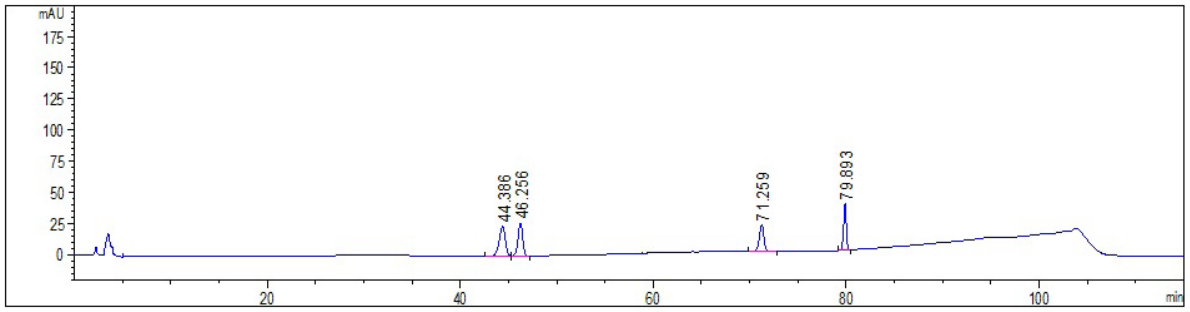


图7 人参皂苷对照品HPLC图

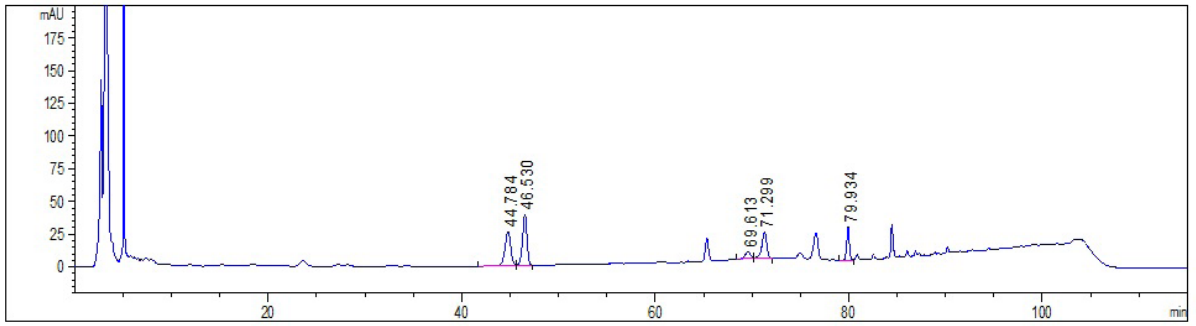


图8 人参须样品HPLC图

【性味与归经】 甘、微苦，性平。归脾、胃经。

【功能与主治】 益气，生津，止渴。用于咳嗽吐血，口渴，胃虚呕逆。

参考《中药大辞典》和《中华本草》中对参须的论述及《本草逢源》中对参须的功效描述：“参须，治胃虚呕逆，咳嗽失血等证，亦能获效，以其性专下行也。若治久痢滑精，崩中下血之证，每致增剧，以其味苦降泄也。”《本草从新》：“参须，生津补血。亦横生芦头上而更细者，其性与参条同，而力尤薄。要知参条、参须，不过得参之余气，危险之证，断难倚仗。”确定其性味归经及功能主治，并经医学专家确定。

【用法与用量】 内服；煎汤，3～9g；或泡茶。参考《中药大辞典》和《中华本草》中的论述。

【注意】 不宜与反藜芦、五灵脂同用。参考人参药材《中国药典》2015年牌一部质量标准制定。

【贮藏】 置阴凉干燥处，密闭保存，防蛀。参考人参药材制定。

参考文献

[1]陈泠，李春艳，王政，等.HPLC法测定人参毛状根及不同人参样品中9种人参皂苷的含量[J].药学实践杂志.2016，4（34）：313～317。

[2]周兰.HPLC法测定人参须中人参皂苷Rg_1、人参皂苷Re及人参皂苷Rb_1的含量[J].中国民族民间医药.2009，（3）：1～2。

[3]蔡艳，宋剑，王贵金，等.UPLC法测定人参总皂苷提取物中7种人参皂苷的含量[J].西北药学杂志.2016，5（31）：441～445。

[4]杨秀伟，王洪平，徐嵬，等.不同产地人参根和根茎中人参皂苷的含量分析[J].药物分析杂志.2017，37（1）：30～36。

[5]张影，王云华，薛晓丽.吉林省不同产地人参中人参皂苷含量测定[J].北方园艺.2016，（1）：137～139

[6]逄世峰，李亚丽，许师泉，等.人参不同部位人参皂苷类成分研究[J].人参研究.2015，（01）：5~8。

研究起草人：崔业波　马彧　赵艳　白岩　马晓静　刘丽
起草单位：四平市食品药品检验所
复核单位：长春市食品药品检验中心
审　　校：杨树东　彭振宇

DBY-22-JLYC-003-2018

山葡萄藤

Shanputaoteng

VITIS AMURENSIS CAULIS

本品为葡萄科植物山葡萄 *Vitis amurensis* Rupr.的干燥藤茎。春至秋季采割，晒干。

【性状】 本品呈长圆柱形，稍弯曲，具分枝，直径0.2～2cm。栓皮灰棕色至黑棕色，粗糙，有细纵皱纹，易成片状纵向剥离，栓皮脱落处显棕色。节部略膨大，有侧枝痕。质坚硬，不易折断。断面皮部窄，棕色，木部浅黄色或淡棕色，导管孔多数，中央有棕色髓。气微，味淡。

【鉴别】 （1）本品横切面：木栓层为2～5列细胞，有的含棕红色物。韧皮部有时可见草酸钙簇晶。木质部导管多单个散在，类圆形，木质部束大小相间排列，周围有木纤维。射线宽2～5列细胞，可见棕色物。髓部薄壁细胞类圆形，有时可见草酸钙针晶束和草酸钙簇晶。

（2）取本品粉末1g，加甲醇50ml，超声处理50分钟，滤过，滤液浓缩至约1ml，作为供试品溶液。另取山葡萄藤对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取白藜芦醇对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液、对照药材溶液各5～8μl，对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶4∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。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】 **水分** 不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过5.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用50%乙醇作溶剂，不得少于9.0%。

【含量测定】 避光操作。照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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-0.05%磷酸溶液（40∶60）为流动相；检测波长为306nm。理论板数按白藜芦醇峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取白藜芦醇对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含20μg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，精密加入甲醇50ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）45分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含白藜芦醇（$C_{14}H_{12}O_3$）不得少于0.18%。

【性味与归经】 酸，凉。归肾、肝、膀胱经。

【功能与主治】 祛风通络，活血止痛。用于风湿热痹，头风，胃脘痛，以及跌打损伤。

【用法与用量】 3～10g。

【注意】 孕妇忌服。

【贮藏】 置通风干燥处。

山葡萄藤质量标准起草说明

【药材名称】正名　　山葡萄藤
汉语拼音名　　Shanputaoteng
拉丁名　　VITIS AMURENSIS CAULIS

【概述】《长白山植物药志》中收载了山葡萄，入药部分为果实、根、藤。根性味酸、凉，具有祛风止痛的功效。《中药大辞典》中收载山葡萄秧具有治外伤痛，胃肠道疼痛，神经性头痛，手术后疼痛等功效。山葡萄藤为吉林省七星山药业生产的“消风止痛宁胶囊”制剂中的原料。山葡萄藤在中药成方制剂第四册附录中收载了其拉丁名。野生或人工种植，尚无GAP基地。野生山葡萄生于针阔混交林及杂木林缘。家植山葡萄对土壤要求不严格，但土层深厚、耕性佳、土壤疏松、排灌方便的田地更适合于山葡萄的生长，是高产栽培的有利条件。不论旱地与水田均适于山葡萄的栽种[2]。主产于安图县头道白河，抚松县漫江、兴参，长白朝鲜自治县八道沟及长白山区其他各县、山西、山东等地[1~3]。

【来源】本品为葡萄科植物山葡萄 *Vitis amurensis* Rupr.的干燥藤茎。

植物形态：山葡萄藤为木质藤本，长达15m。茎皮暗红褐色，呈片状纵向剥离；幼枝初有细毛，后无毛，枝匍匐或攀缘于其他树木上，有与叶对生的二岐卷须。单叶互生；有长柄，长4～12cm，有疏毛，叶宽卵形，长4～17cm，宽3.5～18cm，3～5裂或不裂，先端尖锐，基部宽心形，边缘有粗锯牙，上面暗绿色，无毛，下面绿色，叶脉上有短毛。花雌雄异株；圆锥花序与叶对生，花小形，黄绿色；雌花内5个雄蕊退化；雄花内雌蕊退化；花萼盘形，无毛；花序轴有白色丝状毛。浆果球形，直径约1cm，黑色。种子2～3，呈卵圆形。花期5～6月，果期8～9月[1]。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1，见图1。

表1 山葡萄藤样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
SPTT-1	藤茎	四平	药材
SPTT-2	藤茎	梨树	药材
SPTT-3	藤茎	抚松	药材
SPTT-4	藤茎	集安	药材
SPTT-5	藤茎	通化	药材
SPTT-6	藤茎	辽源	药材

续表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
SPTT-7	藤茎	安图	药材
SPTT-8	藤茎	左家	药材
SPTT-9	藤茎	蛟河	药材
SPTT-10	藤茎	柳河	药材

备注：山葡萄藤SPTT-1同时制成标本，经鉴定，结果确定其为葡萄科植物山葡萄藤，实验中以SPTT-1作为山葡萄藤对照药材与其他样品进行对比。完成样品收集后，将10份样品进行粉碎处理，备用。

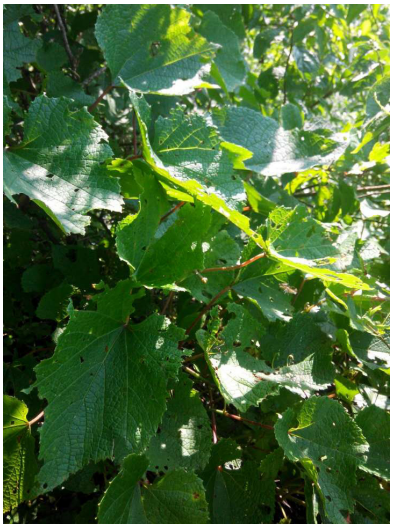


图1 山葡萄藤原植物

【性状】 根据对收集到的10批山葡萄藤样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈长圆柱形，稍弯曲，具分枝，直径0.2～2cm。栓皮灰棕色至黑棕色，粗糙，有细纵皱纹，易成片状纵向剥离，栓皮脱落处显棕色。节部略膨大，有侧枝痕。质坚硬，不易折断，断面皮部窄，棕色，木部浅黄色或淡棕色，导管孔多数，中央有棕色髓。气微，味淡。详见图2、图3。

图2 山葡萄藤药材

图3 山葡萄藤横切面

【鉴别】（1）显微特征：取10批山葡萄藤药材，观察横切面显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

木栓层为2～5列细胞，有的含棕红色物。韧皮部有时可见草酸钙簇晶。木质部导管多单个散在，类圆形，木质部束大小相间排列，周围有木纤维。射线宽2～5列细胞，可见棕色物。髓部薄壁细胞类圆形，有时可见草酸钙针晶束和草酸钙簇晶。见图4～6。

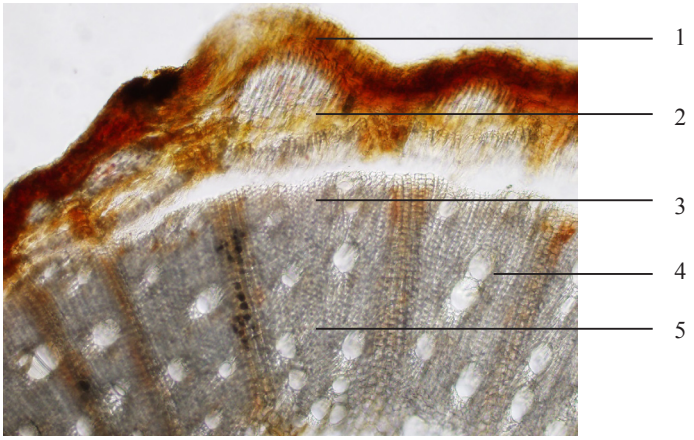


图4 山葡萄藤横切面（100倍）

1.木栓层　2.韧皮部　3.木质部　4.导管　5.射线

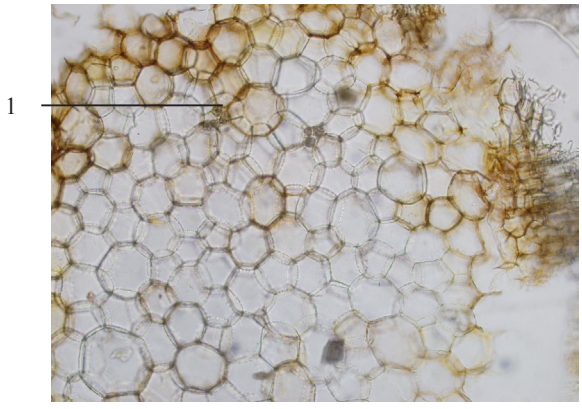


图5 山葡萄藤横切面（100倍）

1. 草酸钙簇晶

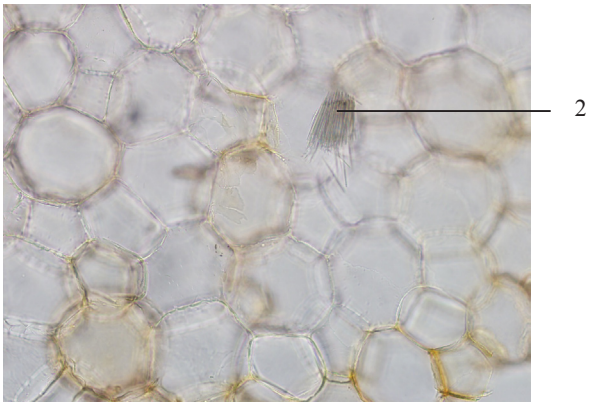


图6 山葡萄藤横切面（100倍）

2. 草酸钙针晶束

（2）取本品粉末1g，加甲醇50ml，超声处理50分钟，滤过，滤液浓缩至约1ml，作为供试品溶液。另取山葡萄藤对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取白藜芦醇对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液、对照药材溶液各5～8μl，对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶4∶1）为展开

剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。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。10批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好。

耐用性考察：采用点状点样对自制板（吸附剂为青岛海洋化工有限公司，批号：20160910）、市售板（青岛海洋青岛海洋化工有限公司，批号：20150930；烟台市化学工业研究所，批号：20151012）的展开效果进行考察，对不同展开温度（10℃、30℃）进行考察，对不同展开相对湿度（30%、80%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。见图7。

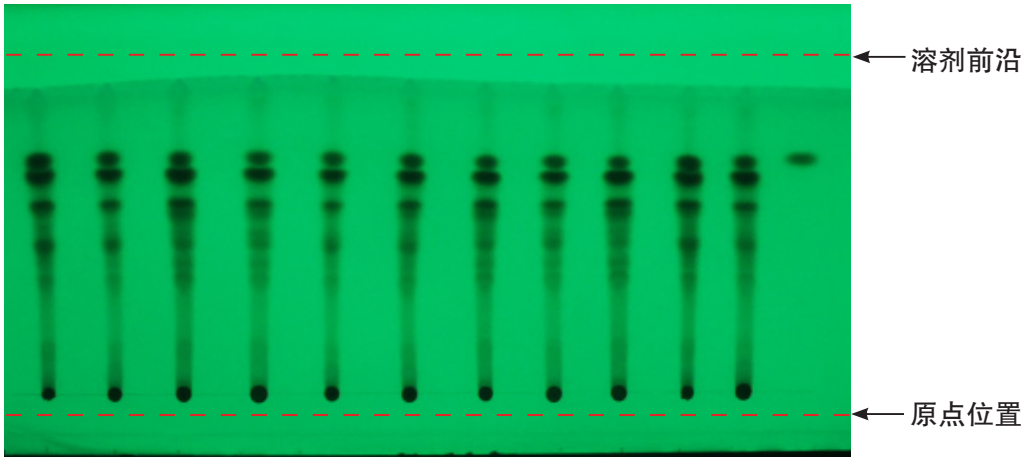


图7 山葡萄藤样品TLC图

1.SPTT-1　2.SPTT-2　3.SPTT-3　4.SPTT-4　5.SPTT-5　6.SPTT-6　7.SPTT-7
8.SPTT-8　9.SPTT-9　10.SPTT-10　11.SPTT-1（对照药材）　12.白藜芦醇对照品

色谱条件：硅胶GF_{254}薄层板，生产厂家：烟台市化学工业研究所，批号：20151012，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：供试品溶液、对照药材溶液8μl，对照品溶液5μl；
展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：50%；
展开剂：甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶4∶1）；
显色与检视：置紫外光灯（254nm）下检视。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表2。据据最高值、最低值及平均值，并考虑该药材品种既有野生的也有栽培品及加工过程和储运等影响，规定本品药材水分限值为不得过10.0%。

表2 山葡萄藤样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
SPPT-1	7.1	SPTT-6	6.8
SPTT-2	7.8	SPTT-7	7.8
SPTT-3	7.5	SPTT-8	7.7
SPTT-4	6.5	SPTT-9	6.4
SPTT-5	6.6	SPTT-10	7.0

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，结果见表3。据最高值、最低值及平均值，将本品总灰分限值定为不得过5.0%。

表3 山葡萄藤样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
SPTT-1	3.1	SPTT-6	3.2
SPTT-2	2.6	SPTT-7	2.9
SPTT-3	2.5	SPTT-8	3.1
SPTT-4	4.0	SPTT-9	3.4
SPTT-5	3.6	SPTT-10	2.9

【浸出物】 分别考察了水和70%乙醇为提取溶剂的冷浸法和热浸法，检验结果：热浸法时70%乙醇为提取溶剂，浸出物含量最高，故采用热浸法。根据热浸法中不同浓度乙醇做提取溶剂时浸出物数值比较，选择50%乙醇溶液为热浸法的溶剂时，浸出物的含量最高。故正文采用热浸法，50%乙醇为提取溶剂，10批样品结果见表4。据最高值、最低值及平均值，将本品浸出物限度定为不得少于9.0%。

表4 山葡萄藤样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
SPTT-1	16.8	SPTT-6	12.7
SPTT-2	11.3	SPTT-7	7. 1
SPTT-3	8.1	SPTT-8	13.1
SPTT-4	10.1	SPTT-9	11.4
SPTT-5	12.0	SPTT-10	9.0

【含量测定】 山葡萄藤主要含白藜芦醇。白藜芦醇是在逆境或遭遇到病原侵害时分泌的一种植保素。白藜芦醇具有抗衰老、皮肤保健和抗肿瘤作用。为提高本品质量控制水平，参照有关文献[4~6]，采用高效液相色谱法，对本品中白藜芦醇进行含量测定，结果显示该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品内在的质量控制方法，测定方法考察及验证结果如下：

1.方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.05%磷酸溶液（40∶60）为流动相，流速为1.0ml/min，将对照品溶液、供试品溶液分别注入带有DAD检测器的液相色谱仪，结果白藜芦醇对照品在306nm附近有最大吸收。因此，采用306nm作为本实验的测定波长。山葡萄藤样品中在306nm处有最大吸收峰，并且紫外光谱与对照品紫外光谱相同。

1.2 提取方法

1.2.1 提取溶剂考察

取本品（SPTT-1）粉末0.2g，精密称定，共4份，分别精密加入甲醇、50%甲醇、60%乙醇、70%乙醇各25ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）45分钟放冷，再称定重量，用各自的溶剂补足减失重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。结果详见表5。表明用甲醇做提取溶剂，样品含量比其他三种提取溶剂高，故选择用甲醇做提取溶剂。

表5 提取溶剂考察结果

提取溶剂	白藜芦醇含量（%）
甲醇	0.445
50%甲醇	0.262
60%乙醇	0.316
70%乙醇	0.351

1.2.2 提取方法考察

取本品（SPTT-1）粉末0.2g，精密称定，共2份，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，称定重量，分别考察①超声处理（功率300W，频率40kHz）45分钟，②加热回流45分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。结果详见表6。结果表明超声处理、加热回流后，样品含量几乎没有差异，从操作简便、节能角度考虑，选择超声处理作为提取方法。

表6 提取方法考察结果

提取方法	白藜芦醇含量（%）
超声提取	0.443
回流提取	0.456

1.2.3 提取时间考察

取本品（SPTT-1）粉末0.2g，精密称定，共4份，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇

25ml，分别超声处理15、30、45、60min，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。结果详见表7，结果表明超声处理45min、60min时样品含量较高，二者相差较小，故选取了超声处理为45min。

表7 提取时间考察结果

提取时间（分钟）	白藜芦醇含量（%）
15	0.365
30	0.358
45	0.447
60	0.454

1.2.4 稀释体积考察

本品（SPTT-1）粉末0.2g，精密称定，共6份，置具塞锥形瓶中，前3份样品分别精密加入甲醇25ml、50ml、100ml，后3份样品做100%加标回收，分别精密加入白藜芦醇对照品储备液（101.3μg/ml）15ml，再分别精密加入甲醇10ml、35ml、85ml，超声处理45min，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。结果详见表8。结果表明稀释体积为精密加入甲醇50ml、100ml时，样品含量回收率分别为96.21%、96.03%，二者的回收率相差不大，故正文选取了精密加入甲醇50ml。

表8 稀释体积考察结果

稀释体积（ml）	回收率（%）
25	80.03
50	96.21
100	96.13

综合以上实验，最终提取方法确定为：取本品粉末0.2g，精密称定，精密加入甲醇50ml，超声处理45min，放冷，同上操作，即得。

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取白藜芦醇对照品20.16mg，置200ml量瓶中用甲醇溶解并定容至刻度，作为对照品储备液（100.8μg/ml）。精密吸取对照品储备液0.5、1、5、10、20、50、75ml分别置100ml容量瓶中用甲醇稀释并定容至刻度，摇匀，即得。

将上文的对照品溶液按正文拟定的色谱条件分别进样10μl，以对照品的进样量（μg）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，结果表明：当白藜芦醇对照品进样量在0.00504～0.756μg范围内，进样量与峰面积呈良好线性关系，回归方程为$Y=$

78.13X –5.984，r =0.9999。

2.2 精密度试验

2.2.1 重复性试验

取同一供试品（SPTT-1）粉末0.2g，精密称定，按正文方法平行测定6份，计算，6份样品测得白藜芦醇含量的平均值为0.46%，RSD=1.6%，试验结果表明本法的重复性良好。

2.2.2 中间精密度

取同一批供试品（SPTT-1）粉末约0.2g，精密称定，不同分析人员及不同仪器（Agilent1260和LC-2010AHt），按照正文的方法平行测定6份，计算6份样品中白藜芦醇含量为0.45%，RSD=1.7%（n=6）。试验结果表明本方法的精密度良好。

2.3 准确度试验

取已知含量的样品（SPTT-1）（含量为4.30mg/g，水分为7.1%）9份，每份约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别精密加入白藜芦醇对照品储备液（100.8μg/ml）5ml、10ml和15ml，每个浓度分别配制3份溶液，分别精密加入甲醇45ml、40ml和35ml，照正文方法测定，计算回收率，结果白藜芦醇平均回收率为95.16%，RSD=2.2%（n=9）。

2.4 耐用性试验

2.4.1 色谱柱的考察

分别采用不同品牌的色谱柱［Inertsil ODS-3 C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、InertsilODS-SP C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、WondaSil C_{18}-WR（4.6mm×250mm，5μm）］测定样品（SPTT-1）中白藜芦醇的含量，结果3个不同品牌的色谱柱，分离效果都很好。

2.4.2 溶液的稳定性考察

取同一供试品溶液（SPPT-1），分别在0、2.5、5、8、10、16、18、31小时，照正文方法测定，按峰面积计算，RSD=0.4%，可见，供试样品溶液稳定性良好。

3.样品测定及含量限度的确定

按照正文含量测定方法，测定10批样品中白藜芦醇的含量（详见表9），据最高值，最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况及标准征求意见的情况，本品白藜芦醇含量限度规定为：本品按干燥品计算，含白藜芦醇（$C_{14}H_{12}O_3$）不得少于0.18%。

表9 山葡萄藤样品含量测定结果

样品编号	白藜芦醇含量%	样品编号	白藜芦醇含量%
SPTT-1	0.48	SPTT -6	0.54
SPTT -2	0.17	SPTT -7	0.19
SPTT -3	0.17	SPTT -8	0.18
SPTT -4	0.18	SPTT -9	0.35
SPTT -5	0.06	SPTT -10	0.26

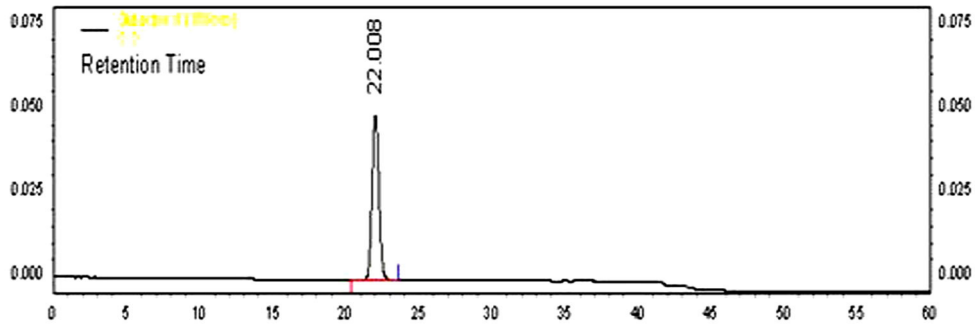


图8 白藜芦醇对照品HPLC图

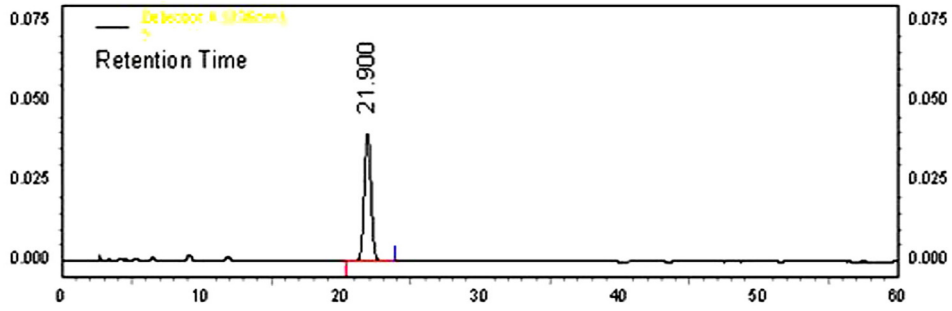


图9 山葡萄藤样品HPLC图

医学专家依据《中药大辞典》（1975年版）（上册）总结归纳【性味与归经】、【功能与主治】、【用法与用量】、【注意】、【贮藏】如下：

【性味与归经】酸，凉。归肾、肝、膀胱经。

【功能与主治】祛风通络，活血止痛。用于风湿热痹，头风，胃脘痛，以及跌打损伤。

【用法与用量】3～10g。

【注意】孕妇忌服。

【贮藏】置通风干燥处。

参考文献

[1]江苏新医学院编.《中药大辞典》上册[M].上海：上海人民出版社，1975：210

[2]井山林，彭国平等.SFE等方法提取山葡萄藤中白藜芦醇的研究[J].南京中医药大学学报，2006，22（4）：248-249

[3]田春芳，张波，刘景磊，等.HPLC法测定离体葡萄叶茋化物的含量[J].湖北农业科学，2013，52（10）：2411-2413，2419

[4]邢琪昌，卢昊，付晓，等.高效液相色谱法测定虎杖中白藜芦醇和白藜芦醇苷的含量[J].湖北中医药大学学报，2013，15（3）：33-35

[5]聂媛，李梦青，张洁，等.虎杖中白藜芦醇、白藜芦醇苷、大黄素等有效成分的提取[J].河北工业大学学报，2008，37（2）：60-65

[6]杨莹，管敬希，谢太理，等.广西主栽葡萄品种果实白藜芦醇及其糖苷HPLC定量分析[J].南方农业学报，2012，43（3）：318-321

研究起草人：杨荣艳　马彧　赵艳　马晓静　宋莹　邵大志

起草单位：四平市食品药品检验所

复核单位：长春市食品药品检验中心

审　　校：南善姬　杨志伟

DBY-22-JLYC-018-2017

山紫菀

Shanziwan

LIGULARIAE RADIX ET RHIZOMA

本品为菊科植物蹄叶橐吾*Ligularia fischeri* (Ledeb.) Turcz.的干燥根及根茎。秋季采挖，除去地上部分，洗净泥土，晾干。

【性状】 本品根茎呈不规则的块状，顶端具残留茎基痕及叶柄干枯后的纤维。根茎簇生多数细长的根，长8～20cm，直径约0.1cm，呈马尾状或扭曲成团状；表面黄棕色至棕褐色，有细纵纹，下端密生金黄色短绒毛；体轻，质脆，易折断，断面中央有浅黄色木心。有特殊香气，味微辛。

【鉴别】 （1）本品根横切面：表皮细胞为1列类方形或长圆形细胞，细胞壁稍厚，其中一部分向外突出延长而形成根毛。外皮层细胞1列，形状与表皮细胞相似，径向延长；皮层由10余列类圆形薄壁细胞组成，散在有油管4～5个，油管距内皮层0～2列细胞，多为类长圆形，与韧皮部束略为对应；内皮层明显，无通过细胞，可见凯氏点。中柱类圆形，约占直径的1/3，维管束多为四原型，也有五原型，后生木质部位于木质部之间。

粉末棕褐色。导管多为网纹、梯纹、螺纹或具缘纹孔导管。表皮细胞黄棕色，根毛淡黄棕色，多为单细胞，长48～240μm。薄壁细胞碎片较多。纤维少见。

（2）取本品粉末1g，加稀乙醇50ml，浸泡12小时后加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取山紫菀对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶2∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁溶液–1%铁氰化钾溶液（1∶1）的混合溶液（临用新制），放置15分钟后检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **水分** 不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过17.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过10.8%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用25%乙醇作溶剂，不得少于24.4%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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-0.1%磷酸溶液（13∶87）为流动相；检测波长为319nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取阿魏酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加70%甲醇制成每1ml含10μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）约0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入0.5%氢氧化钠的70%甲醇溶液25ml，密塞，称定重量，超声处理30分钟（功率300W，频率45kHz），80℃加热回流2小时，放冷，再称定重量，用0.5%氢氧化钠的70%甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml棕色量瓶中，精密加入0.1mol/L盐酸溶液4ml，摇匀，加70%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10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含阿魏酸（$C_{10}H_{10}O_4$）不得少于0.10%。

【炮制】 除去杂质，洗净，润透，切薄片或段，晒干。

【性味与归经】 辛，微温。归肺经。

【功能与主治】 止咳祛痰，活血止痛。用于咳嗽痰多，腰痛劳损，跌打损伤。

【用法与用量】 5～15g。

【贮藏】 置通风干燥处。

山紫菀质量标准起草说明

【药材名称】正名　　山紫菀
汉语拼音名　　Shanziwan
拉丁名　　LIGULARIAE RADIX ET RHIZOMA

【概述】山紫菀，别名硬紫菀、土紫菀、蹄叶紫苑、肾叶橐吾等。其药用始载于宋代苏颂所著的《本草图经》，此外《中国植物志》、《吉林中草药》、《吉林药材图志》等对其药用价值、原植物、地理分布等亦有记载。山紫菀原质量标准收载于《吉林省药品标准》（1977年版）和《辽宁省中药材标准（第一册）》（2009年版）中。

【来源】本品为菊科植物蹄叶橐吾*Ligularia fischeri* (Ledeb.) Turcz.的干燥根及根茎。

植物形态：蹄叶橐吾为多年生草本，高80～200cm。根肉质，棕褐色，多数。茎高大，上部及花序被黄褐色有节短柔毛，下部光滑，基部被褐色枯叶柄纤维包围。丛生叶与茎下部叶具柄，柄长18～59cm，基部鞘状；叶片肾形，长10～30cm，宽13～40cm，先端圆形，基部弯缺宽，边缘有整齐的锯齿；茎中上部叶具短柄，鞘膨大，宽超过于长。总状花序长25～75cm；苞片草质，卵形或卵状披针形，向上渐小，边缘有齿；花序梗细，向上渐短；头状花序多数，辐射状；小苞片狭披针形；总苞钟形，总苞片2层；舌状花5～9，黄色，舌片长圆形，先端钝圆；管状花多数，冠毛红褐色，短于管部。瘦果圆柱形，长6～11mm，光滑。花果期7～10月。

其原植物蹄叶橐吾主要分布于我国四川、湖北、贵州及东北等地区，在吉林省内广布于通化、抚松、长白、和龙、安图、敦化、蛟河等县市，多生于林下或林缘阴湿草地。

起草药品收集情况：共收集到样品10批。详细信息见表1、图1、图2。

表1 山紫菀样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
SZW-1	根和根茎	珲春雪岱山村木耳场	药材
SZW-2	根和根茎	图们市凉水镇东山沟	药材
SZW-3	根和根茎	图们市林场沟	药材
SZW-4	根和根茎	珲春哈达门乡马滴达南别里	药材
SZW-5	根和根茎	珲春敬信四道沟二夹山	药材
SZW-6	根和根茎	图们市凉水镇石头河子大黄沟山	药材
SZW-7	根和根茎	珲春春化乡草帽山	药材
SZW-8	根和根茎	汪清县复兴镇满堂沟	药材
SZW-9	根和根茎	汪清县大平岗	药材
SZW-10	根和根茎	汪清县复兴镇草堂子	药材

图1 山紫菀原植物

图2 山紫菀标本

【性状】 根据对收集到的10批山紫菀样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品根茎呈不规则的块状，顶端具残留茎基痕及叶柄干枯后的纤维。根茎簇生多数细长的根，长8～20cm，直径约0.1cm，呈马尾状或扭曲成团状；表面黄棕色至棕褐色，有细纵纹，下端密生金黄色短绒毛；体轻，质脆，易折断，断面中央有浅黄色木心。有特殊香气，味微辛。

本品主要鉴别特征为根茎簇生多数细长的根，呈马尾状或扭曲成团状；下端密生金黄色短绒毛；有特殊香气，味微辛。详见图3。

图3 山紫菀药材

【鉴别】 根据收集的10批药材样品，参考有关文献[1]，经制片观察拟定。观察了样品根横切面和粉末。

（1）本品横切面：表皮细胞为1列类方形或长圆形细胞，细胞壁稍厚，其中一部分向外突出延长而形成根毛。外皮层细胞1列，形状与表皮细胞相似，径向延长；皮层由10余列类圆形薄壁细胞组成，散在有油管4～5个，油管距内皮层0～2列细胞，多为类长圆形，与韧皮部束略为对应；内皮层明显，无通过细胞，可见凯氏点。中柱类圆形，约占直径的1/3，维管束多为四原型，也有五

原型，后生木质部位于木质部之间。详见图4。

粉末棕褐色。导管多为网纹、梯纹、螺纹或具缘纹孔导管。表皮细胞黄棕色，根毛淡黄棕色，多为单细胞，长48～240μm。薄壁细胞碎片较多。纤维少见。详见图5。

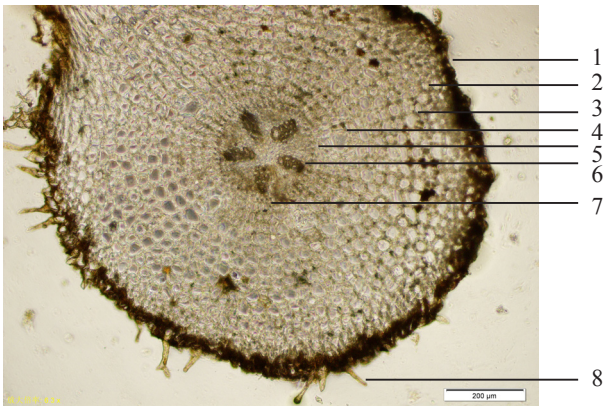


图4 山紫菀（根）横切面

1.表皮　2.外皮层　3.皮层　4.油管　5.内皮层　6.韧皮部　7.木质部　8.根毛

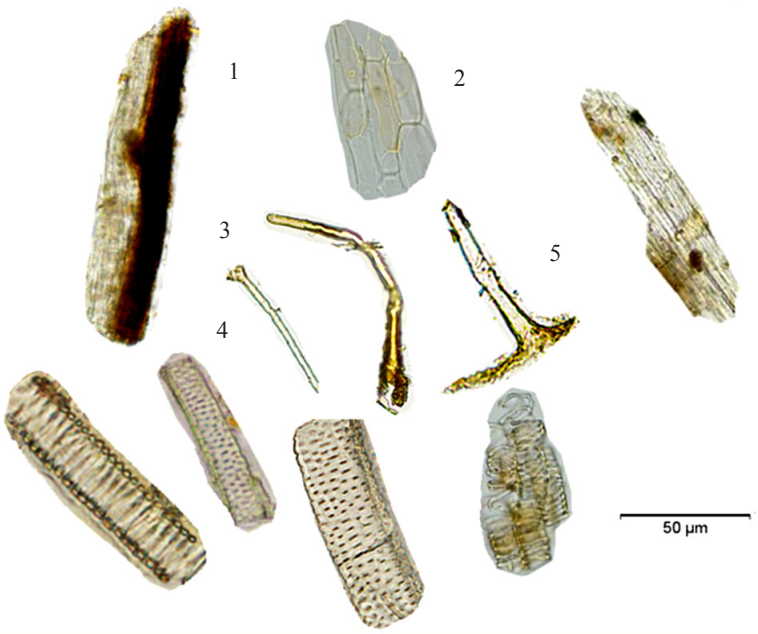


图5 山紫菀粉末

1.根表皮、外皮层（部分）径向切面观　2.薄壁细胞　3.根毛　4.导管　5.纤维

（2）取本品粉末1g，加稀乙醇50ml，浸泡12小时后再加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取山紫菀对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液5μl，对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶2∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁溶液–1%铁氰化钾溶液（1：1）的混合溶液（临用新制）[2]，放置15分钟后检视。供试品色谱中，在与对照药

材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

9批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故列入正文。见图6。

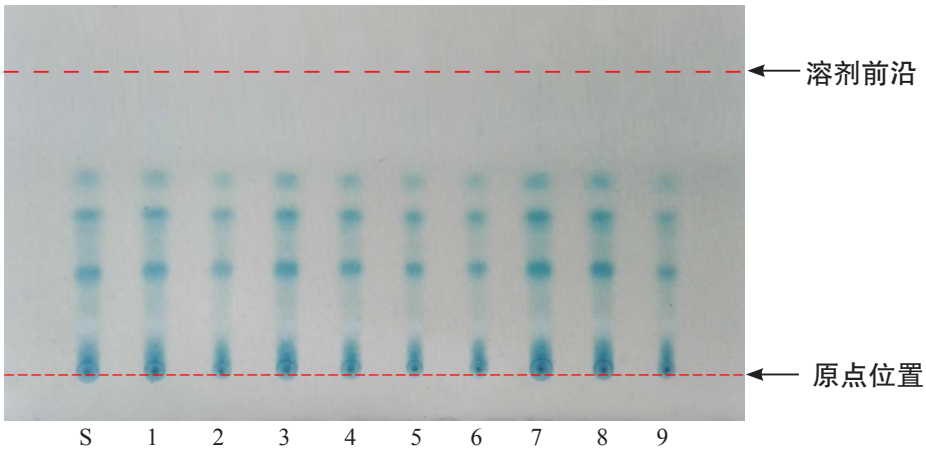


图6 山紫菀样品TLC图

S. 对照药材　1. SZW-2　2. SZW-3　3. SZW-4　4. SZW-5
5. SZW-6　6. SZW-7　7. SZW-8　8. SZW-9　9. SZW-10

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20140806，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：5μl；展距：8cm；温度：19℃；相对湿度：40%；展开剂：甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶2∶1）；

显色与检视：1%三氯化铁溶液–1%铁氰化钾溶液（1∶1）的混合溶液（临用新制），放置15min检视。

耐用性考察：采用点状点样对三个不同生产厂家的薄层预制板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20160806；烟台化学工业研究所，批号：20140616；青岛海浪硅胶干燥剂有限公司，批号：20140708）的展开效果进行考察，对三个不同的温湿度（温度：9℃，相对湿度：18%；温度：18℃，相对湿度：38%；温度：30℃，相对湿度：75%。）进行考察，结果表明本法的耐用性良好。

【检查】 水分　照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表2。据最高值、最低值及平均值，确定药材水分限度不得过10.0%。

表2 山紫菀样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
SZW-1	8.6	SZW-6	7.6
SZW-2	9.4	SZW-7	8.6
SZW-3	8.1	SZW-8	8.5
SZW-4	8.2	SZW-9	9.0
SZW-5	9.0	SZW-10	9.1

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，结果见表3。据最高值、最低值及平均值，为了更好的控制药材质量，确定药材总灰分限度不得过17.0%。

表3 山紫菀样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
SZW-1	12.82	SZW-6	18.11
SZW-2	14.28	SZW-7	19.58
SZW-3	11.73	SZW-8	15.80
SZW-4	16.57	SZW-9	16.12
SZW-5	17.90	SZW-10	18.48

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表4。据最高值、最低值及平均值，为了更好的控制药材质量，确定药材酸不溶性灰分限度不得过10.8%。

表4 山紫菀样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
SZW-1	5.91	SZW-6	11.25
SZW-2	7.40	SZW-7	14.11
SZW-3	7.09	SZW-8	10.19
SZW-4	10.30	SZW-9	11.30
SZW-5	11.35	SZW-10	13.40

【浸出物】 照酸溶性浸出物（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，以25%乙醇为溶剂对10批样品进行浸出物测定，结果见表5。据最高值、最低值及平均值，确定药材浸出物不得少于24.4%（以干燥品计）。

表5 山紫菀样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
SZW-1	37.53	SZW-6	29.41
SZW-2	34.11	SZW-7	26.71
SZW-3	36.68	SZW-8	27.05
SZW-4	32.10	SZW-9	26.46
SZW-5	29.62	SZW-10	25.43

【含量测定】 阿魏酸具有抗血小板聚集、抗炎、抗氧化作用[3~5]，是山紫菀中起到治疗作用的主要活性成分。为提高本品质量控制水平，参照有关文献[6]，采用高效液相色谱法，对样品中阿魏酸进行含量测定，结果显示该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，可作为内在质量的控制方法，测定方法考察及验证结果如下。

1. 方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈–0.1%磷酸溶液（13∶87）为流动相；流速1.0ml/min，进样量10～20μl。使用紫外-可见分光光度计在200～400nm波长范围内扫描阿魏酸对照品，在319nm处有最大吸收，所以确定检测波长为319nm。（见图7）

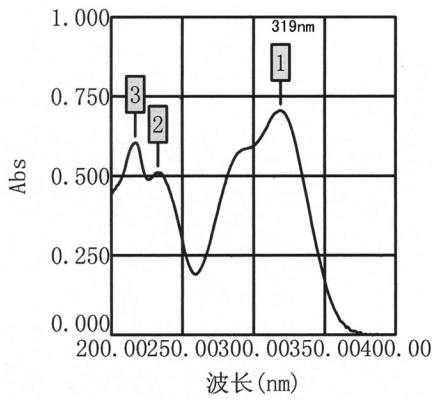


图7 阿魏酸对照品紫外扫描图

1.2 提取方法

阿魏酸在植物中是以游离态及结合态两种形式存在，甲醇回流提取30min测得的游离态阿魏酸含量为0.007%，小于万分之二，没有太大意义，而结合态的阿魏酸在酸性、碱性、中性条件下均可以水解生成阿魏酸，即使水浴加热都可能不同程度的水解生成阿魏酸，结合态阿魏酸直接加热水解速度较慢，为提高提取效率，参考有关文献资料，分别对不同的提取溶剂：甲醇–0.24mol· L^{-1}碳酸氢钠溶液（95∶5）[7]、2%氢氧化钠的70%甲醇溶液[6]、2%氢氧化钠的稀乙醇溶液、甲醇–2%氢氧化钠溶液（95∶5）[8]、稀乙醇–2%氢氧化钠溶液（95∶5）；不同的溶剂体积：25ml、50ml、100ml；不同的碱液浓度：0.1%、0.5%、1%、2%、3%氢氧化钠的70%甲醇溶液；不同的提取方法：超声处理[9]、加热回流提取[10]、先超声后加热回流提取；不同的超声功率（250W、300W、350W）和超声频率（45kHz 、80kHz）；不同的超声时间（20min、30 min、60 min）；不同的回流温度（70℃、80℃、90℃）；不同的回流时间（1h、2 h、3 h、4 h、5 h），不同浓度（0.1mol/L、0.5 mol/L）的盐酸溶液调pH值、加入盐酸溶液的不同体积进行考察，综合以上试验结果，最终提取方法确定如下：

取本品粉末（过三号筛）约0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入0.5%氢氧化钠的70%甲醇溶液25ml，密塞，称定重量，超声处理30分钟（功率300W，频率45kHz），80℃加热回流2小时，放冷，再称定重量，用0.5%氢氧化钠的70%甲醇溶液

补足重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml棕色量瓶中，精密加入0.1mol/L盐酸溶液4ml，摇匀，加70%甲醇溶液至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2. 方法学验证与结果

2.1 标准曲线的制备

精密称取阿魏酸对照品0.01340g，置50ml棕色量瓶中，加70%甲醇溶液使溶解并稀释至刻度，摇匀，再精密吸取2ml，置25ml棕色量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。分别精密吸取1μl、2μl、5μl、10μl、20μl、30μl，按正文拟定的色谱条件进样，以对照品进样量（μg）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。结果表明，阿魏酸进样量在0.0212～0.6368μg范围内，进样量与峰面积呈良好的线性关系，回归方程为Y=5651.2X+4.5504，相关系数r=0.9999。

2.2 重复性试验

取同一批供试品粉末（过三号筛）约0.25g，精密称定，按正文方法平行测定6份，计算，6份样品测得阿魏酸含量的平均值为0.20%，RSD=2.08%（n=6），试验表明本法的重复性较好。

2.3 仪器精密度

取同一份供试品溶液，按正文拟定的色谱条件进样，连续测定6次。结果表明5次测定阿魏酸峰面积的平均值为1022.35，RSD=0.80%（n=6），试验表明本法的仪器精密度良好。

2.4 准确度试验

精密称取阿魏酸对照品0.01293g，置100ml棕色量瓶中，加70%甲醇溶液使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为阿魏酸对照品储备液。

取已知含量的药材粉末（过三号筛）0.125g，共9份，分为3组，精密称定，每组分别精密加入上述阿魏酸对照品储备液各1ml、2ml、3ml，按正文拟定的方法提取、测定，计算加样回收率。结果阿魏酸加样回收率平均为99.23%，RSD=1.01%（n=9）。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

分别采用不同品牌的色谱柱（Agilent TC-C_{18}柱、Waters SunFire柱、Shim-pack vp-ods柱，三根色谱柱规格均为：250mm×4.6mm，5μm）测定样品（SZW-1）阿魏酸含量的平均值为0.20%，RSD=2.49%（n=3）。

2.5.2 仪器的考察

分别采用不同品牌的色谱仪（HP1100、岛津2010C、Agilent1260）测定样品阿魏

酸含量的平均值为0.20%，RSD=1.18%（n =3）。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定了10批样品中的阿魏酸的含量（详见表6）。据最高值、最低值及平均值，考虑药材产地不同，生长年限不同，确定本品含量限度（按干燥品计）不得少于0.10%。

表6 山紫菀样品含量测定结果

样品编号	阿魏酸含量（%）	样品编号	阿魏酸含量（%）
SZW-1	0.196	SZW-6	0.101
SZW-2	0.230	SZW-7	0.078
SZW-3	0.271	SZW-8	0.140
SZW-4	0.152	SZW-9	0.139
SZW-5	0.116	SZW-10	0.099

阿魏酸对照品HPLC图、山紫菀样品HPLC图分别见图8、图9。

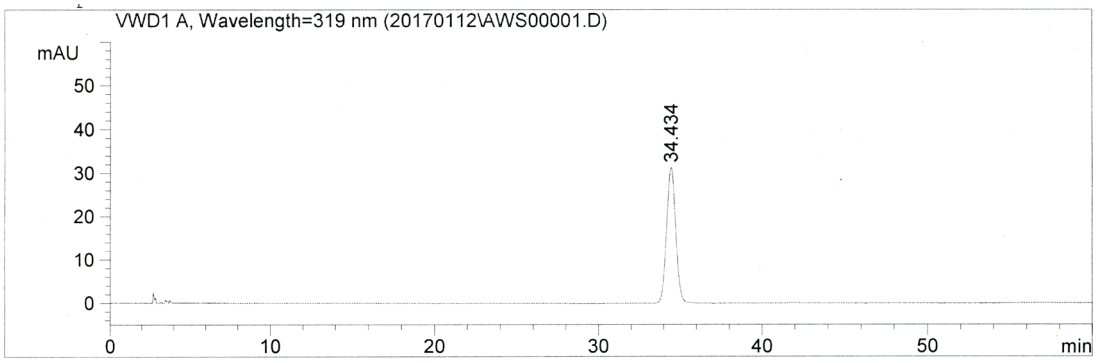


图8 阿魏酸对照品HPLC色谱图

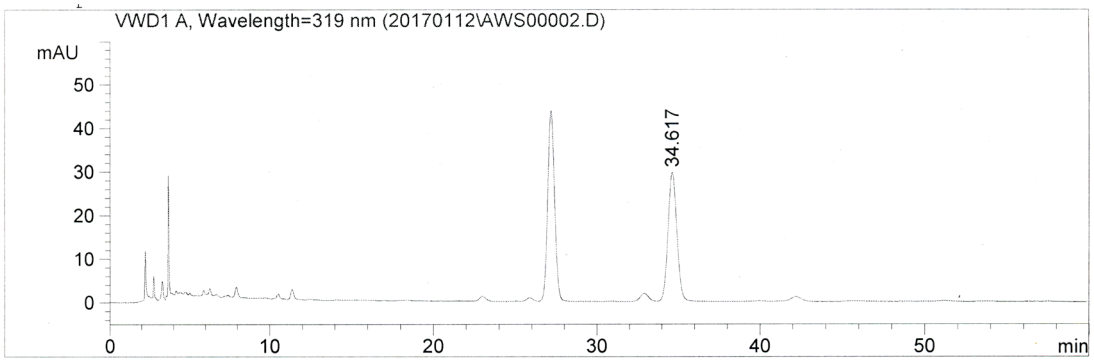


图9 山紫菀样品HPLC色谱图

【炮制】 经审评会专家确认，删除了“蜜山紫菀”，修订为：“除去杂质，洗净，润透，切薄片或段，晒干。”

【性味与归经】 按中医理论规范了原标准，经审评会专家确认，修订为“辛，微温。归肺经。”

【功能与主治】 按中医理论规范了原标准，经医学专家会专家确定为“止咳祛痰，活血止痛。用于咳嗽痰多，腰痛劳损，跌打损伤。”

【用法与用量】 5～15g。遵循原标准。

【贮藏】 经审评会专家确认，修订为“置通风干燥处。”

参考文献

[1]张勉，赵显国，王峥涛等. 山紫菀类药材的性状与显微鉴别（一）[J]. 中国药科大学学报，1997，28（1）：11-16.

[2]国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 2015年版.北京：中国医药科技出版社，2015：190.

[3]胡慧娟，杭秉茜，王朋书. 阿魏酸的抗炎作用[J]. 中国药科大学学报：1990，21（5）：279-282.

[4]欧仕益，包惠燕，蓝志东. 阿魏酸及其衍生物的药理作用研究进展[J]. 中药材：2001，24（3）：220-221.

[5]黄瑾，胡晋红，朱全刚. 阿魏酸及其衍生物的药理作用[J]. 中药材：2001，24（7）：522.

[6]林丽，晋玲，李应东，等. 当归干、鲜品中游离阿魏酸和总阿魏酸含量[J]. 中国实验方剂学杂志：2012，18（22）：94-97.

[7]吕光华，程世琼，陈金泉，等. HPLC测定川芎药材和饮片中游离阿魏酸和总阿魏酸的含量及其质量评价指标[J]. 中国中药杂志：2010，35（2）：194-197.

[8]张海波，高羽，梁侨丽，等. HPLC测定中药三棱中游离阿魏酸和总阿魏酸含量[J]. 南京中医药大学学报：2011，27（3）：169-171.

[9]李洪亮，乔静. 高效液相色谱法测定艾附暖宫丸中芍药苷和阿魏酸的含量[J]. 中国医药导报：2015，12（36）：22.

[10]徐建东，陈萍. 高效液相色谱法测定复方白蒺藜片中阿魏酸含量[J]. 上海中医药大学学报：2015，29（5）：83.

研究起草人： 曲艳丽　刘治民　邢潇　孙冶　胡光华　史记　杨建龙　徐彤彤　张航　杨秀娟

起草单位： 长春市食品药品检验中心

复核单位： 松原市食品药品检验所

审　　校： 沈丽娟　王路宏

牛　髓

Niusui

MEDULLA SPINALIS BOVIS SEU BUBALI

本品为牛科动物黄牛*Bos Taurus domesticus* Gmelin和改良黄牛的脊髓和骨髓。屠宰牛时，收集脊髓或骨髓，除去骨屑等杂物，鲜用。

【性状】 **脊髓**　本品呈圆柱形，长短不一，直径5～12mm。白色、类白色或微黄色，表面附半透明筋膜，略带血丝。质软，稍有韧性，不易折断。断面类圆形，中间有红色血丝。气腥，味涩。

骨髓　本品呈圆柱形，长短不一，直径2～8cm。白色、类白色或微黄色，表面及内部均有血丝分布。质软，易碎。断面类圆形，有细小血滴散在。气腥，味微。

【鉴别】（1）取脊髓搅碎，混匀，精密称取2.5g，加乙醇-乙醚（1∶1）混合溶液10ml，研磨，浸泡脱脂1小时，弃去有机溶剂，挥干，加电极缓冲液（取三羟甲基氨基甲烷3.0g、甘氨酸14.4g、十二烷基硫酸钠1.0g，加水至1000ml）10ml，研磨，使蛋白质溶解，静置30分钟，离心20分钟（12000转/分钟），取上清液，作为供试品贮备液，冷冻，备用。取供试品贮备液与供试品缓冲液1∶1混合，置水浴中加热5分钟，再在冰浴中冷却，作为供试品溶液。蛋白质分子量标准溶液同法处理，分别取分子量标准溶液与供试品溶液各10μl，照SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法（《中国药典》2015年版四部通则0541第五法）测定，分离胶浓度为12.5%，初始电压为60V，进入分离胶时调至120V，进行电泳分离，当溴酚蓝迁移至凝胶底部时，停止电泳。供试品在25～50kDa应含有至少6条蛋白质条带。

（2）取骨髓搅碎，混匀，称取0.1g，加水4ml使分散，置玻璃消化管中，加浓盐酸4ml，混匀，充氮封口，在110℃水解20小时，放冷、启封，滤过，滤液作为供试品溶液。另取牛骨髓对照药材0.1g，同法制成对照药材溶液。再取亮氨酸对照品，加水制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各5μl，对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水-0.5%茚三酮丙酮（4∶1∶1∶0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **水分**　取本品搅碎，混匀，精密称取3g（脊髓）或30g（骨髓），照

《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法测定，不得过75.0%（脊髓）或8.5%（骨髓）。

总灰分 取本品搅碎，混匀，精密称取2.5g，炽灼使其炭化完全后，加30%过氧化氢2ml，使残渣湿润，然后置水浴上蒸干，继续炽灼至完全灰化。照《中国药典》2015年版 四部 通则 2302测定，本品按干燥品计算，不得过6.0%（脊髓）或0.8%（骨髓）。

酸值 取骨髓搅碎，混匀，精密称取20g，置索氏提取器中，加正己烷200ml，置水浴上加热回流2小时，放冷，用3号垂熔玻璃漏斗滤过，滤液置水浴上挥尽正己烷，放冷至室温，精密称取15g，照酸值测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0713）测定，不得过0.6。

【浸出物】 脊髓 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于15.0%。

【含量测定】 取本品搅碎，混匀，精密称取0.1g（脊髓）或0.5g（骨髓），照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第二法或第三法）测定。

本品按干燥品计算，含总氮（N）不得少于2.80%（脊髓）或0.08%（骨髓）。

【性味与归经】 甘，温。归肾、心、脾经。

【功能与主治】 益肾填髓，润肺，止血，止带。用于精血亏虚，虚劳羸瘦，消渴，吐血、衄血、便血、崩漏，带下，皮肤皲裂。

【用法与用量】 内服适量，煎汤或熬膏；补虚宜制成酒剂，止血止带宜烧灰。外用适量。

【贮藏】 冷冻。

牛髓质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　牛髓
汉语拼音名　　Niusui
拉丁名　　MEDULLA SPINALIS BOVIS SEU BUBALI

【概述】牛髓，始载于《神农本草经》，《名医别录》、《本草纲目》等古代医药典籍均有记载，我国现代医药著作《中华本草》、《中药大辞典》[1]、《中国动物药资源》[2]中详细描述了本品的来源、生境分布、化学成分、药理作用、性味、归经、功能主治及用法用量。作为吉林省习用药材，收载于《吉林省中药资源名录》（1988年版）。为中药成方制剂血宝胶囊、血宝片、益血生胶囊等的原料药材。原动物黄牛全国均有分布。

【来源】本品为牛科动物黄牛*Bos Taurus domesticus* Gmelin和改良黄牛的脊髓和骨髓。屠宰牛时，收集有髓腔的骨骼，敲取骨髓，除去骨屑等杂物，鲜用。

动物形态：黄牛和改良黄牛，体长1.5～2m，体重一般在280kg左右。体格强壮结实，头大额广，鼻阔口大，上唇上部有两个大鼻孔，基间皮肤硬而光滑，无毛，称为鼻镜。眼、耳都较大。头上有角1对，左右分开，角之长短、大小随品种而异，弯曲无分枝，中空，内有骨质角髓。四肢匀称，4趾，均有蹄甲，其后方2趾不着地，称悬蹄。尾较长，尾端具丛毛，毛色大部分为黄色，无杂毛掺混。性格温驯，生长较快。食植物性饲料。

牛髓为黄牛和改良黄牛的脊髓和骨髓，收集有髓腔的骨骼，敲取骨髓，鲜用。近代研究表明，本品具有补肾填髓、润肺补虚、止血止带、止痛、润肤的功效，在吉林民间应用已久。

起草样品收集情况：共收集到脊髓样品和骨髓样品各12批，详细信息见表1、图1。

表1 牛髓样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
NS-1	脊髓	长春皓月集团	药材
NS-2	脊髓	长春皓月集团	药材
NS-3	脊髓	长春皓月集团	药材
NS-4	脊髓	内蒙通辽市科尔沁草原	药材
NS-5	脊髓	内蒙通辽市科尔沁草原	药材
NS-6	脊髓	内蒙通辽市科尔沁草原	药材

续表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
NS-7	脊髓	延边吉兴牧场	药材
NS-8	脊髓	延边吉兴牧场	药材
NS-9	脊髓	延边吉兴牧场	药材
NS-10	脊髓	吉林市东清真寺牛羊屠宰场	药材
NS-11	脊髓	吉林市东清真寺牛羊屠宰场	药材
NS-12	脊髓	吉林市东清真寺牛羊屠宰场	药材
NS-13	骨髓	长春皓月集团	药材
NS-14	骨髓	长春皓月集团	药材
NS-15	骨髓	长春皓月集团	药材
NS-16	骨髓	内蒙通辽市科尔沁草原	药材
NS-17	骨髓	内蒙通辽市科尔沁草原	药材
NS-18	骨髓	内蒙通辽市科尔沁草原	药材
NS-19	骨髓	延边吉兴牧场	药材
NS-20	骨髓	延边吉兴牧场	药材
NS-21	骨髓	延边吉兴牧场	药材
NS-22	骨髓	吉林市东清真寺牛羊屠宰场	药材
NS-23	骨髓	吉林市东清真寺牛羊屠宰场	药材
NS-24	骨髓	吉林市东清真寺牛羊屠宰场	药材

备注：全部样品，经过长春中医药大学刘忠军教授基源鉴定为黄牛和改良黄牛的脊髓和骨髓，实验中以NS-19批样品作为牛骨髓对照药材与其它批次样品进行比对。实验中所采用的对照品来自于中国食品药品检定研究院。

图1 黄牛

【性状】 脊髓　经过对12批不同产地的脊髓药材进行实际观察，确定性状为：本品呈圆柱形，长短不一，直径5～12mm。白色、类白色或微黄色，表面附半透明筋膜，略带血丝。质软，稍有韧性，不易折断。断面类圆形，中间有红色血丝。气腥，味涩。见图2。

骨髓　经过对12批不同产地的脊髓药材进行实际观察，确定性状为：呈圆柱形，长短不一，直径2～8cm。白色、类白色或微黄色，表面及内部均有血丝分布，质软，易碎。断面类圆形，有细小血滴散在。气腥，味微。见图3。

图2 牛脊髓样品

图3 牛骨髓样品

【鉴别】 （1）取脊髓搅碎，混匀，精密称取2.5g，加乙醇-乙醚（1:1）混合溶液10ml，研磨，浸泡脱脂1小时，弃去有机溶剂，挥干，加电极缓冲液（取三羟甲基氨基甲烷3.0g、甘氨酸14.4g、十二烷基硫酸钠1.0g，加水至1000ml）10ml，研磨，使蛋白质溶解，静置30分钟，离心20分钟（12000转/分钟），取上清液，作为供试品贮备液，冷冻，备用。取供试品贮备液与供试品缓冲液1:1混合，置水浴中加热5分钟，再在冰浴中冷却，作为供试品溶液。蛋白质分子量标准溶液同法处理，分别取分子量标准溶液与供试品溶液各10μl，照SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法（《中国药典》2015年版四部通则0541第五法）测定，分离胶浓度为12.5%，初始电压为60V，进入分离胶时调至120V，进行电泳分离，当溴酚蓝迁移至凝胶底部时，停止电泳。供试品在25～50kDa应含有至少6条蛋白质条带。分别考察了不同的样品处理方法、不同的凝胶电泳条件，确定了最佳试验方法，12批样品按本法检验，均符合规定，且各条蛋白质条带分离效果较好，重现性好，并且能够与伪品进行区分，见图4、图5、图6。

由于骨髓蛋白质含量较低，且油脂含量很高，很难将样品脱脂完全后提取蛋白质，故无法进行该项鉴别。

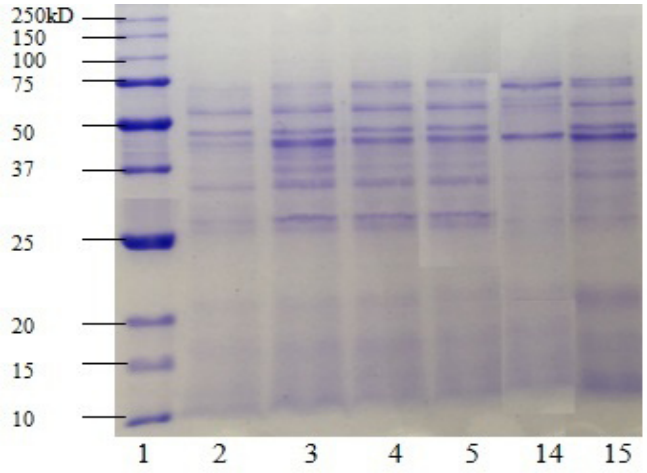


图4 4批样品及伪品凝胶电泳图谱

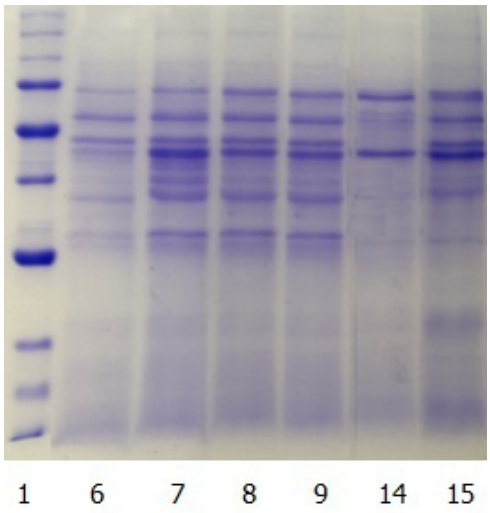


图5 4批样品及伪品凝胶电泳图谱

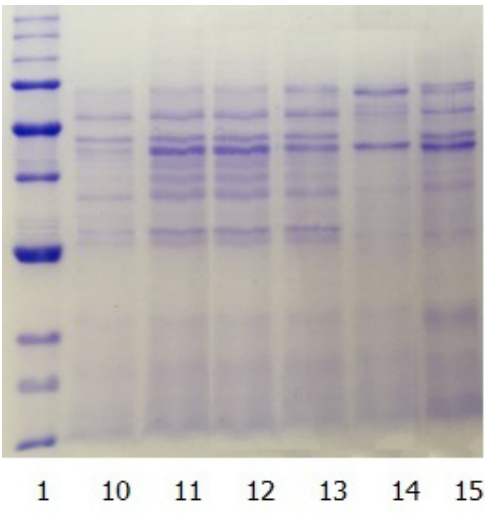


图6 4批样品及伪品凝胶电泳图谱

1. 标准分子量蛋白　2～13. 12批次牛脊髓样品　14. 猪脊髓样品　15. 驴脊髓样品

（2）取骨髓搅碎，混匀，称取0.1g，加水4ml使分散，置玻璃消化管中，加浓盐酸4ml，混匀，充氮封口，110℃水解20小时，放冷、启封，滤过，滤液作为供试品溶液。另取牛骨髓对照药材0.1g，同法制成对照药材溶液。再取亮氨酸对照品，加水制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各5μl，对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水-0.5%茚三酮丙酮（4∶1∶1∶0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。12批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好。见图7。

耐用性考察：对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工有限公司，批号：

20160602；天津思利达科技有限公司，批号：20150308；青岛海浪硅胶干燥剂有限公司，批号：20150908）的展开效果进行考察，对不同展开温度（9℃、18℃、30℃）进行考察，对不同展开相对湿度（18%、38%、75%）进行考察，结果表明本法具有良好的耐用性。

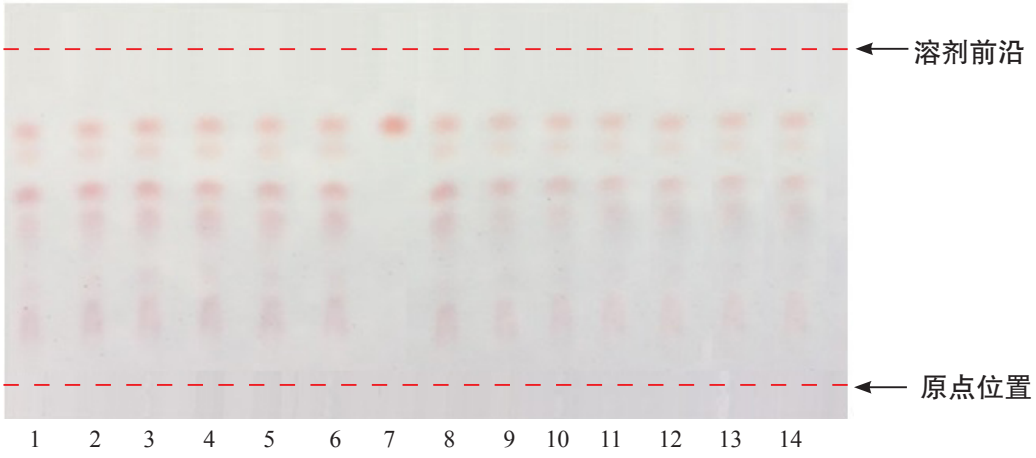


图7 牛骨髓TLC图

1. NS-1　2. NS-2　3.NS-3　4.NS-4　5.NS-5　6.NS-6　7.亮氨基酸对照品　8. 牛髓对照药材
9.NS-7　10. NS-8　11. NS-9　12.NS-10　13.NS-11　14.NS-12

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工有限公司，批号：20160602，规格：10cm×20cm；条带状点样，点样量：供试品和对照药材5μl，对照品2μl；展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：56%；

展开剂：正丁醇-冰醋酸-水-0.5%茚三酮丙酮（4∶1∶1∶0.5）；

显色与检视：105℃加热至斑点显色清晰。

由于脊髓已有聚丙烯酰氨凝胶电泳法进行鉴别，故不再进行该项鉴别。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）测定。

对本品12批脊髓样品和12批骨髓样品分别进行水分测定，结果见表2、表3，据最高值、最低值及平均值，并考虑气候、温度、湿度以及药材包装、贮运的实际情况等影响因素，规定本品水分限值脊髓不得过75.0%，骨髓不得过8.5%。

表2 牛脊髓样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
NS-1	64.6	NS-7	58.4
NS-2	65.8	NS-8	56.2
NS-3	64.7	NS-9	57.0
NS-4	58.1	NS-10	62.1
NS-5	57.8	NS-11	61.1
NS-6	58.0	NS-12	62.9

表3 牛骨髓样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
NS-13	6.9	NS-19	5.6
NS-14	7.2	NS-20	5.6
NS-15	7.0	NS-21	5.9
NS-16	8.0	NS-22	7.2
NS-17	7.6	NS-23	7.0
NS-18	7.6	NS-24	7.1

总灰分 取本品搅碎，混匀，精密称取2.5g，炽灼使其炭化完全后，加30%过氧化氢2ml，使残渣湿润，然后置水浴上蒸干，继续炽灼至完全灰化。按照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对12批脊髓样品和12批骨髓样品分别进行总灰分测定，结果见表4、表5，据最高值、最低值、平均值以及企业自检结果，将本品总灰分限值定为脊髓不得过6.0%，骨髓不得过0.8%。

表4 牛脊髓样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
NS-1	5.4	NS-7	4.7
NS-2	5.6	NS-8	4.4
NS-3	5.4	NS-9	4.4
NS-4	4.6	NS-10	4.9
NS-5	4.9	NS-11	4.6
NS-6	4.9	NS-12	5.0

表5 牛骨髓样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
NS-13	0.5	NS-19	0.2
NS-14	0.5	NS-20	0.2
NS-15	0.5	NS-21	0.2
NS-16	0.6	NS-22	0.08
NS-17	0.6	NS-23	0.08
NS-18	0.6	NS-24	0.08

酸值 由于牛髓为鲜用药材，且骨髓脂肪含量很高，故在宰杀、储藏、运输过程中如保存不当，则可能出现油脂酸败变质，酸值升高。而脊髓由于油脂含量低，蛋白质含量高，不宜用油脂酸败度来检查其腐坏程度，故不做该项检查。

骨髓酸值测定方法：取骨髓搅碎，混匀，精密称取20g，置索氏提取器中，加正己烷200ml，置水浴上加热回流2小时，放冷，用3号垂熔玻璃漏斗滤过，滤液置水浴上挥

尽正己烷，放冷至室温，精密称取15g，照酸值测定法（《中国药典》2015年版 四部通则 0713）测定。

对12批骨髓样品进行酸值测定，结果见表6。

表6 牛骨髓样品酸值测定结果

样品编号	酸值	样品编号	酸值
NS-13	0.4	NS-19	0.5
NS-14	0.4	NS-20	0.5
NS-15	0.4	NS-21	0.5
NS-16	0.5	NS-22	0.3
NS-17	0.5	NS-23	0.4
NS-18	0.4	NS-24	0.4

限值确定：将同一批样品放置不同时间（25℃），按上述方法分别在不同时间点测定其酸值，根据样品腐败变质考察其合理的酸值限度，结果见表7。

根据实际情况，在样品放置24小时后，开始出现腐败变质，其酸值测定结果也明显升高，故根据测定结果，确定骨髓酸值限度为不得过0.6（按干燥品计）。

表7 牛骨髓样品酸值限度考察结果

放置时间（h）	酸值	放置时间（h）	酸值
12	0.5	72	4.9
24	0.6	96	7.1
48	2.6	120	15.3

【浸出物】 根据牛脊髓化学成分研究报道，分别以水、乙醇、稀乙醇为溶剂，采用冷浸法及热浸法测定药材浸出物，水冷浸法过程中，样品溶液太粘，无法过滤，故舍弃此方法。参照《中国药典》2015年版四部通则2201浸出物测定法进行测定，根据不同浸出溶剂及浸出方式测定结果，稀乙醇热浸法浸出物测定值较高，故选择稀乙醇热浸法进行实验。骨髓由于含有大量油脂，浸出后本品为液体，干燥过程中溶剂很难全部挥干，结果不准确，故不做该项检查。

对12批脊髓样品进行稀乙醇热浸法测定，结果见表8。根据测定结果最高值、最低值及平均值，将本品浸出物限度定为不得少于15.0%。

表8 牛脊髓样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
NS-1	20.4	NS-7	29.5
NS-2	21.2	NS-8	27.8
NS-3	20.3	NS-9	27.9
NS-4	18.0	NS-10	18.2
NS-5	18.5	NS-11	19.0
NS-6	19.0	NS-12	19.3

【含量测定】 牛髓为动物药材，其生物活性成分主要为各种功能性蛋白质、酶类等，为控制药材质量，采用氮测定法（《中国药典》2015年版四通则0704第二法或第三法）测定样品中总氮，以干燥品计算。

1.方法学验证与结果

1.1 线性关系考察

精密称取硫酸铵0.1209g（含氮为25.62mg），置100ml容量瓶中，加水溶解，并稀释至刻度，摇匀，精密量取1、3、5、7、10、20ml，置于全自动定氮仪上进行蒸馏滴定，以氮含量（mg）为横坐标，滴定液消耗量为纵坐标计算回归方程，结果见表13。结果表明氮含量在0.2562mg～5.1240mg范围内，与滴定液消耗体积的线性关系良好。回归方程为Y=7.2433X–0.1692，r=0.9999。

1.2 重复性试验

1.2.1 脊髓重复性试验

精密称取样品（NS-1）0.08g、0.10g、0.12g，每个取3份，照上述方法独立制备9份供试品，分别测定，结果氮含量的均值为4.15%，RSD=0.8%(n=9)。表明本方法重复性良好。

1.2.2 骨髓重复性试验

精密称取样品（NS-13）0.4g、0.50g、0.6g，每个取3份，照上述方法独立制备9份供试品，分别测定，结果氮含量的均值为0.21%，RSD=1.7%(n=9)表明本方法重复性良好。

1.3 专属性试验

取空白试剂，依法测定，消耗滴定液体积值为0.02ml，结果表明本法专属性较好。

1.4 准确度试验

1.4.1 脊髓准确度试验

精密称取供试品（NS-1）0.05g，共称9份，精密加入硫酸铵标准溶液（每1ml含氮0.712mg）0.5ml、1.0ml、1.5ml各3份，照上述方法，分别依法测定，计算回收率，结果回收率均值为100.0%，RSD=1.1%(n=9)。

1.4.2 骨髓准确度试验

精密称取供试品（NS-13）0.25g，共称9份，精密加入硫酸铵标准溶液（每1ml含氮0.712mg）0.5ml、1.0ml、1.5ml各3份，照上述方法，分别依法测定，计算回收率，结果回收率均值为99.6%，RSD=1.5%(n=9)。

1.5 耐用性试验

取同一批号的样品3份，分别精密称重，依法测定，分别采用3个不同厂家的试剂试药进行试验，计算测定结果，结果RSD=0.5%(n=3)，结果证明此方法耐用性良好。

2.样品测定及含量限度的确定

按照正文含量测定方法，测定了12批脊髓样品和12批骨髓样品的总氮含量，结果见表9。根据最高值，最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，脊髓总氮限度定为不得少于2.80%，骨髓总氮限度定为不得少于0.08%。

表9 牛髓样品总氮含量测定结果

脊髓		骨髓	
样品编号	总氮（按干燥品计）（%）	样品编号	总氮（按干燥品计）（%）
NS-1	4.156	NS-13	0.208
NS-2	4.338	NS-14	0.211
NS-3	4.155	NS-15	0.202
NS-4	3.653	NS-16	0.193
NS-5	3.601	NS-17	0.199
NS-6	3.866	NS-18	0.189
NS-7	3.660	NS-19	0.114
NS-8	3.553	NS-20	0.123
NS-9	3.555	NS-21	0.111
NS-10	3.714	NS-22	0.095
NS-11	3.634	NS-23	0.098
NS-12	3.861	NS-24	0.093

【性味与归经】、**【功能与主治】**、**【用法与用量】**、**【贮藏】**均参照《中药大辞典》制定，并通过医学专家审核确定。

【性味与归经】 甘，温。归肾、心、脾经。

【功能与主治】 益肾填髓，润肺，止血，止带。用于精血亏虚，虚劳羸瘦，消渴、吐血、衄血、便血、崩漏、带下、皮肤皲裂。

【用法与用量】 内服适量，煎汤或熬膏；补虚宜制成酒剂，止血止带宜烧灰。外用适量。

【贮藏】 冷冻。

参考文献

[1] 南京中医药大学. 中药大辞典[M]. 上海：上海科学技术出版社, 2006: 403.
[2] 邓明鲁. 中国动物药资源[M]. 北京：中国中医药出版社, 2007: 326.

研究起草人：周丽丽　樊红军　杨树东　于海瑶　李坦诚　谷杰　常淼　王辉　王坤　孙婷婷
起草单位：长春市食品药品检验中心
复核单位：吉林省药品检验所
审　　校：杨志伟　栾国华

月见草子

Yuejiancaozi

OENOTHERAE BIENNIS SEMEN

本品为柳叶菜科植物月见草*Oenothera biennis* L.的干燥成熟种子。夏末、秋季果实成熟时采收，剪（割）果序，或全株拔起，晒干，压或敲打，收集种子，除去杂质。

【性状】 本品呈类三角形、半圆形或不规则形，长1.1～2mm，宽0.5～1.4mm。种皮红褐色、棕褐色至深褐色，表面呈粗颗粒状，不平坦，具锐棱角，各棱角具隆起的细棱线；种脐不明显；胚黄白色，富油性。质较脆，手捻外皮易脱落。种子遇水有黏液。气微，味淡。

【鉴别】 （1）本品粉末红褐色或棕褐色。种皮细胞红棕色或棕黄色，表面观呈类长方形、多角形。石细胞众多，呈长方形、多角形或类圆形，单个散在或多个成群，壁厚2～4μm，纹孔明显。镶嵌状薄壁细胞窄长，平行排成镶嵌状，壁薄面弯曲，直径5～6μm。内种皮薄壁细胞呈多角形，壁波状弯曲。可见螺纹和具缘纹孔导管，直径3～8μm。

（2）取本品粉末1g，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。另取月见草子对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取月见草油对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（17∶3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】 **杂质** 不得过3%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2301）。

水分 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过9.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过4.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

羰基值 不得过28.0（《中国药典》2015年版 四部 通则 2303）测定。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于19.0%。

【含量测定】 取本品粉末（过三号筛）约4g，精密称定，置索氏提取器中，加石

油醚（30～60℃）适量，加热回流8小时至脂肪油提尽，收集提取液，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上低温蒸干，在100℃干燥1小时，移置干燥器中，冷却30分钟，精密称定，计算，即得。

本品按干燥品计算，含脂肪油不得少于15.0%。

【性味与归经】 甘，温。归心、肾、脾经。

【功能与主治】 祛风湿，强筋骨，化浊降脂。用于风湿痹证，筋骨疼痛，痰浊湿盛所致肥胖症。

【用法与用量】 5～15g。

【贮藏】 置阴凉干燥处。防霉，防蛀。

月见草子质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　月见草子
汉语拼音名　　Yuejiancaozi
拉丁名　　OENOTHERAE BIENNIS SEMEN

【概述】 月见草子为柳叶菜科植物月见草*Oenothera biennis* L.的干燥成熟种子。月见草子俗称山芝麻、夜来香、东风草、待宵草、夜樱草、樱草、夜星等。夏末、秋季果实成熟时采收，剪（割）果序，或全株拔起，晒干，压或敲打，收集种子，除去杂质。是月见草油的原料药。

我国首先在东北引种作为观赏植物，后逸为野生。近年来，在吉林、辽宁、内蒙古、云南、山东、江苏等地区都有栽培，是一种集饲用、油用、医用、观赏和生态功能为一身的优秀草种，已成为医药、日用、化工、食品等工业的重要原料。吉林省主要分布在浑江、通化、柳河、辉南、龙井、珲春、和龙、安图、蛟河、磐石、舒兰等地。现市面上使用的产品主要以月见草子提炼的月见草油为原料，如月见草油胶丸，月见草油乳，月芝软胶囊、羌月乳膏等，吉林省均有生产厂家。由于吉林省内尚无法定质量标准，存在用药安全隐患，因此，亟需制定完善合理的质量标准，全面监控药材的质量变化，为其制剂提供合格的原料药材，为保证制剂质量的安全、稳定、有效、可控提供前提条件。

【来源】 柳叶菜科植物月见草*Oenothera biennis* L.的干燥成熟种子。

植物形态：二年生草本，高达1m左右，第一年进行营养生长。根粗壮，肉质。丛生莲座状叶，伏地生长；有长柄；叶片倒披针形，密生白色伏毛；第二年抽出花茎，圆柱形，粗壮，单一或上部稍分枝，疏生白色长硬毛。下部茎生叶有柄，长0.5～2cm，上部无柄，叶片披针形或倒披针形，稀为椭圆形，长5～10cm，宽1～2.5cm，边缘每边有5～19枚稀疏浅钝齿，顶端渐尖，基部楔形，两面被曲柔毛与长毛，尤其茎上部的叶下面与叶缘常混生有腺毛。穗状花序不分枝或下部分枝，苞片叶状，自下向上由大变小，宿存。萼筒长2.5～3cm，先端4裂，花期反折，顶端有长尖状附属物，疏生白色长毛及腺毛；花瓣4，黄色，淡黄色，平展，倒卵状三角形，长2.5～3cm，宽2～2.8cm；雄蕊8；子房下位，4室，柱头4裂。蒴果长圆柱形，略呈四棱形，成熟时4瓣裂。种子有棱角，于蒴果内呈水平状排列，紫褐色。花期6～7月，果期7～8月[1,2]见图1、2。

图1 月见草原植物图

图2 月见草腊叶标本

起草样品收集情况：共收集了14批月见草子药材，产地主要来自吉林省梅河口、抚松、磐石、珲春、白山等地。见表1。

表1 月见草子样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	收集时间	样品状态
YJCZ-1	种子	梅河口市山城镇	2016年8月	商品药材
YJCZ-2	种子	抚松万良药材收购点	2017年8月	商品药材
YJCZ-3	种子	磐石市中批大药房	2017年8月	商品药材
YJCZ-4	种子	珲春市三道沟村	2016年9月	商品药材
YJCZ-5	种子	磐石市烟筒山镇	2016年8月	商品药材
YJCZ-6	种子	珲春市英安乡关门村	2017年9月	商品药材
YJCZ-7	种子	白山市长白镇	2017年8月	商品药材
YJCZ-8	种子	通化市通化县	2017年9月	商品药材
YJCZ-9	种子	吉林市昌邑区	2017年8月	商品药材
YJCZ-10	种子	柳河县中药行	2017年9月	商品药材
WP-11	种子	辽源市东辽县山货行	2017年8月	商品药材
YJCZ-12	种子	临江中药材采供站	2017年8月	商品药材
YJCZ-13	种子	德祥籽类药材批发	2017年8月	商品药材
YJCZ-14	种子	敦化市北山	2017年9月	商品药材

【性状】根据对收集到的13批月见草子进行性状观察，将本药材性状描述如下：

本品呈类三角形、半圆形或不规则形，长1.1～2mm，宽0.5～1.4mm。种皮红褐色、棕褐色至深褐色，表面呈粗颗粒状，不平坦，具锐棱角，各棱角具隆起的细棱

线；种脐不明显；胚黄白色，富油性。质较脆，手捻外皮易脱落。种子遇水有黏液。气微，味淡。见图3。

图3 月见草子药材性状

其中经过性状鉴别发现：

1）YJCZ-3号样品、YJCZ-8号样品从性状看，质量尚可，但是通过打粉过程发现呈现出浓烈的哈喇味，即表明其已经酸败变质，参照种子类药材的相关质量控制要求，需要对月见草子样品进行酸败度考察；

2）各样品均不同程度存在有杂质，结合纯净度，可进一步对其进行杂质考察。进而确定其合理的杂质范围；

3）WP-11号样品其颜色黑褐色，与其他各批次样品颜色差异较大，较其他样品个头偏大。属于伪品。

【鉴别】（1）粉末显微鉴别：取13批月见草子药材粉末，用水合氯醛装片，观察本品的粉末显微特征，每个批次样品观察不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末红褐色或棕褐色。种皮细胞红棕色或棕黄色，表面观呈类长方形、多角形。石细胞众多，呈长方形、多角形或类圆形，单个散在或多个成群，壁厚2～4μm，纹孔明显。镶嵌状薄壁细胞窄长，平行排成镶嵌状，壁薄面弯曲，直径5～6μm。内种皮薄壁细胞呈多角形，壁波状弯曲。可见螺纹和具缘纹孔导管，直径3～8μm。见图4。

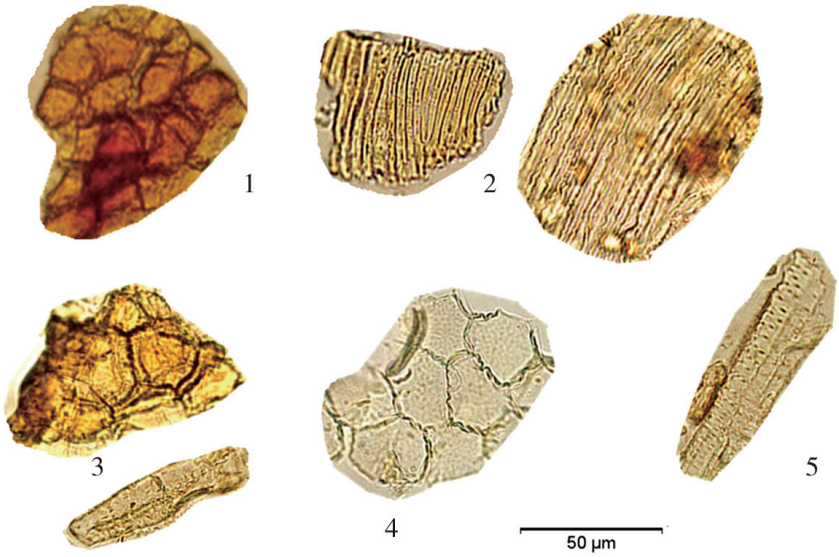
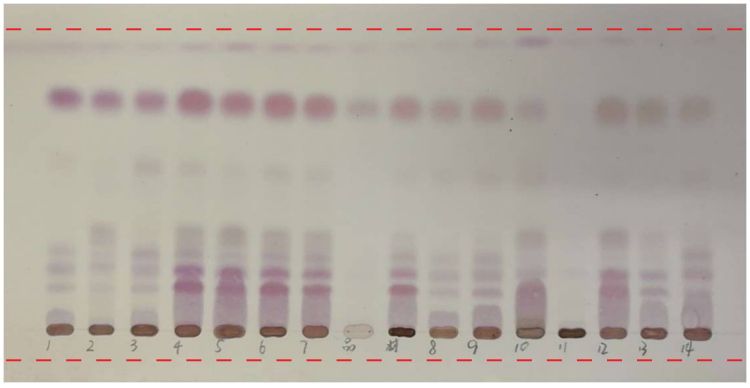


图4 月见草子粉末

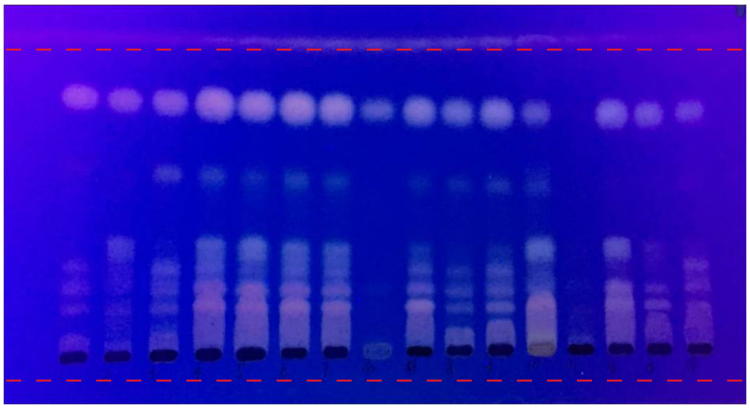
1. 种皮细胞　2. 镶嵌状薄壁细胞　3. 石细胞　4. 内种皮薄壁细胞　5. 导管

（2）取本品粉末1g，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。另取月见草子对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取月见草油对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（17∶3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，除WP-11外，其它样品在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。见图5、图6。



1 2 3 4 5 6 7 d s 8 9 10 11 12 13 14

图5 月见草子薄层色谱图（日光下）



1 2 3 4 5 6 7 d s 8 9 10 11 12 13 14

图6 月见草子薄层色谱图（365nm）

1.YJCZ-1 2.YJCZ-2 3.YJCZ-3 4.YJCZ-4 5.YJCZ-5 6.YJCZ-6 7.YJCZ-7
8.YJCZ-8 9.YJCZ-9 10.YJCZ-10 11.WP-11 12.YJCZ-12 13.YJCZ-13
14.YJCZ-14 d：对照提取物溶液（月见草油） s：对照药材溶液

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂，批号：20130913，规格：10cm×20cm；
圆点状点样，点样量：5μl；展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：50%；
展开剂：石油醚（60-90℃）-乙酸乙酯（17∶3）；
显色与检视：喷以 10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。分别置日光、紫外光灯（365nm）下检视。

耐用性考察：采用三种预制板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20161017；青岛海浪化工分厂，批号20160218；烟台市化学工业研究所 20160920）进行展开效果考察。对不同展开温度（10℃、20℃、35℃）和相对湿度（30%、50%、70%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

【检查】 杂质 取本品5g，照杂质检查法（《中国药典》2015年版通则2301）测定，测定13批月见草子样品的杂质，结果见表2。13批样品的杂质测定值在0.20%～12.60%之间，结合性状检查表明，月见草子的杂质主要为未去除干净的果壳及茎皮等，此类杂质可通过风选、过筛等除去。YJCZ-10号样品则是属于故意掺杂，掺杂了大量细砂等用以增重。参照《中国药典》2015年版通则0212药材和饮片检定通则规定的药屑杂质不得过3%，规定杂质不得过3%。

表2 月见草子样品杂质测定结果

样品编号	杂质（%）	样品编号	杂质（%）
YJCZ-1	0.20	YJCZ-8	3.43
YJCZ-2	1.20	YJCZ-9	4.34
YJCZ-3	1.15	YJCZ-10	12.60
YJCZ-4	1.05	YJCZ-12	1.02
YJCZ-5	0.56	YJCZ-13	0.50
YJCZ-6	0.50	YJCZ-14	0.42
YJCZ-7	1.00	-	-

水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。对13批月见草子样品进行水分测定，结果见表3。13批样品的水分测定值在6.91%～11.14%之间，其均值为8.94%，均值的120%为10.73%，结合实际情况，规定水分不得过12.0%。

表3 月见草子样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
YJCZ-1	8.60	YJCZ-8	8.94
YJCZ-2	9.00	YJCZ-9	8.95
YJCZ-3	7.59	YJCZ-10	9.51
YJCZ-4	9.30	YJCZ-12	10.54
YJCZ-5	11.14	YJCZ-13	7.14
YJCZ-6	9.30	YJCZ-14	6.91
YJCZ-7	9.20	-	-

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。对13批月见草子样品进行总灰分测定，结果见表4。其中YJCZ-10号样品掺杂有大量细沙，其总灰分为15.62%，属于异常值，不参加均值计算，12批样品的总灰分测定值在5.86%～9.51%之间，其均值为7.35%，均值的120%为8.82%，规定总灰分不得过9.0%。

表4 月见草子样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
YJCZ-1	7.75	YJCZ-8	6.26
YJCZ-2	7.60	YJCZ-9	6.93
YJCZ-3	6.82	YJCZ-10	15.62
YJCZ-4	6.30	YJCZ-12	8.39
YJCZ-5	8.69	YJCZ-13	9.51
YJCZ-6	5.86	YJCZ-14	7.52
YJCZ-7	6.55	-	-

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》 2015年版 四部 通则 2302）测定。对13批月见草子样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表5。YJCZ-10号样品掺杂细沙，其酸不溶性灰分明显高于其他值，不参加均值计算。12批样品的酸不溶性灰分测定值在1.02%～4.25%之间，规定酸不溶性灰分不得过4.0%。

部分样品总灰分与酸不溶灰分值较高，可能与土壤碱性大，含无机盐较高有关。

表5 月见草子样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
YJCZ-1	3.16	YJCZ-8	1.23
YJCZ-2	1.78	YJCZ-9	1.67
YJCZ-3	1.73	YJCZ-10	8.28
YJCZ-4	1.33	YJCZ-12	3.29
YJCZ-5	3.36	YJCZ-13	4.25
YJCZ-6	1.02	YJCZ-14	3.42
YJCZ-7	1.61	-	-

酸败度 照酸败度测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2303）测定。对12批月见草子的酸值在3.76～65.95之间；测定的13批月见草子的羰基值在13.0～51.5之间；测定的13批月见草子的过氧化值在0.272～2.098之间。其中YJCZ-9号样品因其粗提的脂肪量过低，因此无法进行相关酸值的测定。结合测定的相关数据分析，并根据YJCZ-3号样品及YJCZ-8号样品均已酸败变质，以这两份样品为参考值分析得出，过氧化值和酸值均不能与正常样品很好的区分开来，即过氧化值和酸值未能表现月见草子的酸败情况，因此正文中不收载。但通过羰基值比较发现，YJCZ-3号样品与YJCZ-8号样品的

羰基值（39.1、51.5）均远大于其他正常样品值，因此剔除这两个值以及大量掺杂的YJCZ-10号样品，其他10批样品的羰基值为13.0～27.1之间，平均值为18.46，其平均值的130%为27.3，因此规定其羰基值不得过28.0。结果见表6。

表6 月见草子样品酸败度测定结果

样品编号	酸值	羰基值	过氧化值	样品编号	酸值	羰基值	过氧化值
YJCZ-1	8.14	17.9	0.298	YJCZ-8	15.30	51.5	0.410
YJCZ-2	21.04	16.9	0.552	YJCZ-9	-	25.6	0.290
YJCZ-3	3.76	39.1	0.542	YJCZ-10	65.95	44.8	2.098
YJCZ-4	18.50	21.4	0.438	YJCZ-12	35.96	20.0	0.378
YJCZ-5	41.47	20.2	0.495	YJCZ-13	10.02	13.0	0.297
YJCZ-6	15.60	23.1	0.272	YJCZ-14	19.11	27.1	0.279
YJCZ-7	17.66	25.0	0.379	-	-	-	-

【浸出物】 取本品粉末（过二号筛）适量，照（《中国药典》2015年版 四部 通则2201）测定。根据月见草子所含成分通过对水、30%乙醇、45%乙醇、60%乙醇、75%乙醇、乙醇溶剂，照冷浸法及热浸法分别对同一份样品进行浸出物测定，结果表明，用乙醇热浸法其浸出物的量最多，且速度快，过滤相对容易。因此正文采用乙醇作溶剂，照醇溶性浸出物热浸法测定。

对13批样品进行醇溶性浸出物热浸法测定，结果见表7。测得其醇溶性浸出物在8.88%～ 26.82%之间，其中YJCZ-10号样品因为其掺杂了大量杂质，因此其浸出物较低，剔除此份样品的浸出物值。得出剩余浸出物的平均值为23.59%。按照平均值的80%即18.87%，计算限度，定其浸出物不得少于19.0%。结果见表7。

表7 月见草子样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
YJCZ-1	25.35	YJCZ-8	24.96
YJCZ-2	24.34	YJCZ-9	22.29
YJCZ-3	23.27	YJCZ-10	8.88
YJCZ-4	19.48	YJCZ-12	25.42
YJCZ-5	26.82	YJCZ-13	24.82
YJCZ-6	20.38	YJCZ-14	24.95
YJCZ-7	21.00	-	-

【含量测定】 脂肪油 参照《中国药典》2015年版一部千金子、巴豆等的脂肪油测定方法及《GBT 14772-2008 食品中粗脂肪的测定》中的方法，选取YJCZ-1号样品进行脂肪油的测定，取本品粉末（过三号筛）约4g，精密称定，置索氏提取器中，分别对乙醚、石油醚（30～60℃）两种溶剂以及不同的加热回流时间进行考察，提至脂肪

油提尽，收集提取液，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上低温蒸干，在100℃干燥1小时，移置干燥器中，冷却30分钟，精密称定，按干燥品计算，即得。见表8。

表8 脂肪油不同溶剂及提取时间考察

样品编号	溶剂	提取时间（4h）	提取时间（6h）	提取时间（8h）	提取时间（10h）
YJCZ-1	乙醚	23.35%	24.70%	24.31%	24.18 %
YJCZ-1	石油醚（30～60℃）	21.58 %	22.33%	23.18%	22.98 %

结合实验表明，乙醚提取的脂肪油较石油醚（30～60℃）提取的量要多，但是经过观察发现，乙醚虽然提取的量要比石油醚（30～60℃）要多，但是其提取出来的脂肪油杂质较多，油不溶性物质较多，而石油醚（30～60℃）虽然提取的量较乙醚少，但是其提取出来的油较为纯净，纯度较大的粗脂肪油，因此选择石油醚（30～60℃）作为脂肪油的提取溶剂，此外，针对提取时间进行的考察发现，石油醚（30～60℃）在提取8个小时以后，其提取量较为完全。因此选择提取时间为8小时。因此确定脂肪油的测定方法为：

取本品粉末（过三号筛）约4g，精密称定，置索氏提取器中，加石油醚（30～60℃）适量，加热回流（8小时）至脂肪油提尽，收集提取液，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上低温蒸干，在100℃干燥1小时，移置干燥器中，冷却30分钟，精密称定，按干燥品计算。

依法测得各样品的脂肪油值为：3.53%～29.51%，YJCZ-10号样品因掺杂大量杂质，导致其脂肪油过低。因此剔除出此样品值，测得的脂肪油按干燥品计，结果在13.97%～29.51%，其平均值为19.67%范围内，平均值的80%为15.74%，因此规定月见草子药材含脂肪油按干燥品计，不得少于15.0%，见表9。

表9 月见草子脂肪油含量测定结果

样品编号	脂肪油值（%）	样品编号	脂肪油值（%）
YJCZ-1	23.18	YJCZ-8	14.79
YJCZ-2	17.04	YJCZ-9	13.97
YJCZ-3	17.24	YJCZ-10	3.53
YJCZ-4	21.28	YJCZ-12	19.49
YJCZ-5	16.38	YJCZ-13	29.51
YJCZ-6	21.83	YJCZ-14	23.20
YJCZ-7	21.66	-	-

【性味与归经】 参照文献[3, 4]，并经医学专家会审定修订为“甘，温。归心、肾、脾经。”

【功能与主治】 参照文献[3, 4]，并经医学专家会审定修订为“祛风湿，强筋骨，

化浊降脂。用于风湿痹证，筋骨疼痛，痰浊湿盛所致肥胖症。”

【用法与用量】 参照文献[3, 4]，并经医学专家会审定修订为“5 ~ 15g。”

【贮藏】 置阴凉干燥处。防霉，防蛀。

参考文献

[1]樊绍钵，段维和等. 吉林药材图志[M]. 中医古籍出版社，1987：648-649.

[2]陈家瑞. 中国植物志第53卷第2分册[M]. 科学出版社，2000：62.

[3]南京中医药大学. 中药大辞典[M]. 上海科学出版社，1991：639-640.

[4]吉林省中医中药研究所. 长白山植物药志[M]. 吉林人民出版社，1982：182.

研究起草人：徐彤彤　刘治民　邢潇　张航　曲艳丽　杨建龙

起草单位：长春市食品药品检验中心

复核单位：吉林省药品检验所

审　　校：彭振宇　沈丽娟

DBY-22-JLYC-005-2017

龙牙楤木

Longyacongmu

ARALIAE CORTEX

本品为五加科植物辽东楤木*Aralia elata* (Miq.)Seem.的干燥茎皮。春、秋二季采收，剥取茎皮，除去杂质，晒干。

【性状】 本品呈不规则片状、槽状或单、双卷筒状，长5～35cm，厚0.1～0.5cm。外表面灰色至灰褐色，具纵裂纹，有刺，长1～5mm。有的老皮刺脱落。内表面黄白色或暗棕黄色，有细皱纹。质硬脆，易折断，断面纤维性。气微，味淡。

【鉴别】 （1）本品横切面：木栓层为数列至数十列棕黄色细胞。皮层分泌道较多，散在，分泌细胞4～18个。韧皮部宽广，外侧有裂隙，分泌道较多，散在；射线宽1～5列细胞；韧皮纤维数十个成群，断续成环。薄壁细胞含草酸钙簇晶。

粉末灰白色。木栓细胞棕黄色，多角形或长方形。草酸钙簇晶直径10～60μm，存在于薄壁细胞中，常排列成行。分泌道碎片无色或含淡黄色分泌物。韧皮纤维成束或单个散在，壁厚。石细胞偶见，单个或成群，类圆形、方形或不规则形，壁厚，可见层纹及孔沟。

（2）取本品粉末1g，加甲醇20ml，超声处理10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取龙牙楤木对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（6∶4∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，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】 **水分** 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过8.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用70%乙醇作溶剂，不得少于20.0%。

【性味与归经】 苦、辛，平；归心、脾、胃、肝、肾经。

【功能与主治】 益气补肾，祛风除湿，活血通络，利水消肿。用于失眠多梦，风湿痹病，消渴，水肿，便秘，阳痿，胁痛。

【用法与用量】 10 ~ 25g。

【注意】 孕妇忌服。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

龙牙楤木质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　龙牙楤木
汉语拼音名　　Longyacongmu
拉丁名　　ARALIAE CORTEX

【概述】 龙牙楤木，俗称辽东楤木、刺老鸦、刺龙牙、虎阳刺。东北民间习用药。明朝《本草纲目》中记载楤木，吉林省不产，但同属植物龙牙楤木（刺老鸦）在吉林省东部资源丰富。龙牙楤木在《吉林药材图志》[1]、《全国中草药汇编》[2]、《常用中药鉴定大全》[3]及《中国植物志》[4]《中华人民共和国卫生部药品标准 中药成方制剂第十三册》[5]（以下简称《部颁十三册》）等文献中均有药用记载。具有益气补肾，祛风除湿，利水消肿，活血通络之功效。龙牙楤木为药食同源植物，其嫩茎叶可食用，为上等山野菜。龙牙楤木分布于东北三省、朝鲜、苏联和日本。生长于森林中，海拔约1000米上下。吉林省中东部野生资源丰富，主要分布于通化、白山、吉林、延边地区[1]。

药材名称龙牙楤木，原植物拉丁学名*Aralia elata* (Miq.) Seem.的确认，在《全国中草药汇编》、《吉林药材图志》、《常用中药鉴定大全》、《中国植物志》、《东北植物检索表》[6]中分别收载了龙牙楤木（辽东楤木），也称刺龙牙（吉林土名），刺老鸦（东北土名），刺老牙，虎阳刺等，经查阅大量文献，并经专家论证及对产地原植物标本鉴定：《部颁十三册》中收载的潮安胶囊所用原料龙牙楤木为五加科植物辽东楤木*Aralia elata* (Miq.) Seem.的干燥茎皮，根据《中国植物志》等文献记载[2,3]，《部颁十三册》中收载的潮安胶囊所用龙牙楤木*Aralia mandshurca* maecim与辽东楤木*Aralia elata* (Miq.) Seem.系为同一植物。故药材名称沿用习用名称“龙牙楤木”，标准正文来源项采用的拉丁学名为“五加科植物辽东楤木*Aralia elata* (Miq.) Seem.”。

【来源】 本品为五加科植物辽东楤木*Aralia elata*(Miq.)Seem.的干燥茎皮[2]。

植物形态：龙牙楤木为灌木或小乔木，高1.5～6m，树皮灰色；小枝灰棕色，疏生多数细刺；刺长1～3mm，基部膨大；嫩枝上常有长达1.5cm的细长直刺。叶为二回或三回羽状复叶，长40～80cm；叶柄长20～40cm，无毛；托叶和叶柄基部合生，先端离生部分线形，长约3mm，边缘有纤毛；叶轴和羽片轴基部通常有短刺；羽片有小叶7～11，基部有小叶1对；小叶片薄纸质或膜质，阔卵形、卵形至椭圆状卵形，长5～15cm，宽2.5～8cm，先端渐尖，基部圆形至心形，稀阔楔形，上面绿色，下面灰绿色，无毛或两面脉上有短柔毛和细刺毛，边缘疏生锯齿，有时为粗大齿牙或细锯齿，稀为波状，侧脉6～8对，两面明显，网脉不明显；小叶柄长3～5mm，稀长达1.2cm，

顶生小叶柄长达3cm。圆锥花序长30～45cm，伞房状；主轴短，长2～5cm，分枝在主轴顶端指状排列，密生灰色短柔毛；伞形花序直径1～1.5cm，有花多数或少数；总花梗长0.8～4cm，花梗长6～7mm，均密生短柔毛；苞片和小苞片披针形，膜质，边缘有纤毛，前者长5mm，后者长2mm；花黄白色；萼无毛，长1.5mm，边缘有5个卵状三角形小齿；花瓣5，长1.5mm，卵状三角形，开花时反曲；子房5室；花柱5，离生或基部合生。果实球形，黑色，直径4mm，有5稜。花期6～8月，果期9～10月。原植物及标本图片见图1、图2。

图1 辽东楤木原植物

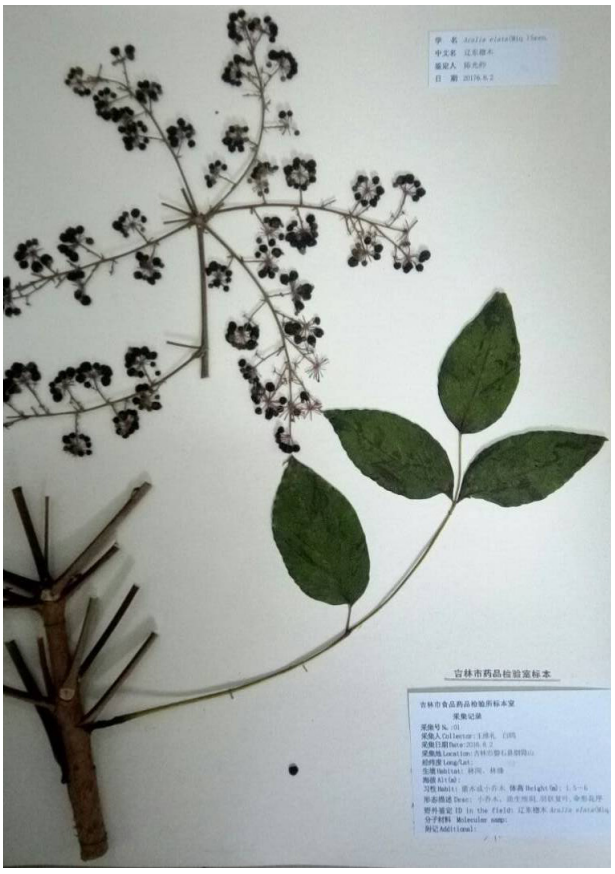


图2 辽东楤木植物标本

龙牙楤木以干燥茎皮入药，春、秋二季采收，剥取茎皮，除去杂质，晒干。根据文献史料记载药用部位为龙牙楤木的根皮及树皮[5]，经药材产地实地考察，因采挖野生龙牙楤木根皮，破坏资源，禁止采挖。“潮安胶囊”的吉林省生产企业自1996年批准生产以来，所用原料药材均为野生龙牙楤木干燥茎皮。故标准收载药材来源为龙牙楤木干燥茎皮。

样品收集情况：共收集样品10批，分别来自吉林省境内4个产地，详细信息见表1。

表1 龙牙楤木样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
LYCM-1	茎皮	吉林省通化东宝五药有限公司	药材
LYCM-2	茎皮	吉林省舒兰县	药材
LYCM-3	茎皮	吉林省舒兰县九龙山	药材
LYCM-4	茎皮	吉林省舒兰县舒兰林场	药材
LYCM-5	茎皮	吉林省磐石县黄河水库	药材
LYCM-6	茎皮	吉林省舒兰县	药材
LYCM-7	茎皮	吉林省舒兰县	药材
LYCM-8	茎皮	吉林省舒兰县	药材
LYCM-9	茎皮	吉林省磐石县烟筒山镇	药材
LYCM-10	茎皮	吉林省白山市通沟老房子	药材

备注：10批龙牙楤木样品经鉴定为五加科植物辽东楤木Aralia elata(Miq.)Seem.的茎皮。实验中龙牙楤木对照药材来自中国药品生物制品检定所。

【性状】 根据对收集到的10批次龙牙楤木样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈不规则片状、槽状或单、双卷筒状，长5～35cm，厚0.1～0.5cm。外表面灰色至灰褐色，具纵裂纹，有刺，长0.1～0.5cm。有的老皮刺脱落。内表面黄白色或暗棕黄色，有细皱纹。质硬脆，易折断，断面纤维性。气微，味淡。皮厚者为佳，药材样品见图3。

图3 龙牙楤木药材

【鉴别】 （1）显微鉴别：分别对10批次龙牙楤木样品横切面及粉末进行了显微特征观察，每个批次样品观察不少于10张制片。

横切面：木栓层为数列至数十列棕黄色细胞。皮层分泌道较多，散在，分泌细胞4～18个。韧皮部宽广，外侧有裂隙，分泌道较多，散在；射线宽 1～5 列细胞；韧皮纤维数十个成群，断续成环。薄壁细胞含草酸钙簇晶。详见图4。

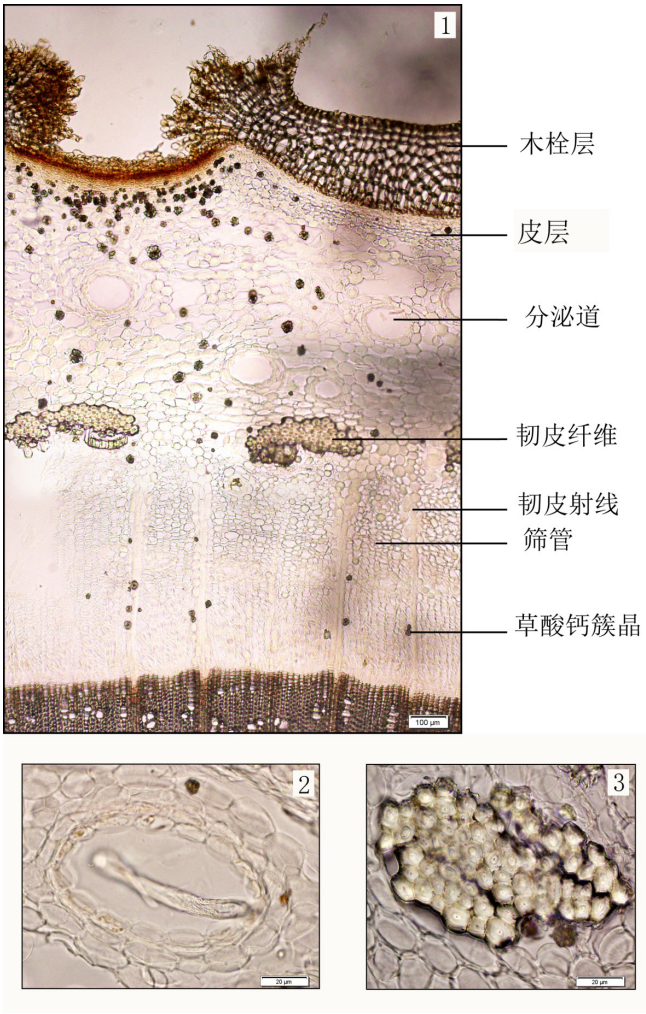


图4 龙牙楤木横切面

1.显微横切　2.分泌道（放大）　3.韧皮纤维（放大）

粉末显微特征：取本品粉末，水合氯醛透化，置显微镜下观察：粉末灰白色。木栓细胞棕黄色，多角形或长方形。草酸钙簇晶直径10～60μm，存在于薄壁细胞中，常排列成行。分泌道碎片无色或含淡黄色分泌物。韧皮纤维成束或单个散在，壁厚。石细胞偶见，单个或成群，类圆形、方形或不规则形，壁厚，可见层纹及孔沟。详见图5。

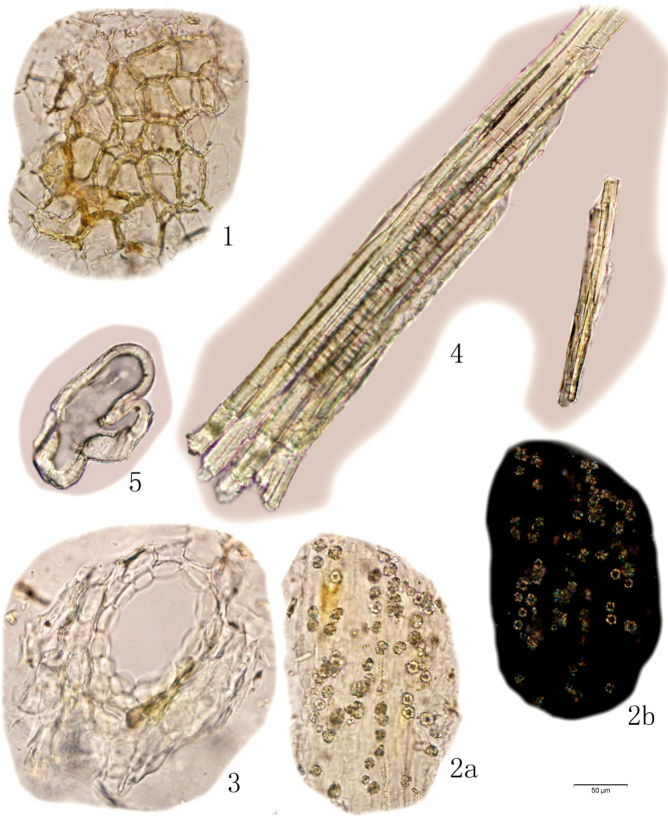


图5 龙牙楤木粉末

1. 木栓细胞　2a.草酸钙簇晶日光　2b.草酸钙簇晶偏光
3. 分泌道　4. 韧皮纤维　5. 石细胞

（2）薄层色谱鉴别：龙牙楤木主要有效成分是龙牙楤木总皂苷，因未收集到龙牙楤木皂苷A、B、C对照品，选龙牙楤木对照药材作为对照。根据龙牙楤木皂苷易溶于甲醇的化学特性，以甲醇为提取溶剂超声提取，提取液作为供试品溶液经薄层鉴别试验，结果薄层色谱分离效果好，斑点集中清晰，比移值适中，重现性好，方法可行，故薄层鉴别列入标准正文。

取本品粉末1g，加甲醇20ml，超声处理10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取龙牙楤木对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（6∶4∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。10批样品按本法检验，均符合规定。见图6。

耐用性考察：对三个厂家的硅胶G预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20150108；青岛裕民源硅胶试剂厂，批号：20160112；天津思利达科技有限公司，批

号：20110608）的展开效果进行考察，对不同展开温度（15℃、20℃、30℃）和不同相对湿度（25%、40%、65%）下进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

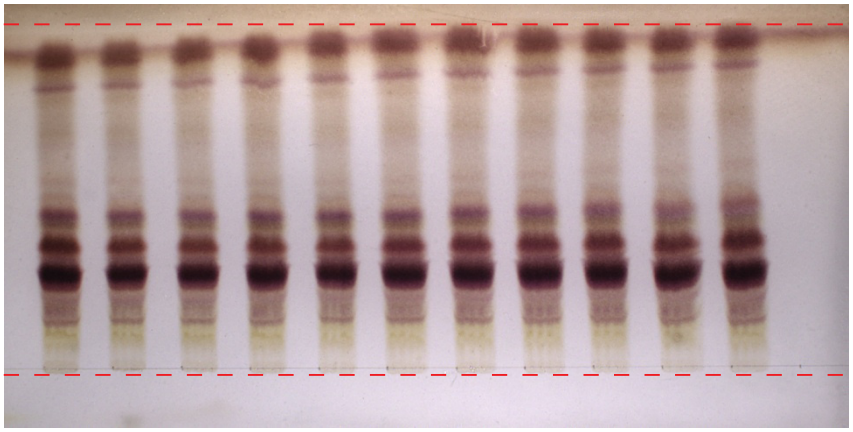


图6 龙牙楤木样品TLC图（日光下）

1.LYCM-1　2.LYCM-2　3.LYCM-3　4.LYCM-4　5.LYCM-5　6.LYCM-6　7.LYCM-7
8.LYCM-8　9.LYCM-9　10.LYCM-10　11.龙牙楤木对照药材　12.空白对照

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20150108，规格：10cm×20cm；条带状点样，条带宽度为6mm；点样量：2μl；展距8cm；温度：18℃；相对湿度：30%；

展开剂：三氯甲烷-甲醇-水（6∶4∶1）；

显色与检视：10%硫酸乙醇溶液，105℃加热至斑点显色清晰，日光下检视。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表2。根据最高值、最低值及平均值。由于样品检测时为北方秋、冬季节，气候干燥，湿度偏低（相对湿度为10%～25%），考虑存在气候季节因素等，将本品水分限度定为不得过12.0%。

表2 龙牙楤木样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
LYCM-1	5.95	LYCM-6	7.53
LYCM-2	7.42	LYCM-7	7.24
LYCM-3	6.48	LYCM-8	7.40
LYCM-4	6.81	LYCM-9	6.72
LYCM-5	9.57	LYCM-10	6.95

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，结果见表3。根据最高值、最低值及平均值。考虑本品为多年生木本植物，茎皮有粗细，厚薄差异较大，因此，将本品总灰分定为不得过8.0%。

表3 龙牙楤木样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
LYCM-1	5.65	LYCM-6	4.84
LYCM-2	5.84	LYCM-7	6.15
LYCM-3	5.36	LYCM-8	5.47
LYCM-4	5.58	LYCM-9	5.75
LYCM-5	5.84	LYCM-10	4.68

【浸出物】 查阅相关文献，龙牙楤木主要有效成分为龙牙楤木总皂苷，主含龙牙楤木皂苷 A、B、C（Araloside A、B、C），为三萜皂苷类化合物，在热水、甲醇、乙醇中易溶。分别采用水和乙醇作为提取溶剂进行考察，热浸法有利于主要化学成分溶出，并可节省提取时间，故采用热浸法测定。测得10批样品水溶性浸出物均值为36.93%，虽高于醇溶性浸出物均值24.03%，但浸出粘液质等杂质较多，滤过困难。故选乙醇为溶剂，并对不同浓度乙醇（60%乙醇、70%乙醇、80%乙醇）浸出物测定比较，结果：60%乙醇为溶剂浸出物含量较低，70%乙醇和80%乙醇为溶剂浸出物含量相当，故选用70%乙醇为溶剂，热浸法测定，以此来控制药材质量。

照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用70%乙醇作溶剂，10批样品测得醇溶性浸出物在22.0%～26.8%之间，均值为24.0%。按照平均值的80%计算限度，将本品浸出物限度定为不得少于20.0%。结果见表4。

表4 龙牙楤木样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
LYCM-1	26.78	LYCM-6	23.41
LYCM-2	22.05	LYCM-7	23.80
LYCM-3	22.50	LYCM-8	25.42
LYCM-4	22.25	LYCM-9	24.60
LYCM-5	24.57	LYCM-10	24.99

不同采期样品浸出物含量考察 同一产地龙牙楤木，分别于5月、7月、9月采集样品，用70%乙醇作为提取溶剂，测定浸出物，不同采收期的样品浸出物结果基本一致。 粗茎皮浸出物含量高于细茎皮。不同采收期粗茎皮浸出物含量基本相同。 本品为多年生木本植物，浸出物含量与植物生长年限有关，与采收季节关系不大。因夏季和冬季采收茎皮不便，故春、秋二季采收。

【性味与归经】 参照有关文献[2, 3]，按中医理论初步拟定后经吉林省地方药材标准审查委员会医学专家审查确认为“苦、辛，平；归心、脾、胃、肝、肾经”。

【功能与主治】 参照《吉林药材图志》等文献[2, 3, 7]，按中医理论进行规范整理

拟定，并经吉林省地方药材标准审查委员会医学专家审查确认为“益气补肾，祛风除湿，活血通络，利水消肿。用于失眠多梦，风湿痹病，消渴，水肿，便秘，阳痿，胁痛”。

【用法与用量】 10～25g。参照有关文献[1, 7]制定。

【注意】 孕妇忌服。根据本品具有“活血止痛”功效，参照《部颁十三册》[5]中潮安胶囊质量标准制定。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

参考文献

[1] 樊绍钵, 段维和, 邓明鲁, 等. 吉林药材图志[M]. 北京：中医古籍出版社, 1987：546-548.

[2] 全国中草药汇编编写组编. 全国中草药汇编[M]. 北京：人民卫生出版社, 1975：254-255.

[3] 张贵君.常用中药鉴定大全[M]. 哈尔滨：黑龙江科技出版社, 1993：485-486.

[4] 中国科学院中国植物志编委会. 中国植物志：第54卷[M]. 北京：科学出版社, 1978：166-168.

[5] 中华人民共和国卫生部药典委员会编. 中华人民共和国卫生部药品标准中药成方制剂：第十三册[S]. 北京：人民卫生出版社, 1997：224.

[6] 傅沛云. 东北植物检索表（第二版）[M]. 北京：科学出版社, 1995：454.

[7] 黑龙江省药品监督管理局. 黑龙江省中药材标准[S]. 2001：47

研究起草人： 栾国华　白鸥　金立弟　杨思广　吕辉

起草单位： 吉林市食品药品检验所

复核单位： 白山市食品药品检验所

审　　校： 王路宏　杨树东

DBY-22-JLYC-005-2018

东北苦菜

Dongbeikucai

IXERIDII GRAMINEI HERBA

本品为菊科植物窄叶小苦荬*Ixeridium gramineum* (Fisch.) Tzvel.的干燥全草。又名“北败酱”。5～6月采收，除去杂质，晒干。

【性状】 本品根呈长圆锥形，长2～6cm，直径0.2～0.4cm；表面棕黄色至棕褐色，具纵皱纹；质脆易断，断面黄白色，有黄色木心。基生叶多卷曲或破碎，完整者呈长椭圆状倒披针形，边缘有尖齿，基部渐狭，两面无毛。花序梗细长，呈圆柱形或类圆柱形，灰绿色，具纵纹，断面类白色，有髓或中空。头状花序排成伞房花序，舌状花黄色、白色或粉红色。瘦果狭披针形，红棕色至棕褐色，具纵纹，顶端具细软的白色冠毛。气微，味苦。

【鉴别】 （1）本品粉末灰绿色。叶表皮细胞垂周壁微波状弯曲，气孔不定式或不等式，副卫细胞3～4个。花茎表皮细胞类长方形，气孔多为不等式，副卫细胞4～5个。冠毛为多列性分枝状毛，各分枝单细胞，先端渐尖。花粉粒圆形或类圆形，直径约15～30μm，外壁有齿状突起，具2～3个萌发孔。螺纹导管多见。

（2）取本品粉末1g，加甲醇15ml，超声处理15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取东北苦菜对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取木犀草素对照品，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》 2015年版 四部 通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸（5∶1∶0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铝乙醇溶液，热风吹干，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过11.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过11.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过2.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用30%乙醇作溶剂，不得少于21.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以苯基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以0.2%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350nm。理论板数按木犀草苷峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0 ~ 15	10→17	90→83
15 ~ 45	17→18	83→82
45 ~ 50	18→40	82→60
50 ~ 55	40→10	60→90

对照品溶液的制备 取木犀草苷对照品适量，精密称定，加70%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1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇50ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含木犀草苷（$C_{21}H_{20}O_{11}$）不得少于0.15%。

【炮制】 除去泥土等杂质，抢水洗净，稍晾，切段，晒干。

【性味与归经】 苦，寒。归肝、胃、大肠经。

【功能与主治】 清热解毒，化瘀排脓。用于肺热咳嗽，痈肿疮毒，肺痨咳血，癥瘕积聚。

【用法与用量】 5 ~ 15g；外用适量。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

东北苦菜质量标准起草说明

【药材名称】正名　　东北苦菜
汉语拼音名　　Dongbeikucai
拉丁名　　IXERIDII GRAMINEI HERBA

【概述】东北苦菜，曾用名北败酱，其原标准收载于《吉林省药品标准》（1977），在吉林省食品药品监督管理局2015年第20号公告中，将《吉林省药品标准》（1977）中的北败酱[1]（菊科植物变色苦菜*Ixeris vesicolor* DC.与中华苦菜*Ixeris chinensis* (Thunb.) Nakai 的干燥全草）修订为东北苦菜（菊科植物变色苦菜*Ixeris vesicolor* DC.的干燥全草）。在《吉林省药品标准》（1977）中收载的变色苦菜拉丁名为*Ixeris vesicolor* DC.，依据《中国植物志》，变色苦菜(拉丁名应为*Ixeris versicolor* DC.)为窄叶小苦荬*Ixeridium gramineum* (Fisch.) Tzvel.的别名。因此，将东北苦菜的基原修改为窄叶小苦荬*Ixeridium gramineum* (Fisch.) Tzvel.。历版《中国药典》中均未有该药材质量标准的收载。此次该药材质量标准的修订增加了显微和薄层色谱鉴别、水分、总灰分、浸出物检查以及木犀草苷的含量测定。本品味苦、性寒，具有清热解毒、消炎的作用。用于肠痛，肺热咳嗽，痈肿疮毒等[1]广泛应用于民间。据收载[2]中记录，东北苦菜分布于黑龙江（哈尔滨、安达）、吉林（通榆）、内蒙古（呼和浩特）、河北（小五台山、内丘、琢鹿）等地，生于山坡草地、林缘、林下、河边、沟边、荒地及沙地上，海拔100～4000米。目前无规范化种植基地。

【来源】为菊科植物窄叶小苦荬*Ixeridium gramineum* (Fisch.) Tzvel.的干燥全草.

植物形态：多年生草本，高6～30cm。根垂直或弯曲，不分枝或有分枝，生多数或少数须根。茎低矮，主茎不明显，自基部多分枝，全部茎枝无毛。基生叶匙状长椭圆形、长椭圆形、长椭圆状倒披针形、披针形、倒披针形或线形，包括叶柄长3.5～7.5cm，宽0.2～6cm，不分裂或至少含有不分裂的基生叶，边缘全缘或有尖齿或羽状浅裂或深裂或至少基生叶中含有羽状分裂的叶，基部渐狭成长或短柄，侧裂片1～7对，集中在叶的中下部，中裂片较大，长椭圆形、镰刀形或狭线形，向两侧的侧裂片渐小，最上部或最下部的侧裂片常尖齿状；茎生叶少数，1～2枚，通常不裂，较小，与基生叶同形，基部无柄，稍见抱茎；全部叶两面无毛。头状花序多数，在茎枝顶端排成伞房花序或伞房圆锥花序，含15～27枚舌状小花。总苞圆柱状，长7～8mm；总苞片2～3层，外层及最外层小，宽卵形，长0.8mm，宽0.5～0.6mm，顶端急尖，内层长，线状长椭圆形，长7～8mm，宽1～2mm，顶端钝。舌状小花黄色，极少白色或红

色。瘦果红褐色，稍压扁，长椭圆形，长2.5mm，宽0.7mm，有10条高起的钝肋，沿肋有上指的小刺毛，向上渐狭成细喙，咏细丝状，长2.5mm。冠毛白色，微粗糙，长近4mm。花果期3～9月[2]

东北苦菜以干燥全草入药，5～6月枝叶茂盛，产量较大，因此采收季节定为5～6月。据近代研究表明[3]，东北苦菜中主要含有机酸及具有生物活性的黄酮类化合物，木犀草苷是黄酮类有效化学成分，其抗氧化作用强，具有增强毛细血管的舒张，降低胆固醇的作用；同时木犀草苷具有解热抗炎的活性，因此，将东北苦菜中的木犀草苷作为含量测定指标具有一定的科学依据。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1，见图1、图2。

表1 东北苦菜样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
DBKC-1	干燥全草	梅河口茂祥药业对面	药材
DBKC-2	干燥全草	松原市乾安县城南	药材
DBKC-3	干燥全草	长春南环城路	药材
DBKC-4	干燥全草	松原白依拉嘎乡韩家店	药材
DBKC-5	干燥全草	王府服务区	药材
DBKC-6	干燥全草	黄河服务区	药材
DBKC-7	干燥全草	前郭县万宝山服务区	药材
DBKC-8	干燥全草	乾安城北	药材
DBKC-9	干燥全草	通榆北郊	药材
DBKC-10	干燥全草	农安县华安服务区	药材

备注：序号2样品制成标本，经专家鉴定为菊科植物窄叶小苦荬*Ixeridium gramineum* (Fisch.) Tzvel.，实验中以该批样品作为对照药材与其它批次样品进行比对。

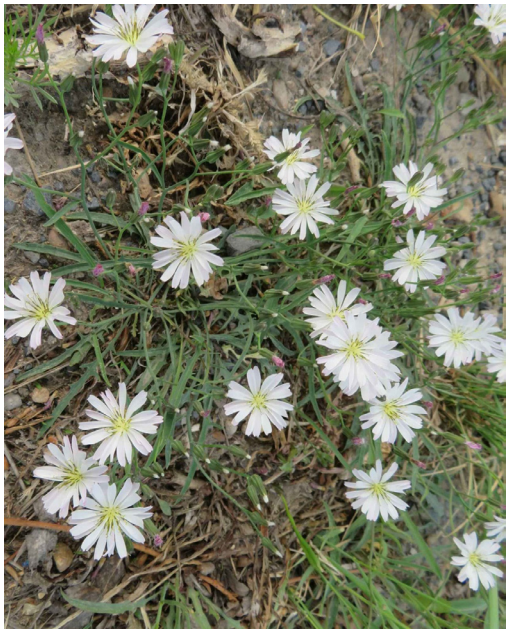


图1 东北苦菜原植物

图2 东北苦菜标本

【性状】 根据对收集到的10批东北苦菜样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品根呈长圆锥形，长2～6cm，直径0.2～0.4cm；表面棕黄色至棕褐色，具纵皱纹，质脆易断，断面黄白色，有黄色木心。基生叶多卷曲或破碎，完整者呈长椭圆状倒披针形，边缘有尖齿，基部渐狭，两面无毛。花序梗细长，呈圆柱形或类圆柱形，灰绿色，具纵纹，断面类白色，有髓或中空。头状花序排成伞房花序，舌状花黄色、白色或粉红色。瘦果狭披针形，红棕色至棕褐色，具纵纹，顶端具细软的白色冠毛。气微，味苦。详见图3。

图3 东北苦菜药材图片

【鉴别】 （1）取10批东北苦菜药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末灰绿色。叶表皮细胞垂周壁微波状弯曲，气孔不定式或不等式，副卫细胞3～4个。花茎表皮细胞类长方形，气孔多为不等式，副卫细胞4～5个。冠毛为多列性分枝状毛，各分枝单细胞，先端渐尖。花粉粒圆形或类圆形，直径约15～30μm，外壁有齿状突起，具2～3个萌发孔。螺纹导管多见。详见图4。

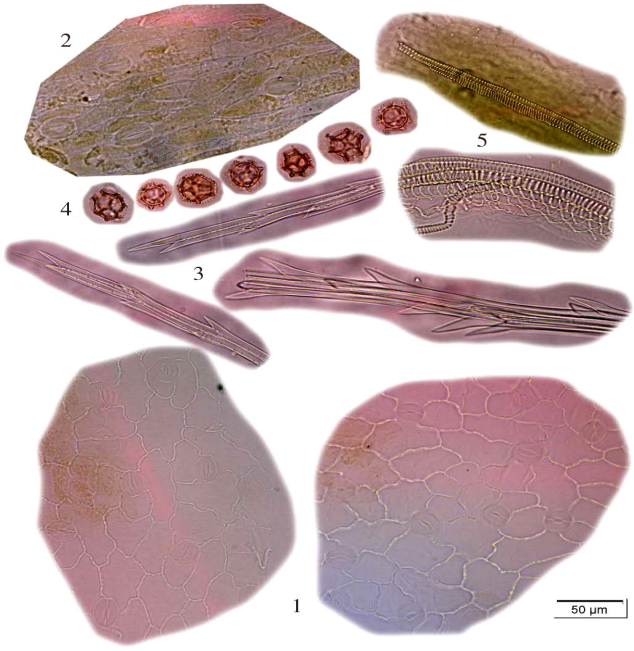


图4 东北苦菜粉末

1.叶表皮细胞及气孔　2.花茎表皮细胞及气孔　3.冠毛　4.花粉粒　5.导管

（2）取本品粉末1g，加甲醇15ml，超声处理15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取东北苦菜对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取木犀草素对照品，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸（5∶1∶0.2）溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铝乙醇溶液，热风吹干，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。10批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好。

耐用性实验考察：对三个厂家硅胶G预制薄层板（青岛海洋化工有限公司，批号：20150609；国药集团化学试剂有限公司，批号：20161027；烟台市化学工业研究所，批号：20170527）的展开效果进行考察，对不同展开温度（8℃、30℃）进行考察，对不同展开湿度（20%、80%）进行考察，结果除国药集团化学试剂有限公司提供的薄层板分离效果欠佳外，其余因素影响不大，本法具有良好的耐用性。详见图5。

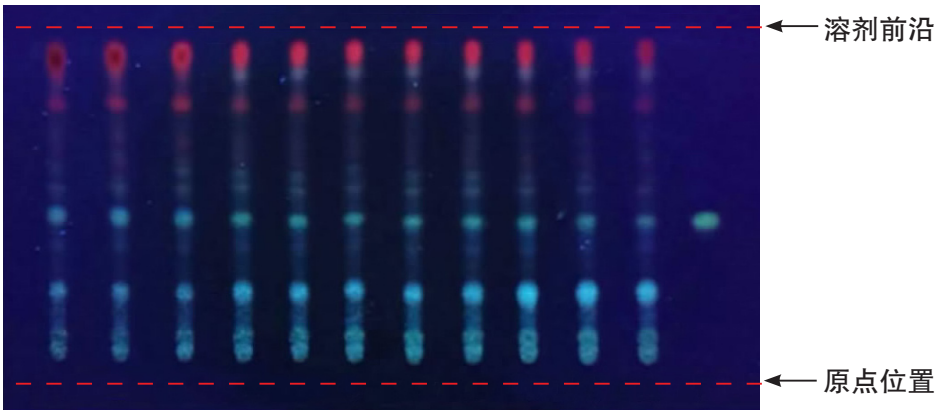


图5 东北苦菜TLC图（365nm荧光下）

1.DBKC-1 2.DBKC-2 3.DBKC-3 4.DBKC-4 5.DBKC-5 6.DBKC-6 7.DBKC-7
8东北苦菜对照药材 9.DBKC-8 10.DBKC-9 11.DBKC-10 12.木犀草素对照品

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工有限公司，批号：20150609，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：2μl，展距：8.0 cm；温度：23℃；相对湿度：58%；

展开剂：三氯甲烷-甲醇-甲酸（5∶1∶0.2）；

显色与检视：喷以2%三氯化铝乙醇溶液，热风吹干，置紫外光灯（365nm）下检视。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对东北苦菜10批样品进行水分测定。结果见表2，根据最高值、最低值及平均值，并考虑该药材加工储运过程的影响，将药材水分限值定为不得过11.0%。

表2 东北苦菜样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
DBKC-1	8.7	DBKC -6	8.8
DBKC -2	7.4	DBKC -7	8.3
DBKC -3	8.4	DBKC -8	7.5
DBKC -4	7.5	DBKC -9	9.1
DBKC -5	8.3	DBKC -10	8.3

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对东北苦菜10批样品进行总灰分测定。结果见表3，据最高值、最低值及平均值，将总灰分限值定为不得过11.0%。

表3 东北苦菜样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
DBKC -1	7.8	DBKC -6	10.0
DBKC -2	10.1	DBKC -7	9.7
DBKC -3	8.5	DBKC -8	8.7
DBKC -4	10.2	DBKC -9	8.8
DBKC -5	9.4	DBKC -10	8.8

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对东北苦菜10批样品进行酸不溶性灰分测定。结果见表4，据最高值、最低值及平均值，将酸不溶性灰分限值定为不得过2.0%。

表4 东北苦菜样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
DBKC -1	1.5	DBKC -6	1.3
DBKC -2	1.2	DBKC -7	1.6
DBKC -3	1.5	DBKC -8	1.8
DBKC -4	1.7	DBKC -9	1.7
DBKC -5	1.5	DBKC -10	1.2

浸出物 按照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）测定。

查阅文献表明[4-5]，东北苦菜中的主要化学成分有木犀草苷、木犀草素、金丝桃苷、槲皮素、山柰素、异鼠李素等黄酮类化合物。由于黄酮类化合物极性较大，多为水溶性和醇溶性成分，因此考虑水和乙醇作为溶剂。由于加热提取一方面有利于化学成分的溶出，另一方面又节省时间，所以采用热浸法进行实验。在实验中考察了水、

30%乙醇、稀乙醇、70%乙醇、乙醇作为溶剂进行浸出物测定，结果以30%乙醇浸出物含量最高，故采用30%乙醇为溶剂。浸出物指标参考10批样品的实测值制定。结果见表5，据最高值、最低值及平均值，将浸出物限值定为不得少于21.0%。

表5 东北苦菜样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
DBKC -1	29.5	DBKC -6	28.8
DBKC -2	24.4	DBKC -7	30.0
DBKC -3	30.2	DBKC -8	23.3
DBKC -4	22.9	DBKC -9	27.9
DBKC -5	24.2	DBKC -10	23.3

【含量测定】 东北苦菜具有较高含量的木犀草苷，据参考文献报道[6]木犀草苷具有较强的杀菌消炎，解热镇痛的功效，在抗病毒和抗肿瘤方面表现出较好的作用。为了提高东北苦菜药材质量控制水平，根据参考文献[7~10]采用高效液相色谱法测定东北苦菜中有效成分木犀草苷含量，结果显示该方法灵敏度高，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品内在质量的控制方法，具体测定方法考察和实验结果如下。

1.方法考察与结果

1.1 色谱条件

以苯基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以0.2%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350nm。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0 ~ 15	10→17	90→83
15 ~ 45	17→18	83→82
45 ~ 50	18→40	82→60
50 ~ 55	40→10	60→90

取木犀草苷对照品溶液在200 ~ 400nm波长处进行扫描，结果分别在350nm，254nm，207nm波长处有最大吸收，参考《中国药典》2015版中金银花和锦灯笼的检验标准[11]，其测定的有效成分均为木犀草苷，检测波长均为350nm，故确定东北苦菜的检测波长为350nm，详见图6。

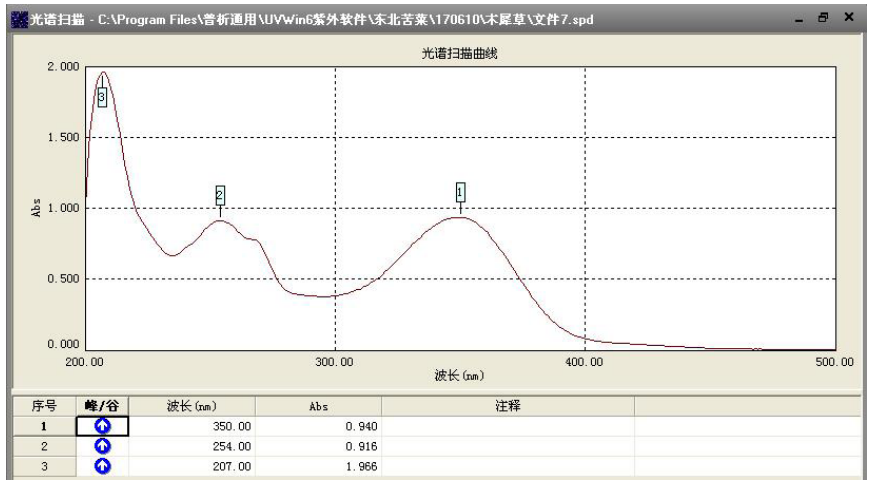


图6 木犀草苷紫外扫描图

1.2 提取方法

1.2.1 提取溶剂考察

选取70%乙醇、70%甲醇、乙醇、甲醇、水为溶剂，均超声提取进行比较试验。方法：取本品粉末1g，精密称定，共5份，置具塞锥形瓶中，分别精密加入上述五种溶剂50mL，称定重量，超声处理30分钟，放冷，再次称定重量，用相应的溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。照标准正文色谱条件测定。结果详见表6，70%乙醇、70%甲醇提取结果无明显变化，但是70%乙醇毒性稍小，故确定70%乙醇作为提取溶剂。

表6 提取溶剂考察

提取方法	木犀草苷含量（%）
70%乙醇	0.27
70%甲醇	0.27
乙醇	0.15
甲醇	0.25
水	未检出

1.2.2 提取方法考察

取本品粉末1g，精密称定，共2份，置具塞锥形瓶中，分别精密加入70%乙醇50ml，称定重量，分别采用超声处理、加热回流两种提取方法各进行提取30分钟，放冷，再次称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。照标准正文色谱条件测定。结果详见表7，两种提取方法效果差别不大，故选择超声处理方式 。

表7 提取方式考察

提取方法	木犀草苷含量（%）
方法一	0.27
方法二	0.27

1.2.3 提取时间的考察

取本品粉末1g，精密称定，共3份，置具塞锥形瓶中，分别精密加入70%乙醇50mL，称定重量，分别超声处理30分钟、45分钟、60分钟，放冷，再次称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。照标准正文色谱条件测定。结果详见表8，三种提取时间效果差别不大，故确定超声处理时间为30分钟 。

表8 提取时间考察

提取时间（分钟）	木犀草苷含量（%）
30	0.28
45	0.28
60	0.28

1.2.4 超声功率的考察

取本品粉末1g，精密称定，共2份，置具塞锥形瓶中，分别精密加入70%乙醇50mL，称定重量，分别在超声功率为150W和300W两种功率下超声处理30分钟，放冷，再次称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。按标准正文色谱条件测定。结果详见表9，超声功率为300W时提取效果较优，故确定超声功率为300W。

表9 超声功率考察

提取超声功率	木犀草苷含量（%）
150W	0.22
300W	0.28

综合以上试验结果，最终东北苦菜提取方法如下：取本品粉末1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇50ml，称定重量，超声（功率300W，频率40kHz）处理30分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取木犀草苷对照品约12.35mg，置100ml量瓶中，加70%乙醇适量溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液（1）；精密量取上述溶液5ml，稀释至10ml容量瓶

中，摇匀，作为对照品溶液（2）；分别精密吸取对照品溶液（2）1、5、10、20μl，精密吸取对照品溶液（1）20μl，分别注入液相色谱仪，记录峰面积，以对照品进样量为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，结果表明木犀草苷在0.0586～2.344μg范围内，呈线性关系，回归方程为$Y = 4606482X - 53612$，$r = 0.9999$。

2.2 精密度试验

2.2.1 重复性试验

取同一批样品（DBKC-1）粉末1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，共6份，按标准正文的方法提取，测定，结果木犀草苷含量平均值为0.28%，RSD=0.9%。试验表明该法的重复性良好。

2.2.2 中间精密度

取同一批样品（DBKC-1）粉末1g，三名不同操作人员，三台不同的高效液相色谱仪，不同检测日期，按标准正文方法提取、测定，结果测得木犀草苷含量平均值为0.27%，RSD=1.9%（n=3）。试验结果表明该法的中间精密度良好。

2.3 准确度试验

精密称取木犀草苷对照品21mg，置100ml量瓶中，加70%乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，作为木犀草苷对照品储备液。

取已知含量的样品（DBKC-1，木犀草苷含量：0.277%）粉末1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，共6份，精密吸取上述对照品储备液10ml分别置于具塞锥形瓶中，照标准正文拟定的方法提取、测定，计算加样回收率，结果木犀草苷平均回收率为98.3%，RSD=0.9%（n=6）。

2.4 耐用性试验

2.4.1 色谱柱的考察

分别采用三家不同品牌的色谱柱及高效液相色谱仪[Agilent ZORBAX SB-phenyl（4.6mm×250mm，5μm）、Platisil PH（4.6mm×250mm，5μm）、Sepax GP-phenyl（4.6mm×250mm，5μm）及Agilent 1200RRLC、戴安Ultimate3000、岛津 LC-2010AHT）]上进行了比较，测定样品中木犀草苷的理论板数分别为30130、40321、42814；拖尾因子分别为1.02、0.91、1.01；三根色谱柱测定结果平均值为0.27%，RSD=1.9%（n=3）。结果表明，测定条件小的变动能满足系统适用性试验要求，能够保证方法的可靠性。

2.4.2 溶液稳定性的考察

取同一样品（DBKC-1）粉末1g，精密称定，按照标准正文拟定的方法提取，分别于0小时、4小时、8小时、16小时、24小时测定，记录木犀草苷的峰面积，峰面积的平均值为2247331，RSD=0.6%（n=5）。试验结果表明样品溶液的稳定性良好。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定的方法，测定了10批样品中木犀草苷的含量（详见表10）据最高值、最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，以干燥品计算，规定本品含木犀草苷（$C_{21}H_{20}O_{11}$）不得少于0.15%。

木犀草苷对照品HPLC图和东北苦菜药材样品HPLC图见图7、图8。

表10 东北苦菜样品含量测定结果

样品编号	水分（%）	木犀草苷含量（%）	平均木犀草苷含量（%）
DBKC-1	8.7	0.28	
DBKC-2	7.4	0.17	
DBKC-3	8.4	0.31	
DBKC-4	7.5	0.16	
DBKC-5	8.3	0.19	0.225
DBKC-6	8.8	0.32	
DBKC-7	8.3	0.23	
DBKC-8	7.5	0.21	
DBKC-9	9.1	0.17	
DBKC-10	8.3	0.21	

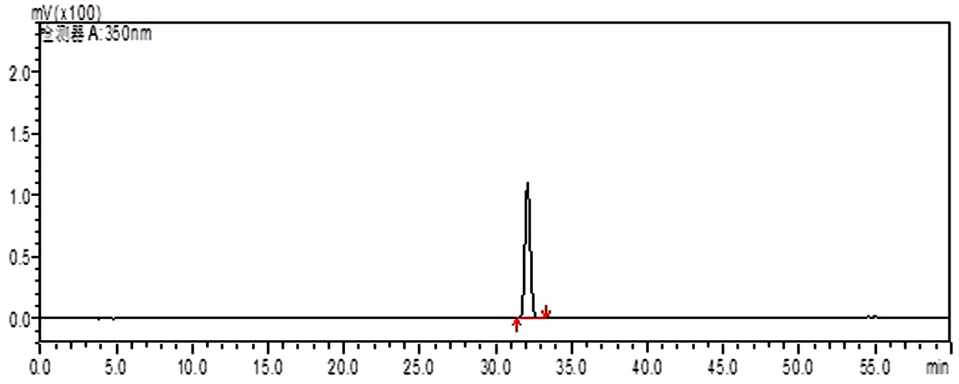


图7 木犀草苷对照品HPLC图

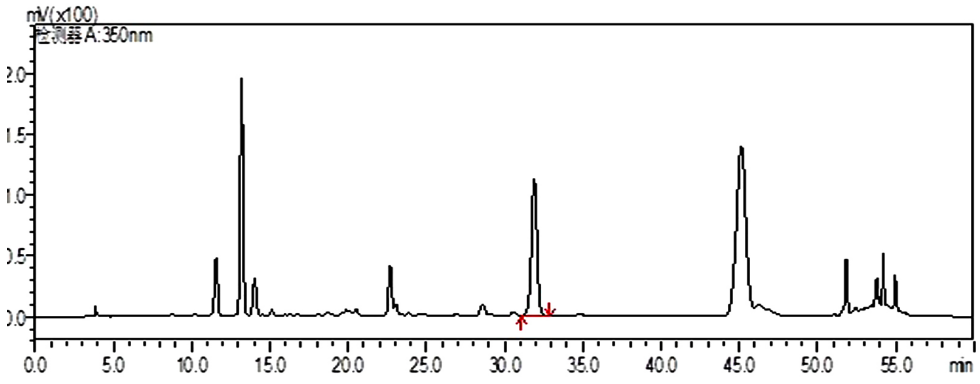


图8 东北苦菜样品HPLC图

【炮制】 《吉林省药品标准》（1977年版）[1]为“除去泥土等杂质，洗净，速捞，沥水，切15mm段，晒干。”经专家评审会确定为“除去泥土等杂质，抢水洗净，稍晾，切段，晒干。”

【性味与归经】 苦，寒。归肝、胃、大肠经。“性味”沿用《吉林省药品标准》（1977年版）[1]；“归经”经医学专家会确定为“归肝、胃、大肠经。”

【功能与主治】 《吉林省药品标准》（1977年版）[1]为“清热解毒，消炎。用于肠痛，肺热咳嗽，痈肿疮毒，肺结核。”经医学专家会确定为“清热解毒，化瘀排脓。用于肺热咳嗽，痈肿疮毒，肺痨咳血，癥瘕积聚。”

【用法与用量】 《吉林省药品标准》（1977年版）[1]为“15～50g”经医学专家会确定为“5～15g；外用适量。”

【贮藏】 置阴凉干燥处。沿用《吉林省药品标准》（1977年版）[1]。

参考文献

[1]吉林省卫生厅. 吉林省药品标准1977版[S]. 1977：52.

[2]中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志 [M]. 北京：科学出版社，1997: 253.

[3]刘海霞. 中华苦荬菜与苣荬菜主要化学成分及保肝抗炎药理作用的比较研究[D]. 山西：山西中医学院，2016.

[4]管任伟，曲永胜等. 木犀草苷的药理作用研究[J]. 中国野生植物资源，2014，33（01）：1-3.

[5]国家药典委员会.《中国药典》2015年版四部[S]. 北京：中国医药科技出版，2015.

[6]李慧峰，荆然，程艳刚等. 北败酱（苣荬菜）药材质量标准研究[J]. 中国药师，2016，19（05）：842-845.

[7]孔增科，李利军，傅正良等. 败酱草、北败酱的鉴别与临床合理应用[J]. 河北中医，2009，31（02）：270-271.

[8]辛智科. 浅谈北败酱的药材来源及应用[J]. 陕西中医，2006，（12）：1572-1573.

[9]姜茁松，李井涛. HPLC法测定北败酱中绿原酸含量[J]. 长春中医药大学学报，2016，32（02）：259-260.

[10]王焕芸，李俊平，李晓霞，孟敏等. 蒙药材北败酱的质量标准研究[J]. 内蒙古医学院学报，2009，31（02）：135-139.

[11]国家药典委员会.《中国药典》2015年版一部[S]. 北京：中国医药科技出版，2015：221.360.

研究起草人：柳莹　刘海洋　姜启娟　殷丹　相坤　李文玉

起草单位：通化市食品药品检验所

复核单位：四平市食品药品检验所

审　　校：杨树东　彭振宇

北香薷

Beixiangru

ELSHOLTZIAE HERBA

本品为唇形科植物香薷*Elsholtzia ciliata*（Thunb.）Hyland.的干燥地上部分。夏秋二季花盛时采割，除去杂质，晒干或阴干。

【性状】 本品长30～90cm。茎四棱形，多分枝，有毛，表面浅黄棕色或紫褐色；质硬脆，易折断，断面中央有较大的髓。叶对生，多深绿色，常碎落，完整者呈狭卵形至卵状长圆形，边缘有锯齿。穗状花序腋生或顶生，花偏向一侧，苞片近圆形，萼钟状，5裂。气特异而浓烈，味辛。

【鉴别】（1）本品粉末灰绿色。表皮细胞表面观呈类多角形或不规则形，角质线纹明显，垂周壁增厚，微波状弯曲；气孔可见，直轴式。非腺毛有两种：一种单细胞非腺毛，短小，呈锥形；另一种非腺毛1～6细胞，有疣状突起。腺鳞头部多为8细胞，内含黄棕色物，柄单细胞；小腺毛2细胞，单细胞头，单细胞柄。栅栏组织细胞呈长柱形，单列；海绵组织类圆形，空隙明显。花粉粒类圆形，直径20～115μm，具6沟。导管多为网纹或梯纹、螺纹，壁微木化。木纤维呈长条形，成束或单个散在，壁较薄，微木化。

（2）取本品粉末0.5g，加甲醇10ml，超声处理15分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取北香薷对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-丙酮（10∶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。

【检查】 **水分** 不得过9.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）。

总灰分 不得过11.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过2.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【含量测定】 照挥发油测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2204）测定。本品含挥发油不得少于 0.40%（ml/g）。

【炮制】 除去杂质，用水喷润，切段，晒干。

【性味与归经】 辛，微温。归肺、胃经。

【功能与主治】 发汗解表，化湿和中，利水消肿。用于夏月感寒饮冷，恶寒发热，头痛无汗，胸痞腹痛，呕吐泄泻，水肿，小便不利。

【用法与用量】 5 ~ 15g。

【注意】 表虚多汗者忌用。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

北香薷质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　北香薷
汉语拼音名　　Beixiangru
拉丁名　　ELSHOLTZIAE HERBA

【概述】 北香薷，别名水芳花、山苏子、小荆芥等。吉林省地产品种北香薷收载于《本草衍义》，《吉林省药品标准》1977年版 、《辽宁省药材标准》1980年版、1987年版及2009年版均收载。吉林省主要分布于通化、抚松、集安、长白、和龙、安图、敦化、永吉、舒兰、磐石、九台等县（市）。生于林缘、路旁及河岸[1, 2]。

【来源】 本品为唇形科植物香薷*Elsholtzia ciliata*（Thunb.）Hyland.的干燥地上部分。

植物形态：一年生草本，高30～90cm，具密集的须根。茎直立，通常自中部以上分支，钝四棱形，具槽，无毛或被疏柔毛，常成麦秆黄色，老时变紫褐色。叶卵形或椭圆状披针形，长1～11cm，宽1～4cm，先端渐尖，基部楔状下延成狭翅，边缘具锯齿，上面绿色，疏生小硬毛，下面淡绿色，沿主脉疏被小硬毛，余部散布松脂状腺点，侧脉6～7对；叶柄长0.5～3.5cm，背平腹凸，边缘具狭翅，疏被小硬毛。穗状花序长1～5cm，宽达1cm，偏向一侧，由多花的轮伞花序组成；苞片宽卵圆形或扁圆形，长宽约4mm，先端具芒状突尖，尖头长达2mm，多半退色，外面近无毛，疏布松脂状腺点，内面无毛，边缘具缘毛；花梗纤细，长1.2mm，近无毛，序轴密被白色短柔毛。花萼钟形，长约3.5mm，外面被疏柔毛，疏生腺点，内面无毛，萼齿5，三角形，前2齿较长，先端具针状尖头，边缘具缘毛。花冠淡紫色，约为花萼长之3倍，外面被柔毛，上部夹生有稀疏腺点，喉部被疏柔毛，冠筒自基部向上渐宽，至喉部宽约1.2mm，冠檐二唇形，上唇直立，先端微缺，下唇开展，3裂，中裂片半圆形，侧裂片弧形，较中裂片短。雄蕊4，前对较长，外伸，花丝无毛，花药紫黑色。花柱内藏，先端2浅裂。小坚果长圆形，长约1mm，棕黄色，光滑。花期7～10月，果期10月至翌年1月[1, 3]。采收期：北香薷为一年生草本植物，7～10月间，割取地上部分，除净杂质，晒至近干时，捆成小捆，再晒至全干[2]。

图1 北香薷原植物

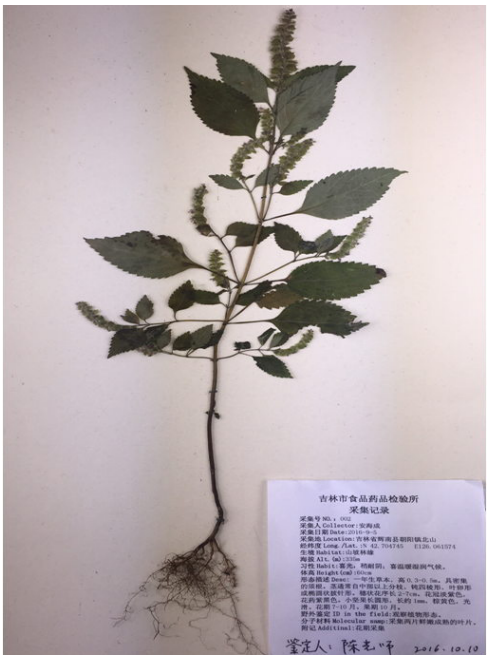


图2 北香薷标本

起草样品收集情况：本次搜集的样品共12批均为野生，未见栽培品。信息见表1。

表1 北香薷样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
BXR-1	地上部分	吉林省磐石市烟筒山镇石棚村石棚北屯	药材
BXR-2	地上部分	吉林省磐石市烟筒山镇筒子沟村筒子沟屯	药材
BXR-3	地上部分	吉林省磐石市官马镇官马村	药材
BXR-4	地上部分	吉林省磐石市吉昌镇镇北山	药材
BXR-5	地上部分	吉林省长春市双阳区山河镇五家子村	药材
BXR-6	地上部分	吉林省辉南县朝阳镇北山四道村四道屯	药材
BXR-7	地上部分	吉林省磐石市明城镇钢叉山	药材
BXR-8	地上部分	吉林省磐石市烟筒山杏南村	药材
BXR-9	地上部分	吉林省磐石市烟筒山石虎沟	药材
BXR-10	地上部分	吉林省磐石市烟筒山石虎沟	药材
BXR-11	地上部分	吉林省磐石市烟筒山镇石棚村	药材
BXR-12	地上部分	吉林省磐石市烟筒山镇石虎沟	药材

【性状】 根据对收集到的12批北香薷样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品长30～90cm。茎四棱形，多分枝，有毛，表面浅黄棕色或紫褐色。质硬脆，易折断，断面中央有较大的髓。叶对生，多深绿色，常碎落，完整者呈狭卵形至卵状长圆形，边缘有锯齿。穗状花序腋生或顶生，花偏向一侧，苞片近圆形，萼钟状，5裂。气特异而浓烈，味辛。药材图片见图3。

图3 北香薷药材图

【鉴别】（1）粉末显微特征：取12批北香薷药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察本品的粉末显微特征，每个批次样品观察不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

表皮细胞表面观呈类多角形或不规则形，角质线纹明显，垂周壁增厚，微波状弯曲；气孔可见，直轴式。非腺毛有两种：一种单细胞非腺毛，短小，呈锥形；另一种非腺毛1～6细胞，有疣状突起。腺鳞头部多为8细胞，内含黄棕色物，柄单细胞；小腺毛2细胞，单细胞头，单细胞柄。栅栏组织细胞呈长柱形，单列；海绵组织类圆形，空隙明显。花粉粒类圆形，直径20～115μm，具6沟。导管多为网纹或梯纹、螺纹，壁微木化。木纤维呈长条形，成束或单个散在，壁较薄，微木化。

显微镜下另可见一种带刺的花粉粒，三沟，疑似为其它植物的花粉粒在采收过程中混入北香薷药材中。粉末特征见图4。

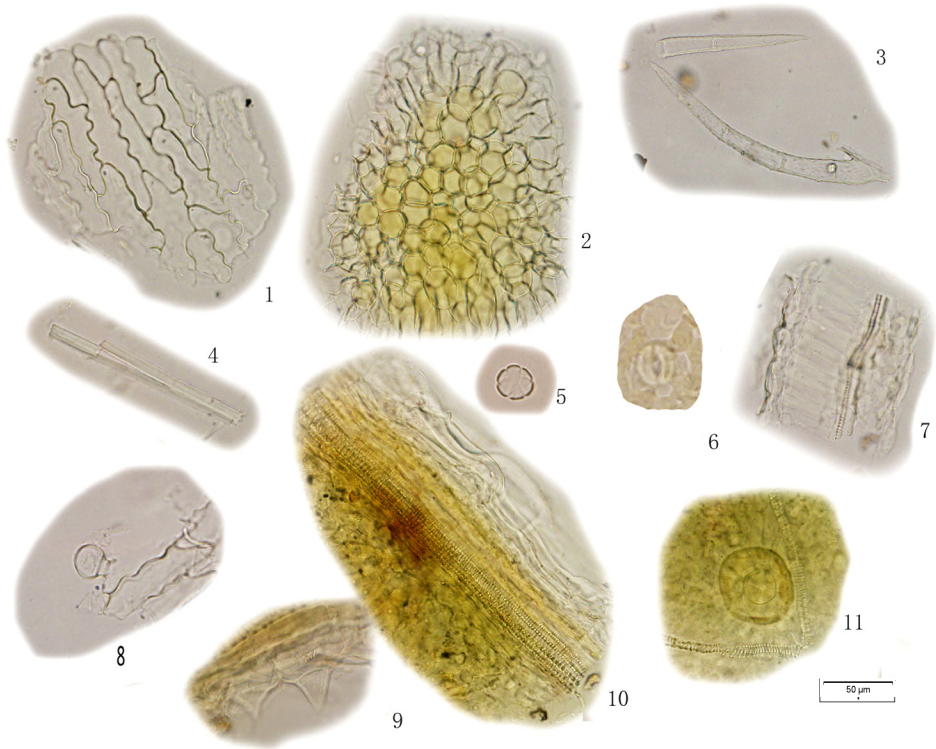


图4 北香薷粉末

1.表皮细胞　2.海绵组织　3.非腺毛　4.纤维　5.花粉粒　6.气孔　7.栅栏组织
8.小腺毛　9.单细胞非腺毛　10.导管　11.腺鳞

（2）取本品粉末0.5g，加甲醇10ml，超声处理15分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取北香薷对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-丙酮（10∶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。12批样品按本法检验，均符合规定，重现性良好，故收入正文，见图5、图6。

北香薷药材11批，编号为BXR-1～BXR-7、BXR-9～BXR-12。对照药材：由于中检院暂无北香薷对照药材，取经鉴定的北香薷样品BXR-8为对照药材。

耐用性考察：对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工有限公司，批号：20160715；烟台化学工业研究所，批号：20140507和国药集团化学试剂有限公司，批号：20170122）的展开效果考察，对不同展开温度和相对湿度（20℃，72%；20℃，18%；30℃，45%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

取本品11批，依法按正文方法实验，结果见图5。

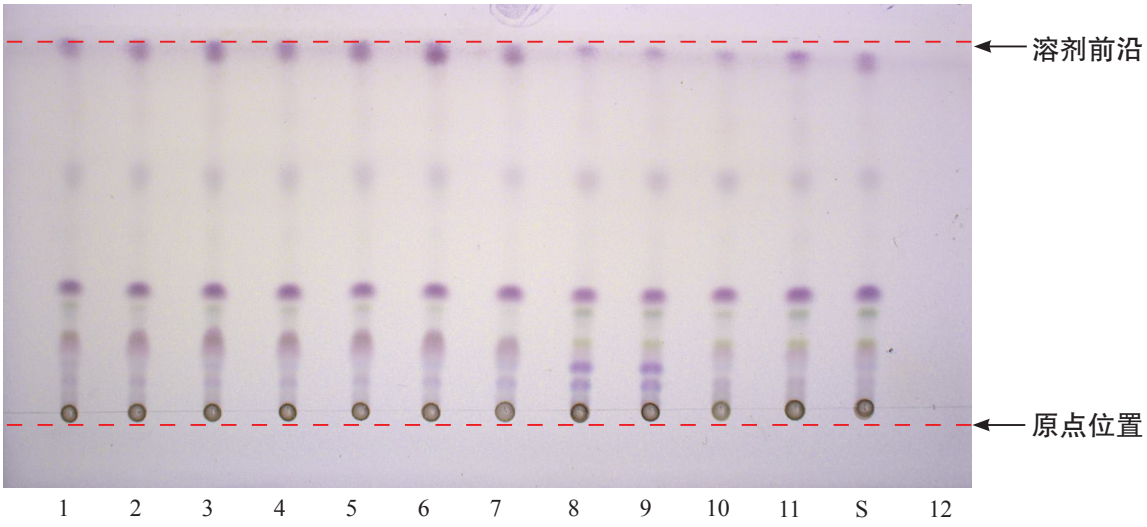


图5 北香薷样品TLC图（日光）

1. BXR-1　2. BXR-2　3. BXR-3　4. BXR-4　5. BXR-5　6. BXR-6　7. BXR-7
8. BXR-9　9. BXR-10　10. BXR-11　11. BXR-12　S. BXR-8（对照药材）　12. 阴性对照

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号为201600715，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：5μl；展距：8cm；温度：20℃　相对湿度：50%；展开剂：环己烷-丙酮（10∶3）；
显色与检视：喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）测定。

对12批样品进行水分测定，数据见表2。结果在5.37%～7.15%的范围内，考虑到避

免水分控制过低造成全草类药材从晾晒到运输过程中叶片严重破坏脱落损失，据最高值、最低值及平均值，将水分限度定为不得过9.0%。

表2 北香薷样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
BXR-1	6.94	BXR-8	5.43
BXR-2	6.73	BXR-9	5.60
BXR-3	5.91	BXR-10	5.73
BXR-4	5.86	BXR-11	5.37
BXR-5	7.15	BXR-12	5.96
BXR-6	6.83	平均值	6.1
BXR-7	5.45		

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）项下的总灰分测定方法测定。

对12批样品进行总灰分测定，数据见表3。结果在7.0%～13.3%的范围内，据最高值、最低值及平均值，将总灰分限度定为不得过11.0%。

表3 北香薷样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
BXR-1	10.6	BXR-8	8.2
BXR-2	8.9	BXR-9	7.3
BXR-3	9.5	BXR-10	7.0
BXR-4	9.0	BXR-11	13.3
BXR-5	8.6	BXR-12	9.8
BXR-6	7.8	平均值	9.0
BXR-7	7.4		

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）项下的酸不溶性灰分测定方法测定。

对12批样品进行酸不溶性灰分测定，数据见表4。结果在0.2%～2.4%的范围内，据最高值、最低值及平均值，将酸不溶性灰分限度定为不得过2.0%。

表4 北香薷样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
BXR-1	2.4	BXR-8	0.5
BXR-2	1.1	BXR-9	0.4
BXR-3	1.8	BXR-10	0.2
BXR-4	2.2	BXR-11	1.5
BXR-5	1.0	BXR-12	1.4
BXR-6	0.9	平均值	1.2
BXR-7	0.7		

【含量测定】 挥发油为北香薷的主要有效成分，故照挥发油测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2204）测定其挥发油含量。结果显示该方法灵敏，重现性好，结果准确，可作为本品内在质量的控制方法。

测定本品12批，数据见表5。根据最高值、最低值及平均值，考虑采收期及保存时间，规定本品含挥发油不得少于 0.40%（ml/g）。

表5 北香薷样品挥发油含量测定结果

样品编号	挥发油（%）	样品编号	挥发油（%）
BXR-1	0.55	BXR-8	0.80
BXR-2	0.45	BXR-9	1.03
BXR-3	0.44	BXR-10	1.14
BXR-4	0.40	BXR-11	0.48
BXR-5	0.41	BXR-12	0.44
BXR-6	0.42	含量平均值	0.58
BXR-7	0.36		

【炮制】 除去杂质，洗净，稍润，切10mm小段，晒干。经药学专家会规范为：除去杂质，用水喷润，切段，晒干。

【性味与归经】 辛，微温。归肺、胃经。沿用《吉林省药品标准》（1977）[4]。“性味”经医学专家会确定增加“归经”。

【功能与主治】 《吉林省药品标准》（1977）[4]为“发汗解暑，利湿行水。用于发热恶寒，伤暑头痛，腹痛吐泻，全身水肿等症。”经医学专家会确定为“发汗解表，化湿和中，利水消肿。用于夏月感寒饮冷，恶寒发热，头痛无汗，胸痞腹痛，呕吐腹泻，水肿，小便不利。”

【用法与用量】 5～15g。沿用《吉林省药品标准》（1977）[4]。

【注意】 表虚多汗者忌用。经医学专家会确定增加**【注意】**。

【贮藏】 置阴凉干燥处。沿用《吉林省药品标准》（1977）[4]。

参考文献

[1]严仲铠, 李万林. 中国长白山药用植物彩色图志[M]. 人民卫生出版社, 1997: 360.
[2]段维和, 樊绍钵, 邓明鲁, 等. 吉林药材图志[M]. 中国古籍出版社, 1987: 28.
[3]中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志第66卷[M]. 科学出版社, 1977: 345.
[4]吉林省卫生局. 吉林省药品标准[S]. 1977: 253.
[5]辽宁省食品药品监督管理局编. 辽宁省中药材标准第一册[S]. 辽宁科学技术出版社, 2009: 50.

研究起草人：王维礼　孙冬梅　程晓英　杜妍　聂姗姗　高莹莹
起草单位：吉林市食品药品检验所
复核单位：松原市食品药品检验所
审　　校：南善姬　杨志伟

DBY-22-JLYC-021-2017

北鼠妇虫

Beishufuchong

PORCELLIO WORM

本品为潮虫科动物鼠妇 *Porcellio scaber* Latreille或平甲虫科动物平甲虫*Armadillidium vulgare* Latreille的干燥全体。又名鼠妇虫。春、夏、秋三季捕捉，用铁锅炒干，或开水烫死，晒干或焙干。

【性状】 北鼠妇 虫体为扁椭圆形，卷曲时呈球形，长5～12 mm，宽3～6mm。表面灰白色至灰色，具光泽。头部椭圆形，有眼一对，可见触角2条，各6节，多已脱落。背部隆起，腹面内陷。由许多近于平行的环节构成。胸部7个环节，每节有同形足一对，向前、向后逐渐变长。腹部较短，分5节，尾节呈三角形，尾肢呈棒状，长于尾节。质脆易碎。气腥臭。

平甲虫 如北鼠妇，虫体为椭圆形而稍扁，多卷曲成球形或半球形，体长7～12mm，宽4～6mm。头部长方形，腹部较短，宽圆形；尾肢扁平；外肢与第五腹节嵌合齐平。

【鉴别】 （1）本品粉末淡黄棕色。刚毛浅绿色或近无色，透明或半透明，长155～200μm，直径10～35μm，有的有纵向裂纹，顶端钝圆，基部稍缢缩，有的髓腔内有棕绿色物。体壁碎片浅绿色或近无色，半透明，表面具鳞片状突起，侧面观呈乳头状，并布有灰色细小颗粒。

（2）取本品粉末1g，加无水乙醇25ml，加热回流提取30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取北鼠妇虫对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取脯氨酸、丙氨酸对照品，分别加无水乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述四种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4∶1∶2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 0.5% 茚三酮丙酮溶液，105℃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。

【检查】 杂质 不得过3%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2301）。

水分 不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）。

酸不溶性灰分 不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用70%乙醇作溶剂，不得少于16.0%。

【含量测定】 取本品粉末0.5g，精密称定，照氮测定法（《中国药典》2015年版四部 通则 0704 第一法或第三法）测定，即得。

本品按干燥品计算，含总氮（N）不得少于4.5%。

【炮制】 取净北鼠妇虫，温火加热，焙至发黄。

【性味与归经】 酸，温。归肝、肾经。

【功能与主治】 破瘀通经，解毒止痛，利尿平喘。用于癥瘕积聚，闭经，痈疮肿毒，水肿，小便不利，喘咳。

【用法与用量】 0.5 ~ 3g，研末服或水煎服。

【注意】 孕妇忌服。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

北鼠妇虫质量标准起草说明

【药品名称】正名　　北鼠妇虫
汉语拼音名　　Beishufuchong
拉丁名　　PORCELLIO WORM

【概述】北鼠妇虫，别名西瓜虫、潮虫等。始载于《神农本草经》，列入下品，《名医别录》述：“鼠妇生魏都平谷，及人家地上。五月五日采。”苏颂曰：“今处处有之，多在湿处，瓮器底及土坎中。”李时珍谓：“形似衣鱼稍大，灰色。”寇宗奭曰：“湿生虫多足，大者长三、四分，其色如蚓，背在横纹蹙起，用处绝少。”由上述可见，本品古有两种即灰色和蚯蚓色，即平甲虫为灰色，北鼠妇为暗赤色。故此次修订将基源修订为上述两种。平甲虫主要分布在河北、山东、江苏、浙江等地；北鼠妇主要分布在吉林、山东、江苏、河北、广西等地[1]。

【来源】为潮虫科动物鼠妇 *Porcellio scaber* Latreille或平甲虫科动物平甲虫 *Armadillidium vulgare* Latreille的干燥全体。又名“鼠妇虫”。春、夏、秋三季捕捉，用铁锅炒干，或开水烫死，晒干或焙干。

鼠妇　虫体长椭圆形，稍扁，长约5～12mm；表面灰色，有光泽。头部前缘中央及其左右侧角突起显著。有眼1对，触角2对，第一对触角微小。共3节；第二对触角呈鞭状，共6节。胸部分7个环节，每节有同形等长的足1对；第一胸节前缘延向头部前边，胸部各节后侧锐尖。腹部小，分为5个环节，第一及第二腹节狭，第三至第五腹节侧缘整齐而圆。尾肢呈棒状，长于尾节。见图1。

平甲虫　形态与鼠妇相似，头部长方形，腹部较短，宽圆形；尾肢扁平；外肢与第五腹节嵌合齐平。见图2。

图1 鼠妇

图2 平甲虫

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1。

表1 北鼠妇虫样品信息一览表

样品编号	批　号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
BSFC-1	20160810	干燥全体	松原前郭	药材
BSFC-2	20160814	干燥全体	松原扶余	药材
BSFC-3	20160817	干燥全体	松原乾安	药材
BSFC-4	20160826	干燥全体	白城大安	药材
BSFC-5	20160828	干燥全体	白城镇赉	药材
BSFC-6	20160903	干燥全体	四平双辽	药材
BSFC-7	20160905	干燥全体	四平公主岭	药材
BSFC-8	20160908	干燥全体	长春农安	药材
BSFC-9	20160911	干燥全体	长春榆树	药材
BSFC-10	20160915	干燥全体	吉林舒兰	药材

备注：BSFC-2、批号20160814的样品，经过本所鉴定为潮虫科动物北鼠妇，实验中以该批样品作为北鼠妇虫对照药材与其它批次样品进行比对。

【性状】 根据对收集到的10批北鼠妇虫样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

北鼠妇 虫体为扁椭圆形，卷曲时呈球形，长5～12 mm，宽3～6mm。表面灰白色至灰色，具光泽。头部椭圆形，有眼一对，可见触角2条，各6节，多已脱落。背部隆起，腹面内陷。由许多近于平行的环节构成。胸部7个环节，每节有同形足一对，向前、向后逐渐变长。腹部较短，分5节，尾节呈三角形，尾肢呈棒状，长于尾节。质脆易碎。气腥臭。见图3。

平甲虫 如北鼠妇，虫体为椭圆形而稍扁，多卷曲成球形或半球形，体长7～12mm，宽4～6mm。头部长方形，腹部较短，宽圆形；尾肢扁平；外肢与第五腹节嵌合齐平。见图4。

图3 北鼠妇虫药材（北鼠妇）

图4 北鼠妇虫药材（平甲虫）

本品主要特征为北鼠妇虫体为扁椭圆形，卷曲时呈球形，头部椭圆形，腹部较短，分5节，尾节呈三角形，尾肢呈棒状，长于尾节；平甲虫虫体为椭圆形而稍扁，多卷曲成球形或半球形，腹部较短，宽圆形；尾肢扁平；外肢与第五腹节嵌合齐平。均以个大，完整者为佳。

【鉴别】（1）粉末显微特征：取10批北鼠妇虫药材粉末，观察本品的粉末显微特征，每个批次样品观察不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

刚毛浅绿色或近无色，透明或半透明，长155～200μm，直径10～35μm，有的有纵向裂纹，顶端钝圆，基部稍缢缩，有的髓腔内有棕绿色物。体壁碎片浅绿色或近无色，半透明，表面具鳞片状突起，侧面观呈乳头状，并布有灰色细小颗粒。见图5。

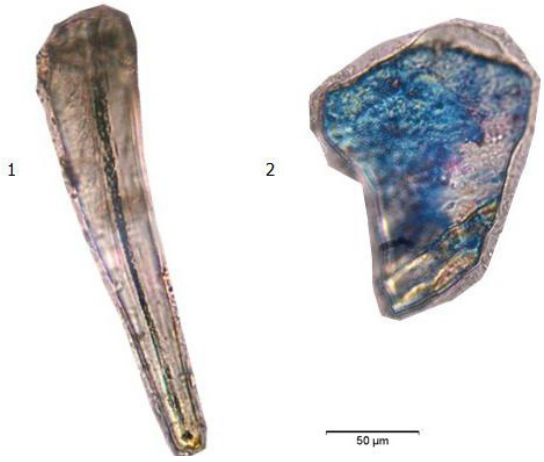


图5 北鼠妇虫粉末

1.刚毛　2.体壁碎片

（2）取本品粉末1g，加无水乙醇25ml，加热回流提取30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取北鼠妇虫对照药材1g，同法制成对照药材溶液；再取脯氨酸、丙氨酸对照品，分别加无水乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述四种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4∶1∶2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 0.5% 茚三酮丙酮溶液，105℃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。10批样品按本法试验，均符合规定，重现性较好，故收入正文见图6。

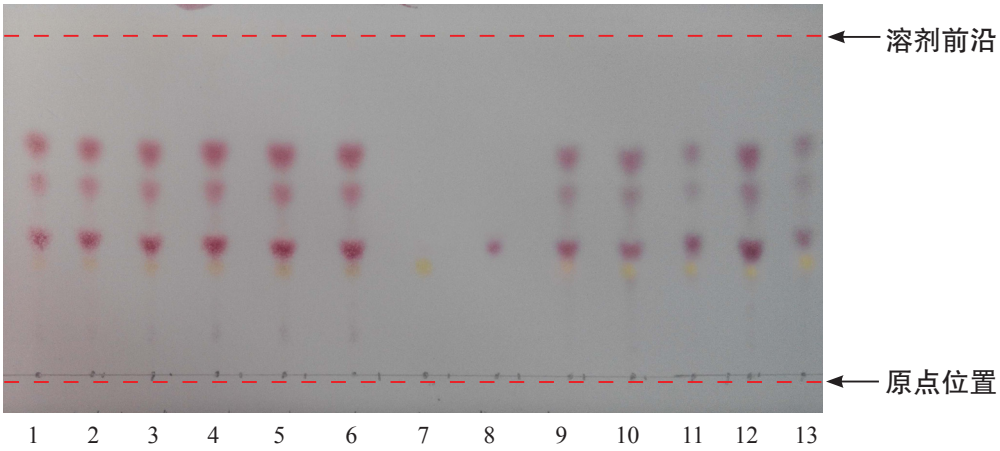


图6 北鼠妇虫样品TLC图

1.BSFC-1 2.BSFC-2 3.BSFC-3 4.BSFC-4 5.BSFC-5 6.对照药材
7.脯氨酸 8.丙氨酸 9.BSFC-6 10.BSFC-7 11.BSFC-8 12.BSFC-9 13.BSFC-10

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20151106，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：5μl；展距：8.5cm；温度：28℃；相对湿度：60%；展开剂：正丁醇-冰醋酸-水（4∶1∶2）；显色与检视：0.5% 茚三酮丙酮溶液，105℃加热至斑点显色清晰。

耐用性考察：对两个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20151106；天津思利达科技有限公司，批号20150622）的展开效果进行考察，对不同展开温度（15℃、32℃），不同相对湿度（30%、75%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

【检查】 杂质 照杂质检查法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2301）测定。

对10批样品进行杂质测定，结果见表2，根据最高值、最低值及平均值，并考虑到该药材多为野生，生存环境比较潮湿，采集时容易引入杂质，因此，定为本品药材杂质限度为不得过3%。

表2 北鼠妇虫样品杂质测定结果

样品编号	杂质（%）	样品编号	杂质（%）
BSFC-1	2.1	BSFC-6	1.9
BSFC-2	3.2	BSFC-7	2.1
BSFC-3	2.0	BSFC-8	2.5
BSFC-4	3.0	BSFC-9	1.9
BSFC-5	2.3	BSFC-10	2.0

水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表3。根据最高值、最低值及平均值，并考虑到该药材多为野生，生存环境比较潮湿，因此，定为本品药材水分限度为不得过10.0%。

表3 北鼠妇虫样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
BSFC-1	7.9	BSFC-6	7.9
BSFC-2	7.7	BSFC-7	8.1
BSFC-3	8.1	BSFC-8	7.5
BSFC-4	8.0	BSFC-9	7.9
BSFC-5	7.8	BSFC-10	8.0

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表4。根据最高值、最低值及平均值，将本品药材酸不溶性灰分限度定为不得过10.0%。

表4 北鼠妇虫样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
BSFC-1	9.7	BSFC-6	8.3
BSFC-2	10.1	BSFC-7	9.0
BSFC-3	9.7	BSFC-8	8.7
BSFC-4	9.0	BSFC-9	8.6
BSFC-5	9.2	BSFC-10	8.5

【浸出物】 照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）测定。

查阅文献表明[2]，北鼠妇虫主要含有蛋白质，另外含有酸性粘多糖类、甾醇类、有机酸及氨基酸类成分，由于该类成分多为水溶性或醇溶性成分，因此考虑用水、乙醇、70%乙醇作为溶剂进行考察，由于加热提取一方面有利于化学成分的溶出，另一方面又可以节省时间，所以采用热浸法试验。

对本品10批样品进行浸出物测定，结果表明70%乙醇测定值最高，选择以70%乙醇作溶剂，热浸法测定，结果见表5。根据测定结果最高值、最低值及平均值，将本品浸出物限度定为不得少于16.0%。

表5 北鼠妇虫样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
BSFC-1	19.5	BSFC-6	18.5
BSFC-2	19.8	BSFC-7	19.2
BSFC-3	20.0	BSFC-8	18.5
BSFC-4	21.6	BSFC-9	18.8
BSFC-5	18.2	BSFC-10	18.4

【含量测定】

根据北鼠妇虫所含化学成分及动物药全虫含有氨基酸、蛋白质成分，采用氮测定

法测定北鼠妇虫的蛋白质含量，方法采用《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 氮测定法中第一法或第三法测定。

1. 方法考察与结果

1.1 取样量考察

以药材中含氮量为考察对象进行含量测定。

分别取本品粉末0.2、0.5、1.0g，精密称定，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，根据硫酸滴定液（0.05mol/L）消耗量，确定取样量。结果不同取样量消耗滴定液量见表6。

表6 不同取样量消耗滴定液数量

取样量（g）	0.2	0.5	1.0
消耗滴定液（ml）	7.25	18.15	36.25

根据上述滴定液消耗数量，确定取样量0.5g。

1.2 氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第三法）考察

取供试品0.5g，精密称定，置消化管中；然后依次加入硫酸钾10g和硫酸铜粉末0.5g，再沿瓶壁缓缓加硫酸20ml；把消化管放入消化仪中，按照仪器说明书的方法开始消解［通常为150℃，5分钟（去除水分）；350℃，5分钟（接近硫酸沸点）；400℃，60～80分钟］至溶液呈澄明的绿色，再继续消化10分钟，取出，冷却。

将配制好的碱液、吸收液和适宜的滴定液分别置自动蒸馏仪相应的瓶中，按照仪器说明书的要求将已冷却的消化管装入正确位置，关上安全门，连接水源，设定好加入试剂的量、时间、清洗条件及其他仪器参数等，如为全自动定氮仪，即开始自动蒸馏和滴定。如为半自动定氮仪，则取馏出液照第一法滴定，测定氮的含量。

根据以上对消解条件的考察，按照《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 氮测定法第一法（常量法）或第三法（定氮仪法）即可。

2. 方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取供试品粉末0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8、0.9、1.0g，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，以取样量为横坐标，消耗滴定液体积值为纵坐标，绘制标准曲线。结果表明供试品取样量在0.1～1.0g范围内呈现良好线性关系。回归方程为$Y=35.0804X+0.1098$，$r=0.9999$。

2.2 精密度试验

2.2.1 重复性试验

取同一批号的样品6份，分别精密称重，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，计算，结果RSD＝1. 8 %（n=6）。说明此方法重复性良好。

2.2.2 中间精密度试验

不同实验室3人，在不同时间，采用不同仪器进行试验，结果RSD=0.2%（n=3）。

2.3 专属性试验

取空白试剂，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，消耗滴定液体积值为0.05ml，结果表明本法专属性较好。

2.4 准确度试验

取已知含量的北鼠妇虫样品粉末0.25g（含氮量4.99%），共取6份，精密加入磷酸二氢铵（含氮量12.17%）试剂适量，按上述“供试品溶液的制备”项制备并测定，分别计算回收率，结果表明回收率均值为97.8%，RSD=0.7%（n=6）。

2.5 耐用性试验

取同一批号的样品3份，分别精密称重，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，采用不同厂家试剂、试药进行试验，计算测定结果，测定结果RSD=0.3%（n=3）。结果证明此方法耐用性良好。

3. 样品测定及含量限度的确定

分别精密称取10批次样品，照《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 氮测定法第一法（常量法）和第三法（定氮仪法）进行测定。结果见表7。根据10批样品检测结果，将含量限度定为“本品以按干燥品计算，含总氮（N）不得少于4.5%”。

表7 北鼠妇虫样品含量测定结果

样品编号	批　号	含量（%）（一法）	含量（%）（三法）
BSFC-1	20160810	5.09	5.08
BSFC-2	20160814	5.30	5.30
BSFC-3	20160817	5.22	5.22
BSFC-4	20160826	5.30	5.29
BSFC-5	20160828	5.17	5.17
BSFC-6	20160903	4.90	4.89
BSFC-7	20160905	4.68	4.67
BSFC-8	20160908	5.25	5.25
BSFC-9	20160911	4.99	4.98
BSFC-10	20160915	5.19	5.19

【炮制】《吉林省药品标准》（1977）[2]为“捡净杂质，微火焙黄”，经医学专家会确定为“取净鼠妇虫，温火加热，焙至发黄。”

【性味与归经】《吉林省药品标准》（1977）[2]性味为“酸，温。”经医学专家会确定增加“归肝、肾经。”

【功能与主治】《吉林省药品标准》（1977）[2]为“通经利尿，平喘，解毒。用于经闭，小便不利，水肿，气管炎，疮肿等”，经医学专家会确定为“破瘀通经，解毒止痛，利尿平喘。用于癥瘕积聚，闭经，痈疮肿毒，水肿，小便不利，喘咳。”

【用法与用量】0.5～3g，研末服或水煎服。沿用《吉林省药品标准》（1977）[2]。

【注意】孕妇忌服。参照《中药大辞典》[3]记载“鼠妇”修订。

【贮藏】置阴凉干燥处。沿用《吉林省药品标准》（1977）[2]。

参考文献

[1] 高士贤. 中国动物药志[M]. 长春：吉林科学技术出版社，1996：141.

[2] 吉林省卫生局. 吉林省药品标准（1977年版）[S]. 1977：274.

[3] 江苏新医学院编著. 中药大辞典下册（第一版）[M]. 上海：上海人民出版社，1977：2499.

研究起草人：杨志伟　耿代云　史磊　孙丽颖　王雪　于洪生

起草单位：松原市食品药品检验中心

复核单位：长春市食品药品检验所

审　　校：王维礼　姜启娟

DBY-22-JLYC-017-2017

西洋参叶

Xiyangshenye

PANACIS QUINQUEFOLII FOLIUM

本品为五加科植物西洋参*Panax quinquefolium* L.的干燥叶。9月中旬到10月中旬采收，晾干或烘干。

【性状】 本品常扎成小把，呈束状，长20～45cm。掌状复叶带有长柄，绿色至绿褐色，3、4枚轮生。小叶通常5枚，呈卵形或倒卵形，基部的两小叶最小，长3～8cm，宽1～4cm，叶柄短或近于无柄。上部的三小叶大小相近，长4～15cm，宽2～7cm，叶柄长约2.5cm，基部楔形，先端渐尖，边缘具锯齿及刚毛，上表面叶脉生刚毛，下表面叶脉隆起。纸质，易碎。气清香，味微苦、甘。

【鉴别】 （1）本品粉末绿色至绿褐色。上表皮细胞形状不规则，外被放射状角质条纹，形成孔穴状，壁呈大型波浪状弯曲，长60～80μm，宽40～60μm。下表皮细胞与上表皮细胞相近但较小。气孔多为不定式或不等式。环纹导管、螺纹导管、梯纹导管，直径20～36μm。叶肉薄壁细胞含草酸钙簇晶。

（2）取本品粉末0.2g，置10ml具塞刻度试管中，加水1ml，使成湿润状态，再加以水饱和的正丁醇5ml，摇匀，室温下放置48小时，取上清液，加3倍量以正丁醇饱和的水，摇匀，静置使分层，取上层液作为供试品溶液。另取拟人参皂苷F_{11}对照品、人参皂苷Rb_3对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2～3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶23∶10）5～10℃放置12小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，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。

【检查】 **水分** 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

人参叶 取人参茎叶对照药材0.2g，按【鉴别】（2）项下西洋参叶供试品溶液的制备方法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0502）试验，取【鉴别】（2）项下的供试品溶液和人参茎叶对照药材溶液各2～3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13∶7∶2）5～10℃放置12小时的下层溶

液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，不得显与人参茎叶对照药材完全一致的斑点及荧光斑点。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用70%乙醇作溶剂，不得少于30.0%。

【性味与归经】 甘、微苦，凉。归心、肺、肾经。

【功能与主治】 补气养阴，清热泻火，生津止渴。用于气阴不足，心脉失养，肺虚久咳，口渴咽干，心烦少寐，胸闷心痛，体虚乏力。

【用法与用量】 5～10g。

【注意】 不宜与藜芦同用；中阳衰微，胃有寒湿者忌服。

【贮藏】 置阴凉干燥处，防潮。

西洋参叶质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　西洋参叶
汉语拼音名　　Xiyangshenye
拉丁名　　PANACIS QUINQUEFOLII FOLIUM

【概述】 西洋参叶，别名花旗参叶、洋参叶、西洋人参叶、广东人参叶、美国人参叶。《本草纲目拾遗》记载西洋参“苦寒微甘，味浓气薄，补肺降火，生津液，除烦倦，虚而有火者相宜。”[1]西洋参叶在历代本草和现代医药著作中均未记载，目前无国家标准。《山东省中药材标准》（2002年版）、（2012年版）[2, 3]有收录。

【来源】 本品为五加科植物西洋参*Panax quinquefolium* L.的干燥叶。

植物形态：多年生草本，高20～50cm。根纺锤形。掌状复叶，叶柄和小叶柄基部有许多披针形托叶状附属物；小叶片椭圆形至倒卵形，长8～14cm，宽2～8cm，膜质，叶脉有稀疏刚毛或正面无毛，边缘粗锯齿或齿状，先端突尖。伞形花序单一，顶生，6～20朵小花；花序梗不超过叶柄；子房2心皮；花柱2。果实鲜红色，直径约1.2cm[4]。花期5～7月，果期6～9月[3]。原植物及标本见图1、图2。

图1 西洋参原植物

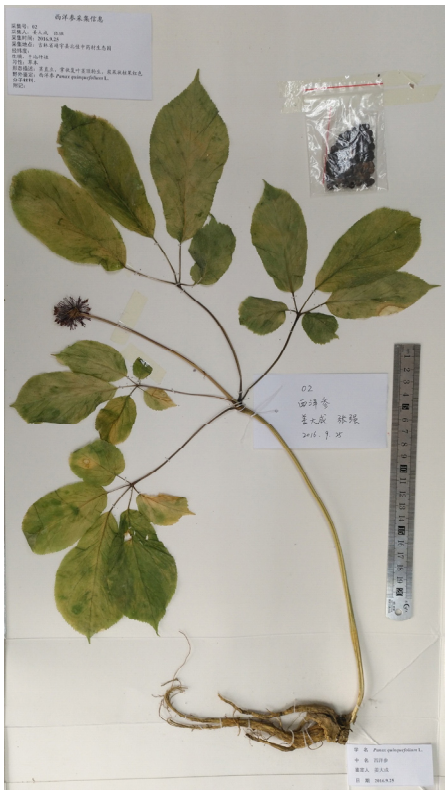


图2 西洋参标本

西洋参原产于加拿大和美国。现贵州，黑龙江，江苏，江西，吉林，辽宁等地广泛种植[4]。吉林省产地包括吉林、靖宇、磐石、集安、长白、抚松、桦甸、永吉等地[5]。

西洋参叶以叶入药，三年生以上，9月中旬到10月中旬采收，晾干或烘干。国内外研究者对西洋参叶进行了研究，发现其含有的皂苷种类与西洋参根相差不大，而总皂苷含量高于西洋参主根。因此，将西洋参叶作为新的药用部位具有一定的科学依据和开发价值。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1。

表1 西洋参叶样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
XYSY–1	叶	白山市抚松县兴参镇	药材
XYSY–2	叶	白山市抚松县大兴村	药材
XYSY–3	叶	白山市抚松县大兴村	药材
XYSY–4	叶	白山市抚松县大兴村	药材
XYSY–5	叶	延边州敦化市	药材
XYSY– 6	叶	白山市靖宇县燕平乡	药材
XYSY–7	叶	白山市靖宇县靖宇镇	药材
XYSY–8	叶	通化市通化县西江镇大泉乡	药材
XYSY– 9	叶	通化市集安市头道镇	药材
XYSY–10	叶	吉林市蛟河市漂河镇	药材

备注：西洋参叶样品XYSY–7同时制成腊叶标本，经长春中医药大学姜大成教授鉴定为五加科西洋参。完成样品收集后，将所有10批样品（约200 g）进行粉碎处理，备用。

【性状】 根据对收集到的10批西洋参叶样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品常扎成小把，呈束状，长20～45cm。掌状复叶带有长柄，绿色至绿褐色，3、4枚轮生。小叶通常5枚，呈卵形或倒卵形，基部的两小叶最小，长3～8cm，宽1～4cm，叶柄短或近于无柄。上部的三小叶大小相近，长4～15cm，宽2～7cm，叶柄长约2.5cm，基部楔形，先端渐尖，边缘具锯齿及刚毛，上表面叶脉生刚毛，下表面叶脉隆起。纸质，易碎。气清香，味微苦而甘[2]。

本品主要鉴别特征为掌状复叶带有长柄，轮生。小叶卵形或倒卵形，基部两小叶最小，叶柄短或近于无柄。上部三小叶大小相近，基部楔形，先端渐尖，边缘具锯齿及刚毛，上表面叶脉生刚毛，下表面叶脉隆起。叶表面绿色至绿褐色，无霉变者为佳。详见图3。

图3 西洋参叶药材

【鉴别】（1）粉末显微特征：取10批西洋参叶药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末绿色至绿褐色。上表皮细胞形状不规则，外被放射状角质条纹，形成孔穴状，壁呈大型波浪状弯曲，长60～80μm，宽40～60μm。下表皮细胞与上表皮细胞相近但较小。气孔多为不定式或不等式。环纹导管、螺纹导管、梯纹导管，直径20～36μm。叶肉薄壁细胞含草酸钙簇晶。见图4。

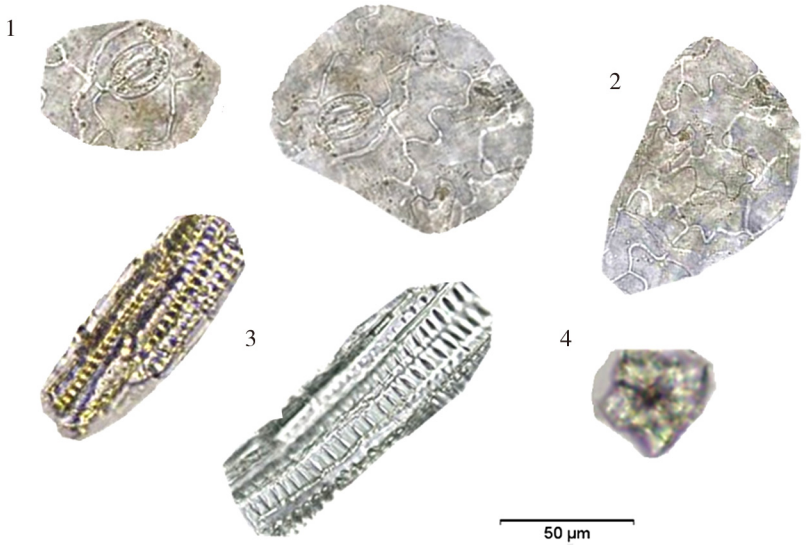


图4 西洋参叶粉末

1. 气孔　2. 表皮细胞　3. 导管　4. 草酸钙簇晶

（2）薄层鉴别：取本品粉末0.2g，置10ml具塞刻度试管中，加水1ml，使成湿润状态，再加以水饱和的正丁醇5ml，摇匀，室温下放置48小时，取上清液，加3倍量以正丁醇饱和的水，摇匀，静置使分层，取上层液作为供试品溶液。另取拟人参皂苷F_{11}对照品和人参皂苷Rb_3对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液，作为对

照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2～3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷–乙酸乙酯–甲醇–水（15∶40∶23∶10）5～10℃放置12小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，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。10批样品按本法检验，均符合规定，重现性好，故列入正文，见图5。

耐用性试验考察：（1）不同预制板厂家考察（G：①MACHEREZY-NAGEL GmbH & Co. KG，批号：406156；②青岛海洋化工厂分厂，批号：20150406；③青岛鼎康硅胶有限公司，批号：20160322；④高效G：MACHEREZY-NAGEL GmbH & Co. KG，批号：605125），不同温湿度考察（温度40℃，相对湿度88%和温度8℃，相对湿度32%），结果表明本法的耐用性良好。

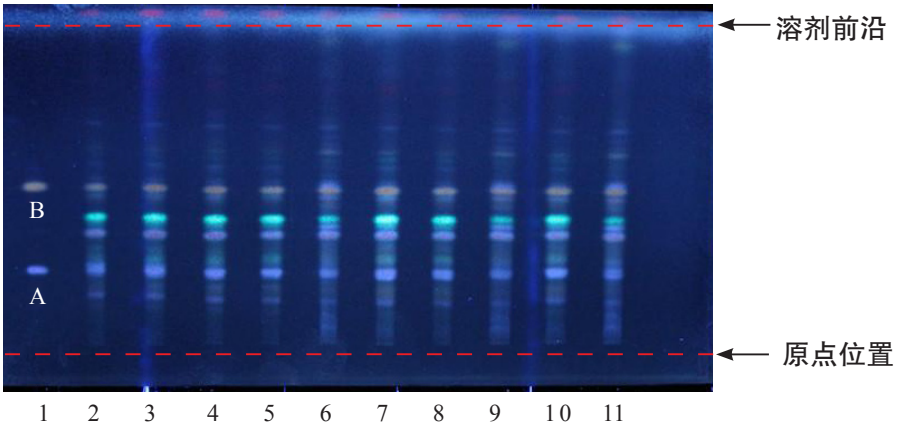


图5 西洋参叶样品TLC图（荧光）

1. 混合对照品（B为拟人参皂苷F_{11}、A为人参皂苷Rb_3）
2. XYSY–1　3. XYSY–2　4. XYSY–3　5. XYSY–4　6. XYSY–5
7. XYSY–6　8. XYSY–7　9. XYSY–8　10. XYSY–9　11. XYSY–10
A. 蓝色荧光斑点　B. 黄褐色荧光斑点

色谱条件：高效硅胶G薄层预制板，生产厂家：MACHEREZY-NAGEL GmbH & Co. KG，批号：605131，规格：10cm×20cm；条带状点样，点样量：3μl；展距：8cm；温度：23℃，相对湿度：30%；

展开剂：三氯甲烷–乙酸乙酯–甲醇–水（15∶40∶23∶10），5～10℃放置12小时的下层溶液；

显色与检视：喷以10%硫酸乙醇，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对本品10批样品进行水分测定，结果见表2。据最高值、最低值及平均值，并考虑气候、温度、湿度以及药材包装、贮运的实际情况，暂定药材水分限度为不得过13.0%。

表2 西洋参叶水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
XYSY–1	7.7	XYSY– 6	8.4
XYSY–2	8.4	XYSY–7	8.5
XYSY–3	8.5	XYSY–8	8.9
XYSY–4	8.3	XYSY– 9	8.8
XYSY–5	8.7	XYSY–10	8.2

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

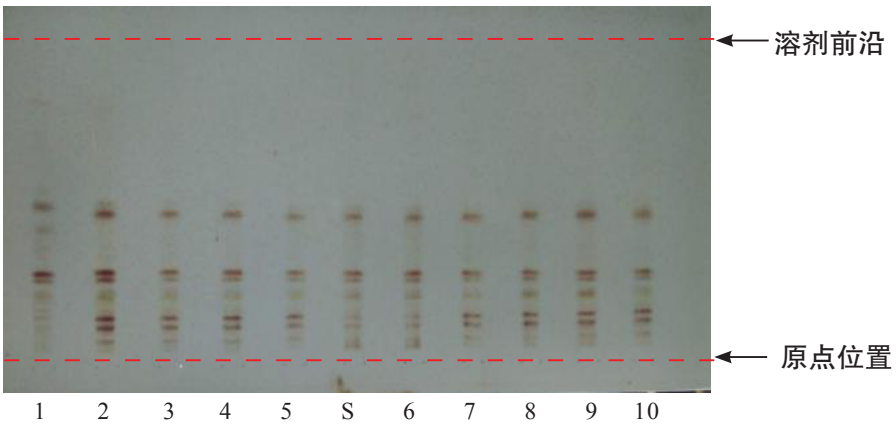
对10批样品进行总灰分测定，结果见表3。据最高值、最低值及平均值，将药材总灰分拟定为不得过12.0%。

表3 西洋参叶总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
XYSY–1	10.1	XYSY– 6	9.9
XYSY–2	9.9	XYSY–7	9.7
XYSY–3	10.0	XYSY–8	10.3
XYSY–4	9.3	XYSY– 9	9.8
XYSY–5	9.0	XYSY–10	9.5

人参叶 西洋参叶与人参叶易混淆。仅以外形不能鉴别西洋参叶和人参叶，特别是当外形被破坏时更不易区分。因此，采用薄层色谱法检查药材中的人参叶。如下：

取人参茎叶对照药材0.2g，按【鉴别】（2）项下西洋参叶供试品溶液的制备方法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0502）试验，取【鉴别】（2）项下的供试品溶液和人参茎叶对照药材溶液各2～3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷–甲醇–水（13∶7∶2）5～10℃放置12小时的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，不得显与人参茎叶对照药材完全一致的斑点及荧光斑点。见图6。



（日光）

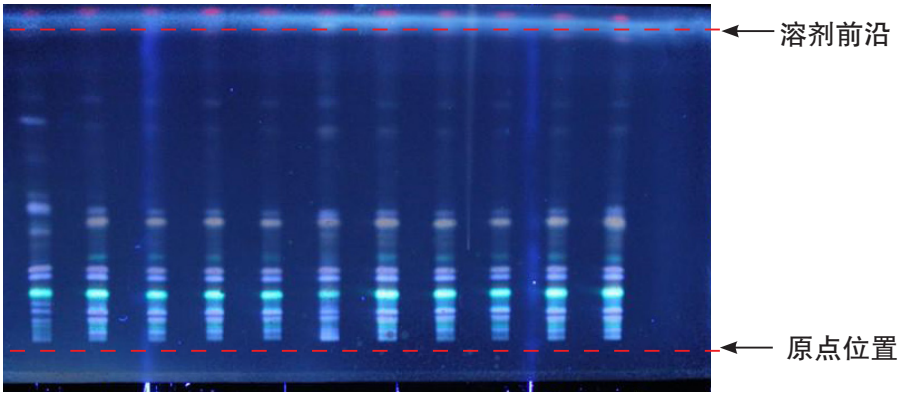


图6 西洋参叶样品TLC图

1. 人参茎叶对照药材　2. XYSY–1　3. XYSY–2　4. XYSY–3　5. XYSY–4　6. XYSY–5
7. XYSY–6　8. XYSY–7　9. XYSY–8　10. XYSY–9　11. XYSY–10

色谱条件：高效硅胶G薄层预制板，生产厂家：MACHEREZY-NAGEL GmbH & Co. KG，批号：605131，规格：10cm×20cm；条带状点样，点样量：3μl；展距：8cm；温度：23℃，相对湿度：30%；

展开剂：三氯甲烷–甲醇–水（13∶7∶2），5～10℃放置12小时的下层溶液；

显色与检视：喷10%硫酸乙醇，105℃加热至斑点显色清晰，日光和紫外光灯（365nm）下检视。

【浸出物】 查阅文献表明：西洋参叶中的主要化学成分为三萜皂苷类[6–9]，该成分的制备多采用水或醇水系统提取后过大孔树脂用70～80%乙醇洗脱，同时参照西洋参（《中国药典》2015年版一部）相应项下的测定方法，选用70%乙醇作为提取溶剂，热浸法作为提取方法，有利于化学成分的溶出，且节省实验时间。因此，在正文中，照醇溶性浸出物（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用70%乙醇作溶剂。

对10批样品进行浸出物测定，结果见表4。据最高值、最低值及平均值，按平均值的70%制定，暂定本品按干燥品计算，浸出物不得少于30.0%。

表4 西洋参叶浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
XYSY–1	45.6	XYSY–6	42.4
XYSY–2	45.2	XYSY–7	41.9
XYSY–3	44.7	XYSY–8	43.5
XYSY–4	50.7	XYSY–9	39.9
XYSY–5	37.4	XYSY–10	45.3

【性味与归经】 根据《中国药典》2015年版一部西洋参、《山东省中药材标准[2]》西洋参叶确定为“甘、微苦，凉。归心、肺、肾经。”

【功能与主治】 根据《山东省中药材标准[2]》西洋参叶，经医学专家确定为“补气养阴，清热泻火，生津止渴。用于气阴不足，心脉失养，肺虚久咳，口渴咽干，心烦少寐，胸闷心痛，体虚乏力。”

【用法与用量】 经医学专家确定为5 ~ 10g。

【注意】 根据《中药药典》2015年版一部西洋参、《山东省中药材标准[2]》西洋参叶，经医学专家确定“不宜与藜芦同用；中阳衰微，胃有寒湿者忌服。”

【贮藏】 根据《山东省中药材标准[2]》西洋参叶确定为“置阴凉干燥处，防潮。”

参考文献

[1]清·赵学敏. 本草纲目拾遗[M]. 北京：人民卫生出版社, 1957：72.

[2]山东省中药材标准（2002年版）[S]. 2002：78–80.

[3]山东省中药材标准（2012年版）[S]. 2012：78–81.

[4]Editorial Committee of Flora Reipublicae Popularis Sinicae. Flora of China[M]. 北京：科学出版社 / St. Louis：Missouri Botanical Garden Press, 2007, 13：491.

[5]黄永兴. 西洋参种子（苗）质量标准及农田西洋参单体皂苷研究[D]. 吉林农业大学. 2012.

[6]辛艳茹, 马萍, 张英娜. 西洋参叶的研究进展[J]. 时珍国医国药, 2001, 12（8）：742.

[7]徐景达, 邵春杰. 四种五加科药用植物皂苷的化学研究[J]. 人参研究. 1991,（1）：2–7.

[8]孟勤, 尹建元, 赵俊艳, 等. 西洋参叶三萜皂苷的分离与鉴定[J]. 中国药学杂志, 2002, 37（3）：175–177.

[9]杨正明, 任烨, 李波, 等. 西洋参叶中皂苷含量动态积累分析[J]. 中国食品学报, 2015, 15（5）：247–253.

研究起草人：徐雅娟[1]　刘悦[1]　姜大成[2]　李晓彤[1]　解生旭[1]

起草单位：1. 吉林省中医药科学院；2. 长春中医药大学

复核单位：吉林省药品检验所

审　　校：沈丽娟　王路宏

列　当

Liedang

OROBANCHES HERBA

本品为列当科植物列当*0robanche coerulescens* Steph.的干燥全草。夏、秋二季采收，除去泥沙，晒干。

【性状】 本品茎单一，呈圆柱形，被白色蛛丝状长绵毛，直径0.5～1cm，长15～35cm，表面黄褐色或暗褐色，具纵沟。质硬脆，较易折断，断面中空或有浅黄色髓，内层类白色，中层棕色。鳞叶互生，卵状披针形，呈黄棕色。花序穗状，黄褐色，花冠淡紫色或黄褐色。气微，味微苦。

【鉴别】 （1）本品茎横切面：表皮细胞一列，类长方形，具角质层，表面有非腺毛，长200～240μm，由2～4个细胞组成。下皮层为数列类椭圆形的薄壁细胞组成，细胞壁呈浅棕褐色，壁略增厚，可见裂隙。皮层由十余列薄壁细胞组成，类圆形或不规则形。中柱维管束排列成深波状的环，单个维管束为外韧型，形成层不明显，木质部导管聚集或散在。髓较大，随维管束的排列而呈星状。

（2）取本品粉末1g，加甲醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取列当对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取毛蕊花糖苷对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液5～10μl，对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水-冰醋酸（20∶3∶2∶0.2）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，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **水分**　不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分　不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分　不得过6.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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–0.5%磷酸溶液（15∶85）为流动相；检测波长为332nm。理论板数按毛蕊花糖苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取毛蕊花糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.4mg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50%甲醇50ml，密塞，摇匀，称定重量，超声处理（功率400W，频率45kHz）40分钟，放冷，再称定重量，用50%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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含毛蕊花糖苷（$C_{29}H_{36}O_{15}$）不得少于2.0%。

【性味与归经】 甘，温。归肝、肾、大肠经。

【功能与主治】 补肾助阳，强筋健骨，润肠通便。用于肾阳虚之阳痿早泄，遗精，腰膝酸软冷痛，耳鸣，宫冷不孕，肠燥便秘。

【用法与用量】 10～15g。外用适量。

【贮藏】 置通风干燥处。

列当质量标准起草说明

【药材名称】正名　　列当
汉语拼音名　　Liedang
拉丁名　　OROBANCHES HERBA

【概述】列当为列当科植物列当的干燥全草，又名兔子拐棍。始载于《开宝本草》。其应用历史悠久，具有补肾助阳，强筋骨的功效，可用于性神经衰弱，腰腿微软；外用治疗小儿消化不良性腹泻，肠炎等；民间常用作为传统中药肉苁蓉的代用品种；蒙医还用于治疗炭疽。《吉林药材图志》[1]、《吉林省野生经济植物志》[2]、《吉林省中草药栽培与制剂》[3]均有收载。列当作为原料药收载于《卫生部药品标准中药成方制剂第十七册》的中成药“脑塞通丸”[4]中。目前同为列当科植物的肉苁蓉、草苁蓉已分别被列入“濒危野生动植物种国际贸易公约”、“中国珍稀濒危保护植物名录”中，资源已近枯竭。列当作为同科功效相似植物，对于其新资源开发、保护、研究及作为濒危资源代用品有着重要意义。列当收载于《吉林省药品标准》（1977）[5]及《甘肃省中药材标准》（2009）[6]。其在吉林省内有产，目前并无规范化种植基地。

【来源】本品为列当科植物列当*0robanche coerulescens* Steph.的干燥全草。

植物形态：列当，株高15～40cm，全株密被蛛丝状长绵毛。茎直立，不分枝，具明显的条纹，基部常稍膨大。花多数，排列成穗状花序，长10～20cm，顶端钝圆或呈锥状；苞片与叶同形并近等大，先端尾状渐尖。花萼长1.2～1.5cm，2深裂达近基部。花冠深蓝色、蓝紫色或淡紫色，长2～2.5cm。雄蕊4枚，花丝着生于筒中部，长约1～1.2cm，基部略增粗，常被长柔毛，花药卵形，长约2mm，无毛。雌蕊长1.5～1.7cm，子房椭圆体状或圆柱状，花柱与花丝近等长，常无毛，柱头常2浅裂。蒴果卵状长圆形或圆柱形，干后深褐色，长约1cm，直径0.4cm。种子多数，干后黑褐色，不规则椭圆形或长卵形，长约0.3mm，直径0.15mm，表面具网状纹饰，网眼底部具蜂巢状凹点。花期4～7月，果期7～9月[7]，见图1。列当的干燥全草被白色柔毛。茎肥壮，肉质，表面黄褐色或暗褐色，具纵皱纹。鳞片互生，卵状披针形，先端尖，黄褐色皱缩，稍卷曲。花序顶生，黄褐色，花冠筒状，蓝紫色或淡紫色，略弯曲。蒴果卵状椭圆形，长1cm。气微，味微苦。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 列当样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
LD-1	全草	吉林省白城通榆	药材
LD-2	全草	吉林省白城镇赉	药材
LD-3	全草	吉林省通化通化县	药材
LD-4	全草	吉林省通化集安	药材
LD-5	全草	吉林省白城通榆	药材
LD-6	全草	吉林省延边珲春	药材
LD-7	全草	吉林省白城洮北	药材
LD-8	全草	吉林省白城洮南	药材
LD-9	全草	吉林省吉林蛟河	药材
LD-10	全草	吉林省长白山地区	药材

图1 列当原植物

图2 列当标本

【性状】 根据对收集到的10批列当样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品茎单一，呈圆柱形，被白色蛛丝状长绵毛，直径0.5～1cm，长15～35cm，表面黄褐色或暗褐色，具纵沟。质硬脆，较易折断，断面中空或有浅黄色髓，内层类白色，中层棕色。鳞叶互生，卵状披针形，呈黄棕色。花序穗状，黄褐色，花冠淡紫色或黄褐色。气微，味微苦。详见图3。

【鉴别】 （1）横切面显微特征：取10批列当样品横切面进行了显微特征观察，每

个批次样品观察不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品茎横切面表皮细胞一列，类长方形，具角质层，表面有非腺毛，长200～240μm，由2～4个细胞组成。下皮层为数列类椭圆形的薄壁细胞组成，细胞壁呈浅棕褐色，壁略增厚，可见裂隙。皮层由十余列薄壁细胞组成，类圆形或不规则形。中柱维管束排列成深波状的环，单个维管束为外韧型，形成层不明显，木质部导管聚集或散在。髓较大，随维管束的排列而呈星状。详见图4。

图3 列当药材

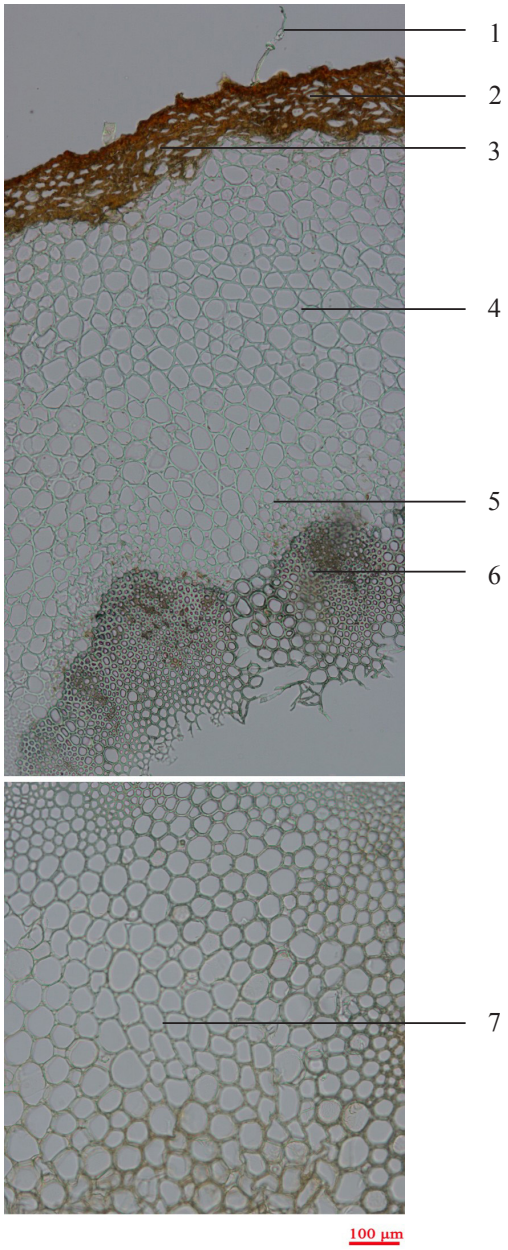


图4 列当茎横切面

1.非腺毛　2.表皮层　3.下皮层　4.皮层
5.韧皮部　6.木质部　7.髓

（2）研究表明列当所含有效成分为毛蕊花糖苷，因此增加此鉴别项。根据苷类化合物成分理化性质及溶解性能，对列当以毛蕊花糖苷成分及列当对照药材为对照进行薄层色谱鉴别方法研究。

经对不同展开条件进行选择，结果显示，取样品粉末1g，加甲醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取列当对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取毛蕊花糖苷对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液5～10μl，对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水-冰醋酸（20∶3∶2∶0.2）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，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。10批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，且该方法省时、简便、直观，故收入正文。详见图5。

耐用性考察：对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂，批号：20160911；青岛海浪硅胶干燥剂有限公司，批号：20130920；青岛胜海精细硅胶化工有限公司，批号：2013年9月23日出品）的展开效果进行考察，对不同展开温度（8℃、19℃、30℃），不同相对湿度（18%、40%、55%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

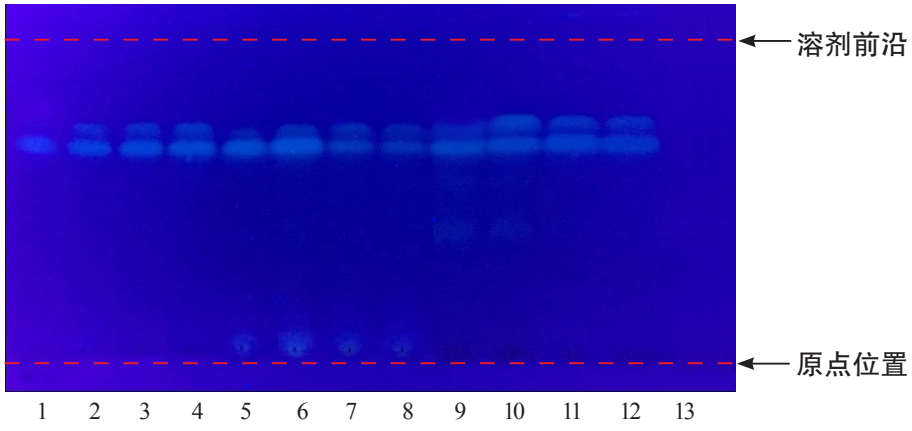


图5 列当样品TLC图

1.毛蕊花糖苷　2.LD-1　3.LD-2　4.LD-3　5.LD-4　6.LD-5　7.LD-6
8.LD-7　9.LD-8　10.LD-9　11.LD-10　12.列当对照药材　13.阴性对照

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂，批号：20130903，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：对照品溶液5μl，供试品及对照药材溶液10μl；展距：8cm；温度：19℃；相对湿度：40%；
展开剂：乙酸乙酯-甲醇-水-冰醋酸（20∶3∶2∶0.2）；
显色与检视：置紫外光灯（365nm）下检视。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表2。水分测定值在5.7%～11.9%之间，参考样品的实际情况及同科植物肉苁蓉的水分限度，定为水分不得过10.0%。

表2 列当样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
LD-1	8.3	LD-6	5.7
LD-2	8.4	LD-7	6.9
LD-3	9.7	LD-8	6.6
LD-4	11.9	LD-9	9.1
LD-5	8.9	LD-10	6.8

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，结果见表3。总灰分测定值在6.9%～13.4%之间，定为总灰分不得过12.0%。

表3 列当样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
LD-1	7.7	LD-6	10.0
LD-2	7.5	LD-7	10.5
LD-3	12.4	LD-8	12.1
LD-4	6.9	LD-9	10.4
LD-5	8.5	LD-10	13.4

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表4。酸不溶性灰分测定值在1.7%～6.7%之间，定为酸不溶性灰分不得过6.0%。

表4 列当样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
LD-1	4.3	LD-6	3.7
LD-2	4.1	LD-7	5.3
LD-3	6.7	LD-8	6.2
LD-4	1.7	LD-9	5.4
LD-5	2.4	LD-10	6.0

【含量测定】 为提高列当药材质量的控制水平，采用高效液相色谱法测定列当中有效成分毛蕊花糖苷。方法学研究结果显示，该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，专属性强，可作为该品种的内在质量控制方法。按照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0512）测定。测定方法考察及验证结果如下：

1. 方法考察与结果

1.1 色谱条件

1.1.1 测定波长的选择

毛蕊花糖苷经DAD光谱扫描，在332nm波长处有最大吸收，考虑其基线平稳程度，并参考《中国药典》2015年版一部肉苁蓉[8]中【含量测定】项下毛蕊花糖苷的检测波长，确定332nm为其测定波长，详见图6。

1.1.2 流动相的选择

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，分别以乙腈-0.5%磷酸、甲醇-0.5%磷酸、乙腈-水为流动相进行比较，结果以乙腈-0.5%磷酸（15∶85）为流动相，可以将毛蕊花糖苷成分有效分离，故将此流动相定为本法流动相。

对不同流速和不同柱温进行考察，结果不受影响。

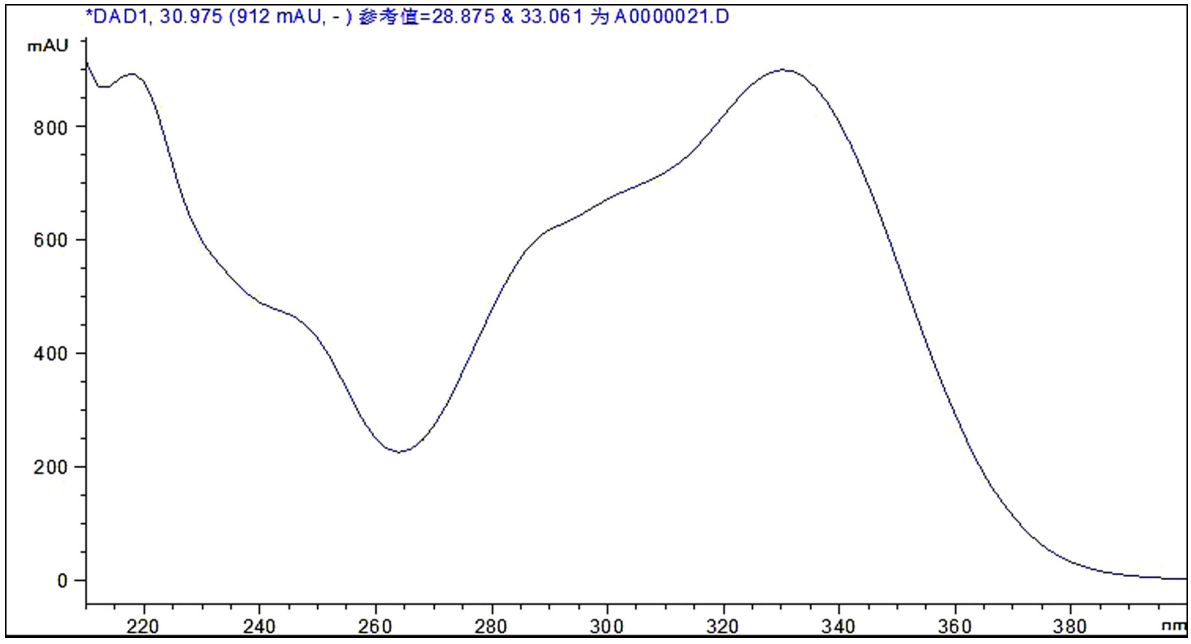


图6 毛蕊花糖苷紫外光谱图

1.2 提取方法

取同一批次样品粉末约0.2g，加不同溶剂，采用不同处理方法，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；乙腈-0.5%磷酸（15∶85）为流动相；检测波长为332nm。进样量10μl，柱温25℃，流速1.0ml/min进行样品提取方法考察，结果见表5、表6。

表5 提取溶剂及提取时间考察结果

提取溶剂	提取时间（min）	含量（%）
100%甲醇	40	1.57
80%甲醇	40	2.92
30%甲醇	40	2.67
50%甲醇	40	3.00
50%甲醇	30	2.98
50%甲醇	60	3.00

表6 提取方法考察结果（50%甲醇为溶剂）

提取方式	溶剂用量（ml）	含量（%）
超声	50	3.00
回流	50	2.86
超声	100	2.98

根据实验结果最终确定提取方法：取本品粉末约0.2g，精密称定，加50%甲醇50ml，超声处理（功率400W，频率45kHz）40分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。

2. 方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

取毛蕊花糖苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含0.3976mg的溶液，摇匀，作为对照品溶液。精密吸取对照品溶液1μl、5μl、8μl、10μl、15μl、20μl，注入液相色谱仪，以峰面积为纵坐标，进样量为横坐标，绘制标准曲线，结果表明毛蕊花糖苷在0.3976～7.952μg范围内，进样量与峰面积呈良好的线性关系，回归方程为Y = 5695.4X +110.79，相关系数r =0.9999。

2.2 重复性试验

取同一批次列当药材，按【含量测定】项下方法制备供试品溶液6份，测定毛蕊花糖苷的含量，结果毛蕊花糖苷含量的均值为4.95%，RSD=1.2%（n=6）。表明本法的重复性良好。

2.3 仪器精密度试验

以同一供试品溶液，校正色谱条件，连续测定6次，结果毛蕊花糖苷峰面积均值为12601.1，RSD=0.4%（n=6）。表明仪器精密度良好。

2.4 准确度试验

取重复性试验同批次样品（毛蕊花糖苷含量：4.95%）9份，每份取约0.2g，精密称定，分别加入三种比例毛蕊花糖苷对照品适量，按标准正文含量测定项下方法制备供试品溶液，测定，计算回收率。结果毛蕊花糖苷回收均值为101.9%，RSD=3.5%（n=9）。表明本方法回收率良好。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

取同一供试品溶液，采用三个不同品牌的色谱柱［Agilent ZORBAX SB-C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Agilent C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Diamonsil C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）］进样，测定。毛蕊花糖苷的平均含量为4.80%、RSD=2.9%（n=3）。

2.5.2 溶液的稳定性考察

精密吸取同一供试品溶液10 μl，分别在0，3，6，9，12，24小时进样，毛蕊花糖苷的峰面积均值为12215.2，RSD=1.0%（n=6）。结果表明供试品溶液在24小时内稳定。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定10批样品中的毛蕊花糖苷，结果见表7。结果显示：样品中毛蕊花糖苷含量在1.98%～6.73%之间，考虑原料药产地、加工及生产等因素以及采收时间的影响，并根据样品实际测得结果，定为本品按干燥品计算，含毛蕊花糖苷的量不得少于2.0%。

毛蕊花糖苷对照品HPLC图、列当样品HPLC图分别见图7、图8。

表7 列当样品含量测定结果

样品编号	毛蕊花糖苷含量（%）	样品编号	毛蕊花糖苷含量（%）
LD-1	4.88	LD-6	6.73
LD-2	4.96	LD-7	2.20
LD-3	3.07	LD-8	3.51
LD-4	6.33	LD-9	1.98
LD-5	3.00	LD-10	2.21

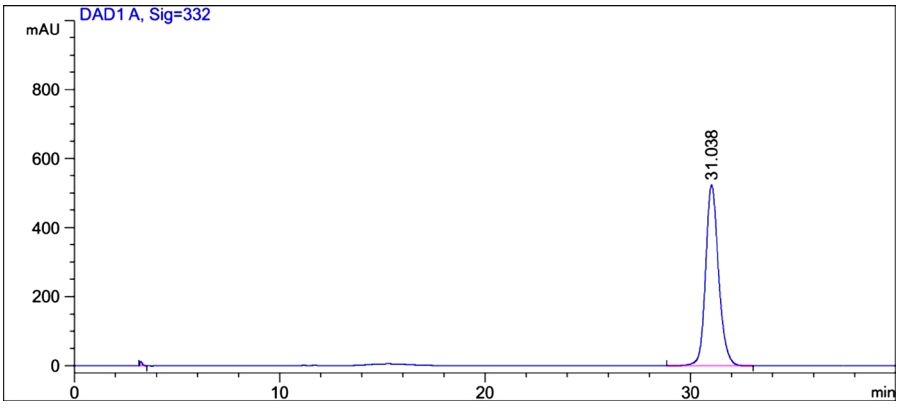


图7 毛蕊花糖苷对照品HPLC图

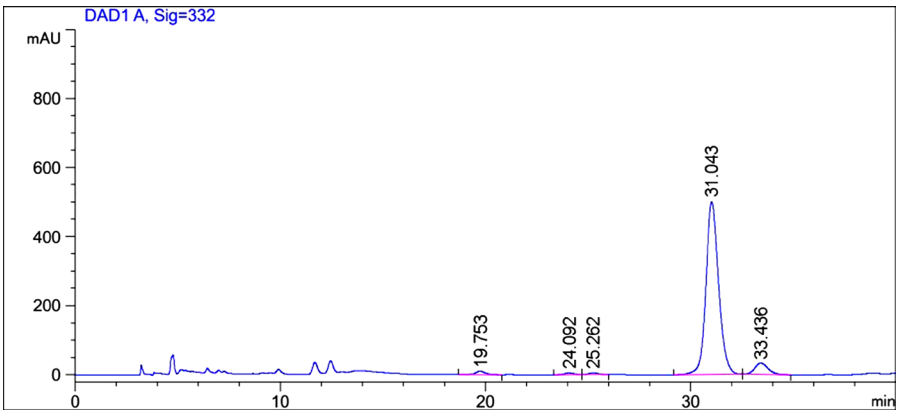


图8 列当样品HPLC图

【性味与归经】 甘，温。归肝、肾、大肠经。“性味”沿用《吉林省药品标准》（1977）[5]；“归经”参照《中华本草》“归肝、肾、大肠经”[9]。

【功能与主治】 《吉林省药品标准》（1977）[2]为“补肾助阳，强筋骨。用于性神经衰弱，腰腿疲软；外用治小儿消化不良性腹泻，肠炎”，经医学专家会确定为“补肾助阳，强筋健骨，润肠通便。用于治疗肾阳虚之阳痿，早泄，遗精，腰膝酸软冷痛，耳鸣，宫冷不孕，肠燥便秘”。

【用法与用量】 《吉林省药品标准》（1977）[5]为“10～15g；外用适量，沸水浸后洗脚”，经医学专家会确定为“10～15g；外用适量”。

【贮藏】 《吉林省药品标准》（1977）[5]为“置阴凉干燥处”，经专家评审会审定为“置通风干燥处”。

参考文献

[1] 樊绍钵, 段维和等. 吉林药材图志[M]. 北京: 中医古籍出版社, 1987: 48.

[2] 吉林省野生经济植物志编辑委员会. 吉林省野生经济植物志[M]. 长春: 吉林人民出版社, 1961: 200.

[3]吉林省中医中药研究所革命委员会, 吉林省药品检验所革命委员会编. 吉林省中草药栽培与制剂[M]. 长春: 吉林人民出版社, 1971: 422, 463.

[4]中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准中药成方制剂第十七册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1998: 229.

[5]吉林省卫生局. 吉林省药品标准(1977年版)[S]. 1977: 253-254.

[6]甘肃省食品药品监督管理局. 甘肃省中药材标准(2008年版)[M]. 兰州: 甘肃文化出版社, 2009: 228.

[7]中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志: 第六十九卷[M]. 北京: 科学出版社, 1979: 108.

[8]国家药典委员会. 中国药典2015版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 135-136.

[9]国家中药管理局编委会. 中华本草: 第七卷[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 514-516.

研究起草人：邢潇　刘治民　孙治　曲艳丽　杨建龙　胡光华　史记　陈锐　张航
起草单位：长春市食品药品检验中心
复核单位：吉林省药品检验所
审　　校：王维礼　姜启娟

返魂草

Fanhuncao

SENECIONIS CANNABIFOLIUS HERBA

本品为菊科植物麻叶千里光*Senecio cannabifolius* Less.和全叶千里光*Senecio cannabifolius* Less.var.*integrifolius*（Koidz.）Kitam.的干燥地上部分。8月中旬～9月下旬采割，除去杂质，晒干。

【性状】 麻叶千里光 本品茎呈细圆柱形，直立，无毛，上部多分枝，表面绿褐色、紫褐色、灰绿色或黄棕色，具细纵棱，体轻，质脆，易折断，断面不平整，灰白色，髓部宽广，疏松或中空。单叶互生，多皱缩破碎，完整叶片展开后，叶柄短，叶基部有两小耳，叶羽状或近掌状分裂，裂片披针形或条状披针形，先端渐尖，边缘有密锯齿。头状花序多数，生茎顶或枝端，排列成复伞房状；总苞筒状；舌状花黄色，筒状花多数。瘦果圆柱形，有纵沟，长约4mm；冠毛污黄白色。气微，味淡。

全叶千里光 单叶互生，叶不分裂，长圆状披针形。

【鉴别】（1）叶表面观：气孔多见于下表皮细胞，不定式，副卫细胞4～7个。非腺毛4～18个细胞，多弯曲，长约至1000μm，基部细胞膨大或不膨大，膨大细胞直径20～30μm。

茎粉末：纤维多成束或散在，较长，直径8～22μm，纹孔明显。导管多为网纹导管、螺纹导管，直径9～30μm。分泌道碎片含浅黄色或棕黄色分泌物。

（2）取本品粉末1g，置具塞锥形瓶中，加水50ml，煎煮1小时，放至室温，滤过，滤液蒸干，残渣加80%甲醇溶液5ml，超声处理2分钟使溶解，滤过，滤液作为供试品溶液。另取返魂草对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各3～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（5∶2∶1∶0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁溶液与10%铁氰化钾溶液的等量混合溶液（临用配制）。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的蓝色斑点。

（3）取本品粉末1g，置具塞锥形瓶中，加80%甲醇溶液20ml，超声处理30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加80%甲醇溶液3ml使溶解，作为供试品溶液。另取返魂草对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取绿原酸对照品、金丝桃苷对照品，分别加甲醇制成每1ml各含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》

2015年版四部通则0502）试验，吸取上述四种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水（14∶5∶5）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，在与对照药材色谱和绿原酸对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。再喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热2分钟，立即置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和金丝桃苷对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 水分 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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，以0.2%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℃；流速为每分钟0.8ml；检测波长为300nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于70000。

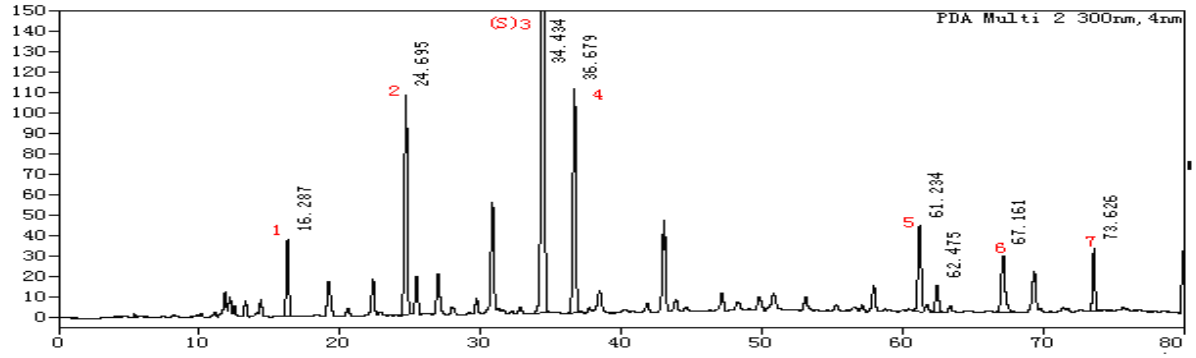
时间（分钟）	流动相（A%）	流动相（B%）
0～65	3→21	97→79
65～75	21→30	79→70

参照物溶液的制备 取绿原酸对照品适量，加50%甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过四号筛）1.0g，精密称定，置锥形瓶中，精密加水20ml，称定重量，煎煮2小时，适时摇晃补水，放冷，再称定重量，以水补足减失的重量，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液和供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，记录75分钟的色谱图，即得。

供试品特征图谱应有7个特征峰，与绿原酸参照物峰相应的峰为S峰，计算各特征峰与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±5%之内。规定值为：0.47（峰1）、0.72（峰2）1.00（S峰）、1.07（峰4）、1.78（峰5）、1.95（峰6）、2.14（峰7）。



对照特征图谱

峰1：未知峰　峰：2：新绿原酸　峰3（S）：绿原酸　峰4：隐绿原酸　峰5：金丝桃苷
峰6：异绿原酸B　峰7：异绿原酸C

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性实验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙睛为流动相A，以0.2%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为350nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于10000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0 ~ 10	3→5	97→95
10 ~ 26	5→11	95→89
26 ~ 30	11→14	89→86
30 ~ 80	14	86

对照品溶液的制备　取绿原酸对照品、金丝桃苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含绿原酸30μg、金丝桃苷20μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品粉末（过四号筛）约0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇溶液20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）60分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，用微孔滤膜（0.45μm）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，含绿原酸（$C_{16}H_{18}O_9$）不得少于0.10%，金丝桃苷（$C_{21}H_{20}O_{12}$）不得少于0.050%。

【性味与归经】 苦，平。归肺经。

【功能与主治】 清热解毒，止咳平喘，散瘀止痛。用于肺热咳嗽，瘀血肿痛，跌打损伤。

【用法与用量】 5 ~ 15g。外用适量。

【贮藏】 置通风干燥处，防蛀。

返魂草质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　返魂草
汉语拼音名　　Fanhuncao
拉丁名　　SENECIONIS CANNABIFOLIUS HERBA

【概述】 返魂草收载于中国药典2015年版 第四部“成方制剂中本版药典未收载的药材和饮片”，为菊科千里光属植物*Senecio cannabifolius* Less.的干燥地上部分。包括单叶返魂草［*Senecio cannabifolius* Less.var.*integrifolius*（Koidz.）Kitag.］和宽叶返魂草（别名麻叶千里光，*Senecio cannabifolius* Less.）。根据现行《中国植物志》，单叶返魂草更正为全叶千里光*Senecio cannabifolius* Less.var.*integrifolius*（Koidz.）Kitag.，又名单叶还魂草（东北植物检索表）；宽叶返魂草更正为麻叶千里光*Senecio cannabifolius* Less.，又名宽叶还魂草（东北植物检索表）。

为多年生草本植物，具有理气化痰、清热解毒、止咳平喘、涩肠止泻之功效。返魂草原为长白山一带民间用药，用于感染性危重症，相传有起死还魂的作用，故称为返魂草。在《新华本草纲要》、《长白山植物药志》、《中国长白山药用植物彩色图志》等均有记载。分布于吉林、黑龙江、内蒙古（大兴安岭）等地区。生于山沟、林缘路旁和湿草甸等处。在吉林、内蒙古和黑龙江均有部分栽培，目前栽培品多为全叶千里光。

【来源】 本品为菊科植物麻叶千里光*Senecio cannabifolius* Less.和全叶千里光*Senecio cannabifolius* Less.var.*integrifolius*（Koidz.）Kitag.的干燥地上部分。 前者曾用名宽叶返魂草（中国药典2015年版第四部），后者曾用名单叶返魂草（中国药典2015年版第四部）。

麻叶千里光　多年生草本。高1～2m。根状茎歪斜，须根多数。茎直立，无毛，上部多分枝。单叶互生，叶柄短，基部有2小耳；下部叶在花期枯萎，中部叶较大，上面深绿色，无毛，下面淡绿色，具卷曲短柔毛，羽状或近掌状分裂，长10～20cm，宽8～15cm，裂片披针形或条状披针形，先端渐尖，边缘有密锯齿。头状花序多数，生茎顶或枝端，排列成复伞房状；总苞筒状，长约5～6mm，外面有条形苞片；背面有疏毛或无毛。舌状花8～10个，黄色，舌片长圆状条形；管状花多数。瘦果圆柱形，有纵沟，长约4mm。冠毛污黄白色，多数，不等长。花期7～8月，果期9～10月。

全叶千里光　单叶互生，叶不分裂，长圆状披针形。

采收期为8月中旬至9月下旬。为保证返魂草持续生长发育，一般收割部位在根茎

离地面15cm高为宜[1, 2]。

起草样品收集情况：共收到样品24批，详细信息见表1、图1、图2、图3、图4。

表1 返魂草样品信息一览表

样品编号	原编号	药用部位	产地/采集地点
FHC-1	YMT-1	地上部分	长白山，野生
FHC-2	YMT-2	地上部分	小兴安岭黑河地区，野生
FHC-3	YMT-3	地上部分	吉林省白山市抚松县，种植
FHC-4	ZC-1	地上部分	吉林省敦化市大蒲柴河镇，野生
FHC-5	ZC-2	地上部分	吉林省敦化市大蒲柴河镇，野生
FHC-6	XZ-1	地上部分	吉林省靖宇县，野生
FHC-7	XZ-2	地上部分	吉林省通化县兴林镇基地，种植
FHC-8	XZ-3	地上部分	内蒙古，野生
FHC-9	YMT-4	地上部分	长白山，野生
FHC-10	YMT-5	地上部分	长白山，种植
FHC-11	YMT-6	地上部分	大小兴安岭，野生
FHC-12	LB-1	地上部分	黑龙江
FHC-13	XZ-130801	地上部分	内蒙
FHC-14	XZ-130905	地上部分	内蒙
FHC-15	XZ-130914	地上部分	内蒙
FHC-16	XZ-131019	地上部分	内蒙
FHC-17	LB-130622	地上部分	黑龙江
FHC-18	LB-130619	地上部分	黑龙江
FHC-19	XZ-4	地上部分	吉林省抚松县
FHC-20	XZ-5	地上部分	吉林省抚松县
FHC-21	XZ-6	地上部分	吉林省抚松县
FHC-22	ZC-3	地上部分	通化市柳河县姜家店朝鲜族乡，种植
FHC-23	ZC-4	地上部分	内蒙古兴安盟阿尔山市伊尔施镇，野生
FHC-24	ZC-5	地上部分	黑龙江省五大连池市沾河林业局，种植

图1 全叶千里光

图2 麻叶千里光

图3 麻叶千里光标本

图4 全叶千里光标本

【性状】 根据24批样品的外观性状，参照《中国长白山药用植物彩色图志》中“麻叶千里光”和“全叶千里光”项下的形态描述，将本药材的性状描述如下：

麻叶千里光 本品茎呈圆柱形，直立，无毛，上部多分枝，表面绿褐色、紫褐色、灰绿色或黄棕色，具细纵棱，体轻，质脆，易折断，断面不平整，灰白色，髓部宽广，疏松或中空。单叶互生，多皱缩破碎，完整叶片展开后，叶柄短，叶基部有两小耳，叶羽状或近掌状分裂，裂片披针形或条状披针形，先端渐尖，边缘有密锯齿。头状花序多数，生茎顶或枝端，排列成复伞房状；总苞筒状；舌状花黄色，筒状花多数。瘦果圆柱形，有纵沟，长约4mm，冠毛污黄白色。气微，味淡。

全叶千里光 单叶互生，叶不分裂，长圆状披针形。

本品主要鉴别特征为单叶互生，叶基部有两小耳，叶缘有密锯齿，麻叶千里光叶羽状或近掌状分裂，全叶千里光叶不分裂。药材图片见图5、图6。

图5 麻叶千里光

图6 全叶千里光

【鉴别】（1）由于干燥药材的叶极易脱落，药材全粉末中叶占得比例较少，其显微特征偶见，故对叶和茎分别进行显微特征鉴别。叶表面特征，需撕取叶的下表皮，水合氯醛试液透化，透化时间不宜过长，否则气孔不易见，置显微镜下观察。

本品叶表面观：气孔多见于下表皮细胞，不定式，副卫细胞4～7个。非腺毛4～18个细胞，多弯曲，长约至1000μm，基部细胞膨大或不膨大，膨大细胞直径20～30μm。

茎粉末：取本品茎粉末，水合氯醛试液透化，置显微镜下观察，可见：纤维多成束或散在，较长，直径8～22μm，纹孔明显。导管多为网纹导管、螺纹导管，直径9～30μm 。分泌道碎片含浅黄色或棕黄色分泌物。显微特征详见图7。

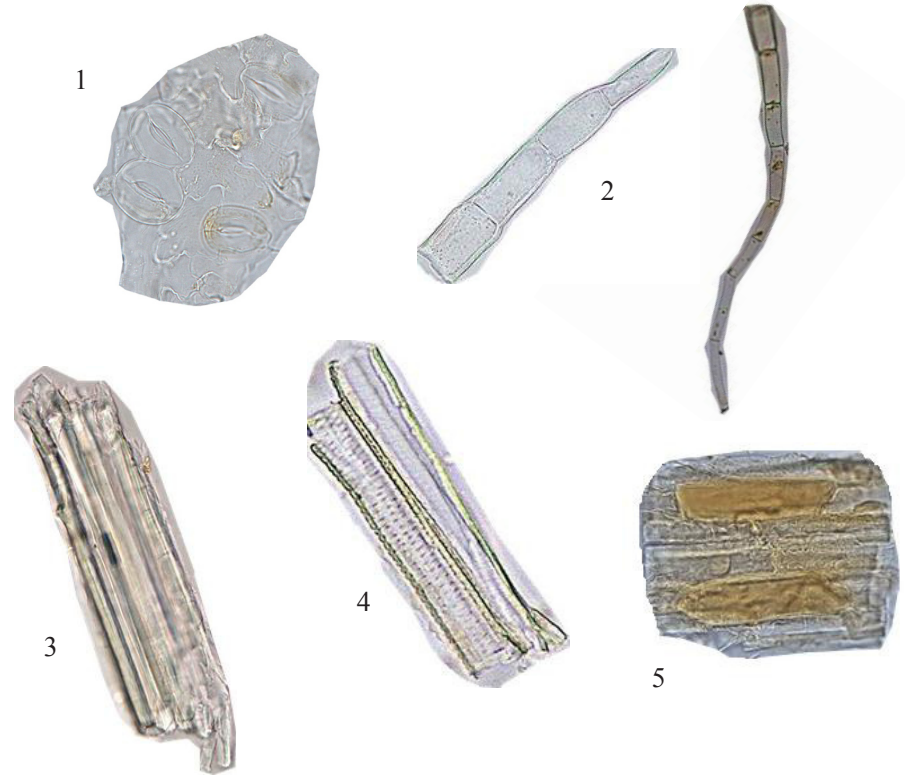


图7 返魂草叶表面和茎粉末显微图

1.气孔　2.非腺毛　3.纤维　4.导管　5.分泌道

（2）取本品粉末1g，置具塞锥形瓶中，加水50ml，煎煮1小时，放至室温，滤过，滤液蒸干，残渣加80%甲醇溶液5ml，超声处理2分钟使溶解，滤过，滤液作为供试品溶液。另取返魂草对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各3～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（5∶2∶1∶0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁溶液与10%铁氰化钾溶液的等量混合溶液（临用配制）。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的蓝色斑点。

18批样品按本法检验，均符合规定，薄层色谱分离效果良好，斑点清晰，重现性好。两种基原的药材在薄层图谱上未见明显差异。见图8。

耐用性考察 按所拟方法采用不同厂家（青岛海洋化工厂分厂、天津思利达科技有限公司、烟台市化学工业研究所）生产的薄层板，在不同温度（10℃、20℃、28℃）和相对湿度（36%、50%、80%）下进行耐用性考察，结果显示，以青岛海洋化工厂分厂生产的硅胶G板薄层图谱较好，分离的斑点最多，另外两家的硅胶G板分离的斑点较少。不同温度和湿度对薄层色谱的影响不大，均可得到相应数目的较清晰的斑点。

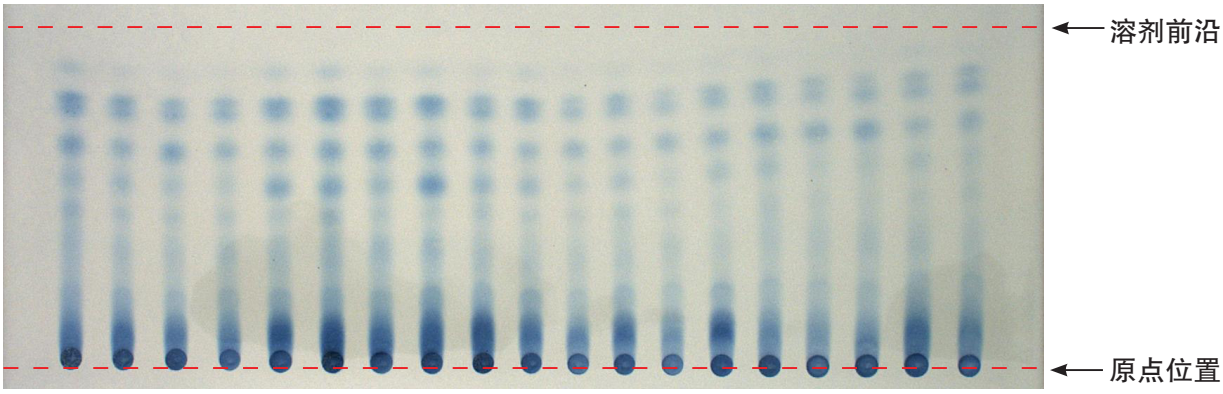


图8 返魂草样品TLC图

1.对照药材 2.FHC-1 3.FHC-2 4.FHC-3 5.FHC-4 6.FHC-5 7.FHC-6
8.FHC-7 9.FHC-8 10.FHC-9 11.FHC-10 12.FHC-11 13.FHC-12
14.FHC-13 15.FHC-14 16.FHC-15 17.FHC-16 18.FHC-17 19.FHC-18

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20110308，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：4μl；展距：9cm；温度：20℃；相对湿度：37%；展开剂：甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（5∶2∶1∶0.2）；
显色与检视：2%三氯化铁溶液与10%铁氰化钾溶液的等量混合溶液（临用配制），日光下检视。

（3）取本品粉末1g，置具塞锥形瓶中，加80%甲醇溶液20ml，超声处理30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加80%甲醇溶液3ml使溶解，作为供试品溶液。另取返魂草对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取绿原酸对照品和金丝桃苷对照品，分别

加甲醇制成每1ml各含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述四种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水（14∶5∶5）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，在与对照药材色谱和绿原酸对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。再喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热2分钟，立即置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和金丝桃苷对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

18批样品按本法检验，均符合规定，薄层色谱分离效果较好，斑点清晰，重现性好。两种基原的药材在薄层图谱上未见明显差异。见图9、图10。

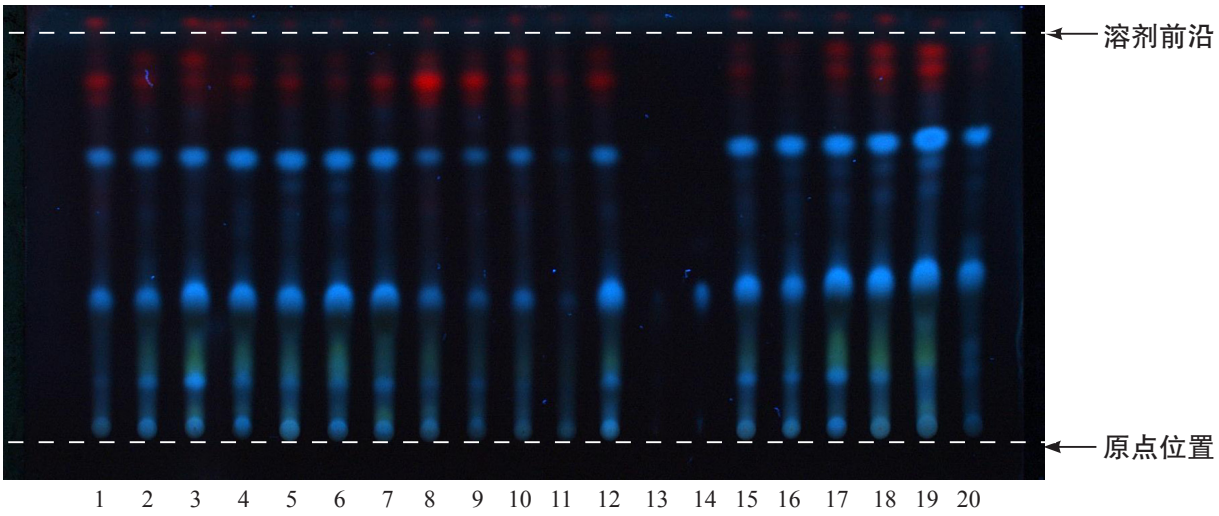


图9 返魂草样品TLC图（显色前365nm）

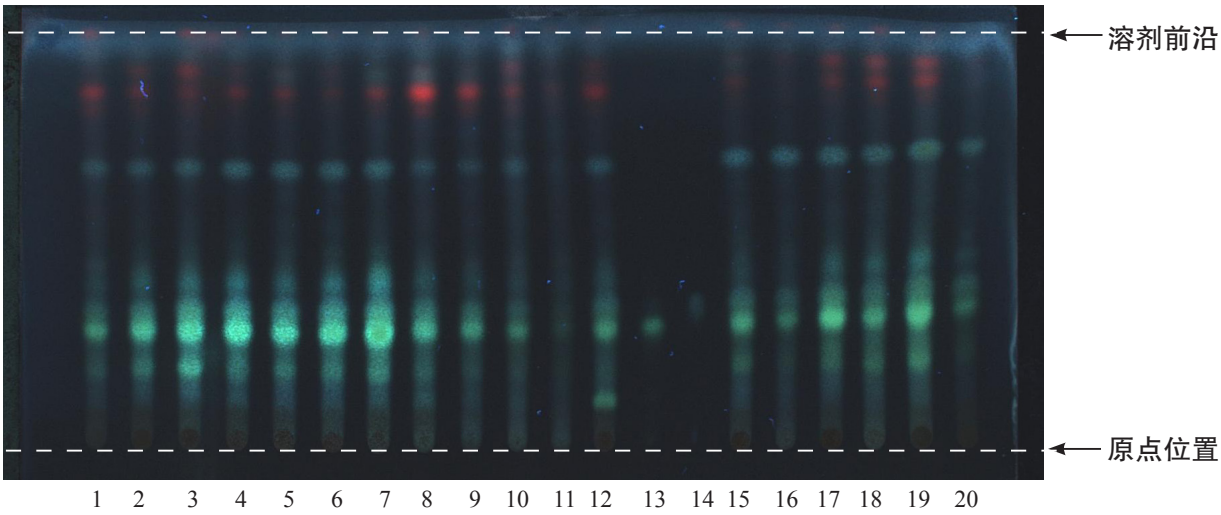


图10 返魂草样品TLC图（显色后365nm）

1.对照药材　2.FHC-2　3.FHC-5　4.FHC-8　5.FHC-9　6.FHC-11　7.FHC-13　8.FHC-14
9.FHC-15　10.FHC-16　11.FHC-18　12.FHC-17　13.金丝桃苷　14.绿原酸　15.FHC-1
16.FHC-3　17.FHC-4　18.FHC-6　19.FHC-7　20.FHC-10

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20110608，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：4μl；展距：9cm；温度：28℃；相对湿度：14%；展开剂：乙酸丁酯-甲酸-水（7∶2.5∶2.5）的上层溶液；

显色与检视：显色前置紫外光灯（365nm）下检视。喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热2分钟，立即置紫外光灯（365nm）下检视。

耐用性考察 按所拟方法采用不同厂家（青岛海洋化工厂分厂、天津思利达科技有限公司、烟台市化学工业研究所）生产的薄层板，在不同温度（18℃、22℃、28℃）和湿度（14%、28%、50%）下进行耐用性考察，比较结果，采用不同厂家的薄层板均能取得比较好的分离效果，但以青岛海洋化工厂分厂生产的薄层板效果最好。R_f值大小适中。不同温度和湿度对本薄层鉴别影响不大。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

测定12批样品，数据见表2。结果水分在6.80%～7.72%的范围内，由于测定时间是在12月份，北方室内采暖，空气干燥，湿度很小，相对湿度约为 10%～20%左右，样品一直在室内自然存放，会使水分测定值偏低。经与使用本药材的生产企业沟通，企业提供了情况说明及考察数据。从企业提供的近三年的返魂草药材水分检测数据看，水分在7.2%～12.8%之间，故将水分限度值定为不得过13.0%。

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

测定12批样品，数据见表2。结果在4.70%～10.09%的范围内，参考企业对2014年14批返魂草药材总灰分的测定数据（3.9%～9.3%），总灰分限度定为不得过10.0%。

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

测定12批样品，数据见表2。结果在0.08%～0.91%的范围内，含量较小，故酸不溶性灰分检查暂不列入正文。

表2 返魂草药材水分、总灰分、酸不溶性灰分测定结果

样品编号	水分（%）	总灰分（%）	酸不溶性灰分（%）
FHC-1	7.38	7.43	0.33
FHC-2	7.30	6.66	0.30
FHC-3	7.72	5.99	0.08
FHC-4	7.09	5.74	0.28
FHC-5	7.35	7.68	0.34
FHC-6	7.53	10.09	0.91
FHC-7	7.40	9.46	0.27
FHC-8	6.80	5.89	0.31
FHC-9	7.00	6.18	0.20
FHC-10	7.70	4.70	0.16
FHC-11	6.84	4.79	0.20
FHC-13	7.58	7.90	0.61

【特征图谱】

返魂草的主要化学成分有酚酸类、黄酮类、生物碱类，其中酚酸类和黄酮类成分是已被证实的抗菌消炎的主要活性成分。针对此类成分[3-8]，采用高效液相色谱法，建立特征图谱的检测方法，以此增加药材质量的可控性。方法简便易行，特征图谱具良好的专属性和重现性。

1. 方法考察与结果

1.1 色谱条件的选择

流动相选择乙腈-酸水系统，梯度洗脱。柱温：30℃，流速0.8ml/min，检测波长：254nm，由于酚酸类和黄酮类成分极性差别较大，保留时间差距大，经调整比较多种比例的梯度系统及流速，综合考虑色谱的分离效果、主要色谱峰的特征和重现性及分析时间，选择流动相梯度系统如下：

时间（min）	乙腈（%）	0.1甲酸（%）
0	3	97
65	21	79
75	30	70

所得供试品色谱图中，各主色谱峰分离较好，易于辨别，虽分析时间较长，但在同一张色谱图中两类成分在供试品色谱图中相应的位置上均有显现。

测定波长的选择　采用二极管阵列检测器，检测波长范围为200～400nm，进行色谱分析，经观察比较，发现在300nm波长下的色谱图中，小杂峰明显减少减弱，主要色谱峰较清晰，基线分离良好，色谱图中的信息量最多，故选择300nm作为测定波长。

1.2 供试品溶液制备方法考察

取FHC-8编号样品，分别以水、30%乙醇、70%乙醇作溶剂进行煎煮或超声提取，分别进样测定，考察提取情况，结果显示，30%乙醇和70%乙醇提取的供试液，各主要色谱峰的峰高明显高于水提取液，但与制剂（肺宁颗粒）图谱相差悬殊，而且水提取液的色谱峰比醇提取液的色谱峰多，即信息量较多，与制剂图谱相近，考虑返魂草药材入药多为水煎煮，为控制制剂与原料药材的质量，考察其相关性，本实验选择水作溶剂。

1.3 特征峰的选择及确认

取返魂草药材21批及对照药材，依上述所选供试品溶液制备方法和色谱条件进行测定，色谱柱为TechMate C_{18}-ST 4.6mm×250mm，记录色谱图。其中FHC-15、FHC-17、FHC-18号药材峰较小，剔除，选择其余18批药材色谱图，观察各批药材色谱图，

选择分离较好的稳定的共有峰7个，联合作为特征峰。采用对照品对照法，通过保留时间和光谱比较，确认了特征图谱中6个特征峰分别为新绿原酸（峰2）、绿原酸（峰3）、隐绿原酸（峰4）、金丝桃苷（峰5）、异绿原酸B（峰6）、异绿原酸C（峰7）。

1.4 方法学验证

1.4.1 溶剂干扰试验 供试品溶液制备是以蒸馏水作溶剂，故精密吸取水10μl，依法进样测定，结果供试品色谱中没有色谱峰出现，试剂空白对特征图谱测定无影响。

1.4.2 仪器精密度试验 取FHC-8编号样品，依法制成供试品溶液，精密吸取10μl，注入液相色谱仪，连续进样测试6次，考察各色谱峰的相对保留时间的一致性，结果RSD均小于0.3%，表明本方法精密度良好。

1.4.3 重复性试验 取FHC-8编号样品，依法独立测定6次，考察各色谱峰的相对保留时间的一致性，结果RSD均小于1.9%，表明本法的重复性良好。

1.4.4 稳定性试验 取FHC-8编号样品，依法制得供试品溶液，每间隔一定时间进样测定一次，考察各色谱峰的相对保留时间的一致性，结果RSD均小于1.9%，供试品溶液在67小时内稳定性良好。

1.4.5 耐用性试验 采用三台不同型号仪器（岛津LC-20A、岛津LC-30AD、Agilent 1260）及4种不同的色谱柱［TechMate C_{18}-ST（4.6mm×250mm，5μm）、Agilent ZORBAX SB-C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Agilent HC-C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Diamonsil C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）］依法检测，均能得到较好的特征图谱，表明本试验方法耐用性良好。

1.5 标准特征图谱的建立及技术参数的规定

依法对18批返魂草样品进行特征图谱检测，结果7个特征峰在各样品色谱中均有检出，计算各特征峰的相对保留时间，结果见表3。

表3 特征图谱检测结果

峰号	1		2		3		4		5		6		7	
样品编号	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间
FHC-1	16.363	0.47	24.788	0.72	34.507	1.00	36.754	1.07	61.257	1.78	67.192	1.95	73.677	2.14
FHC-2	16.256	0.47	24.594	0.72	34.311	1.00	36.552	1.07	61.099	1.78	67.030	1.95	73.529	2.14
FHC-3	16.309	0.47	24.718	0.72	34.432	1.00	36.673	1.07	61.235	1.78	67.158	1.95	73.629	2.14
FHC-4	16.287	0.47	24.695	0.72	34.434	1.00	36.679	1.07	61.234	1.78	67.161	1.95	73.626	2.14
FHC-5	16.226	0.47	24.564	0.72	34.287	1.00	36.543	1.07	61.014	1.78	66.954	1.95	73.473	2.14
FHC-6	16.307	0.47	24.725	0.72	34.459	1.00	36.696	1.06	61.240	1.78	67.155	1.95	73.632	2.14
FHC-7	16.309	0.47	24.710	0.72	34.441	1.00	36.690	1.07	61.242	1.78	67.151	1.95	73.612	2.14
FHC-8	16.649	0.48	25.111	0.72	34.859	1.00	37.153	1.07	61.706	1.77	67.659	1.94	73.959	2.12

续表

峰号	1		2		3		4		5		6		7	
样品编号	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间	保留时间	相对保留时间
FHC-9	16.267	0.47	24.633	0.72	34.349	1.00	36.587	1.07	61.111	1.78	67.027	1.95	73.537	2.14
FHC-10	16.291	0.47	24.677	0.72	34.391	1.00	36.623	1.06	61.157	1.78	67.065	1.95	73.556	2.14
FHC-11	16.250	0.47	24.582	0.72	34.307	1.00	36.561	1.07	61.131	1.78	67.080	1.96	73.579	2.14
FHC-12	16.292	0.47	24.653	0.72	34.376	1.00	36.616	1.07	61.198	1.78	67.130	1.95	73.613	2.14
FHC-13	16.257	0.47	24.593	0.72	34.310	1.00	36.560	1.07	61.074	1.78	67.038	1.95	73.528	2.14
FHC-14	16.270	0.47	24.606	0.72	34.319	1.00	36.554	1.07	61.120	1.78	67.054	1.95	73.542	2.14
FHC-16	16.261	0.47	24.621	0.72	34.332	1.00	36.572	1.07	61.083	1.78	66.994	1.95	73.532	2.14
FHC-19	16.408	0.47	24.973	0.72	34.908	1.00	37.054	1.06	61.978	1.78	67.677	1.94	74.034	2.12
FHC-20	16.356	0.47	24.908	0.72	34.832	1.00	36.990	1.06	61.940	1.78	67.626	1.94	74.006	2.12
FHC-21	16.386	0.47	24.934	0.72	34.848	1.00	37.002	1.06	61.920	1.78	67.632	1.94	73.996	2.12
		0.47		0.72		1.00		1.06		1.78		1.95		2.14
± 5%	0.45 ~ 0.49		0.68 ~ 0.76				1.02 ~ 1.12		1.69 ~ 1.87		1.85 ~ 2.05		2.03 ~ 2.25	

根据18批返魂草药材特征图谱检测结果，规定供试品色谱图中应呈现7个特征峰，其中1个峰应与绿原酸参照物峰保留时间相同，与参照物峰相应的峰为S峰，计算各特征峰与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 ± 5%以内。规定值为：0.47（峰1）、0.72（峰2）、1.00（峰3，即S峰）、1.06（峰4）、1.78（峰5）、1.95（峰6）、2.14（峰7）。对照特征图谱见图11。

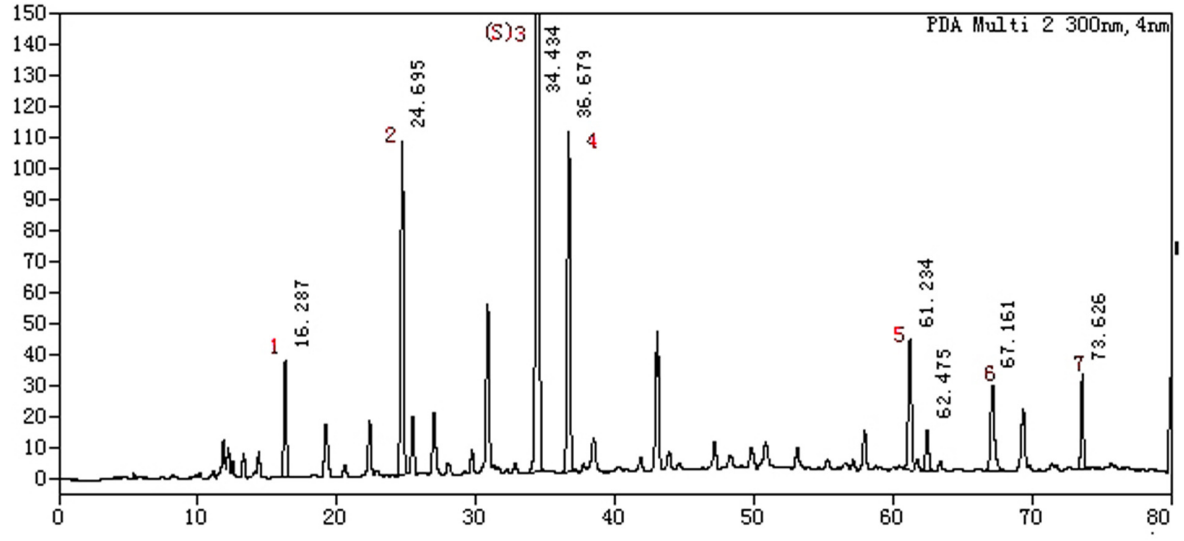


图11 对照特征图谱

1. 未知峰　2. 新绿原酸　3（S）. 绿原酸　4. 隐绿原酸
5. 金丝桃苷　6. 异绿原酸B　7. 异绿原酸C

在已选定的特征峰中，特征峰1为未知峰，特征峰2为新绿原酸，特征峰3为绿原酸，特征峰4为隐绿原酸，特征峰5为金丝桃苷、特征峰6为异绿原酸B，特征峰7为异绿原酸C。特征峰1为未知成分，2～4、6、7为酚酸类成分，特征峰5为黄酮类成分，三部分联合显示返魂草的特征，既增加专属性又增加了可控性。

考察12批麻叶千里光和6批全叶千里光的色谱图，显示在相应的保留时间处均有相应的色谱峰，信息基本一致，无明显差异。

【含量测定】 以绿原酸和金丝桃苷为定量指标，采用高液效液相色谱法建立含量测定方法，并对返魂草样品进行含量考察。

1. 方法考察与结果

1.1 色谱条件

1.1.1 测定波长的选择 分别取绿原酸和金丝桃苷对照品的甲醇溶液，用紫外-可见分光光度计在200～400nm波长范围内扫描，结果绿原酸在325nm波长处有最大吸收，金丝桃苷在353nm波长处有最大吸收。考虑到本品中绿原酸的含量较高，且响应值较大，而金丝桃苷的响应值较小，故测定波长选在350nm，使二者均呈现较好的色谱峰，可同时测定绿原酸、金丝桃苷两种成分的含量。

1.1.2 流动相的选择 由于绿原酸与金丝桃苷极性差别大，在同一色谱条件下保留时间相差大，故采用梯度洗脱，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙睛为流动相A，以0.2%甲酸溶液为流动相B，经考察，以下表中的梯度进行洗脱，结果绿原酸与金丝桃苷均能得到较好的分离。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～10	3→5	97→95
10～26	5→11	95→89
26～30	11→14	89→86
30～80	14	86

1.2 供试品溶液制备方法

1.2.1 提取溶剂考察 取FHC-11编号药材0.25g，精密称定，共6份，置具塞锥形瓶中，分别精密加入30%甲醇溶液、50%甲醇溶液、70%甲醇溶液、甲醇溶液各20ml，分别称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）60分钟，取出，放冷，再称定重量，用相应的溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。分别进样测定，结果显示以70%甲醇提取两种成分效果最佳，见表4。

1.2.2 超声时间考察 取FHC-11编号药材0.25g，精密称定，共3份，以70%甲醇做

溶剂，分别超声处理（功率250W，频率40kHz）30、45、60分钟，测定结果显示超声60分钟时，样品中两种成分提取出来的最多，见表4。

表4 提取溶剂及提取时间比较结果

称样量（g）	超声时间（min）	溶剂	绿原酸峰面积	金丝桃苷峰面积
0.2570	60	30%甲醇	856064	521339
0.2539	60	50%甲醇	863297	598361
0.2526	60	甲醇	599819	610594
0.2512	30	70%甲醇	854968	685024
0.2544	45	70%甲醇	877975	702073
0.2551	60	70%甲醇	885110	718290

综上考察确定供试品溶液制备方法为：取本品粉末约0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇溶液20ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）60分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，用微孔滤膜（0.45μm）滤过，取续滤液，即得。

2. 方法学验证与结果

2.1 标准曲线的制备

精密称取绿原酸对照品10.43mg、金丝桃苷对照品11.25mg，分别置50ml量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取绿原酸对照品溶液1.5ml、金丝桃苷对照品溶液1.0ml，置同一10ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得对照品溶液。精密吸取对照品溶液1、5、10、15、20、30μl，分别注入液相色谱仪，测得峰面积，以进样量（μg）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，结果表明绿原酸进样量在0.03～0.94μg范围内与峰面积呈良好的线性关系。回归方程为Y=1227167X+1184，r=0.9999。金丝桃苷进样量在0.02～0.63μg范围内与峰面积呈良好的线性关系，回归方程为Y=2348492X+562，r=0.9999。

2.2 仪器精密度（进样重复性）试验

取同一供试品溶液，连续进样6次，每次10μl，依法测定，记录峰面积，结果绿原酸与金丝桃苷RSD均为0.2%，结果表明，所用仪器精密度良好。

2.3 稳定性试验

取同一供试品溶液，分别在0小时、10小时、17小时、27小时各进样测定一次，记录峰面积，结果RSD分别为0.5%（绿原酸）、0.8%（金丝桃苷），表明供试品溶液在27小时内稳定性较好。

2.4 重复性试验

取同一批供试品（FHC-11）6份，照正文方法，平行测定6次，计算，结果平均含量分别为3.5226 mg/g（绿原酸）、2.5514 mg/g（金丝桃苷），RSD分别为1.0%（绿原酸）、2.8%（金丝桃苷），表明本方法重复性良好。

2.5 准确度试验

取已知含量的样品（FHC-11，含绿原酸3.5226 mg/g、金丝桃苷2.5514 mg/g）约0.125g，共9份，精密称定，分别精密加入对照品混合溶液（浓度：含绿原酸0.04084mg/ml、金丝桃苷0.03392mg/ml）5、6.5、8ml各3份，置具塞锥形瓶中，分别精密加入70%甲醇溶液适量，使总体积至20ml，依法测定，计算回收率，结果绿原酸平均回收率为101.9%，RSD=3.1%，金丝桃苷平均回收率为103.3%，RSD=2.1%，n=9。

2.6 耐用性试验

取同一供试品溶液，在不同仪器上（岛津LC—30AD、岛津LC/20A、 Agilent 1260），采用不同品牌的色谱柱〔Agilent HC-C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Diamnosil®C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、TechMate C_{18}-ST（4.6mm×250mm，5μm，120Å）〕，依上述色谱条件进样测定，结果，供试品色谱中绿原酸及金丝桃苷色谱峰均能得到很好分离。表明本方法耐用性良好。

经上述方法学考察，表明本含量测定方法精密度、准确度及耐用性良好，方法简便易行，可作为本品内在质量的控制方法。

3.样品测定及含量限度的确定

依法测定返魂草样品24批，结果见表5。

表5 返魂草样品含量测定结果

样品编号	绿原酸含量（%）	金丝桃苷含量（%）
FHC-1	0.30	0.125
FHC-2	0.12	0.080
FHC-3	0.18	0.056
FHC-4	0.59	0.280
FHC-5	0.59	0.240
FHC-6	0.51	0.108
FHC-7	0.61	0.228
FHC-8	0.48	0.243
FHC-9	0.29	0.116
FHC-10	0.23	0.041

续表

样品编号	绿原酸含量（%）	金丝桃苷含量（%）
FHC-11	0.30	0.164
FHC-12	0.087	0.074
FHC-13	0.44	0.395
FHC-14	0.13	0.109
FHC-15	0.056	0.067
FHC-16	0.12	0.061
FHC-17	0.42	0.171
FHC-18	0.12	0.023
FHC-19	0.59	0.235
FHC-20	0.63	0.089
FHC-21	0.47	0.179
FHC-22	0.33	0.067
FHC-23	0.24	0.159
FHC-24	0.15	0.115
国家对照药材	0.20	0.080

限度的确定 根据以上样品测定结果，根据最高值、最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，规定含量限度为“本品按干燥品计算，含绿原酸（$C_{16}H_{18}O_9$）不得少于0.10%，金丝桃苷（$C_{21}H_{20}O_{12}$）不得少于0.050%。

样品HPLC图、对照品HPLC图分别见图12、图13。

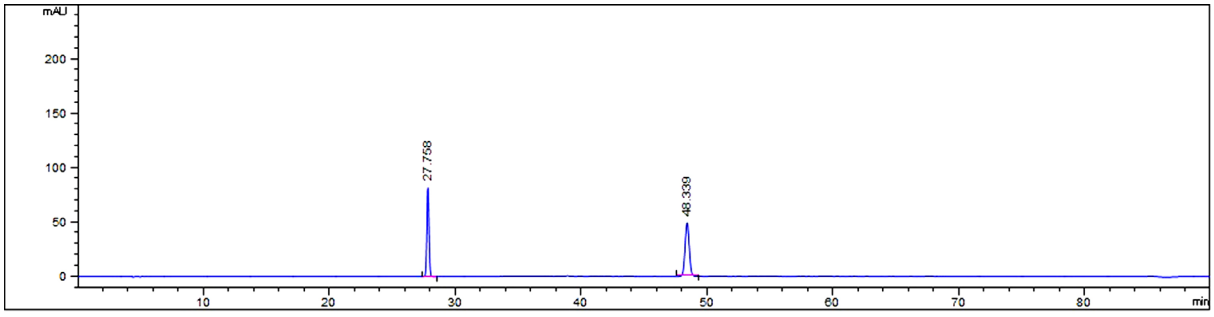


图12 对照品HPLC图

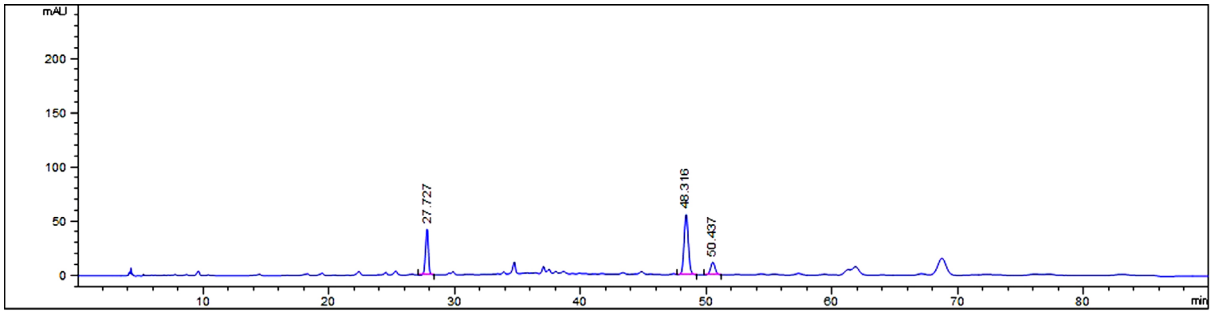


图13 返魂草样品HPLC图

【性味与归经】《新华本草纲要》和《中国长白山药用植物彩色图志》在性味与功用中记载：味苦，性平。有清热解毒，散血消肿，下气通经的功能。长白山民间常用于治疗感染性疾患。文献上没有记载归经，参照上述记载，并按吉林省地方药材标准审查委员会审核意见，将本品性味与归经定为：苦、平。归肺。

【功能与主治】肺宁颗粒为返魂草的单味制剂，其功能与主治为“清热化痰，镇咳平喘。用于肺内感染，慢性支气管炎，喘息性支气管炎，急性呼吸道感染等”。结合《新华本草纳要》和《中国长白山药用植物彩色图志》记载的性味与功用，并按吉林省地方药材标准审查委员会审核意见，将返魂草的功能与主治定为“清热解毒，止咳平喘，散瘀止痛。用于肺热咳嗽，瘀血肿胀，跌打损伤。”

【用法与用量】5～15g。外用适量。按吉林省地方药材标准审查委员会审核意见制定。

【贮藏】置通风干燥处，防蛀。

参考文献

[1]刘曼玲，王国峰. 返魂草适宜采收期的研究初探. 人参研究，2009（3）：45.

[2]闫军，刘丽，等. 通化县朝阳林场发展返魂草产业的探索与实践. 吉林农业，2011（3）：266.

[3]马鸿雁，杨莉，等. 单麻叶千里光中的一个新化学成分. 药学学报，2008，43（6）：626～629.

[4]吴斌，吴立军，等. 麻叶千里光抗菌化学成分的研究（I） 沈阳药科大学学报，2004，21（5）：341～344.

[5]吴斌，吴立军，等. 麻叶千里光抗菌化学成分的研究（Ⅱ） 中草药，2005，36（10）：1447～1450.

[6]吴一飞，巩江，等. 返魂草的药学研究进展. 山东中医杂志，2009，28（6）：436～437.

[7]马鸿雁，杨莉，等.返魂草药材的HPLC指纹图谱研究. 中国实验方剂学杂志，2012，18（13）：101～104.

[8]赵春芳，李庆杰，等. 返魂草的高效液相色谱法指纹图谱研究及成分分析. 分析化学研究简报，2013，41（1）：133～136.

研究起草人：沈丽娟　赵春香　门英　韩伟亭　王维华　温立义　赵琳琳

起草单位：吉林省药品检验所

复核单位：1.黑龙江省食品药品检验检测所　2.长春市食品药品检验中心

审　　校：雷杨　赵俊华

驴　肾

Lüshen

TESTIS ET PENIS ASINI

本品为马科动物驴 *Eguus asinus* L.的干燥阴茎及睾丸。全年均可采收，屠宰后，割取阴茎及睾丸，剔净残肉，拉直干燥。

【性状】 本品阴茎呈长类圆柱形，长30～50cm，直径2～4cm。前端呈圆形，较大；包皮有纵横交错的皱缩纹理，黑色，其余皆为黄白色至棕红色；基部有两个睾丸，类圆形，扁平状。阴茎质坚硬，不易折断。气特异，味腥、咸。

【鉴别】 （1）阴茎横切面：取本品阴茎蒸软，距离龟头前端约15 cm处切片，片呈类圆形，切面黄棕色至红棕色，外有棕黑色至棕红色的表皮。阴茎海绵体呈半月形，有厚的纤维膜，膜向内伸出数条起支架作用的隔，将海绵体分成若干呈裂隙状的小室，类蜂窝状。尿道及尿道海绵体位于阴茎海绵体的腹侧，呈管状。

（2）本品粉末黄棕色至棕红色。软骨碎片甚多，不规则形，无色或淡黄色，表面纹理明显，骨陷窝呈细长梭形，边缘骨小管不明显。肌肉碎片黄白色至棕黄色，表面具波状纹理。包皮组织碎片少见，黑色，具不规则纹理。

（3）取本品睾丸粉末0.2g，加乙醇25ml，加热回流30分钟，滤过，滤液浓缩至2ml，作为供试品溶液。另取驴睾丸对照药材0.2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液2～5μl、对照药材溶液3μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以正己烷-丙酮（6∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（254nm和365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】 **水分**　取本品切片，破碎后测定，不得过15.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）。

总灰分　取本品粉末（过一号筛）适量，不得过6.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 取本品粉末（过一号筛）适量，照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用50%乙醇作溶剂，不得少于13.0%。

【炮制】 取驴肾，洗净，置沸水锅中略煮，切3mm厚片，干燥，放入有滑石粉的锅中烫至微鼓起，取出，晾凉。

【性味与归经】 甘、咸，温。归肝、肾经。

【功能与主治】 补肾壮阳，强筋壮骨。用于肾阳虚之腰膝酸软冷痛，畏寒肢冷，阳痿，早泄，阴囊潮湿，乳少，附骨疽（骨结核），附骨流注（骨髓炎）。

【用法与用量】 15～25g，炖服，熬膏或入丸、散等。

【贮藏】 置阴凉干燥处，防潮，防蛀，防腐。

驴肾质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　驴肾
汉语拼音名　　Lüshen
拉丁名　　TESTIS ET PENIS ASINI

【概述】 驴肾名见《山西中药志》，指驴的雄性外生殖器（即阴茎和睾丸）。《中国动物药》、《吉林药材图志》[1]记载为“驴肾，原名驴阴茎，首载于《本草纲目》，《本草新编》名驴鞭，均是以阴茎入药。近代是以阴茎和睾丸入药，故名驴肾”。原标准为吉林省药品标准（1977版）270页。《辽宁省中药材标准》[2]（第一册）（2009年版）也有收载。本品具有补肾壮阳，强筋壮骨的功效。用于阳痿，气弱，肾囊湿冷，乳汁不足，骨结核，骨髓炎等症[3]。大型养殖基地分布于吉林、辽宁、甘肃、山东等省，目前吉林省拥有全国最大的养驴基地。参茸三肾胶囊、七鞭回春乐胶囊、男宝胶囊、鹿尾鞭酒、三肾丸等处方中使用该药材，名为驴肾，吉林省16家药厂使用该药材。

【来源】 通过对驴肾进行本草考证，确定基源为马科动物驴 *Eguus asinus* L.的干燥阴茎及睾丸。

动物形态：形态比马小，体重约200kg左右，头型较长，眼圆，其上有一对显眼的长耳，颈部长而宽厚，颈背鬃毛短而稀少，躯体匀称，四肢短粗，蹄质坚硬，尾尖端处有长毛，体色有黑、栗、灰3种为主。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1、图1、图2。

图1 驴原动物

表1 驴肾样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
LS-1	阴茎及睾丸	吉林省和龙	药材
LS-2	阴茎及睾丸	辽宁省阜新	药材
LS-3	阴茎及睾丸	内蒙古赤峰	药材
LS-4	阴茎及睾丸	甘肃岳普湖	药材
LS-5	阴茎及睾丸	新疆	药材
LS-6	阴茎及睾丸	甘肃高台	新鲜药材
LS-7	阴茎及睾丸	山东省东阿县黑毛驴繁育基地	新鲜药材
LS-8	阴茎及睾丸	云南大理	新鲜药材
LS-9	阴茎及睾丸	吉林省和龙（2）	新鲜药材
LS-10	阴茎及睾丸	内蒙古赤峰（2）	药材

备注：驴肾样品LS-1制成标本，经鉴定，结果确定其为马科动物驴 *Eguus asinus* L.的干燥阴茎及睾丸，实验中以LS-1驴肾的睾丸作为驴肾的睾丸对照药材与其他样品进行对比。完成样品收集后，将所有10份样品（约100g）进行粉碎处理，备用。

图2 驴肾药材

【性状】通过对采集的不同产地的10批样品的实际观察，确定本品的性状为：

本品阴茎呈长类圆柱形，长约30～50cm，直径约2～4cm，前端呈圆形，较大；包皮有纵横交错的皱缩纹理，黑色，其余皆为黄白色至棕红色；基部有两个睾丸，类圆形，扁平状。阴茎质坚硬，不易折断。气特异，味腥、咸。见图2。

【鉴别】根据收集的10批药材样品，经制片观察确定。

（1）阴茎横切面：取距离龟头前端约15 cm处切片，片呈类圆形，切面黄棕色至红棕色，外有棕黑色至棕红色的表皮。阴茎海绵体呈半月形，有厚的纤维膜，膜向内伸出数条起支架作用的隔，将海绵体分成若干呈裂隙状的小室，类峰窝状。尿道及尿道海绵体位于阴茎海绵体的腹侧，呈管状。见图3。

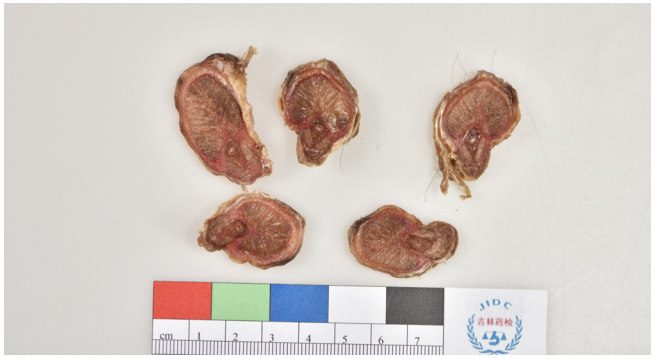


图3 阴茎横切面

（2）粉末显微特征：取10批驴肾药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末黄棕色至棕红色。软骨碎片甚多，不规则形，无色或淡黄色，表面纹理明显，骨陷窝呈细长梭形，边缘骨小管不明显。肌肉碎片黄白色至棕黄色，表面具波状纹理。包皮组织碎片少见，黑色，具不规则纹理。见图4。

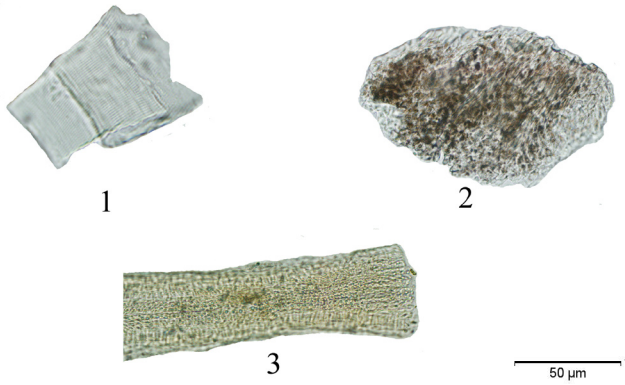


图4 驴肾粉末

1.肌肉碎片；2.包皮组织碎片；3.软骨碎片

（3）取本品睾丸粉末0.2g，加乙醇25ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸至约2ml，作为供试品溶液。另取驴睾丸对照药材0.2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）溶验，吸取供试品溶液2～5μl、对照药材溶液3μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以正己烷-丙酮（6:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇试液，在105℃加热至斑点显色清晰。分别置日光和紫外光灯（254nm和365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。10批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故列入正文。见图5、图6、图7。

耐用性考察：对两个厂家硅胶GF_{254}预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20140108；黄海化工厂，批号：20140325）的展开效果进行考察，对不同展开温度

（4℃、22℃、30℃）进行考察，结果表明本法耐用性良好。

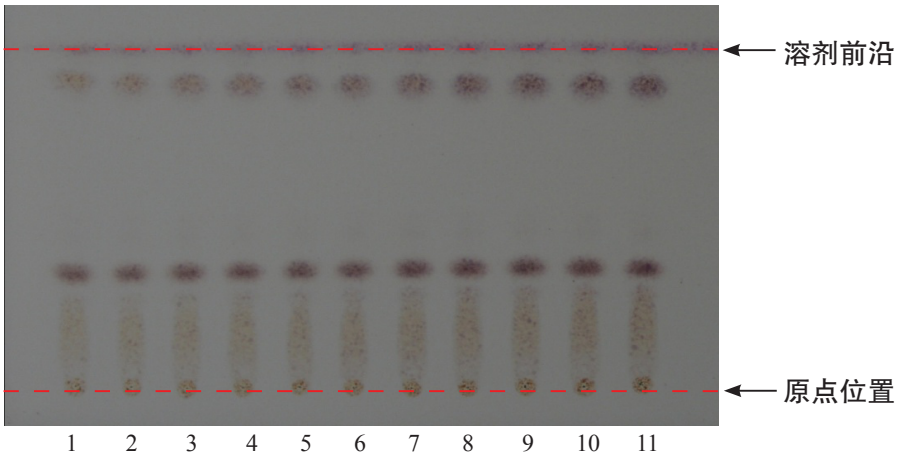


图5 驴肾样品TLC图（日光）

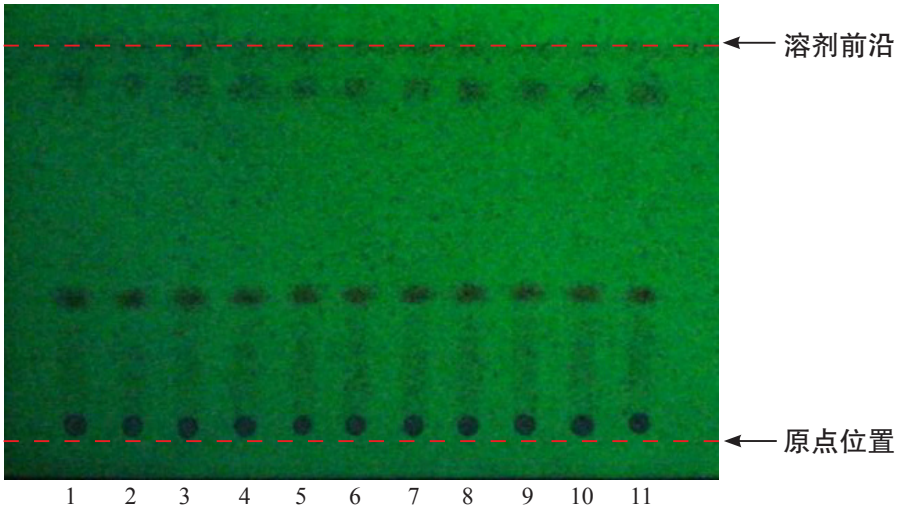


图6 驴肾样品TLC图（254nm）

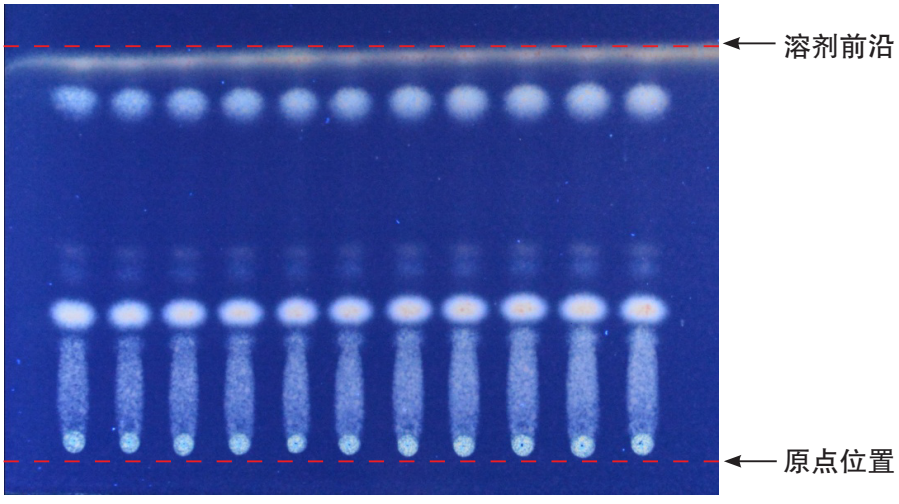


图7 驴肾样品TLC图（365nm）

1. LS-1　2. LS-2　3. LS-3　4. LS-4　5. LS-5　6. LS-6

7. LS-7　8. LS-8　9. LS-9　10.LS-10　11.对照药材

色谱条件：硅胶GF_{254}预制薄层板（生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号20140408），规格10cm×20cm；圆点状点样，点样量：3μl；展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：41%；展开剂：正己烷-丙酮（6∶1）；

显色与检视：10%硫酸乙醇溶液，105℃加热至斑点显色清晰，日光和紫外光灯（254nm和365nm）下检视。

【检查】 水分　取本品切片，破碎后，照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）测定。

依据多次测定结果，均值为10.9%，同时考虑防止霉变，将水分限度规定不得过15.0%。实验结果见表2。

表2 驴肾样品水分测定结果

样品编号	水分（%）
LS-1	9.15
LS-2	8.81
LS-3	7.62
LS-4	13.15
LS-5	12.67
LS-6	10.94
LS-7	11.21
LS-8	12.09
LS-9	13.05
LS-10	9.97

总灰分　取过一号筛的粗粉，照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，各个样品的测定值在1.83 %～2.60%之间，考虑药厂购进药材处理不如实验室精细，同时结合药厂自测数值（2.1%～4.6%），最终规定总灰分不得过6.0%。结果见表3。

表3 驴肾样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）
LS-1	1.83
LS-2	2.07
LS-3	2.60
LS-4	2.30
LS-5	1.85
LS-6	1.96
LS-7	2.15
LS-8	2.03
LS-9	2.11
LS-10	2.03

【浸出物】照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）测定。

采用的不同浓度的乙醇溶液进行研究，用50%乙醇提取浸出物最高，确定为标准正文方法。对10批样品采用正文方法进行测定，依据测定结果，同时考虑产地不同，喂养不同，最终最低值下浮20%，规定不得少于13.0%。结果见表4。

表4 驴肾样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物结果（%）
LS-1	19.5
LS-2	31.3
LS-3	23.5
LS-4	15.0
LS-5	18.1
LS-6	17.3
LS-7	15.2
LS-8	20.2
LS-9	20.7
LS-10	17.5

【炮制】取驴肾，洗净，置沸水锅中略煮，切3mm厚片，干燥，放入有滑石粉的锅中烫至微鼓起，取出，晾凉。

其它经评审专家及医学专家确定。

【性味与归经】甘、咸、温[4]。归肝、肾经。

【功能与主治】补肾壮阳，强筋壮骨[4]。用于肾阳虚之腰膝酸软冷痛，畏寒肢冷，阳痿，早泄，阴囊潮湿，乳少，附骨痰（骨结核），附骨流注（骨髓炎）。

【用法与用量】15～25g，炖服，熬膏或入丸、散等[4]。

【贮藏】置通风干燥处，防潮，防蛀，防腐。

参考文献

[1]吉林药材图志编纂委员会. 吉林药材图志[M]. 北京：中医古籍出版社，1987：786.

[2]辽宁省食品药品监督管理局. 辽宁省中药材标准（第一册）[S]. 沈阳：辽宁科学技术出版社，2010：90-91.

[3]南京中医药大学. 中药大辞典[M]. 上海：上海科学技术出版社，2006：1714.

[4]吉林省卫生厅. 吉林省药品标准[S]. 1977：220.

研究起草人：王辉[1] 樊红军[1] 周丽丽[1] 杨树东[1] 曲艳丽[1] 李坦城[1] 杨荣艳[2] 王乐奇[3] 吴焱[1] 孙冶[1] 崔业波[2] 鲁延迅[1] 鲍佳音[4]

起草单位：1.长春市食品药品检验中心　2.四平市食品药品检验所；
3.东北师范大学　4.吉林农业大学

复核单位：吉林省药品检验所

审　　校：杨志伟　栾国华

DBY-22-JLYC-012-2017

虎眼万年青

Huyanwannianqing

ORNITHOGALUM HERBA

本品为百合科植物虎眼万年青*Ornithogalum caudatum* Jacq.的干燥全草。全年均可采挖，秋季采挖为宜，除去杂质，干燥。

【性状】 本品多皱缩，有的破碎。根丛生，须状。鳞茎干瘪，黄色至棕黄色，略为扁平状，有膜质外皮。叶基生，无柄，暗绿色，叶片皱缩，边缘卷曲，展平后呈带状，长20～80cm或更长，宽2～5cm，平行脉。总状花序，花序轴长45～100cm。花梗基部具苞片，条状披针形。蒴果，室背3裂，种子黑色。气微，味甘。

【鉴别】 （1）本品粉末黄绿色至棕黄色。气孔圆形或椭圆形，直径30～50μm，副卫细胞4个，长梭形，多破碎。草酸钙针晶成束，多碎断，长50～350μm。淀粉粒多成群，单粒，圆球形或长圆形，直径8～30μm，脐点点状、人字状、裂缝状，层纹明显。纤维长条状，直径18～30μm。

（2）取本品粉末1g，加乙醇20ml，加热回流3小时，放冷，离心，取上清液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取虎眼万年青对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，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位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品粉末3g，加乙醇50ml，浸泡过夜，加热回流3小时，放冷，离心，取上清液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用乙醚振摇提取2次，每次30ml，合并提取液，挥干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取β-谷甾醇对照品，加三氯甲烷制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-丙酮（11∶3）为展开剂，展开，取出，晾干，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，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **水分** 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过16.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过3.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 取本品粉末2g，浸泡12小时，照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用60%乙醇作溶剂，不得少于25.0%。

【含量测定】 对照品溶液的制备 精密称取105℃干燥至恒重的无水葡萄糖对照品适量，加水制成每1ml含1mg的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液0.5ml、0.6ml、0.7ml、0.8ml、1.0ml，分别置25ml量瓶中，加水使成2.0ml，分别精密加入3,5-二硝基水杨酸溶液1.5ml，混匀，在沸水浴中加热5分钟，立即冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。另精密量取水2.0ml，置25ml量瓶中，同法操作，作为对照品空白溶液。照紫外-可见分光光度法（《中国药典》2015年版四部通则 0401），在520nm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 取本品粉末（过三号筛）约3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水50ml，称定重量，浸泡12小时，加热回流3小时，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，离心，取上清液作为供试品溶液。精密量取2ml，置25ml量瓶中，加3mol/L盐酸溶液10ml，置沸水浴中加热30分钟，取出，冷却，加酚酞指示液1滴，用饱和氢氧化钠溶液调至近红色，再滴加氢氧化钠溶液（1→20）使呈红色，加水稀释至25ml，摇匀；精密量取2ml，置25ml量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“精密加入3,5-二硝基水杨酸溶液1.5ml”起，依法测定吸光度，同时精密量取供试品溶液2ml，用10ml水代替3mol/L盐酸溶液，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葡萄糖的重量（mg），计算，即得。

本品按干燥品计算，含多糖以无水葡萄糖（$C_6H_{12}O_6$）计，不得少于7.0%。

【性味与归经】 甘，微寒。归肝、脾经。

【功能与主治】 清热解毒，软坚散结。用于痈疽疔疮，无名肿毒，疹腮，瘿瘤瘰疬，癥瘕积聚，黄疸。

【用法与用量】 5～10g。

【注意】 孕妇慎用。

【贮藏】 置通风干燥处。

附：3,5-二硝基水杨酸溶液配制

甲液：称取结晶酚6.9g，加10%氢氧化钠15.2ml，使溶解，用水稀释至69ml，并在此溶液中加入亚硫酸氢钠6.9g，使溶解。

乙液：称取酒石酸钾钠255g，加30%氢氧化钠溶液300ml，使溶解，再加1% 3,5-二硝基水杨酸溶液880ml。

甲液与乙液混合，贮于棕色瓶中，放置七天后使用。

虎眼万年青质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　虎眼万年青
汉语拼音名　　Huyanwannianqing
拉丁名　　ORNITHOGALUM HERBA

【概述】 虎眼万年青，别名鸟乳花、海葱、珍珠草、胡连万年青、葫芦兰。原产非洲南部，我国北方有盆栽[1, 2]。吉林省白山市的虎眼万年青是从北朝鲜传入的。未见历代本草收载。本品全草入药，当地老百姓习称珍珠草。现收载于吉药管注字〔2000〕第132号。

【来源】 虎眼万年青为百合科植物虎眼万年青*Ornithogalum caudatum* Jacq.的干燥全草。

植物形态：多年生草本植物。鳞茎卵球形，表面光滑，绿色，常具膜质鳞茎皮，直径可达10cm。叶基生，5～6枚，无柄，带状或长条状披针形，有时稍肉质，长20～80cm，宽2～5cm，先端尾状常扭转，常绿，近革质。花葶高45～100cm，常稍弯曲；总状花序长15～30cm，具多数、密集的花；苞片条状狭披针形，绿色，迅速枯萎，但不脱落；花被片6枚，矩圆形，长约8cm，白色，中央有绿脊；雄蕊6枚，稍短于花被片，花丝扁平，下半部极扩大，花药背关，内向裂开；子房2～3室，胚珠多数，花柱短圆柱状或丝状，不裂或3浅裂。塑果倒卵状球形，具3棱或3浅裂。种子几颗至多数，种皮黑色。花期7～8月，盆栽冬季可开花。全年均可采挖，秋季采挖为宜，除去杂质，干燥[1]。

起草样品收集情况：本次搜集的样品共8批，详细信息见表1、图1。

表1 虎眼万年青样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地	样品状态
HYWNQ-1	全草	长白县	药材
HYWNQ-2	全草	长白县	药材
HYWNQ-3	全草	长白县	药材
HYWNQ-4	全草	长白县	药材
HYWNQ-5	全草	长白县	药材
HYWNQ-6	全草	长白县	药材
HYWNQ-7	全草	长白县	药材
HYWNQ-8	全草	长白县	药材

图1 虎眼万年青原植物

【性状】 根据收集到的8批虎眼万年青样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品多皱缩，有的破碎。根丛生，须状。鳞茎干瘪，黄色至棕黄色，略为扁平状，有膜质外皮。叶基生，无柄，暗绿色，叶片皱缩，边缘卷曲，展平后呈带状，长20～80cm或更长，宽2～5cm，平行脉。总状花序，花序轴长45～100cm。花梗基部具苞片，条状披针形。蒴果，室背3裂，种子黑色。气微，味甘。见图2。

图2 虎眼万年青药材图

【鉴别】 （1）粉末显微特征：取8批虎眼万年青药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末黄绿色至棕黄色。气孔圆形或椭圆形，直径30～50μm，副卫细胞4个，长梭形，多破碎。草酸钙针晶成束，多碎断，长50～350μm。淀粉粒多成群，单粒，圆球形或长圆形，直径8～30μm，脐点点状、人字状、裂缝状，层纹明显。纤维长条状，直径18～30μm。8批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好。见图3。

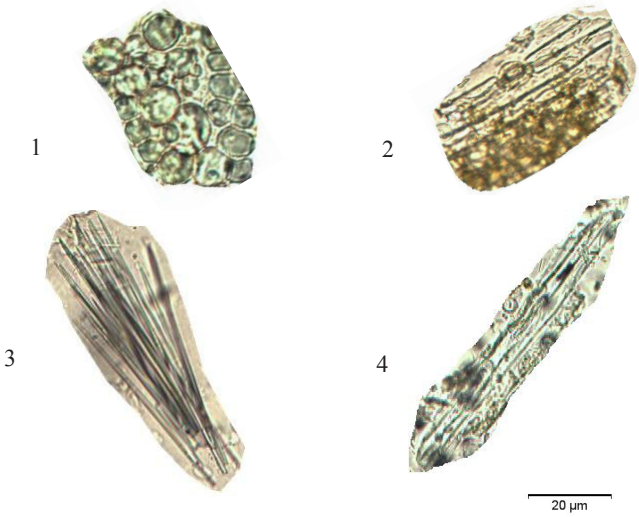


图3 虎眼万年青粉末

1.淀粉粒　2.气孔　3草酸钙针晶　4.纤维

（2）取本品粉末1g，加乙醇20ml，加热回流3小时，放冷，离心，取上清液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取虎眼万年青对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，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。8批样品按本法检验，均符合规定，薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好，故收入正文。见图4。

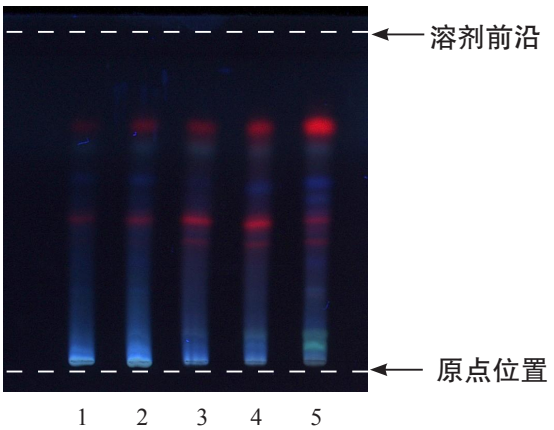


图4　虎眼万年青样品TLC图（365nm）

1.对照药材　2.HYWNQ-1　3. HYWNQ-2　4. HYWNQ-3　5. HYWNQ-4

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工分厂，批号：20110308，规格：10cm×10cm；
带状点样，点样量：10μl；展距：8cm；温度：20℃，相对湿度：37%；
展开剂：三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液；
显色与检视：紫外光灯（365nm）下检视。

耐用性考察 对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂、天津思利达科技有限公司、烟台市化学工业研究所），在不同温度（10℃、40℃）和相对湿度（20%、70%）下进行考察，结果均表明具有良好的耐用性。

（3）取本品粉末3g，加乙醇50ml，浸泡过夜，加热回流3小时，放冷，离心，取上清液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用乙醚振摇提取2次，每次30ml，合并提取液，挥干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取β-谷甾醇对照品，加三氯甲烷制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷—丙酮（11∶3）为展开剂，展开，取出，晾干，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，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。8批样品按正文方法检验，均符合规定，薄层色谱分离效果较好，斑点清晰，重现性好。见图5。

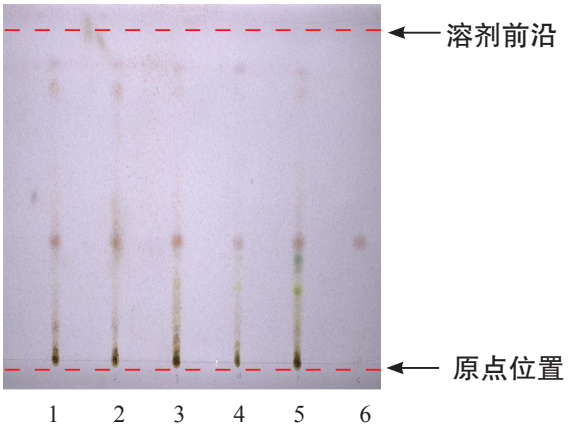


图5 虎眼万年青样品TLC图（日光）

1.HYWNQ-1 2. HYWNQ-2 3. HYWNQ-3 4. HYWNQ-4 5. HYWNQ-5 6.β-谷甾醇对照品

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工分厂，批号：20110308，规格：10cm×10cm；
圆点状点样，点样量：5μl；展距：8cm；温度：20℃，相对湿度：37%；
展开剂：环己烷—丙酮（11∶3）；
显色与检视：10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，日光下检视。

耐用性考察 取三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂、天津思利达科技有限公司、烟台市化学工业研究所），在不同温度（10℃、40℃）和相对湿度（20%、70%）下进行考察，结果均表明具有良好的耐用性。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

测定8批样品，数据见表2。结果水分在6.4%～10.5%的范围内，考虑药材存储状态，将水分限度定为不得过13.0%。

总灰分　照灰分测定法《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

测定8批样品，数据见表2。结果总灰分在9.5%～16.5%的范围内，据最高值、最低值及平均值，将总灰分限度定为不得过16.0%。

酸不溶性灰分　照灰分测定法《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

测定8批样品，数据见表2。结果酸不溶性灰分在0.2%～2.4%的范围内，据最高值、最低值及平均值，将酸不溶性灰分限度定为不得过3.0%。

表2 虎眼万年青样品水分、总灰分、酸不溶性灰分测定结果

样品编号	水分（%）	总灰分（%）	酸不溶灰分（%）
HYWNQ-1	6.4	9.5	0.2
HYWNQ-2	6.4	11.4	0.2
HYWNQ-3	6.5	10.4	0.3
HYWNQ-4	10.5	7.2	1.9
HYWNQ-5	10.3	13.5	1.6
HYWNQ-6	9.2	15.0	1.6
HYWNQ-7	5.4	16.5	2.4
HYWNQ-8	7.2	15.7	0.8

【浸出物】 照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定。

取本品粉末2g，浸泡12小时，用60%乙醇作溶剂，测定浸出物。测定8批样品，数据见表3。结果浸出物在28.5%～48.1%的范围内，根据测定结果及平均值，将浸出物限度定为不得少于25.0%。

表3 虎眼万年青样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
HYWNQ-1	44.7	HYWNQ-5	40.4
HYWNQ-2	34.9	HYWNQ-6	28.5
HYWNQ-3	45.1	HYWNQ-7	28.5
HYWNQ-4	40.0	HYWNQ-8	31.2

【含量测定】 多糖作为虎眼万年青中有效成分，对免疫功能有着较强的调节作用。多糖的测定大部分都为比色法测定。用水解后的单糖总量减去未水解的单糖总量，即得多糖的含量，参考《卫生部药品标准中药成方制剂第十一册》胃乐新颗粒多糖含量测定方法进行试验，以虎眼万年青中多糖为含量测定指标，采用紫外-可见分光光度法进行含量测定，测定方法考察及验证结果如下。

1. 方法考察与结果

1.1 提取方法的考察

对照品溶液的制备 精密称取105℃干燥至恒重的无水葡萄糖对照品适量，加水制成每1ml含1mg的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液0.5ml、0.6ml、0.7ml、0.8ml、1.0ml，分别置25ml量瓶中，加水使成2.0ml，分别精密加入3,5-二硝基水杨酸溶液1.5ml，混匀，在沸水浴中加热5分钟，立即冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。另精密量取水2.0ml，置25ml量瓶中，同法操作，作为对照品空白溶液。照紫外-可见分光光度法（《中国药典》2015年版四部通则0401），在520nm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。

1.1.1 取样量的考察

取HYWNQ-1号样品粉末（过三号筛）1g，3g，5g，精密称定，操作同正文。结果表明，取样量为3g时，样品的测定值和校正值与标准曲线匹配良好，故本方法选择取样量为3g进行试验。结果详见表4。

表4 取样量考察结果

取样量	1.0045	3.0028	5.0079
吸光度（WL520）	0.312	0.652	1.343

1.2.2 提取条件的考察

取HYWNQ-1号样品粉末（过三号筛）约3g，精密称定，共5份，置具塞锥形瓶中，分别精密加入水50ml，称定重量，分别超声处理1小时；浸泡过夜超声处理1小时；浸泡过夜回流1小时，浸泡过夜回流3小时，浸泡过夜回流4小时。操作同正文。结果表明：浸泡过夜，回流提取3小时为最佳。结果见表5。

表5 提取条件考察结果

提取方式	超声	浸泡过夜超声	浸泡过夜回流	浸泡过夜回流	浸泡过夜回流
提取时间	1小时	1小时	1小时	3小时	4小时
含量（%）	5.8	7.6	8.1	8.4	8.4

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取于105℃干燥至恒重的无水葡萄糖对照品25.52mg，置25ml容量瓶中，加水制成每1ml含1.0208mg的溶液，即得对照品溶液。精密量取对照品溶液0.5ml、

0.6ml、0.7ml、0.8ml、1.0ml，分别置25ml量瓶中，加水使成2.0ml，分别精密加入3,5-二硝基水杨酸溶液1.5ml，混匀，在沸水浴中加热5分钟，立即冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。另精密量取水2.0ml，置25ml量瓶中，同法操作，作为对照品空白溶液。照紫外-可见分光光度法（《中国药典》2015年版 四部 通则0401），在520nm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。结果表明无水葡萄糖量在0.51mg ~ 1.02mg范围内与吸光度呈良好的线性关系。回归方程为：Y = 0.9140X –0.0468，r =0.9990。

2.2 重复性试验

取同一批供试品（HYWNQ-1）6份，照正文方法，平行测定6次，计算，结果多糖平均含量为8.5%，RSD=0.7%， 结果表明本方法重复性良好。

2.3 准确度试验

取供试品（HYWNQ-1）约1.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水50ml，称定重量，浸泡12小时，加热回流3小时，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，滤过，精密量取续滤液2ml置25ml量瓶中，共取2份，1份加3mol/L盐酸溶液10ml，加D-无水葡萄糖5mg，置沸水浴中加热30分钟，取出，冷却，加酚酞指示液1滴，用饱和氢氧化钠溶液调至近红色，再滴加氢氧化钠溶液（1→20）使呈红色，加水稀释至25ml，摇匀。另1份不加3mol/L盐酸溶液，不加对照品，同法操作，作为样品空白溶液，其余依法操作，计算回收率。结果多糖平均回收率为97.4%，RSD =1.1%（n=6）。

2.4 耐用性试验

2.4.1 3,5-二硝基水杨酸试剂考察

分别采用不同厂家的3,5-二硝基水杨酸试剂（湖州生物化学厂，国药集团化学试剂有限公司，北京西中化工厂）配制3,5-二硝基水杨酸溶液，测定供试品（HYWNQ-1）中多糖的含量，结果三家企业测定结果平均值为8.4%，RSD=1.6%（n=6）。

2.4.2 紫外-可见分光光度计考察

分别采用不同品牌紫外-可见分光光度计（UV2550型，CARY50型）测定供试品（HYWNQ-1）中多糖的含量，结果两台紫外-可见分光光度计测定结果平均值为8.5%，RSD=1.2%（n=4）。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定8批样品，根据测定结果的最高值、最低值及平均值（忽略离群值17.1%），同时考虑药材来源差异情况，含量限度定为“本品按干燥品计算，含多糖以无水葡萄糖（$C_6H_{12}O_6$）计，不得少于7.0%。”结果见表6。

表6 虎眼万年青样品含量测定结果

样品编号	多糖含量（%）
HYWNQ-1	8.5
HYWNQ-2	8.2
HYWNQ-3	7.4
HYWNQ-4	7.7
HYWNQ-5	9.7
HYWNQ-6	17.1
HYWNQ-7	10.4
HYWNQ-8	9.1

【性味与归经】 甘、微寒。归肝、脾经。同原标准，未作修订。

【功能与主治】 清热解毒、软坚散结。用于治疔痈疽、疔疮、瘿瘤瘰疬、癥瘕积聚、痄腮、无名肿毒、黄疸。参照原标准，并经临床中医专家审定，将其功能主治中的西医术语规范为中医术语。

【用法与用量】 2 ~ 3g。同原标准，未作修订。

【注意】 孕妇慎用。经临床中医专家审定，增加其注意。

【贮藏】 置通风干燥处。同原标准，未作修订。

参考文献

[1] 中国科学院植物研究所. 中国高等植物图鉴[M]. 第5册.北京科学出版社, 1987: 464.
[2] 张瑜, 赫玉芳, 南敏伦, 等. 虎眼万年青研究进展[J]. 中南药学, 2010, 8（4）: 293-295.

研究起草人： 杨晓腾　于文静　赵啸虎
起草单位： 吉林省药品检验所
复核单位： 长春市食品药品检验中心
审　　校： 姜启娟　南善姬

DBY-22-JLYC-016-2017

金盏银盘

Jinzhanyinpan

BIDENS BITERNATA HERBA

本品为菊科植物金盏银盘*Bidens biternata* (Lour.) Merr. et Sherff的干燥全草。8～9月采收，除去杂质，晒干。

【性状】 本品茎四棱，略呈方形，长30～140cm，直径0.5～2cm。表面黄绿色、淡棕黄色至棕褐色，具有细纵纹或纵沟槽，节稍膨大；质脆易折断，断面有髓或中空。叶皱缩，多已破碎，完整叶片展平后为卵形至长圆状卵形或卵状披针形，两面被疏毛，边缘具锯齿。茎顶或枝端可见扁平盘状花托，有时可见头状花序，边缘为黄色舌状花，中央为管状花。有的着生10余个呈针束状的果实，瘦果条形，易脱落，具3～4棱，顶端3～4枚具倒刺的芒刺。气微，味淡、微苦。

【鉴别】 （1）本品粉末黄绿色、淡棕黄色至棕褐色。纤维较多，成束或散在，长梭形，末端尖，胞腔窄，壁厚。髓细胞类多角形，壁薄。非腺毛呈圆锥形，由4～10个细胞组成，直径约30～70μm。导管为螺纹导管、具缘纹孔导管。

（2）取本品粉末3g，加水50ml，盐酸3ml，加热回流1小时，滤过，滤液用乙酸乙酯提取2次，每次50ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取金盏银盘对照药材3g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-甲酸（14∶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，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）

总灰分 不得过9.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于16.0%。

【炮制】 除去杂质，洗净，切段，晒干或烘干。

【性味与归经】 甘、微苦，凉。归肺、心、胃经。

【功能与主治】 疏散风热，清热解毒。用于风热感冒，乳蛾，心烦不寐，肠痈，湿热泻痢，黄疸。外用可治痈疮肿毒，痔疮，毒蛇咬伤。

【用法与用量】 15～30g。外用适量，捣烂涂敷或熏洗。

【贮藏】 置通风干燥处。

金盏银盘质量标准起草说明

【药品名称】 正名　　金盏银盘
汉语拼音名　　Jinzhanyinpan
拉丁名　　BIDENS BITERNATA HERBA

【概述】 金盏银盘，别名黄花雾、鬼针草、金杯银盏、一包针。其药在《中药大辞典》[1]、《中华本草》[2]、《岭南采药录》[3]等均有记载。金盏银盘原植物主要分布在广东、广西、江苏、安徽、福建、台湾、海南、湖北、山西、河北、辽宁等地，生于路旁、村边及旷野处。在我省均为野生，无种植基地。

【来源】 本品为菊科植物金盏银盘*Bidens biternata* (Lour.) Merr. et Sherff的干燥全草。

植物形态：一年生草本，高30～140cm。茎直立，四棱形，疏生柔毛或无毛。叶对生，2回3出复叶，小叶两面均被疏细柔毛，卵形或卵状椭圆形，有锯齿或分裂。头状花序，具长柄，开花时茎约8mm，花柄长1～6cm；总苞绿色，基部被有细柔毛，苞片7～8枚；花托外层托片狭长圆形，内层托片狭披针形；花杂性，舌状花白色或黄色，4～7枚，舌片长5～8mm，成不规则的3～5裂，管状花两性，黄褐色，长约4.5mm，5裂；雄蕊5；雌蕊1，柱头2裂。瘦果线形，略扁，黑色，具4棱，稍有硬毛，长7～12mm，顶部具有倒毛的硬刺3～4条，长1.5～2.5mm。花期7～9月，果期9～10月[1]。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 金盏银盘样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
JZYP-1	干燥全草	集安市榆林镇复兴村	药材
JZYP-2	干燥全草	集安市凉水镇通天村	药材
JZYP-3	干燥全草	集安市太平乡太平村	药材
JZYP-4	干燥全草	集安市榆林镇向阳村	药材
JZYP-5	干燥全草	集安市榆林镇地沟村	药材
JZYP-6	干燥全草	集安市大路镇古马岭村	药材
JZYP-7	干燥全草	集安市大路镇浑江口	药材
JZYP-8	干燥全草	辽宁省宽甸县下露河乡	药材
JZYP-9	干燥全草	辽宁省宽甸县步达远镇	药材
JZYP-10	干燥全草	辽宁省宽甸县太平哨镇	药材

备注：编号JZYP-1样品制成标本，经专家鉴定为菊科金盏银盘，实验中以该批样品作为对照药材与其它批次样品进行比对。

图1 金盏银盘原植物

图2 金盏银盘标本

【性状】 根据对收集到的10批金盏银盘样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品茎四棱，略呈方形，长30～140cm，直径0.5～2cm。表面黄绿色、淡棕黄色至棕褐色，具有细纵纹或纵沟槽，节稍膨大；质脆易折断，断面有髓或中空。叶皱缩，多已破碎，完整叶片展平后，为卵形至长圆状卵形或卵状披针形，两面被疏毛，边缘具锯齿。茎顶或枝端可见扁平盘状花托，有时可见头状花序，边缘为黄色舌状花，中央为管状花。有的着生10余个呈针束状的果实，瘦果条形，易脱落，具3～4棱，顶端3～4枚具倒刺的芒刺。气微，味淡、微苦。见图3。

图3 金盏银盘药材图片

本品主要鉴别特征为叶两面被疏毛。

【鉴别】 （1）取10批金盏银盘药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察本品的粉末显微特征，每个批次样品观察不少于10张制片以上。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末黄绿色、淡棕黄色至棕褐色。纤维较多，成束或散在，长梭形，末端尖，胞腔窄，壁厚。髓细胞类多角形，壁薄。非腺毛呈圆锥形，由4～10个细胞组成，

直径约30～70μm。导管为螺纹导管、具缘纹孔导管。见图4。

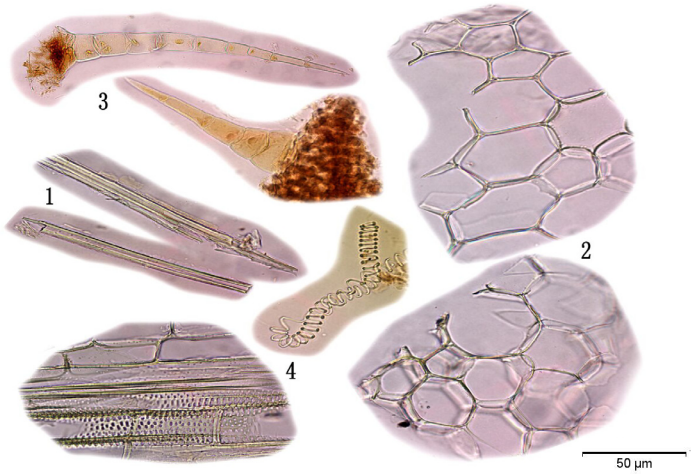


图4 金盏银盘粉末

1.纤维　2.髓细胞　3.非腺毛　4.导管

（2）取本品粉末3g，加水50ml，盐酸3ml，加热回流1小时，滤过，滤液用乙酸乙酯提取2次，每次50ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取金盏银盘对照药材3g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-甲酸（14∶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，显相同颜色的荧光斑点。10批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故列入正文。见图5。

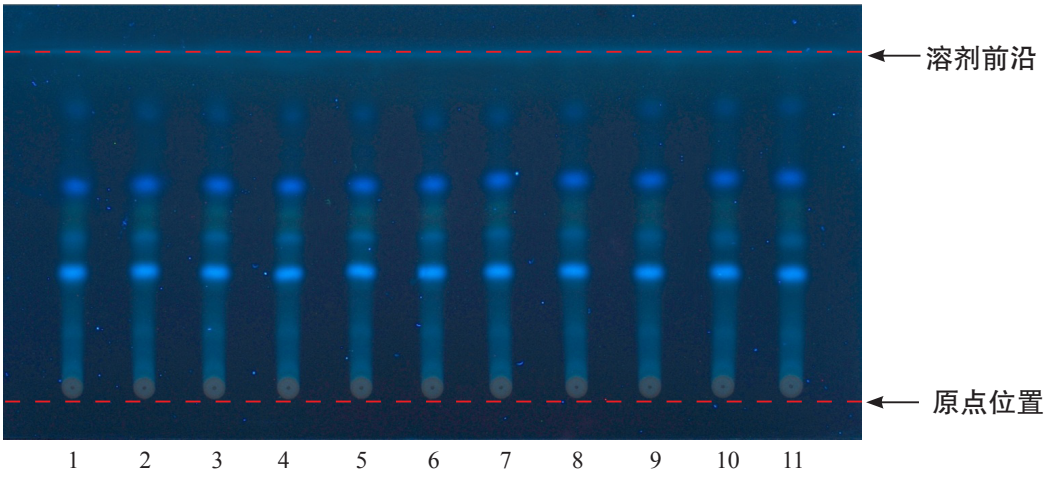


图5 金盏银盘样品TLC图

1.JZYP-1　2.JZYP-2　3.JZYP-3　4.JZYP-4　5.JZYP-5　6.对照药材
7.JZYP-6　8.JZYP-7　9.JZYP-8　10.JZYP-9　11.JZYP-10

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20190102，规格：10cm×20cm；点状点样，点样量2μl；展距：8cm；温度：22℃；相对湿度：50%；展开剂：三氯甲烷-丙酮-甲酸（14∶2∶1）；

显色与检视：紫外光灯（365nm）下检视。

耐用性试验考察 对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20190102；烟台市化学工业研究所，批号20180620；天津思利达科技有限公司，批号：180611），对不同展开温度和相对湿度（8℃、30%）、（30℃、80%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

10批样品的水分测定值均在8.7%以下，考虑气候、温度、湿度以及药材包装、贮运的实际情况，故规定本品水分不得过13.0%。结果见表2

表2 金盏银盘样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
JZYP-1	8.7	JZYP-6	6.0
JZYP-2	6.3	JZYP-7	8.2
JZYP-3	6.3	JZYP-8	7.9
JZYP-4	7.6	JZYP-9	4.9
JZYP-5	5.3	JZYP-10	5.7

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

10批样品的总灰分值均在6.6%以下，考虑药材以全草入药，故规定本品的总灰分不得过9.0%。结果见表3。

表3 金盏银盘样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
JZYP-1	5.6	JZYP-6	3.8
JZYP-2	5.3	JZYP-7	4.2
JZYP-3	6.5	JZYP-8	3.7
JZYP-4	6.6	JZYP-9	4.3
JZYP-5	4.3	JZYP-10	5.1

【浸出物】 照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）测定。

参照金盏银盘化学成分性质，以水、30%乙醇、45%乙醇，稀乙醇，70%乙醇作溶剂，照浸出物冷浸法和热浸法测定，结果以稀乙醇热浸法提取的浸出物含量较高，平均值为20.74%，按平均值的80%制定限度，故规定本品浸出物按干燥品计算，不得少于16.0%。结果见表4。

表4 金盏银盘样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
JZYP-1	20.6	JZYP-6	20.8
JZYP-2	21.4	JZYP-7	18.5
JZYP-3	17.8	JZYP-8	20.1
JZYP-4	22.5	JZYP-9	24.5
JZYP-5	18.3	JZYP-10	22.9

【炮制】 参考《广东省中药材标准（第一册）》（2004年版）[4]定为“除去杂质，洗净，切段，晒干或烘干。”

【性味与归经】 参考中药大辞典[1]“味甘淡，性平。”经医学专家会确定为“甘、微苦，凉。归肺、心、胃经。”

【功能与主治】 参考中药大辞典[1]“疏表清热，解毒，散瘀。治流感，乙脑，咽喉肿痛，肠炎，痢疾，黄疸，肠痈，小儿惊风，疳积，疮疡疥痔。”经医学专家会确定为“疏散风热，清热解毒。用于风热感冒，乳蛾，心烦不寐，肠痈，湿热泻痢、黄疸；外用可治痈疮肿毒，痔疮，毒蛇咬伤。”

【用法与用量】 15～30g，水煎服。外用适量，捣烂涂敷患处或煎水熏洗患处。经医学专家会确定为“15～30g。外用适量，捣烂涂敷或熏洗。”

【贮藏】 根据药材性质确定贮藏方式为置通风干燥处。

参考文献

[1]江苏新医学院编著. 中药大辞典 上册 （第一版）[M]. 上海：上海人民出版社，1977：1413.

[2]国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草：7卷[M]. 上海：上海科学技术出版社，1999：6756.

[3]萧步丹. 岭南采药录[M]. 1版. 香港：万里书店出版社，2003:145.

[4]广东省食品药品监督管理局编著. 广东省中药材标准第一册（2004年版）[S]. 广州：广东科技出版社，2004：138-139.

研究起草人：姜启娟　张进　刘小余　王冰冰　李文君　刘海洋

起草单位：通化市食品药品检验所

复核单位：辽源市食品药品检验所

审　　校：沈丽娟　王路宏

DBY-22-JLYC-003-2017

草苁蓉

Caocongrong

BOSCHNIAKIA ROSSICA HERBA

本品系朝鲜族习用药材。为列当科植物草苁蓉*Boschniakia rossica*（Cham. et Schlecht.）Fedtsch.的干燥全草。7～8月采挖，除去杂质，阴干或晒干。

【性状】 本品全体近无毛，全长10～35cm。根状茎横生，圆柱状。直立的茎常单茎、双茎或多茎连结，茎无分枝，直径0.5～1.5cm。表面呈暗黄棕色至紫褐色。叶密集生于茎基部，三角形或宽卵状三角形，先端锐尖或钝圆，长0.5～1cm。穗状花序长8～22cm，花萼杯状，顶端不整齐3～5齿裂。花冠宽钟状，暗紫色或暗紫红色，筒部膨大成囊状，上唇直立，近盔状，下唇极短，3裂，裂片为三角形或三角状披针形。蒴果近球状，2裂，中间有一明显纵沟，顶端常具宿存的花柱基部，斜喙状。种子椭圆球形。上部较脆，易折断，根部坚实。气微，味苦涩、略辣。

【鉴别】 （1）本品粉末棕色至棕红色。网纹细胞卵圆形或长椭圆形，直径20～68μm，垂周壁链珠状增厚，木化，具网状纹孔。木薄壁细胞连接成片，稀有单个散在，长椭圆形、长方形或梭形，一端常狭窄，端壁较平截或偏斜，长53～343μm，纹孔较大而稀疏，纹孔口裂缝状或交叉成十字状。表皮细胞排列紧密，垂周壁具条状角质纹理。薄壁细胞为类方形、椭圆形或类长方形，垂周壁链珠状增厚，可见大小不一的纹孔。

（2）取本品粉末1g，加甲醇100ml，超声处理1小时，滤过，滤液浓缩至约2ml，作为供试品溶液。另取草苁蓉对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（20∶4∶0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视，再喷以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】 **水分** 不得过11.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第三法）。

总灰分 不得过8.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过3.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照水溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项

下的热浸法测定，不得少于16.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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-0.5%磷酸溶液（85∶15）为流动相；检测波长为210nm。理论板数按齐墩果酸峰计算应不低于3000。

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 中含0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过四号筛）约0.5g，精密称定，精密加入甲醇100ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）1小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液50ml，蒸干，残渣用甲醇溶解，转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液5μl与供试品溶液各10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含齐墩果酸（$C_{30}H_{48}O_3$）不得少于0.012%。

【性味与归经】 甘、酸、温。归肾，大肠经。

【功能与主治】 补肾壮阳，润肠通便。用于肾虚阳痿，腰膝冷痛，不孕不育，肠燥便秘。

【用法与用量】 15～30g。

【注意】 阴虚火旺，脾虚泄泻者忌用。

【贮藏】 置通风干燥处。

草苁蓉质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　草苁蓉
汉语拼音名　　Caocongrong
拉丁名　　BOSCHNIAKIA ROSSICA HERBA

【概述】 草苁蓉，别名不老草。《吉林药材图志》、《中国植物志》和《中药大辞典》等书对其药用价值、原植物、地理分布等均有简要记述[1~3]。历版《中国药典》和《吉林省药品标准》（1977年版）均未收载该药材质量标准。草苁蓉具有补肾壮阳，润肠通便，治疗老年习惯性便秘和治疗不孕症，兼有强心作用等，是长白山区“地道药材”。主要分布吉林省（长白、白山、集安、清河、安图）、黑龙江、内蒙古。寄生在桤木属植物、东北赤杨或水冬瓜赤杨的地表层根部。主要生长在接近赤杨主根部排水较好的高台处，现为野生或半野生化栽培。鹿鞭回春胶囊中使用该药材，吉林省有两家药品生产企业生产该中成药。

【来源】 本品为列当科草苁蓉属植物草苁蓉*Bosehniakia rossica*（Cham. et Schiecht.）Fedtsch.的干燥全草。

植物形态：全体近无毛，全长10～35cm。根状茎横走，圆柱状。直立的茎常单茎、双茎或多茎连结，茎无分枝，直径0.5～1.5cm，基部增粗。表面呈暗黄棕色至紫褐色。叶密集生于茎基部，向上渐变稀疏，三角形或宽卵状三角形，先端锐尖或钝头，长0.5～1.0cm。穗状花序长8.0～22cm，圆柱形，苞片1枚，宽卵形或近圆形，外面无毛，边缘被短柔毛；小苞片无；花梗长1～2mm或几无梗，果期可伸长到5～8mm。花萼杯状，长5～7mm，顶端不整齐3～5齿裂。裂片狭三角形或披针形，不等长。后面2枚较小或近无，前面3枚长2.5～3.5mm，边缘被短柔毛。花冠宽钟状，暗紫色或暗紫红色，筒部膨大成囊状，上唇直立，近盔状，长5～7mm下唇极短，3裂，裂片三角形或三角状披针形，常向外反折。雄蕊4枚，花丝着生于距筒基部2.5～3.5mm处，梢伸出花冠之外长5.5～6.5mm，基部疏被柔毛，向上渐变无毛，花药卵形，长约1.2mm无毛，药隔较宽。雌蕊由2合生心皮组成，子房近球形，直径3～4mm，肽座2，横切面T形，花柱长5～7mm，无毛，柱头2浅裂（花期）。蒴果近球状，中间有一明显纵沟，顶端常具宿存在的花柱基部，斜喙状。种子椭圆球形，长约0.4～0.5mm，直径0.2mm，种皮具网状纹饰，网眼多边形，不呈漏斗状，网眼内具规则的细网状纹饰。（果期）。上部较脆，易折断。根部坚实。气微，味苦涩、略辣。

草苁蓉以全草入药，最佳采收时间为7～8月，洗净，除去沙土，晒干。吉林省

清河、抚松、白山和亳州等药材市场均有销售。实验研究表明，草苁蓉含有草苁蓉多糖、草苁蓉环烯醚萜苷类化合物、苯丙素苷类化合物及草苁蓉碱。现代药理研究证明草苁蓉有抗肿瘤、增强免疫力、抗氧化、抗衰老、抗疲劳、抗动脉硬化及保肝护肝等作用。同时具有抗动脉硬化、促智和强心的作用，在开发治疗老年疾病有一定的经济价值[4]。

起草样品收集情况：共收集到样品14批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 草苁蓉样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
CCR-1	全草	通化县	药材
CCR-2	全草	集安	药材
CCR-3	全草	清河	药材
CCR-4	全草	清河	药材
CCR-5	全草	抚松	药材
CCR-6	全草	黑龙江	药材
CCR-7	全草	黑龙江	药材
CCR-8	全草	长白	药材
CCR-9	全草	安图	药材
CCR-10	全草	白山	药材
CCR-11	全草	二道白河	药材
CCR-12	全草	亳州若水堂	药材
CCR-13	全草	参芝源特产直销店	药材
CCR-14	全草	亳州药业	药材

备注：草苁蓉样品CCR4和CCR12制成标本，经鉴定，确定其为列当科植物草苁蓉，实验中以CCR4作为草苁蓉的对照药材与其他样品进行对比。

图1 草苁蓉原植物

图2 草苁蓉标本

【性状】 根据对收集到的14批草苁蓉样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品全体近无毛，全长10～35cm。根状茎横生，圆柱状。直立的茎常单茎、双茎或多茎连结，茎无分枝，直径0.5～1.5cm。表面呈暗黄棕色至紫褐色。叶密集生于茎基部，三角形或宽卵状三角形，先端锐尖或钝圆，长0.5～1cm。穗状花序长8～22cm，花

萼杯状，顶端不整齐3～5齿裂。花冠宽钟状，暗紫色或暗紫红色，筒部膨大成囊状，上唇直立，近盔状，下唇极短，3裂，裂片为三角形或三角状披针形。蒴果近球状，2裂中间有一明显纵沟，顶端常具宿存在的花柱基部，斜喙状。种子椭圆球形。上部较脆，易折断，根部坚实。气微，味苦涩而略辣。详见图3。

图3 草苁蓉药材

【鉴别】（1）粉末显微特征：取14批草苁蓉药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末棕色至棕红色。网纹细胞卵圆形或长椭圆形直径20～68μm，垂周壁链连珠状增厚，木化，具网状纹孔。木薄壁细胞连接成片，稀有单个散在，长椭圆形、长方形或梭形，一端常狭窄，端壁较平截或偏斜，长53～343μm，纹孔较大而稀疏，纹孔口裂缝状或交叉成十字状。表皮细胞排列紧密，垂周壁具条状角质纹理。薄壁细胞为类方形、椭圆形或类长方形，垂周壁链珠状增厚，可见大小不一的纹孔。详见图4。

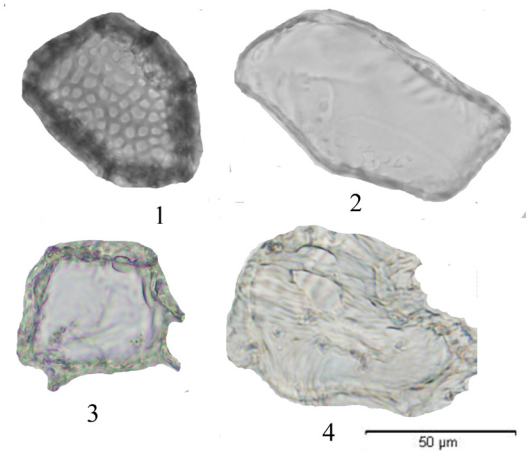


图4 草苁蓉粉末

1.网纹细胞　2.木薄壁细胞　3. 薄壁细胞　4.表皮细胞

（2）取本品粉末1g，加甲醇100ml，超声提取1小时，滤过，滤液浓缩至约2ml，作为供试品溶液。另取草苁蓉对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（20∶4∶0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视，再喷以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。对不同产地的10批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故列入正文，见图5、图6。

耐用性考察：采用不同厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20140108；黄海化工厂，批号：20140325），对不同展开温度（4℃、22℃、30℃）和不同展开相对湿度（30%、50%、70%）进行考察，结果表明本法的耐用性良好。

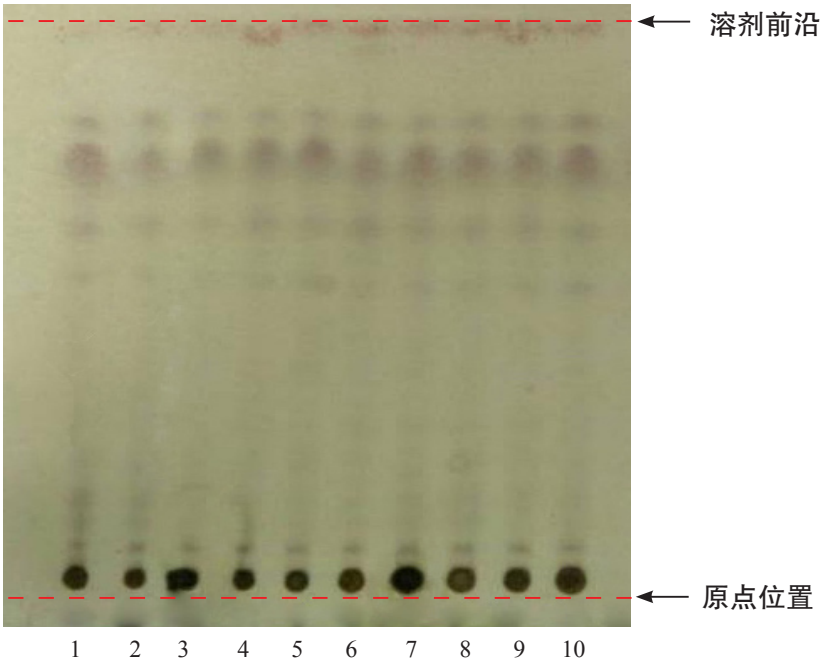


图5 草苁蓉样品TLC图（日光）

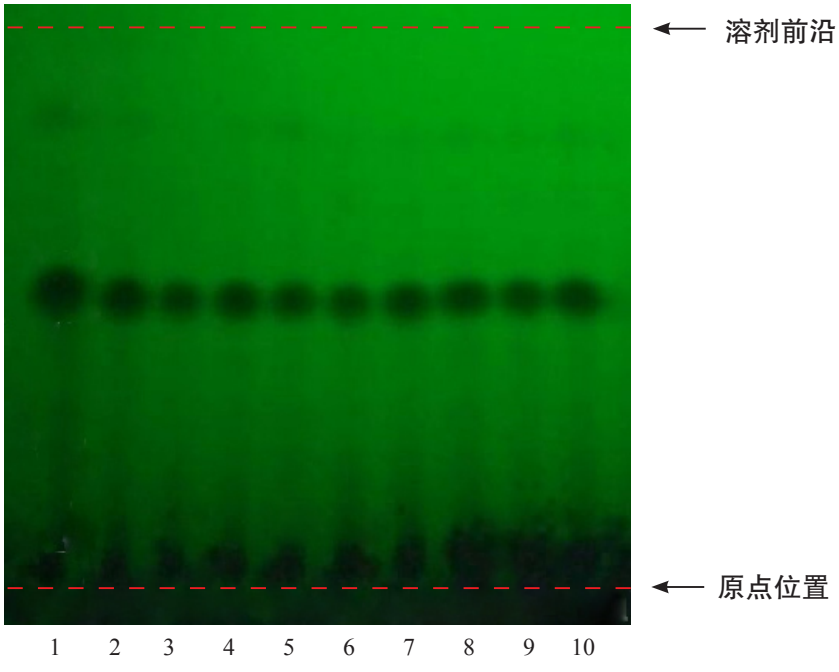


图6 草苁蓉样品TLC图（254nm）

1. CCR-1　2. CCR-2　3. CCR-3　4. CCR-5　5. CCR-6　6. CCR-7
7. CCR-4（对照药材）　8. CCR-12　9. CCR-13　10. CCR-14

色谱条件：硅胶GF_{254}预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20140108，规格20cm×20cm；圆点状点样，点样量：5μl；展距：18cm；室温：20℃；相对湿度：41%；
展开剂：甲苯-乙酸乙酯-甲酸（20∶4∶0.5）；
显色与检视：先置紫外光灯（254nm）下检视，再喷以10%硫酸乙醇溶液。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第三法）测定。

草苁蓉为细贵药材，文献报道该药材含有挥发性成分，采用减压干燥法测定药材水分。对14批样品进行水分测定，结果见表2、表3。依据多次测定结果，防止霉变，规定药材水分限度为不得过11.0%。

表2 草苁蓉样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
CCR-1	3.5	CCR-8	1.5
CCR-2	3.3	CCR-9	4.4
CCR-3	6.5	CCR-10	2.8
CCR-4	8.8	CCR-11	6.3
CCR-5	5.1	CCR-12	9.8
CCR-6	1.2	CCR-13	7.0
CCR-7	5.1	CCR-14	9.0

表3 草苁蓉样品6个月水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
CCR-1	7.0	CCR-8	5.5
CCR-2	7.1	CCR-9	6.5
CCR-3	6.9	CCR-10	6.0
CCR-4	9.0	CCR-11	7.5
CCR-5	7.6	CCR-12	9.9
CCR-6	5.2	CCR-13	7.6
CCR-7	6.3	CCR-14	9.2

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对14批样品进行总灰分测定，结果见表4，根据最高值、最低值及平均值，将药材总灰分限度定为不得过8.0%。

表4　草苁蓉样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
CCR-1	3.2	CCR-8	2.2
CCR-2	3.0	CCR-9	3.3
CCR-3	3.6	CCR-10	3.1
CCR-4	3.4	CCR-11	6.8
CCR-5	3.6	CCR-12	2.9
CCR-6	3.8	CCR-13	2.8
CCR-7	3.2	CCR-14	3.2

酸不溶性灰分　照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对14批样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表5，根据最高值、最低值及平均值，将药材酸不溶性灰分限度定为不得过3.0%。

表5 草苁蓉样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
CCR-1	0.8	CCR-8	0.6
CCR-2	0	CCR-9	0.4
CCR-3	0.2	CCR-10	0.8
CCR-4	0.1	CCR-11	2.0
CCR-5	0.4	CCR-12	0.6
CCR-6	1.4	CCR-13	0.4
CCR-7	0.5	CCR-14	0.2

【浸出物】　考虑草苁蓉记载和药厂入药时多为水煎煮入药，所以照水溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用水作溶剂，作为正文选用方法。14批样品测定结果平均值为23.0%，考虑样品产地差异，除去最低值6.5%，故最终确定不得少于16.0%。结果详见表6。

表6 草苁蓉浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
CCR-1	20.1	CCR-8	22.1
CCR-2	16.9	CCR-9	26.8
CCR-3	30.2	CCR-10	19.7
CCR-4	27.5	CCR-11	35.0
CCR-5	27.9	CCR-12	21.6
CCR-6	6.5	CCR-13	25.9
CCR-7	21.7	CCR-14	24.2

【含量测定】　参照有关文献，采用高效液相色谱法对本品进行研究，此次研究发现与熊果酸相同位置色谱峰的光谱与熊果酸对照品的光谱不一致，绿原酸、毛蕊花糖苷、松果菊苷均未检测到。齐墩果酸称土当归酸。是一种具有抗菌活性的五环三萜皂

甙元，是中药中重要的有效成分之一。最后确定测定齐墩果酸的含量。结果显示该方法灵敏度高，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品的内在质量控制方法。测定方法考察及验证结果如下。

1. 方法的考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.5%磷酸溶液（85∶15）为流动相；流速1.0ml/min。采用全波长190～400nm进行扫描，参照《中国药典》2015年版一部木瓜项下的齐墩果酸含量测定[7]，确定检测波长为210nm，详见图7。

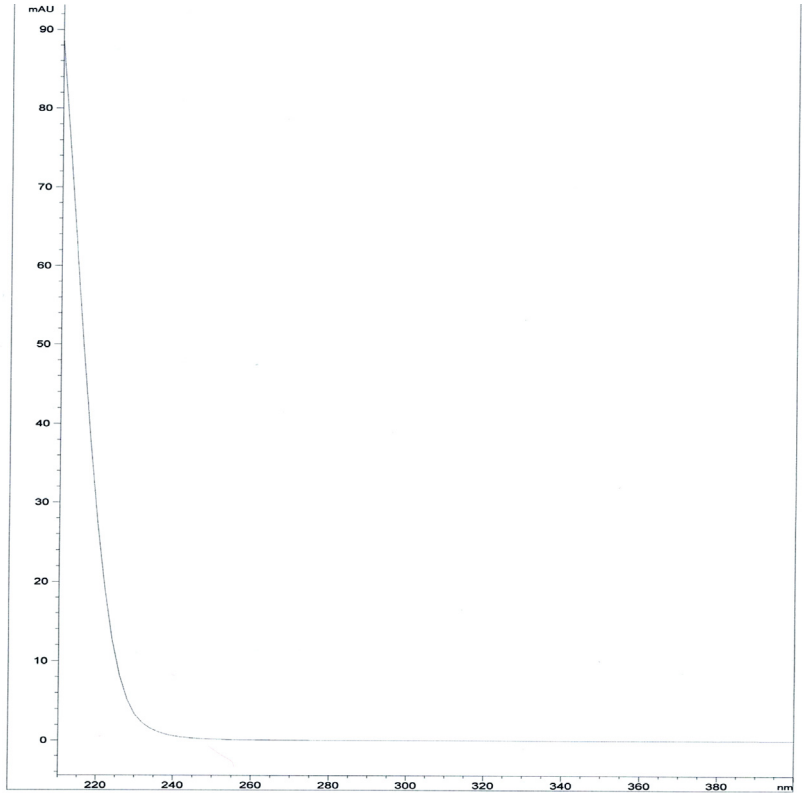


图7 齐墩果酸对照品紫外扫描图

1.2 提取方法

1.2.1 提取溶解考察

采用不同的溶剂提取：甲醇、60%乙醇和80%乙醇提取，结果甲醇提取液含有齐墩果酸。故采用甲醇进行提取。

1.2.2 提取方法和时间考察

取本品（CCR-4）粉末（过四号筛）约0.5g，采用不同提取方法：回流和超声。结果详见表7。通过不同提取方法和时间考察，确定正文提取方法。

表7 不同提取方法结果

提取时间和方法	齐墩果酸含量（%）
回流提取1小时	0.014
回流提取2小时	0.014
超声30分钟（40kHz，250W）	0.007
超声60分钟（40kHz，250W）	0.014
超声30分钟（80kHz，250W）	0.007
超声60分钟（80kHz，250W）	0.014

2. 方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取齐墩果酸对照品约10mg，置100ml量瓶中，加甲醇适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得，作为对照品溶液。

按标准正文拟定的色谱条件，精密吸取1.0μl、5.0μl、10μl、15μl、25μl对照品溶液，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。以峰面积为纵坐标，进样量（μg）为横坐标，测得回归方程为Y =426.33X +28.531，r =0.9999。结果表明，齐墩果酸进样量在0.1～2.5μg范围内，具有良好的线性关系。

2.2 重复性试验

取同一批号供试品（CCR-4）粉末约0.5g，精密称定，按正文方法平行测定6份，计算，6份样品测得齐墩果酸含量的平均值为0.014%，RSD=2.2%（n=6），试验结果表明，本法重复性良好。

2.3 仪器精密度（进样重复性）试验

取同一份供试品溶液（CCR-4），按正文拟定的方法提取，测定，连续测定6次，结果表明6次测定的齐墩果酸峰面积平均值为583.83，RSD=0.2（n=6），试验结果表明，本法重复性良好。

2.4 准确度试验

精密称取齐墩果酸对照品约10.82mg，置100ml量瓶中，加甲醇适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得，作为对照品液。

精密称取样品（CCR-4，含量0.0140%）6份，每份约0.5g，分别精密加入对照品贮备液（约0.1mg/ml）0.5ml按正文方法制备及测定，计算回收率，平均回收率为99.0%，RSD=2.3%（n=6）。表明本方法准确性良好。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱考察

分别采用不同品牌的色谱柱（Aglilent SB C_{18}、Aglilent XDB C_{18}和Dima C_{18}，三根

色谱柱规格均为4.6mm×250mm，5μm），测定样品（CCR-4）中齐墩果酸的含量，结果均值为0.0140%，RSD=1.0%（n=3）。

2.5.2 色谱仪的考察

分别采用不同型号的液相色谱仪（Aglilent1100，Aglilent1260、岛津LC20A）测定样品（CCR-4）中齐墩果酸的含量，结果均值为0.0140%，RSD=1.2%（n=3）。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定了14批样品中齐墩果酸的含量（详见表8）。根据最高值、最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，规定本品按干燥品计算，含齐墩果酸（$C_{30}H_{48}O_3$）不得少于0.012%。

齐墩果酸对照品HPLC图、草苁蓉样品HPLC图分别见图8、图9。

表8 草苁蓉样品含量测定结果

样品编号	齐墩果酸含量（%）	样品编号	齐墩果酸含量（%）
CCR-1	0.018	CCR-8	0.020
CCR-2	0.022	CCR-9	0.019
CCR-3	0.017	CCR-10	0.018
CCR-4	0.014	CCR-11	0.017
CCR-5	0.022	CCR-12	0.015
CCR-6	0.020	CCR-13	0.019
CCR-7	0.014	CCR-14	0.019

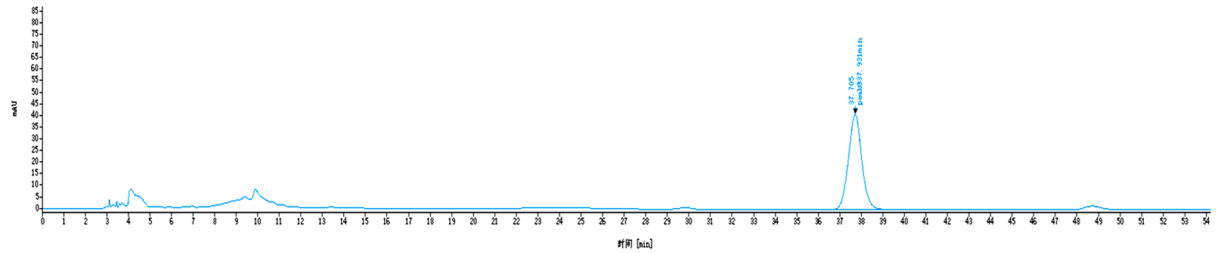


图8 齐墩果酸对照品HPLC图

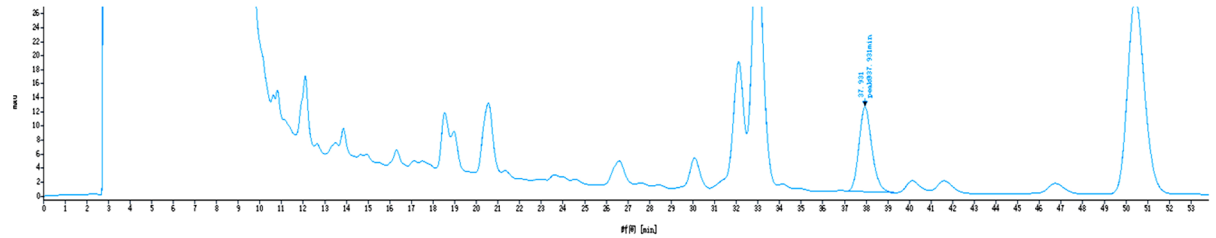


图9 草苁蓉样品HPLC图

经医学专家组确定：

【性味与归经】 甘、酸、温。归肾，大肠经。

【功能与主治】 补肾壮阳，润肠通便。用于肾虚阳痿，腰腰冷痛，不孕不育，肠燥便秘。

【用法与用量】 15～30g。

【注意】 阴虚火旺，脾虚泄泻者忌用。

【贮藏】 置通风干燥处。

参考文献

[1]段维和，樊绍体，邓明鲁，等. 吉林药材图志[M]. 北京：中医古籍出版社，1987：22-24.

[2]南京中医药大学. 中药大辞典（下册）[M]. 上海：上海科学技术出版社，2003：1583.

[3]中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志：第69卷[M]. 北京：科学出版社，1990：71.

[4]张航，王辉，杨树东. 草苁蓉的本草考证及药理研究[J]. 长春中医药大学学报，2016，（32）：40-42.

[5]张金花，李占军，乔俊缠等. 紫外分光光度法测定蒙药草苁蓉中多糖的含量[J]. 内蒙古医学院学报，2007（5）：349-351.

[6]张海丰，逄增玲，滕坤. HPLC法测定草苁蓉中齐墩果酸的含量[J]. 通化师范学院学报，2014（4）：13-14.

[7]国家药典委员会. 中国药典（一部）[S]. 北京：中国医药科技出版社，2015：61&359.

研究起草人： 王辉　杨树东　张航　王洪莹　杨建龙　孙冶

起草单位： 长春市食品药品检验中心

复核单位： 四平市食品药品检验所

审　　校： 雷杨　赵俊华

DBY-22-JLYC-009-2017

核桃楸皮

Hetaoqiupi

JUGLANDIS MANDSHURICAE CORTEX

本品为胡桃科植物核桃楸（胡桃楸）*Juglans mandshurica* Maxim.的干燥树皮。又名“楸树皮”。春、秋之间剥取，除去杂质，晒干。

【性状】 本品常呈板片状、槽状或卷筒状，长短不一，厚1～5mm。外表面浅灰棕色至灰棕色。老皮有不规则的纵裂纹；嫩皮平滑，并有突起的皮孔。内表面棕色，平滑有纵皱纹。质坚韧，不易折断，断面纤维性，棕色。气微，味微苦、涩。

【鉴别】 （1）本品横切面：木栓层为2～5列细胞，有的可见落皮层。皮层为薄壁细胞，韧皮部宽广，射线1～3列细胞，纤维束众多，石细胞成群或单个散在，薄壁细胞含草酸钙簇晶。

粉末灰黄色或暗灰棕色。纤维较多，成束或单个散在，直径13～27μm，壁极厚，孔沟不明显。草酸钙簇晶较多，直径8～32μm。石细胞成群或单个散在，呈类圆形、矩圆形或长方形。木栓细胞棕黄色，表面观呈多角形。

（2）取本品粉末1g，加甲醇20ml，超声处理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。另取核桃楸皮对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各5～10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶4∶1）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】 **水分** 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用80%乙醇作溶剂，不得少于14.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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-0.1%磷酸溶液（5∶95）为流动相；检测波长为272nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量，精密称定，加水制成每1ml含30μg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3mol/L盐酸溶液50ml，称定重量，水浴中加热回流1.5小时，放冷，用3mol/L盐酸溶液补足减失重量，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml量瓶中，加水至刻度，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5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含没食子酸（$C_7H_6O_5$）不得少于1.5%。

【炮制】 洗净，润透，切块或丝，干燥。

【性味与归经】 苦、辛，微寒。归肝、大肠经。

【功能与主治】 清热燥湿。用于腹痛，湿热下痢，带下黄稠，目赤肿痛，骨痨。

【用法与用量】 5～10g。

【贮藏】 置通风干燥处。

核桃楸皮质量标准起草说明

【药材名称】正名　　核桃楸皮
汉语拼音名　　Hetaoqiupi
拉丁名　　JUGLANDIS MANDSHURICAE CORTEX

【概述】核桃楸皮，异名楸树皮（《甘肃中药手册》）、楸皮（《中药志》），为胡桃科植物核桃楸（胡桃楸）*Juglans mandshurica* Maxim.的干燥树皮。核桃楸原植物主要分布于中国黑龙江、吉林、辽宁、河北、山西及朝鲜北部等地区[1]。《吉林省药品标准》1977年版有核桃楸皮药材质量标准的收载。《中华本草》中有核桃楸皮“气微，味微苦、涩，清热燥湿，泻肝明目。主治湿热下痢、带下黄稠、目赤肿痛、麦粒肿、迎风流泪、骨结核”的表述[2]。

【来源】本品为胡桃科植物核桃楸（胡桃楸）*Juglans mandshurica* Maxim.的干燥树皮。春、秋之间剥取，除去杂质，晒干。

植物形态：落叶乔木，高可达20m。树皮暗灰色；浅纵裂。小枝粗壮，具柔腺毛。髓部薄片状；顶芽大，有黄褐色毛。奇数羽状复叶，互生，长可达80cm；叶柄长5～9cm，基部肥大，叶柄和叶轴被有短柔毛及星状毛；小叶9～23枚，椭圆形至长椭圆形，长6～17cm，宽2～7cm，先端渐尖，基部歪斜或截形，边缘具细锯齿，表面深绿色，初生稀疏短柔毛，后仅中脉有毛，背面色淡，贴生短柔毛及星状毛。花单性，雌雄同株；雄荑黄花序腋生，下垂，先叶开放，长9～20cm；雄花具短柄，有1枚苞片及1～2枚小苞片，常有雄蕊12，稀13或14；雌花序穗状，顶生，直立，有雌花4～10朵，花被片4，披针形或线状披针形，被柔毛，苞片及小苞片合绕子房外壁，子房下位，柱头2裂，鲜红色。果序长10～15cm，俯垂，常有5～7个果实，核果球形或卵形，顶端尖，不易开裂，密被腺质短柔毛；果核坚硬，表面有8条纵棱，各棱之间有不规则的皱曲及凹穴；内果皮壁内具有多数不规则的空隙，隔膜内亦有2空隙。花期4～5月，果期8～9月。

核桃楸以树皮入药，于春秋两季之间剥取，除去杂质，晒干。现代研究表明，核桃楸的茎枝、树皮、根、叶和果皮均具有抗肿瘤作用[3~7]。核桃楸皮在民间有大量使用，用于治疗肿瘤、肠炎、痢疾、湿热白带、急性结膜炎、麦粒肿，大便干燥等。鞣质是核桃楸不同药用部位中普遍存在的主要化学成分之一[8~10]，近年来越来越多的研究表明鞣质具有较好的抗肿瘤活性[11~13]，因此，以没食子酸作为控制核桃楸皮质量具有一定的科学依据。

起草标准样品收集情况：共采集到样品14批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 核桃楸皮样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
HTQP-1	树皮	白山市浑江区三道沟镇	药材
HTQP-2	树皮	白山市浑江区三道沟镇	药材
HTQP-3	树皮	白山市江源区孙家堡子镇	药材
HTQP-4	树皮	白山市江源区孙家堡子镇	药材
HTQP-5	树皮	白山市浑江区三道沟镇	药材
HTQP-6	树皮	白山市江源区孙家堡子镇	药材
HTQP-7	树皮	白山市江源区孙家堡子镇	药材
HTQP-8	树皮	白山市浑江区红土崖镇	药材
HTQP-9	树皮	通化市辉南县	药材
HTQP-10	树皮	白山市江源区孙家堡子镇	药材
HTQP-11	树皮	白山市长白县	药材
HTQP-12	树皮	白山市长白县	药材
HTQP-13	树皮	白山市江源区孙家堡子镇	药材
HTQP-14	树皮	吉林市	药材

备注：核桃楸样品HTQP-1同时制成腊叶标本，试验中以该样品作为核桃楸皮的对照药材。14批样品经鉴定均为胡桃科植物核桃楸的树皮。

核桃楸雄花　　核桃楸雌花

图1 核桃楸原植物

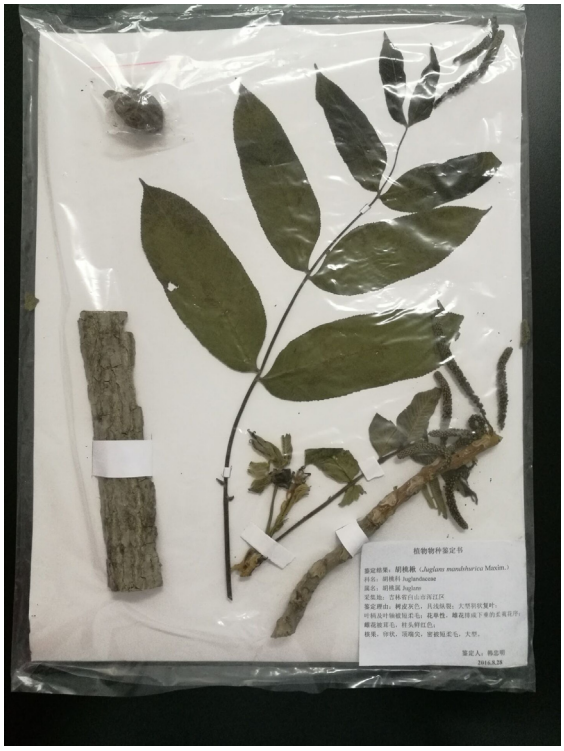


图2 核桃楸标本

【性状】 根据对收集到的14批核桃楸皮样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品常呈板片状、槽状或卷筒状，长短不一，厚1～5mm。外表面浅灰棕色至灰棕色。老皮有不规则的纵裂纹；嫩皮平滑，并有突起的皮孔。内表面棕色，平滑有纵皱纹。质坚韧，不易折断，断面纤维性，棕色。气微，味微苦、涩。见图3。

图3 核桃楸皮药材

【鉴别】 （1）显微鉴别：根据对收集的14批样品进行制片观察。观察了本品横切面和粉末特征，全部组织显微图均采用显微照相技术进行拍照。

本品横切面：木栓层为2～5列细胞，有的可见落皮层。皮层为薄壁细胞，韧皮部宽广，射线1～3列细胞，纤维束众多，石细胞成群或单个散在，薄壁细胞含草酸钙簇晶。

粉末灰黄色或暗灰棕色。纤维较多，成束或单个散在，直径13～27μm，壁极厚，孔沟不明显。草酸钙簇晶较多，直径8～32μm。石细胞成群或单个散在，呈类圆形、矩圆形或长方形。木栓细胞棕黄色，表面观呈多角形。详见图4、图5。

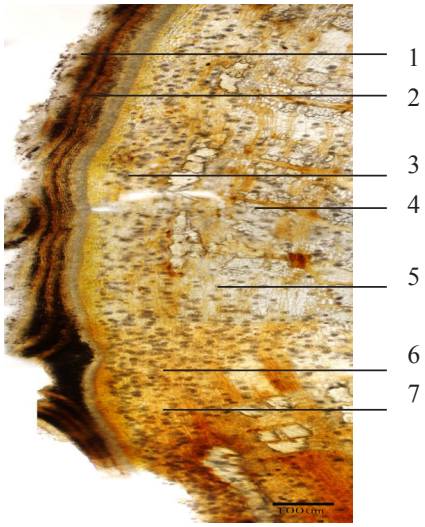


图4 核桃楸皮横切面（100倍）

1. 落皮层　2. 木栓层　3. 薄壁细胞　4. 射线　5. 纤维　6. 石细胞　7. 草酸钙簇晶

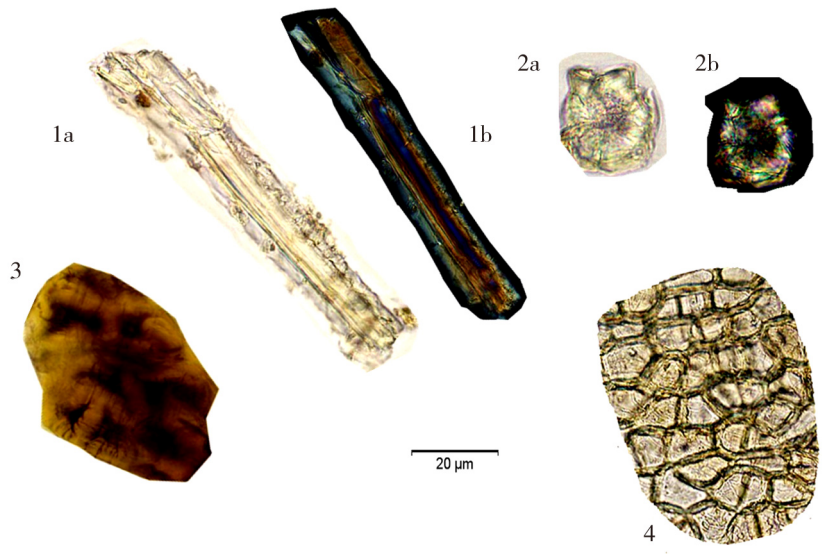


图5 核桃楸皮粉末

1a.纤维1b.纤维（偏光） 2a. 草酸钙簇晶 2b. 草酸钙簇晶（偏光） 3.石细胞 4.木栓细胞

（2）取本品粉末1g，加甲醇20ml，超声处理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。另取核桃楸皮对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各5～10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶4∶1）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，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。14批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点圆整清晰，比移值适中，重现性较好，故列入正文，见图6。

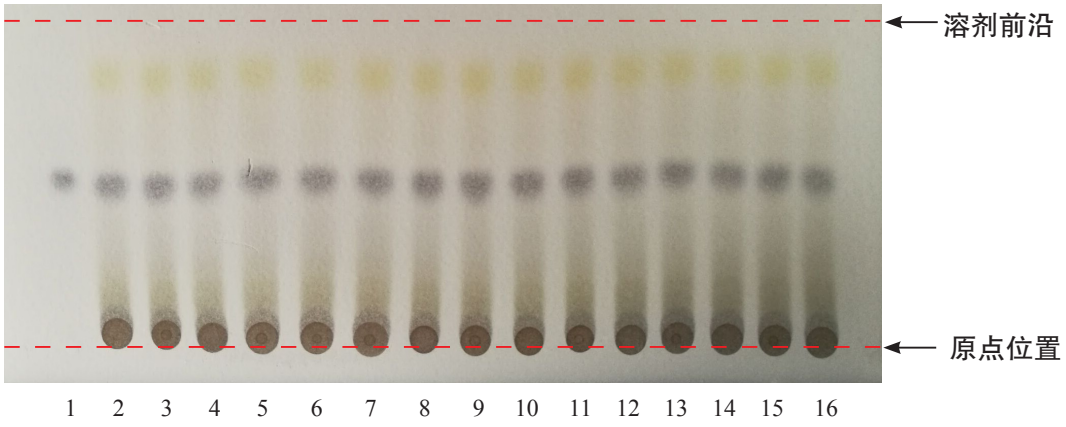


图6 核桃楸皮样品（没食子酸）TLC图

1.没食子酸对照品 2.对照药材（HTQP-1）3.HTQP-1 4.HTQP-2 5.HTQP-3 6.HTQP-4 7.HTQP-5 8.HTQP-6 9.HTQP-7 10.HTQP-8 11.HTQP-9 12.HTQP-10 13.HTQP-11 14.HTQP-12 15.HTQP-13 16.HTQP-14

色谱条件：硅胶G薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20150108，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：对照品2μl，对照药材及供试品5μl；展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：45%；

展开剂：甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5：4：1）；

显色与检视：1%三氯化铁乙醇溶液，日光下检视。

耐用性考察：对硅胶G自制薄层板、三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20150108；青岛永海硅胶有限公司，批号：20160402；国药集团化学试剂有限公司，批号：20160112）的展开效果进行考察，对不同温度和相对湿度（20℃，50%；5℃，30%；30℃，80%）进行考察，结果表明本法的耐用性良好。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对14批样品进行水分测定，结果见表2，据最高值、最低值及平均值，并考虑到《中国药典》2015年版四部药材和饮片检定通则中“除另有规定外，饮片水分通常不得过13%”的规定，因此，将本品药材水分限定为不得过13.0%。

表2 核桃楸皮样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
HTQP-1	7.0	HTQP-8	5.7
HTQP-2	6.3	HTQP-9	3.8
HTQP-3	6.1	HTQP-10	4.0
HTQP-4	7.7	HTQP-11	4.0
HTQP-5	8.0	HTQP-12	4.0
HTQP-6	4.6	HTQP-13	6.2
HTQP-7	3.7	HTQP-14	6.2

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对14批样品进行总灰分测定，结果见表3，据最高值、最低值及平均值，将本品总灰分限度定为不得过12.0%。

表3 核桃楸皮样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
HTQP-1	9.0	HTQP-8	11.1
HTQP-2	9.3	HTQP-9	9.8
HTQP-3	9.6	HTQP-10	9.3
HTQP-4	8.3	HTQP-11	9.6
HTQP-5	9.2	HTQP-12	9.4
HTQP-6	10.2	HTQP-13	9.8
HTQP-7	11.0	HTQP-14	11.3

【浸出物】 核桃楸皮成分主要为胡桃醌、槲皮素和没食子酸等，大多可溶于醇及水，故选择不同浓度的乙醇溶液为提取溶剂来考察浸出物。

通过热浸法浸出物与冷浸法浸出物数值比较，热浸法浸出物数值较高，故选用热浸法作为核桃楸皮中浸出物的测定方法，根据热浸法中各浓度乙醇的浸出物数值比

较，选择80%的乙醇溶液为溶剂。对14批样品进行浸出物测定，结果见表4，据最高值、最低值及平均值，将本品浸出物限度定为不得少于14.0% 。

表4 核桃楸皮样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
HTQP-1	19.4	HTQP-8	15.7
HTQP-2	24.2	HTQP-9	15.1
HTQP-3	17.2	HTQP-10	16.7
HTQP-4	18.9	HTQP-11	18.5
HTQP-5	18.1	HTQP-12	17.8
HTQP-6	19.5	HTQP-13	16.7
HTQP-7	16.8	HTQP-14	15.6

【含量测定】 本品主要含鞣质和蒽醌成分，没食子酸是主要活性成分，为提高本品质量控制水平，参照有关文献，采用高效液相色谱法，对本品中没食子酸进行含量测定。结果显示该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品内在质量的控制方法，测定方法考察及验证结果如下。

1.方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇–0.1%磷酸溶液（5∶95）为流动相；进样量5μl，流速0.8ml/min。用紫外-可见分光光度计在200～400nm进行扫描，没食子酸对照品在272nm波长处有最大吸收，详见图7，故确定检测波长为272nm。

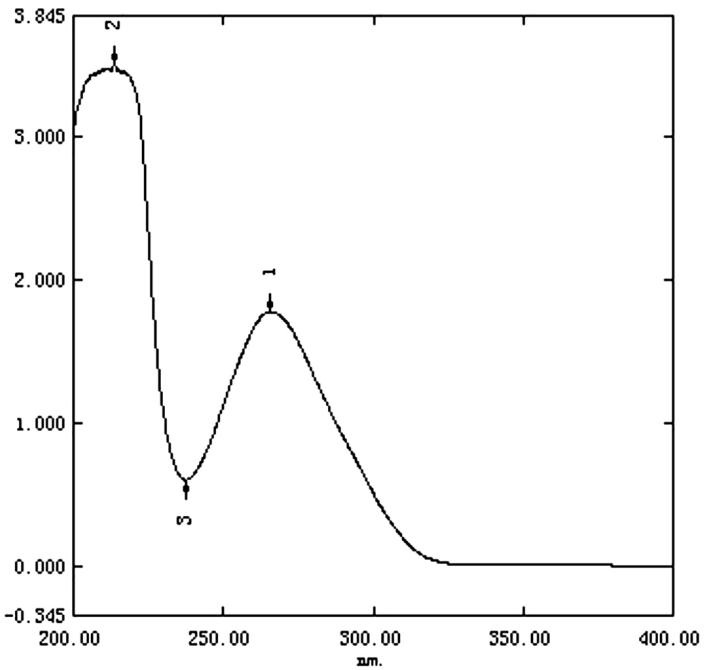


图7 没食子酸对照品紫外扫描图

1.2 提取方法

1.2.1 提取溶剂考察

取本品1g，精密称定，共3份，分别加水、（3.6%的盐酸：甲醇=1：1）的溶液、3mol/L盐酸溶液50ml，称定重量，加热回流1小时，放冷，再称定重量，用所加溶液补足减失的重量，滤过，取续滤液，测定。结果见表5，表明样品用3mol/L盐酸溶液提取效果最优。

表5 提取溶剂考察结果

提取溶剂	没食子酸含量（%）
水	0.42
（3.6%的盐酸：甲醇=1：1）溶液	0.32
3mol/L盐酸溶液	3.10

取本品0.2g，精密称定，共6份，分别加2.5%盐酸溶液（7→100）、5%盐酸溶液（14→100）、7.2%盐酸溶液（20→100）、3mol/L盐酸溶液、15%盐酸溶液（42→100）、20%盐酸溶液（56→100）50ml，称定重量，加热回流60分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，滤过，取滤液5ml，置10ml量瓶中，加水至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，测定。结果见表6，最终表明3mol/L盐酸溶液提取效果最优。

表6 不同浓度盐酸考察结果

提取溶剂	没食子酸含量（%）
2.5%盐酸溶液（7→100）	1.44
5%盐酸溶液（14→100）	1.64
7.2%盐酸溶液（20→100）	1.89
3mol/L盐酸溶液	2.17
15%盐酸溶液（42→100）	2.13
20%盐酸溶液（56→100）	1.89

1.2.2 提取方法考察

取本品0.2g，精密称定，共3份，精密加入3mol/L盐酸溶液50ml，称定重量，分别采用超声、加热回流（电热套）、水浴中加热回流三种提取方法各进行提取60分钟，放冷，同上操作。结果见表7，水浴中加热回流效果最优，故选用水浴加热回流提取。

表7 提取方法考察结果

提取方法	没食子酸含量（%）
超声提取	1.94
加热回流（电热套）提取	2.53
水浴中加热回流提取	2.86

1.2.3 提取时间考察

取本品0.2g，精密称定，共6份，精密加入3mol/L盐酸溶液50ml，称定重量，分别在水浴中加热回流30分钟、60分钟、90分钟、100分钟、120分钟、180分钟，放冷，同上操作。结果见表8，水浴中加热回流提取90分钟、100分钟效果最优，考虑到节省能源，故确定水浴加热回流提取时间为90分钟。

表8 提取时间考察结果

提取时间（分钟）	没食子酸含量（%）
30	2.37
60	2.94
90	3.29
100	3.22
120	3.10
180	2.55

综合以上实验结果，提取方法最终确定如下：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3mol/L盐酸溶液50ml，称定重量，水浴中加热回流1.5小时，放冷，用3mol/L盐酸溶液补足减失重量，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml量瓶中，加水至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取没食子酸对照品10.37mg，置25ml量瓶中加水溶解并稀释至刻度，摇匀，备用。精密吸取上述对照品溶液0.01ml、0.05ml、0.15ml、0.5ml、1.0ml、1.25ml、2.5ml分别置5ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为不同浓度的对照品溶液。

将上述对照品溶液按正文的色谱条件分别进样5μl，以对照品的进样量（μg）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，结果表明：当没食子酸对照品进样量在0.003μg～0.932μg范围内时，进样量与峰面积呈良好的线性关系，回归方程为：$Y=4152X-9.254$，$r=0.999$。

2.2 重复性试验

取同一份供试品（HTQP-4）粉末0.2g，精密称定，按正文的方法平行测定6份，计算，6份样品测得没食子酸含量平均值为1.9%，RSD值为0.64%（n=6），试验结果表明本法的重复性较好。

2.3 仪器精密度（进样重复性）试验

取同一份供试品（HTQP-4），按正文的色谱条件，连续测定6次。结果表明6次测定的没食子酸峰面积平均值为844228，RSD值为0.62%（n=6），试验结果表明仪器的精

密度良好。

2.4 准确度试验

精密称取已知含量（没食子酸含量为3.1%，水分为7.0%）的供试品（HTQP-1）粉末0.2g，共6份，精密称定，分别精密加入没食子酸对照品溶液（0.12mg/ml，用3mol/L盐酸溶液溶解并稀释至刻度）50ml，照标准正文项下方法制备供试品溶液。同法测定没食子酸含量，计算平均回收率及RSD。结果：没食子酸含量平均回收率为93.48%，RSD=1.8%（n=6）。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

分别采用不同品牌的色谱柱（紫微星色谱柱C_{18}、依利特色谱柱C_{18}、 wondasil C_{18}，三根色谱柱规格均为：4.6mm×250mm，5μm）测定样品中没食子酸的含量，结果三根色谱柱测定结果平均值为3.1%，RSD=1.2%（n=3）。

2.5.2 仪器的考察

分别采用3台不同型号的色谱仪（安捷伦1260型、岛津LC-2010AHT型）测定样品中没食子酸的含量，结果三台仪器测定结果平均值为3.0%，RSD=2.0%（n=3）。

3.样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定了14批样品中没食子酸的含量（详见表9），据最高值、最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，将本品含量限定为不得少于1.5%。

没食子酸对照品HPLC图、核桃楸皮样品HPLC图分别见图8、图9。

表9 核桃楸皮样品含量测定结果

样品编号	没食子酸含量（%）	样品编号	没食子酸含量（%）
HTQP-1	3.1	HTQP-8	1.8
HTQP-2	3.2	HTQP-9	1.9
HTQP-3	2.0	HTQP-10	2.3
HTQP-4	1.8	HTQP-11	2.3
HTQP-5	2.0	HTQP-12	2.2
HTQP-6	2.5	HTQP-13	1.8
HTQP-7	2.0	HTQP-14	2.2

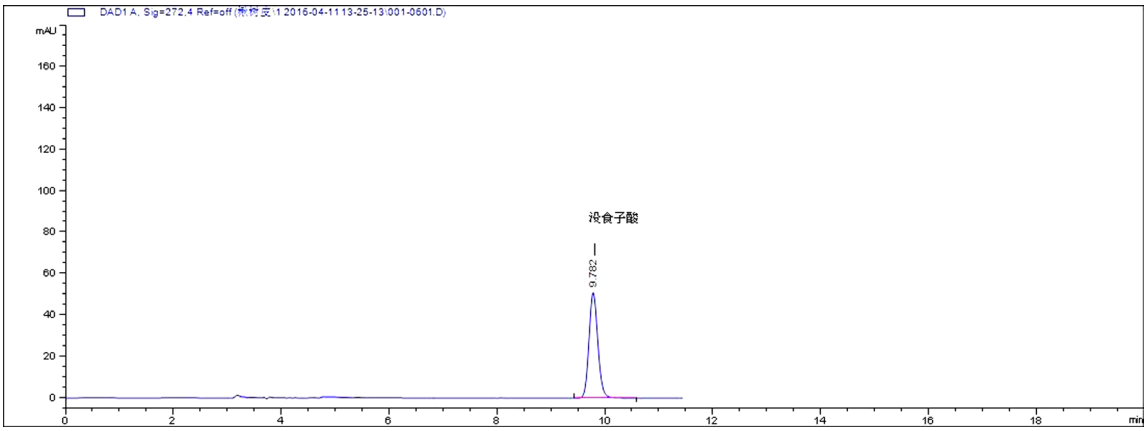


图8 没食子酸对照品HPLC图

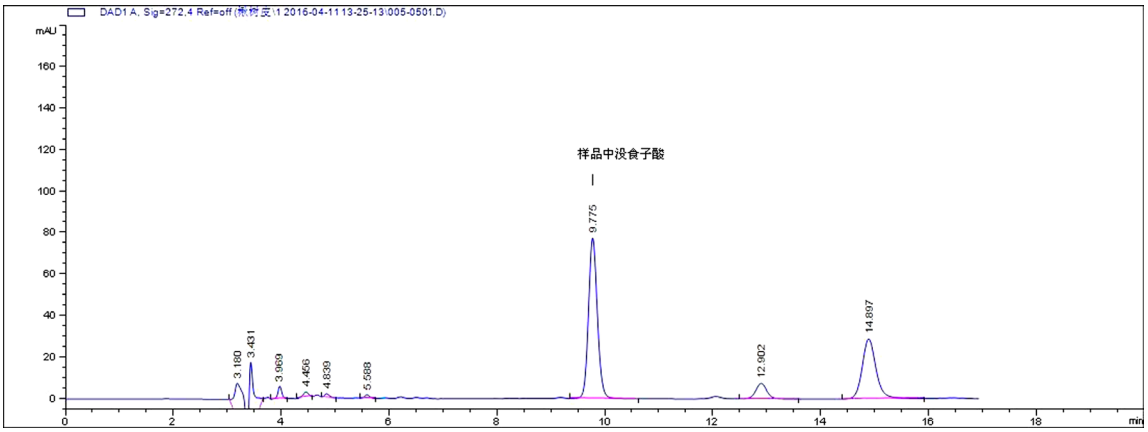


图9 核桃楸皮样品HPLC图

【炮制】 洗净，润透，切块或丝，干燥。

【性味与归经】 苦、辛，微寒。归肝、大肠经。

【功能与主治】 清热燥湿。用于腹痛，湿热下痢，带下黄稠，目赤肿痛，骨痨。

【用法与用量】 5 ~ 10g。

【贮藏】 置通风干燥处。

参考文献

[1]中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志：第21卷[M]. 北京：科学出版社，1982：33.

[2]国家中医药管理局中华本草编委会. 中华本草[M]. 上海：上海科学技术出版社，1999.

[3]于晓红，胡艳文，丁洋，等. 山核桃树枝水煎剂对S180荷瘤小鼠抗肿瘤作用的免疫机制研究[J]. 天津中医药，2006，23（5）：420-422.

[4]张咏莉，詹苗，崔玉强，等. 山核桃树皮水提物对荷瘤小鼠抑瘤效应及对血象的影响研究[J]. 中药材，2009，32（5）：770-774.

[5]Kim S H, Lee K S, Son J K, et al. Cytotoxic compounds from the roots of Juglans mandshurica[J]. J Nat Prod, 1998, 61(5): 643-645.

[6]文姝, 张红梅, 金礼吉, 等. 胡桃楸提取液诱导Hela细胞凋亡的研究[J]. 中国微生态学杂志, 2002, 14(2): 81-82.

[7]季宇彬, 汲晨锋, 马宏图. 青龙衣冷、热乙醇提取物对H22小鼠肿瘤细胞膜生化功能影响的研究[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(7): 531-534.

[8]李福双, 申健, 谭桂山. 胡桃属植物化学成分及药理作用研究进展[J]. 中成药, 2007, 29(10): 1490-1495.

[9]Min B S,Lee H K,Lee S M,et al. Anti-human immunodeficiency virus-type 1 activity of constituents from Juglans mandshurica[J]. Arch Pharm Res,2002,25(4):441-445.

[10]Min B S,Nakamura N, Miyashiro H, et al. Inhibition of human immunodeficiency virus-type 1 reverse transcriptase and ribonuclease H activities by constituents of Juglans mandshurica[J]. Chem Pharm Bull, 2000, 48(2):194-200.

[11]Sharif T, Auger C, Alhosin M, et al. Red wine polyphenols cause growth inhibition and apoptosis in acute lymphoblastic leukaemia cells by inducing a redox-sensitive up-regulation of p73 and down-regulation of UHRF1[J]. Eur J Cancer, 2010, 46(5):983-994.

[12]Seeram N P,Adams L S, Zhang Yanjun, et al. Blackberry, black raspberry, blueberry, cranberry, red raspberry, and strawberry extracts inhibit growth and stimulate apoptosis of human cancer cells in vitro[J]. J Agric Food Chem, 2006, 54(25):9329-9339.

[13]宛春雷, 金哲雄. 仙鹤草鞣质成分的抗肿瘤作用研究[J]. 黑龙江医药, 2011, 24(1): 29-31.

研究起草人：荀丽梅　郭洪丽　刘丽　解树彬

起草单位：白山市食品药品检验所

复核单位：吉林市食品药品检验所

审　　校：赵俊华　王辉

DBY-22-JLYC-013-2017

高山红景天

Gaoshanhongjingtian

RHODIOLAE SACHALINENSIS RADIX ET RHIZOMA

本品为景天科植物库页红景天*Rhodiola sachalinensis* A.Bor.的干燥根和根茎，春、秋二季采挖，除去泥土，洗净，晒干。

【性状】 本品根茎呈圆柱形，粗短，略弯曲，多呈丛生分枝状，分枝根茎直径1～5cm，全长5～25cm。表面深棕色或棕褐色，根茎顶端具有残留的褐色鳞叶及圆形干枯的顶芽。质轻，疏松。主根呈圆柱形，稍扭曲，长5～25cm，直径1～5cm，有多数侧根，长短不等，多弯曲，表面具有易脱落的栓皮，主根表面常具有细纵皱纹或裂缝，侧根具有较细的横环纹；质轻而脆，易折断，断面呈黄色、灰黄色或浅褐色。老根中心部常枯朽或中空，枯朽部分呈黑棕色。栽培品须根较多。气香，味涩。

【鉴别】 （1）本品粉末灰棕色或棕褐色。木栓细胞表面观呈多角形，直径40～80μm，侧面观呈长方形。薄壁细胞呈类圆形，大小不一，直径20～40μm，内含淀粉粒。导管为环纹和螺纹导管，直径12～25μm。淀粉粒类球形，直径2～5μm，脐点点状。

（2）取本品粉末2g，加甲醇30ml，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。另取高山红景天对照药材2g，同法制成对照药材溶液。再取红景天苷对照品、酪醇对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5～10μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-丙酮-水（6∶3∶1∶1）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置碘蒸气中熏至斑点显色清晰。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。

【检查】 **水分** 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过8.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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（7∶93）为流动相；检测波长为278nm。理论板数按红景天苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取红景天苷对照品、酪醇对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含红景天苷0.5mg、酪醇0.03mg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1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，静置，取上清液，以微孔滤膜（0.45μm）滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液5μl与供试品溶液5～10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含红景天苷（$C_{14}H_{20}O_7$）不得少于0.20%，含酪醇（$C_8H_{10}O_2$）不得少于0.020%。

【炮制】 除去须根、杂质，切片，干燥。

【性味与归经】 甘、涩，平。归心、肺、脾经。

【功能与主治】 益气活血，通脉平喘。用于气虚血瘀，胸痹心痛，中风偏瘫，倦怠气喘。

【用法与用量】 3～10g。

【贮藏】 置通风干燥处，防蛀。

高山红景天质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　高山红景天
汉语拼音名　　Gaoshanhongjingtian
拉丁名　　RHODIOLAE SACHALINENSIS RADIX ET RHIZOMA

【概述】 我国古代第一部医学典籍《神农本草经》中，红景天被列为上品，称其具有“主养命以应天，无毒，多服久服不伤身”，“轻身益气，不老延年”之功效。《月王药珍》中也有关于红景天的记载。据记载，清代康熙皇帝就曾钦封红景天为“仙赐草”，并下令民间不得食用，指定其为宫廷专用的御用品。鉴于红景天的特殊功效，早在七十年代中期国外就将其制成浸膏，给宇航员、飞行员、潜水员、运动员等作为保健品，广泛用于保健医学、运动医学、军事医学、航天医学及预防医学。

库页红景天药用记载源于《长白山植物药志》，药用部位为全草。功效应用全草：滋补强壮，降压，安神，用于气虚体弱，病后畏寒，气短乏力，肺热咳嗽，咳血，白带，腹泻，跌打损伤，烫火伤，神经症，高原反应。根及根茎：抗寒，抗疲劳，抗缺氧和适应原作用。库页红景天不但具有类似中医“扶正固本”的适应原样作用，而且其药理作用效果和强度是已知补益药中罕见的。在长白山地区，当地居民称其为“长生不老草”，神农架地区亦称之为“九死还生草”。

【来源】 本品为景天科Crassulaceae红景天属*Rhodiola* L.植物库页红景天*Rhodiola sachalinensis* A.Bor.的干燥根及根茎，春、秋二季采挖；除去泥土，晒干。

植物形态：多年生草本。根粗壮，通常直立，少有横生。根茎粗短，先端被多数棕褐色、膜质鳞片状叶。花茎下部的叶较小，疏生，上部叶密生，叶长圆状匙形、长圆状菱形或长圆状披针形，长7～40mm，宽4～9mm，先端急尖至渐尖，基部楔形，边缘上部有粗牙齿，下部近全缘。聚伞花序，密集多花；雌雄异株；萼片4，少有5，披针状线形；花瓣4，少有5，淡黄色，线状倒披针形或长圆形；鳞片4，长圆形。蓇葖披针形或线状披针形，直立。种子长圆形至披针形。花期4～6月，果期7～9月。

本属约90种，多分布于北半球高寒地带。我国有约73种，其中15种2变种可药用。分布于西南、西北、华中、华北及东北。我省的长白山是其主要分布地。高山红景天多生长在长白山1700～2500m的高山冻原带和岳桦林带；在山顶部的溪流两侧、山坡沟谷、岩石缝及石塘内群生，其所在土壤多为山地苔原及生草森林土，土层较浅、砂石较多，土壤pH值5～6。高山冻原带为全光照射，岳桦林内光照度为30～40%。其所处环境，冬季严寒漫长，夏季凉爽短暂，年平均气温-5～2℃，高山冻原带一月份平均气

温-24℃，七月份平均气温低于10℃，年降雨量800～1000mm，冬季积雪很厚，无霜期70～100天。高山红景天自然更新能力较差，实生苗少见，但在岳桦林内的成株周围可见到较多的实生幼苗。

起草样品收集情况：本次搜集的样品共10批，详细信息见表1、图1。

表1 高山红景天样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
GSHJT-1	根及根茎	吉林省长白县	药材
GSHJT-2	根及根茎	吉林省长白县	药材
GSHJT-3	根及根茎	吉林省长白县	药材
GSHJT-4	根及根茎	吉林省长白县	药材
GSHJT-5	根及根茎	吉林省长白县	药材
GSHJT-6	根及根茎	吉林省长白县	药材
GSHJT-7	根及根茎	吉林省长白县	药材
GSHJT-8	根及根茎	吉林省长白山	药材
GSHJT-9	根及根茎	吉林省长白山	药材
GSHJT-10	根及根茎	吉林省长白县	药材

图1 高山红景天原植物

【性状】 根据对收集到的10批高山红景天样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品根茎呈圆柱形，粗短，略弯曲，多呈丛生分枝状，分枝根茎直径1～5cm，全长5～25cm。表面深棕色或棕褐色，根茎顶端具有残留的褐色鳞叶及圆形干枯的顶芽。质轻，疏松。主根呈圆柱形，稍扭曲，长5～25cm，直径1～5cm，有多数侧根，长短不等，多弯曲，表面具有易脱落的栓皮，主根表面常具有细纵皱纹或裂缝，侧根具有较细的横环纹；质轻而脆，易折断，断面呈黄色、灰黄色或浅褐色。老根中心部常枯朽或中空，枯朽部分呈黑棕色。栽培品须根较多。气香，味涩。详见图2。

图2 高山红景天药材图

【鉴别】（1）粉末显微特征：取10批高山红景天药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

粉末灰棕色或棕褐色。栓皮细胞表面观呈多角形，直径40～80μm，侧面观呈长方形。薄壁细胞呈类圆形，大小不一，直径20～40μm，内含淀粉粒。导管为环纹和螺纹导管，直径12～25μm。淀粉粒类球形，直径2～5μm，脐点点状。10批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好。详见图3。

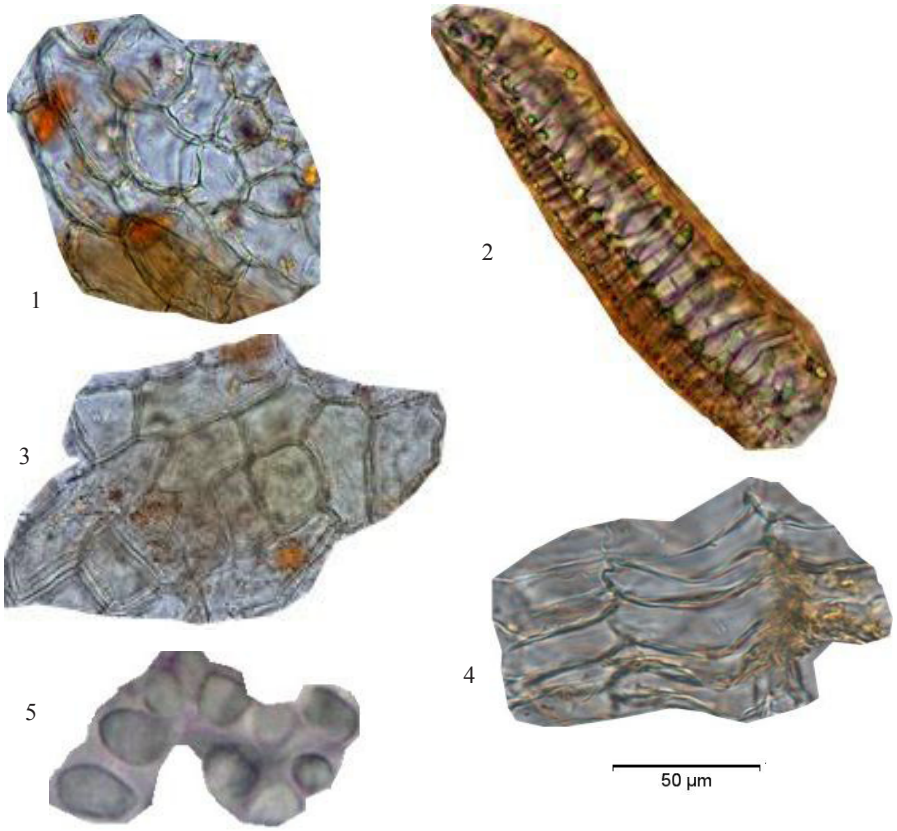


图3 高山红景天粉末

1.薄壁细胞　2.导管　3.栓皮细胞　4.木化细胞　5.淀粉粒

（2）取本品粉末2g，加甲醇30ml，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。另取高山红景天对照药材2g，同法制成对照药材溶液。再取红景天苷对照品、酪醇对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg混合的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5～10μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-丙酮-水（6∶3∶1∶1）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置碘蒸气中熏至斑点显色清晰。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。10批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故收入正文见图4。

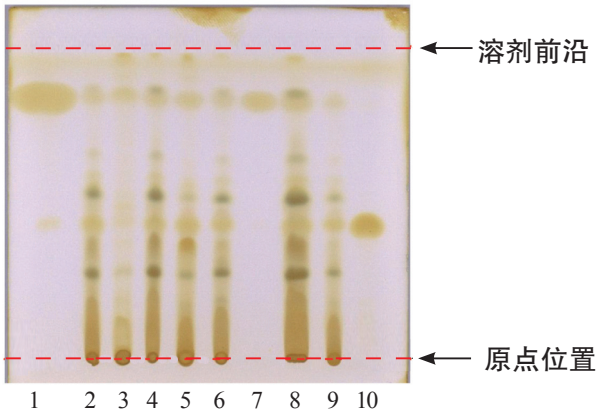


图4 高山红景天样品TLC图

1、7.酪醇　2.GSHJT-7　3、5、9.对照药材　4、8. GSHJT-8　6. GSHJT-9　10.红景天苷

色谱条件：高效硅胶预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20110608 规格：10cm×10cm；圆点状点样，点样量：5μl；展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：35%；展开剂：三氯甲烷-甲醇-丙酮-水（6∶3∶1∶1）的下层溶液；显色与检视：置碘蒸气中熏至斑点显色清晰，日光下检视。

耐用性考察：经对高温（35～40℃）、高湿（70～90%）、低温（4～10℃）、低湿（20～40%）及不同厂家高效硅胶预制薄层板考察，结果表明本法的耐用性良好。

【检查】水分　照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

结果见表2，10批样品的水分测定值在7.4%～12.4%之间，参照药材检定通则，规定水分不得过13.0%。

表2 高山红景天样品水分检查结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
GSHJT-1	8.9	GSHJT-6	8.3
GSHJT-2	9.6	GSHJT-7	12.2
GSHJT-3	9.9	GSHJT-8	10.6
GSHJT-4	7.4	GSHJT-9	12.4
GSHJT-5	7.4	GSHJT-10	11.4

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。对10批样品进行总灰分测定，结果见表3。

总灰分测定值在3.2%～9.1%之间，均值5.26%，考虑到收集的样品为委托采集和企业提供，应比市场流通的药材质量更好，故以均值的1.5倍为限度，规定总灰分不得过8.0%。结果样品6总灰分9.1%，不符合规定。

表3 高山红景天样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
GSHJT-1	3.2	GSHJT-6	9.1
GSHJT-2	3.9	GSHJT-7	6.9
GSHJT-3	3.9	GSHJT-8	4.1
GSHJT-4	7.6	GSHJT-9	3.3
GSHJT-5	5.1	GSHJT-10	5.5

【含量测定】 参照《中国药典》2015年版一部[1]红景天项下和大株红景天注射液项下含量测定方法，采用高效液相色谱法测定红景天苷和酪醇的含量。

1. 方法考察与结果

1.1 仪器与试药

Agilent 1200液相色谱仪，LC-2010CHt高效液相色谱仪，对照品购于中国食品药品检定研究院，供含量测定用，红景天苷批号：110818-201507（含量99.4%），酪醇批号：111676-200602；乙腈为色谱纯，水为超纯水，其它试剂均为分析纯。

1.2 测定波长的选择

取红景天苷、酪醇对照品适量，精密称定，分别加甲醇溶解，在紫外区200～400nm扫描，结果，红景天苷、酪醇在275nm附近有最大吸收，与大株红景天注射液方法所采用的检测波长（278nm）基本一致。故选定278nm作为本品的测定波长（见图5、6）。

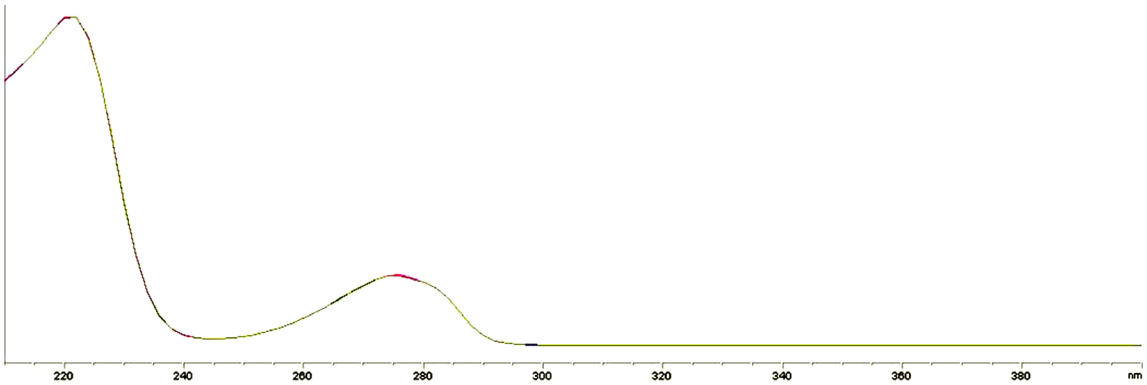


图5 红景天苷紫外光谱图

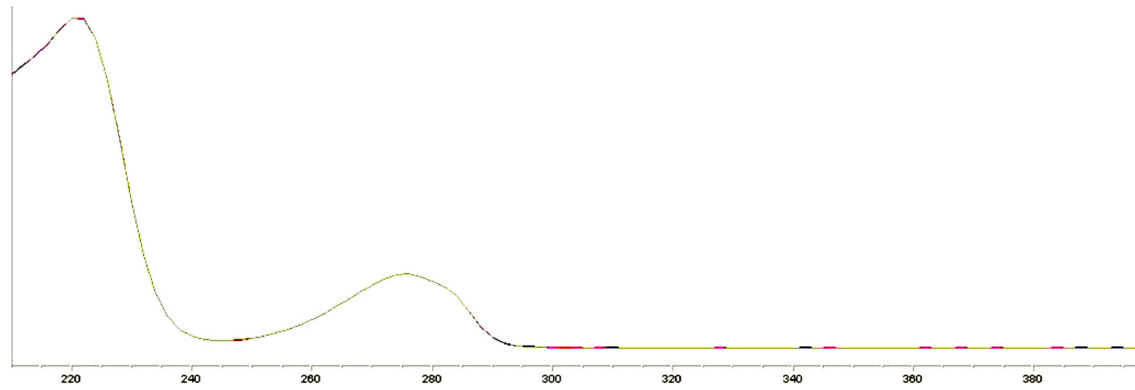


图6 酪醇紫外光谱图

1.3 流动相的选择

参照《中国药典》2015年版药典的方法，采用乙腈—水系统为本法流动相，通过试验，将二者比例调至7∶93，在此条件下，供试品图谱基线平稳，供试品色谱图中红景天苷和酪醇能得到很好的分离，主峰前后无杂峰。

2.方法学验证与结果

2.1 标准曲线的制备

取红景天苷、酪醇对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含红景天苷0.4536mg、酪醇0.031584mg的混合溶液，分别精密吸取对照品溶液1、3、5、7、9μl，进样测定，以对照品进样量为横坐标，以峰面积值为纵坐标，分别绘制标准曲线，计算回归方程。结果红景天苷在0.4536～4.0824μg范围内，回归方程为Y=829.5387X+4.7531（r=0.9993），酪醇在0.031584～0.284256μg范围内，回归方程为Y=331.0093X+7.9571（r=0.9999），标准曲线线性关系良好，符合外标法定量测定的要求。

2.2 精密度试验

2.2.1 仪器精密度

取同一份供试品溶液，按正文拟定的色谱条件，连续进样6次。结果表明6次测定的红景天苷峰面积平均值为612，RSD=0.38%（n=6），酪醇峰面积平均值为167，RSD=0.88%（n=6），试验表明本法的仪器精密度良好。

2.2.2 重复性试验

取同一供试品依正文的方法平行测定6份，计算，6份样品测得红景天苷含量的平均值为0.89%（n=6），RSD=1.3%；酪醇含量的平均值为0.094%（n=6），RSD=2.2%，试验结果表明本法的重复性良好。

2.3 准确度试验

精密称取红景天苷对照品和酪醇对照品适量，加甲醇制成每1ml含红景天苷0.9242mg、含酪醇0.0848mg的混合溶液，作为加标对照品溶液。精密称取同法测定已知含量的供试品6份，每份约1g，置具塞锥形瓶中，分别精密加入加标对照品溶液10ml，再精密加入甲醇15ml，按正文的方法提取、测定，计算回收率及RSD。结果：红景天苷平均回收率为98.5%，RSD =2.26%（n=6）；酪醇平均回收率为98.7%，RSD =2.83%（n=6）。

2.4 耐用性试验

实验中比较了Sepax Bio-C_{18}（4.6mm×150mm，5μm），Luna C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）两种色谱柱，按照正文方法色谱条件进行实验，结果两者均能较好地将红景天苷和酪醇两种成分分离，采用上述两种色谱柱进行试验，供试品色谱峰分离良好，根据上述两种柱的检测结果，参考《中国药典》2015年版一部红景天项下，确定本品理论板数按红景天苷计算应不低于4000。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定了本品10批样品中红景天苷、酪醇的含量（详见表4），上述10批样品，红景天苷及酪醇的含量值差异较大，最大最小值相差4、5倍，并且自行采挖掘的7～9三批药材含量均较低，且批次较少，不具有代表性。故以对照药材测定值60%为最低限，规定本品按干燥品计算，含红景天苷（$C_{14}H_{20}O_7$）不得少于0.20%，含酪醇（$C_8H_{10}O_2$）不得少于0.020%。

红景天苷、酪醇HPLC图、红景天苷样品HPLC图分别见图7、图8。

表4 高山红景天样品含量测定结果

样品编号	红景天苷含量（%）	酪醇含量（%）
GSHJT-1	0.64	0.027
GSHJT-2	0.58	0.032
GSHJT-3	0.61	0.056
GSHJT-4	1.29	0.056
GSHJT-5	1.05	0.13
GSHJT-6	1.03	0.118
GSHJT-7	0.34	0.049
GSHJT-8	0.28	0.058
GSHJT-9	0.25	0.11
GSHJT-10	0.5	0.053

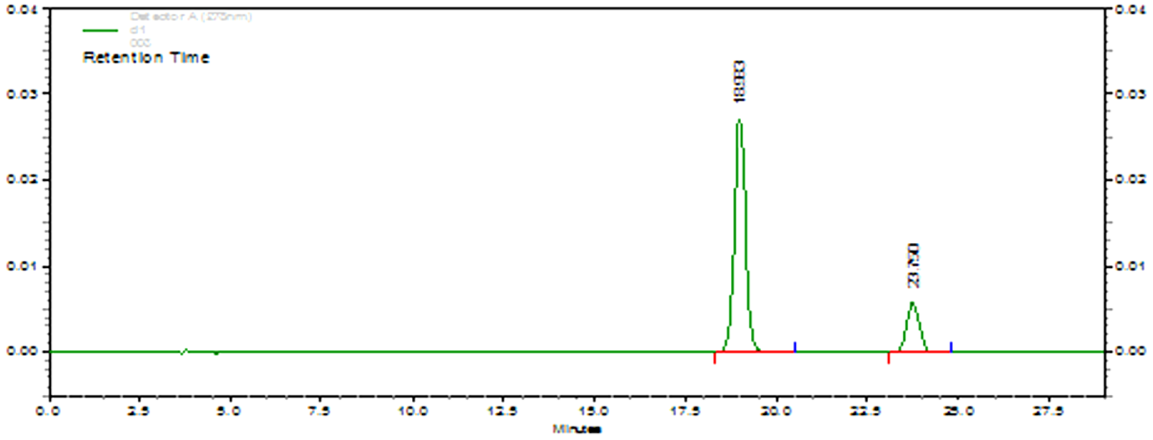


图7 红景天苷、酪醇对照品HPLC图

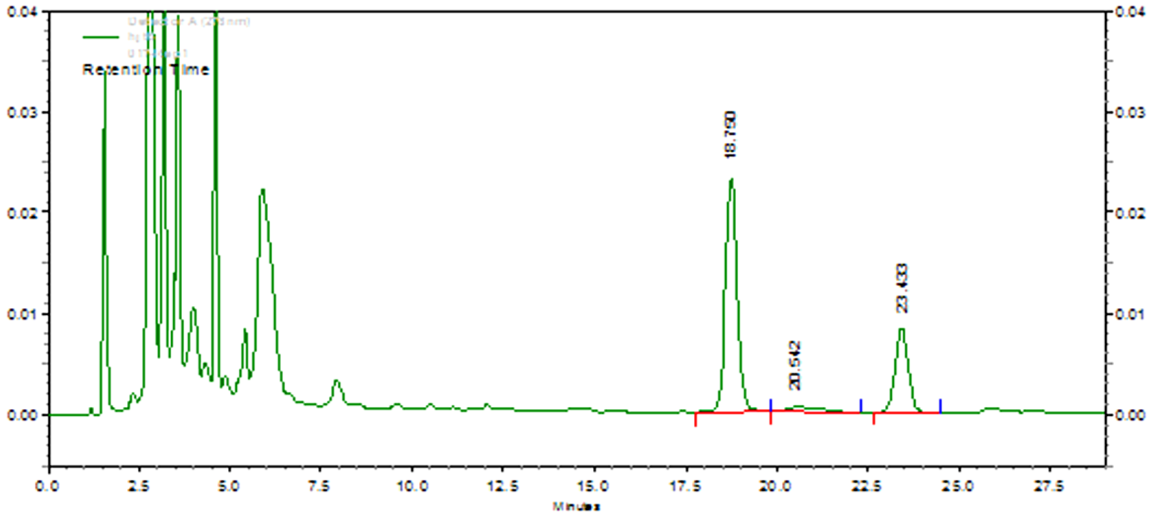


图8 高山红景天样品HPLC图

【炮制】 新增项。除去须根、杂质，切片，干燥。经医学专家会确定。

【性味与归经】 修订。甘、涩，平。归心、肺、脾经。经医学专家会确定。

【功能与主治】 修订。益气活血，通脉平喘。用于气虚血瘀，胸痹心痛，中风偏瘫，倦怠气喘。经医学专家会确定。

【用法与用量】 未修订。

【贮藏】 修订。置通风干燥处，防蛀。医经学专家会确定。

参考文献

[1]国家药典委员会. 中华人民共和国药典2015版一部[M]. 北京：中国医药科技出版社，2015：154.

研究起草人：彭振宇　孙士淋　康馨元
起草单位：吉林省药品检验所
复核单位：长春市食品药品检验中心
审　　校：栾国华　雷杨

DBY-22-JLYC-013-2018

萝　藦

Luomo

METAPLEXIS JAPONICA HERBA

本品为萝藦科植物萝藦*Metaplexis japonica*（Thunb.）Makino的干燥全草。8～9月采收，晒干。

【性状】 本品常卷曲成团。根细长，直径0.2～0.3cm，浅黄棕色。茎圆柱形，扭曲，直径0.1～0.5cm；表面黄白色至黄棕色，具细纵纹，节稍膨大；质脆，易折断，折断时一侧皮部常粘连呈纤维状，断面髓部中空，木部可见众多管状小孔。叶对生，多皱缩，展平后呈卵状心形，长5～12cm，宽4～7cm；两面无毛；背面叶脉明显，侧脉5～7对；叶柄长3～6cm。总状花序腋生，被灰白色短柔毛。花冠白色，有淡紫红色斑纹，近辐状，花冠筒短。蓇葖果呈纺锤形，长6～9cm，表面有瘤状突起，先端渐尖，基部膨大。种子顶端具一簇白色长绢毛。气微，味淡。

【鉴别】 （1）本品粉末黄绿色至棕黄色。石细胞淡黄色，长梭形、类圆形或三角形，壁厚，孔沟明显。纤维无色或淡黄白色，多成束，直径8～24μm。韧皮纤维淡黄色，呈长梭形，末端尖或斜尖，直径7～17μm。草酸钙簇晶多聚集成行，少散在，棱角尖锐，直径5～35μm。导管为具缘纹孔导管、网纹或螺纹导管，直径8～38μm。叶表皮细胞多角形，具明显放射状角质纹。气孔较多，平轴式。栅状细胞一列，无色，排列整齐。淀粉粒多为单粒，直径2～10μm，类圆形，脐点点状或裂缝状。

（2）取本品粉末1g，加乙醇15ml，放置10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取萝藦对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（20∶3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】 **水分**　不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分　不得过15.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分　不得过2.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照水溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项

下的热浸法测定，不得少于29.0%。

【含量测定】 对照品溶液的制备 取芦丁对照品10mg，精密称定，置50ml量瓶中，加50%乙醇适量，超声处理使溶解，放冷，加50%乙醇至刻度，摇匀，即得（每1ml含芦丁0.2mg）。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml、7ml，分别置25ml量瓶中，各加50%乙醇至7.0ml，加5%亚硝酸钠溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加10%硝酸铝溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加氢氧化钠试液5ml，再加50%乙醇至刻度，摇匀，放置20分钟。以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（《中国药典》2015年版四部通则0401），在507nm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 取本品粉末（过三号筛）约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%乙醇溶液50ml，称定重量，加热回流提取3小时，放冷，再称定重量，用50%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液3ml，置25ml量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自加“50%乙醇至7.0ml”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的重量（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1.50%。

【性味与归经】 甘、辛，温。归脾、肺、肾经。

【功能与主治】 补益精血，通经下乳，解毒消肿。用于肾虚阳痿、遗精，虚损劳伤，乳汁不足。外治丹毒、痈疮肿毒、虫蛇咬伤。

【用法与用量】 5～15g；外用适量。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

萝藦质量标准起草说明

【药材名称】正名　　萝藦
汉语拼音名　　Luomo
拉丁名　　METAPLEXIS JAPONICA HERBA

【概述】萝藦为萝藦科萝藦属植物萝藦*Metaplexis japonica*（Thunb.）Makino的干燥全草。分布于东北、华北、华东和甘肃等省区，生长于林边荒地、山脚、河边、路旁灌木丛中。以“萝藦”名始载于《新修本草》[1]，《名医别录》、《千金食治》、《本草纲目》、《本草汇言》等历代本草均有记载，《本草汇言》记载：“萝藦，补虚劳，益精气之药也。此药温平培补，统治一切劳损力役之人，筋骨血脉久为劳力疲弊者，服此立安。然补血、生血，功同归、地；壮精培元，力堪枸杞；化毒解疗，与金银花、半枝莲、紫花地丁其效亦相等也。”对萝藦功用进行了全面的总结。吉药监〔2001〕520号（萝藦）中记载其具有“补益精气，下乳，解毒”的功效，可用于虚损劳伤，乳汁不通，丹毒疮肿的治疗。《吉林省野生经济植物志》（1961）[2]、《东北药用植物原色图志》（1963）[3]、《吉林药材图志（续集）》（1995）[4]等东北地区近现代资源类文献亦有收载，表明不仅在传统中医药领域应用历史悠久，在吉林地区民间应用亦很广泛，极具开发利用价值。经文献[2~6]及实地资源调查得知：吉林省内各区县均有分布，生于山野及灌丛，野生资源量十分丰富，吉林省内8～9月果期萝藦植株才开始茂盛，因此定其采收期为8～9月。近年来吉林省内未见有医院等进行使用，全国市场主要以冷背药材方式流通。中成药制剂有健儿糖浆。

【来源】萝藦为萝藦科植物萝藦*Metaplexis japonica*（Thunb.）Makino的干燥全草。

植物形态：多年生草质藤本，具乳汁；茎圆柱状，下部木质化，上部较柔韧，表面淡绿色，有纵条纹。叶膜质，卵状心形，长5～12cm，宽4～7cm，顶端短渐尖，基部心形，叶面绿色，叶背粉绿色，两面无毛；侧脉每边10～12条，在叶背略明显；叶柄长，长3～6cm，顶端具丛生腺体。总状式聚伞花序腋生或腋外生，具长总花梗；花淡紫色。蓇葖叉生，纺锤形，平滑无毛，长8～9cm，直径2cm，顶端急尖，基部膨大；种子扁平，卵圆形，长5mm，宽3mm，有膜质边缘，褐色，顶端具白色绢质种毛；种毛长1.5cm。花期7～8月，果期8～9月[6, 7]。

起草样品收集情况：不同样品分别采集于吉林省内不同区县，样品清单见表1。（见图1、图2）

表1 萝藦样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
LM-1	全草	长春市高新区	药材
LM-2	全草	辉南市	药材
LM-3	全草	磐石市	药材
LM-4	全草	梅河口市山城镇	药材
LM-5	全草	长春市净月	药材
LM-6	全草	长春市北湖	药材
LM-7	全草	珲春市	药材
LM-8	全草	长春市吉林大学南校区	药材
LM-9	全草	抚松县	药材
LM-10	全草	通化市	药材
LM-11	全草	集安市	药材
LM-12	全草	磐石市	药材
LM-13	全草	辽源市	药材
LM-14	全草	吉林市	药材
LM-15	全草	敦化市	药材
LM-16	全草	松原市	药材

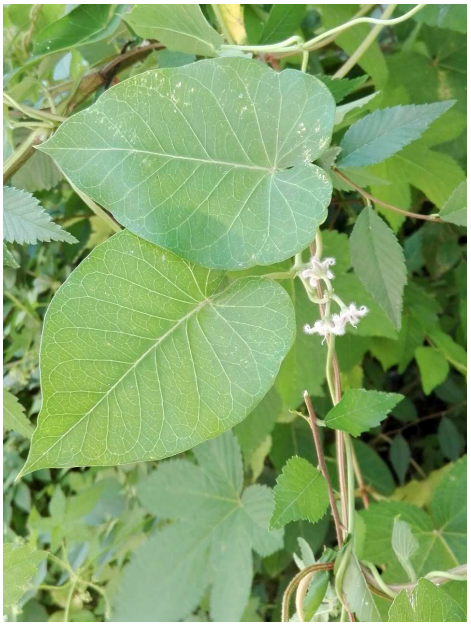


图1 萝藦原植物

图2 萝藦标本

【性状】 根据对收集到的16批萝藦样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品常卷曲成团。根细长，直径0.2～0.3cm，浅黄棕色。茎圆柱形，扭曲，直径0.1～0.5cm；表面黄白色至黄棕色，具细纵纹，节稍膨大；质脆，易折断，折断时一侧皮部常粘连呈纤维状，断面髓部中空，木部可见众多管状小孔。叶对生，多皱缩，展平后呈卵状心形，长5～12cm，宽4～7cm；两面无毛；背面叶脉明显，侧脉5～7对；叶柄长3～6cm。总状花序腋生，被灰白色短柔毛。花冠白色，有淡紫红色斑纹，近辐状，花冠筒短。蓇葖果呈纺锤形，长6～9cm，表面有瘤状突起，先端渐尖，基部膨大。种子顶端具一簇白色长绢毛。气微，味淡。

图3 萝藦药材图

本品主要鉴别特征为茎圆柱形，扭曲，具细纵纹，节稍膨大；质脆，易折断，折断时一侧皮部常粘连呈纤维状，断面髓部中空，木部可见众多管状小孔。叶对生，展平后呈卵状心形，长5～12cm，宽4～7cm；两面无毛。蓇葖果呈纺锤形，长6～9cm，表面有瘤状突起，先端渐尖，基部膨大。

萝藦药材易与萝藦科鹅绒藤属鹅绒藤相混淆，鉴别要点在于：鹅绒藤药材全株被短柔毛；叶对生，叶表面和叶背面均被短柔毛，脉上较密；蓇葖果双生或仅有1个发育，呈细圆柱状，长11cm，直径0.5cm，双生者形似羊角，俗称“羊角瓢子”。见图3。

【鉴别】 （1）粉末显微特征：取16批萝藦药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末黄绿色至棕黄色。石细胞淡黄色，长梭形、类圆形或三角形，壁厚，孔沟明显。纤维无色或淡黄白色，多成束，直径8～24μm。韧皮纤维淡黄色，呈长梭形，末端尖或斜尖，直径7～17μm。草酸钙簇晶多聚集成行，少散在，棱角尖锐，直径5～35μm。导管为具缘纹孔导管、网纹或螺纹导管，直径8～38μm。叶表皮细胞多角形，具明显放射状角质纹。气孔较多，平轴式。栅状细胞一列，无色，排列整齐。淀粉粒多为单粒，直径2～10μm，类圆形，脐点点状或裂缝状。见图4。

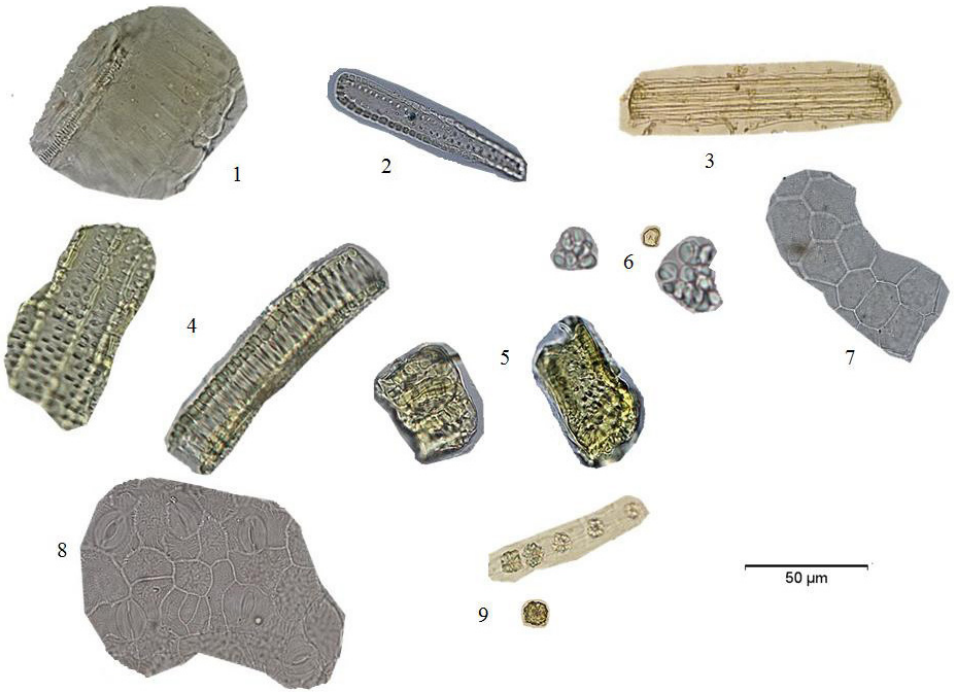


图4 萝藦（全草）粉末

1. 栅状细胞　2. 韧皮纤维　3. 纤维　4. 导管　5. 石细胞　6. 淀粉粒
7. 叶表皮细胞　8. 气孔　9. 草酸钙簇晶

（2）取本品粉末1g，加乙醇15ml，放置10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取萝藦对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（20∶3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。16批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点集中清晰，重现性好。见图 5 、图 6 。

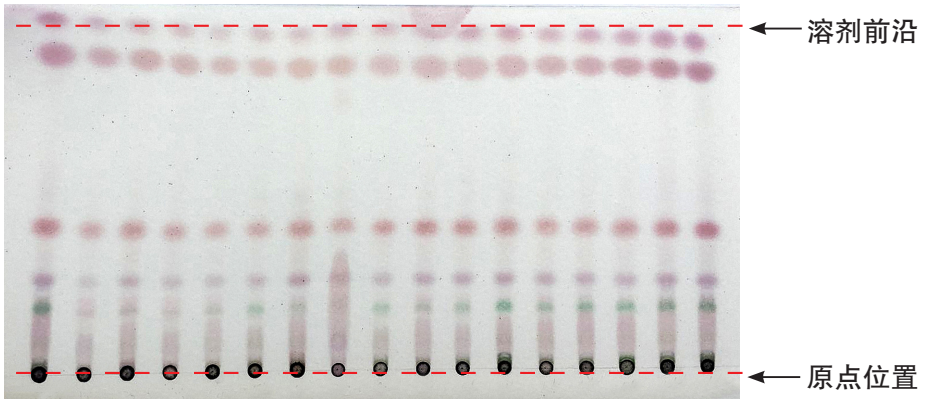


图5 萝藦样品TLC图（日光下）

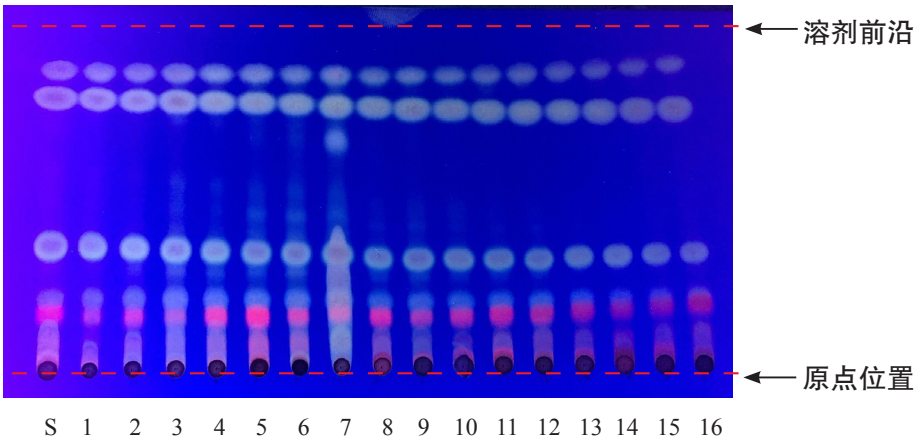


图6 萝藦样品TLC图（365nm）

S .萝藦对照药材 1.LM-1 2.LM-2 3.LM-3 4.LM-4 5.LM-5 6.LM-6 7.LM-7 8.LM-8 9.LM-9 10.LM-10 11.LM-11 12.LM-12 13.LM-13 14.LM-14 15.LM-15 16.LM-16

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工分厂，批号：20170819，规格10cm×20cm；圆点状点样，点样量：5μl；温度：20℃；相对湿度：45%;

展开剂：石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（20∶3）；

显色与检视：喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰；分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。

耐用性实验考察：对四个厂家硅胶G薄层板（青岛海洋化工分厂 批号：20170819；青岛海浪硅胶干燥剂有限公司 批号：20130920；烟台江友硅胶开发有限公司 批号：20160503；烟台市化学工业研究所 批号：20140616）的展开效果进行考察，对不同展开温度和相对湿度（10℃、32%；20℃、45%；35℃、72%）进行考察，结果表明本法的耐用性良好。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对本品16份样品进行水分测定，结果见表2，其水分测定值在6.96%～8.98%之间，平均值为7.82%，结合实际情况，将本品水分限度拟定为不得过12.0%。

表2 萝藦样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
LM-1	7.62	LM-9	8.12
LM-2	8.43	LM-10	8.10
LM-3	8.14	LM-11	7.30
LM-4	7.51	LM-12	6.96
LM-5	7.44	LM-13	7.93
LM-6	8.15	LM-14	7.83
LM-7	7.59	LM-15	7.92
LM-8	7.10	LM-16	8.98

总灰分　照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对本品16份样品进行总灰分测定，结果见表3，其总灰分测定值在8.82%～16.39%之间，将本品总灰分限度拟定为不得过15.0%。

表3 萝藦样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
LM-1	10.43	LM-9	10.11
LM-2	10.33	LM-10	13.26
LM-3	10.64	LM-11	14.17
LM-4	8.82	LM-12	12.37
LM-5	14.60	LM-13	10.32
LM-6	16.39	LM-14	11.23
LM-7	9.18	LM-15	10.22
LM-8	13.86	LM-16	12.20

酸不溶性灰分　照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对本品16份样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表4，其酸不溶性灰分测定值在0.47%～3.40%之间，将本品的酸不溶性灰分限度拟定为不得过2.0%。

表4 萝藦样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
LM-1	0.78	LM-9	0.58
LM-2	1.30	LM-10	1.31
LM-3	0.64	LM-11	0.47
LM-4	0.96	LM-12	0.96
LM-5	3.40	LM-13	0.48
LM-6	2.65	LM-14	0.85
LM-7	0.73	LM-15	0.58
LM-8	0.66	LM-16	1.32

【浸出物】 经浸出物预实验得出，用水、30%乙醇、45%乙醇、60%乙醇、75%乙醇、乙醇溶剂，照冷浸法及热浸法分别对同一批样品进行浸出物实验，结果表明，用水作为溶剂，采用热浸法其浸出物的量最多，且速度快，过滤相对容易。照水溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版四部通则2201）项下的热浸法测定，测得其水溶性浸出物测定值在28.57%～ 41.85%之间，平均值为35.65%。按照平均值的80%即28.52%，将其浸出物的限度确定为不得少于29.0%，结果见表5。

表5 萝藦样品浸出物测定结果

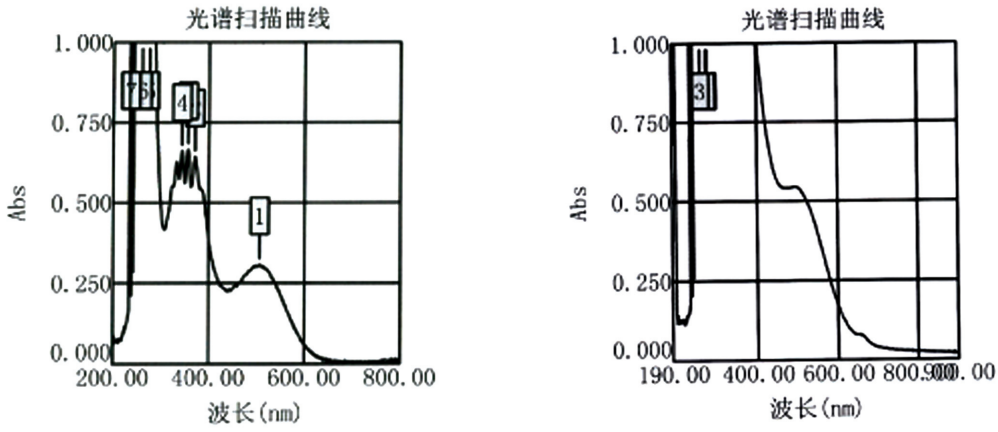
样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
LM-1	37.98	LM-9	35.59
LM-2	34.74	LM-10	34.51
LM-3	33.31	LM-11	37.76
LM-4	32.34	LM-12	33.28
LM-5	36.78	LM-13	34.51
LM-6	37.64	LM-14	35.73
LM-7	28.57	LM-15	40.10
LM-8	35.67	LM-16	41.85

【含量测定】 目前针对萝藦的含量测定研究主要集中在总黄酮、C_{21}甾苷类等。萝藦具有“补益精气，下乳，解毒”的功效，现代研究表明：黄酮类化合物具有抗菌、抗病毒、抗肿瘤、抗氧化自由基、镇痛抗炎等活性。结合对照品的可获得性及控制方法的可操作性，参考文献[8,9]方法，选择通过测定萝藦中的总黄酮含量来控制萝藦药材的质量。

1.方法考察与结果

1.1 显色条件

显色条件为：加5%亚硝酸钠溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加10%硝酸铝溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加氢氧化钠试液5ml，再加50%乙醇至刻度，摇匀，放置20分钟。通过对卢丁对照品溶液与供试品溶液在200～800nm进行扫描，发现对照品溶液和供试品溶液在507nm波长处均有最大吸收，因此选定检测波长为507nm（见图7）。



卢丁对照品溶液　　萝藦供试品溶液

图7 对照品溶液及供试品溶液扫描光谱图

1.2 提取方法

对照品溶液的制备　精密称取芦丁对照品10mg，置50ml量瓶中，加50%乙醇适量，超声处理使溶解，放冷，加50%乙醇至刻度，摇匀，即得。

标准曲线的制备　精密量取对照品溶液1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml，分别置25ml量瓶中，各加50%乙醇至7.0ml，加5%亚硝酸钠溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加10%硝酸铝溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加氢氧化钠试液5ml，再加50%乙醇至刻度，摇匀，放置20分钟，以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（《中国药典》2015年版四部通则0401），在507nm的波长处分别测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

1.2.1 提取溶剂考察

取同一批药材粉末（过三号筛）约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别精密加入30%乙醇、50%乙醇、70%乙醇、90%乙醇、无水乙醇、甲醇各25ml为溶剂，密塞，称定重量，加热回流提取1小时，补足重量，摇匀，滤过，精密量取3ml，置25ml量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加50%乙醇至7.0ml”起，分别依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的重量（mg），计算，即得。结果见表6。结果表明，50%乙醇溶液作溶剂提取结果较高，所以选择50%乙醇溶液作为提取溶剂。

表6 提取溶剂考察

溶剂	含量结果（%）
30%乙醇	1.72
50%乙醇	1.88
70%乙醇	1.47
90%乙醇	1.41
无水乙醇	0.77
甲醇	0.93

1.2.2 提取方式考察

取同一批药材粉末（过三号筛）三份，每份约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别精密加入50%乙醇25ml，密塞，称定重量，选择三种方式提取：90℃加热回流提取、超声提取（超声功率300W，频率45KHz）、振荡提取各60分钟，补足重量，摇匀，滤过，精密量取3ml，置25ml量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加50%乙醇至7.0ml”起，分别依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的重量（mg），计算，即得。结果见表7。结果表明，加热回流提取效率较高，所以选择加热回流为提取方式。

表7 提取方式考察

提取方式	含量结果（%）
回流	1.90
超声	1.77
振荡	1.67

1.2.3 提取温度考察

取同一批药材粉末（过三号筛）三份，每份约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别精密加入50%乙醇各25ml，密塞，称定重量，选择三种温度：80℃、90℃、100℃加热回流提取各60分钟，补足重量，摇匀，滤过，精密量取3ml，置25ml量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加50%乙醇至7.0ml”起，分别依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的重量（mg），计算，即得。结果见表8。结果表明：三种温度含量提取结果的RSD为1.0%，说明温度影响可忽略，所以不规定提取温度。

表8 提取温度考察

提取温度	含量结果（%）
80℃	1.92
90℃	1.90
100℃	1.94

1.2.4 提取溶剂体积和提取时间考察

取同一批药材粉末（过三号筛）三份，每份约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别精密加入50%乙醇25ml、50ml，密塞，称定重量，分别选择：回流提取1小时、2小时、3小时、4小时，补足重量，摇匀，滤过，精密量取3ml，置25ml量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加50%乙醇至7.0ml”起依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的重量（mg），计算，即得。结果见表9。结果表明，加入50%乙醇50ml，回流提取3小时，提取含量结果最大，所以选择50%乙醇50ml，回流提取3小时。

表9 提取溶剂体积和提取时间考察

溶剂体积	提取时间			
	1h	2h	3h	4h
25ml	1.20%	1.26%	1.32%	1.29%
50ml	2.08%	2.12%	2.30%	2.26%

最终根据实验确定方法如下：

对照品溶液的制备　取芦丁对照品适量，精密称定，加50%乙醇溶液制成每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1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml、7ml，分别置25ml量瓶中，各加50%乙醇至7.0ml，加5%亚硝酸钠溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加10%硝酸铝溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加氢氧化钠试液5ml，再加50%乙醇至刻度，摇匀，放置20分钟。以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（《中国药典》2015年版四部通则0401），在507nm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。

供试品溶液的制备　取本品粉末（过三号筛）约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%乙醇溶液50ml，称定重量，加热回流提取3小时，放冷，再称定重量，用50%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液3ml，置25ml量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“加50%乙醇至7.0ml”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的重量（mg），计算，即得。

2.方法学验证

2.1　线性关系

精密称取芦丁对照品适量，加50%乙醇溶液制成每1ml含0.2mg的溶液，备用。分别精密量取以上对照品溶液1ml、2ml、3ml、4ml、5ml、6ml、7ml，分别置25ml量瓶中，各加50%乙醇至7.0ml，加5%亚硝酸钠溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加10%硝酸铝溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加氢氧化钠试液5ml，再加50%乙醇至刻度，摇匀，放置20分钟，以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（《中国药典》2015年版四部通则0401），在507nm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。

结果表明，在7.8890～55.2270μg/ml范围内呈良好的线性关系，计算得回归方程为 $Y=0.013X+0.0031$（$r=0.9996$）。

2.2　精密度实验

2.2.1　重复性试验

取同一批萝藦药材（LM-15样品），按正文拟定的方法制备供试品溶液6份，测定总黄酮的含量，结果总黄酮平均含量为1.96%，RSD为1.4%（n=6）；说明本方法的重复性良好。

2.2.2　中间精密度试验

同一批样品（LM-15样品），三个不同操作人员，三台不同的TU1900紫外-可见分光光度计，不同日期测定，得出其RSD值为1.6%（n=3）。

2.3　准确度试验

取同一批次萝藦药材（LM-15样品已知含量为1.96%）9份，每份0.25g，精密称定，再分别加入芦丁对照品适量，同法制备3种不同浓度的供试品溶液9份，测定芦丁的含量，结果总黄酮平均回收率为100.1%，RSD为2.2%（n=9）；说明本方法的准确度良好。

2.4　耐用性试验

2.4.1　溶液的稳定性考察

取同一供试品溶液，照标准曲线项下的方法，自“置25ml量瓶中”起，依法测定

吸光度，每隔10分钟，测定1次，记录80分钟内供试品溶液的吸光度值，结果表明供试品溶液在80分钟内保持稳定，RSD为1.7%（n=7）。

2.4.2　仪器的考察

取同一供试品溶液，照标准曲线项下的方法，自“置25ml量瓶中”起，依法采用三台不同的紫外-可见分光光度计测定吸光度，计算，RSD为0.3%（n=3），说明该方法的耐用性良好。

3.样品测定及含量限度确定

综上，确定正文项下的【**含量测定**】方法。并取16批不同产地的萝藦药材，按【**含量测定**】项下方法操作，测定含量，结果见表10。结果表明，总黄酮含量在1.03～3.26%之间，其平均值为1.87%，差异较大，考虑药材产地不同，按平均值的80%计为：1.50%，因此确定萝藦药材中总黄酮的含量以芦丁计（按干燥品计）不得少于1.50%。

表10 萝藦样品含量测定结果

样品编号	总黄酮含量（%）	样品编号	总黄酮含量（%）
LM-1	2.83	LM-9	1.88
LM-2	1.07	LM-10	1.41
LM-3	1.76	LM-11	1.50
LM-4	1.66	LM-12	1.52
LM-5	2.41	LM-13	1.83
LM-6	3.26	LM-14	1.50
LM-7	1.53	LM-15	1.96
LM-8	1.03	LM-16	2.83

【**性味与归经**】参照原标准[10]，并经医学专家会审定修订为“甘、辛、温。归脾、肺、肾经。”

【**功能与主治**】参照原标准[10]，并经医学专家会审定修订为“补益精血，通经下服，解毒消肿。用于肾虚阳痿、遗精，虚损劳伤，乳汁不足。外治丹毒、痈疮肿毒、虫蛇咬伤。”

【**用法与用量**】参照原标准[10]，并经医学专家会审定修订为“5～15g；外用适量。”

【**贮藏**】同原标准[10]，未作修订。

参考文献

[1]苏敬等撰，尚志钧辑校.唐·新修本草（辑复本）[M].安徽科学技术出版社，1981：243.

[2]吉林省野生经济植物志编辑委员会.吉林省野生经济植物志[M].吉林人民出版社，1961：181.

[3]沈阳药学院.东北药用植物原色图志[M].科学普及出版社，1963：320.

[4]樊绍钵，邓明鲁，段维和等.吉林药材图志（续集）[M].中医古籍出版社，1995：280-283.

[5]齐伟辰，朱妮娜，杨峰.吉林省萝藦科药用植物资源种类与分布[J].吉林中医药，2005，35（11）：1149-1154.

[6]长春中医学院革命委员会.吉林中草药[M].吉林人民出版社，1970：628.

[7]中国科学院中国植物志编辑委员会.《中国植物志》（第六十三卷）[M].科学出版社，1977：403.

[8]仇宏伟，骆珍，孙立梅，等. 萝藦花总黄酮的含量测定及抗氧化研究[J]. 青岛农业大学学报（自然科学版），2016，33（2）：130-136.

[9]马雯芳，邓慧连，蔡毅，等. 冰糖草总黄酮含量测定及显色方法优化[J]. 中国实验方剂学杂志，2013，19（3）：112-115.

[10]萝藦[S]. 吉药监〔2001〕520号.

研究起草人：刘治民　曲艳丽　徐彤彤　邢潇　彭秀丽　孙治

起草单位：长春市食品药品检验中心

复核单位：吉林省药品检验所

审　　校：彭振宇　沈丽娟

DBY-22-JLYC-010-2017

野玫瑰根

Yemeiguigen

ROSAE DAVURICAE RADIX ET RHIZOMA

本品为蔷薇科植物山刺玫*Rosa davurica* Pall.的干燥根及根茎。春、夏季采挖，洗净泥土，晒干。

【性状】 本品呈圆柱形，常弯曲，具分枝，直径0.5～2cm，顶端常有残留的茎基。表面红棕色或棕褐色，具多个细根或细根痕。木栓层易脱落，脱落处呈黄棕色或红棕色，具细纵皱纹。质坚硬，不易折断，断面不平坦，显纤维性。切面皮部薄，棕色，木质部较大，浅黄色或浅棕色，具放射状纹理，髓部较小，色较深。气微，味微苦涩。

【鉴别】 （1）本品根横切面：木栓细胞数列，黄棕色。栓内层为数列扁平细胞。韧皮部纤维单个散在或数个成群，木化，壁甚厚；韧皮薄壁细胞和韧皮射线中含草酸钙方晶、砂晶及棱晶。形成层细胞4～6列，多不明显，呈环状。木质部宽广，导管、木纤维、薄壁细胞均木化；导管单个散在或2～3个相聚。射线宽1～10余列，韧皮射线和木射线均富含淀粉粒。髓部较大，散有木薄壁细胞，纹孔明显；薄壁细胞含淀粉粒。

粉末棕黄色。纤维成束或单个散在，壁厚，直径10～30μm。木栓细胞黄棕色或红棕色，表面观呈多角形，壁稍厚。淀粉粒较多，单粒卵圆形、类圆形、长圆形或肾形，直径4～10μm，脐点点状、条状、星状，位于中心，层纹不明显；复粒由2～6分粒组成。导管为具缘纹孔导管，多破碎，直径10～50μm。草酸钙方晶，直径10～40μm。

（2）取本品粉末1g，加乙醇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。另取野玫瑰根对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取熊果酸对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各5μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-丙酮（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。分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

（3）取本品粉末1g，加乙醇20ml和稀盐酸1ml，超声处理5分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取野玫瑰根对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各10μl、对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（6∶6∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁乙醇溶液。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】 水分 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过4.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过1.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用60%乙醇作溶剂，不得少于16.0%。

【性味与归经】 苦、涩，平。归肺、大肠经。

【功能与主治】 止咳祛痰，涩肠止泻，收敛止血。用于咳嗽，胸闷，痰多，久泻久痢，崩漏，跌打损伤。

【用法与用量】 20～25g。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

野玫瑰根质量标准起草说明

【药材名称】正名　野玫瑰根
汉语拼音名　Yemeiguigen
拉丁名　ROSAE DAVURICAE RADIX ET RHIZOMA

【概述】野玫瑰根，别名有山刺玫根、红根、刺莓果根、刺玫蔷薇等。东北各省民间均有药用，各地区在药用部位、临床应用方面有一定差异，临床适应症广泛。《吉林省野生经济植物志》（1961）、《黑龙江常用中草药手册》（1970）、《吉林省中草药栽培与制剂》（1971）、《长白山植物药志》（1982）、《吉林药材图志》（1987）、《中国长白山植物资源志》（2010）等对其经济价值、药用价值、资源分布等均有记述。作为中药材标准，野玫瑰根收载于《吉林省药品标准》（1977）[1]中，记载其味苦、涩，性平，具有抑菌，收敛的功效，可用于治疗肠炎，腹泻以及防治急、慢性菌痢。野玫瑰根原植物主要分布于黑龙江、吉林、辽宁、内蒙古、河北、山西等省区，其中吉林省内主要分布于东辽县、通化市、临江市、抚松县、靖宇县、二道白河、安图县、珲春市、蛟河市、吉林市、九台市、梅河口市等山区、半山区各县市，资源量丰富，呈聚集成片分布，但各地资源量有差异，近年来吉林省内均未见商品流通[2]。

【来源】本品为蔷薇科植物山刺玫*Rosa davurica* Pall.的干燥根及根茎。

植物形态：多年生落叶灌木，高为50～300cm；根多横走，长可达2m；小枝无毛，有带黄色皮刺，皮刺基部膨大，稍弯曲，常成对而生于小枝或叶柄基部。奇数羽状复叶，小叶7～9，连叶柄长4～10cm；小叶片长圆形或阔披针形，长1.5～3.5cm，宽5～15mm，先端急尖或圆钝，基部圆形或宽楔形，边缘有单锯齿和重锯齿，上面深绿色，无毛，中脉和侧脉下陷，下面灰绿色，中脉和侧脉突起，有腺点和稀疏短柔毛。花单生于叶腋，或2～3朵簇生，花期6～7月。果近球形或卵球形，红色，光滑，萼片宿存，直立。果期8～9月[3]。

起草样品收集情况：不同样品均于2015年8～9月间分别采集于吉林省内不同区县，详细信息见表1、图1、图2。

表1 野玫瑰根样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
YMGG-1	根及根茎	辽源市东辽县渭津镇恭河村四组曹家沟	药材
YMGG- 2	根及根茎	辽源市东辽县渭津镇恭河村四组曹家沟	药材
YMGG- 3	根及根茎	通化市修正药业后山	药材
YMGG- 4	根及根茎	通化师范学院后山	药材
YMGG- 5	根及根茎	临江市林业局旁林区（二道沟）	药材
YMGG- 6	根及根茎	抚松县万良镇北山村公路旁右侧	药材
YMGG- 7	根及根茎	抚松县万良镇北山村公路旁左侧	药材
YMGG- 8	根及根茎	抚松县抚松镇福源村东山	药材
YMGG- 9	根及根茎	靖宇县鑫盛绿色食品公司旁荒地	药材
YMGG-10	根及根茎	安图县二道白河镇长白山管委会旁荒地	药材
YMGG-11	根及根茎	安图县二道白河镇池北区革命烈士碑旁	药材
YMGG-12	根及根茎	安图县明月镇河西村	药材
YMGG-13	根及根茎	蛟河市松江镇池水乡三家沟屯外两公里处	药材
YMGG -14	根及根茎	吉林市丰满区白山乡腰屯村二社北山	药材
YMGG- 15	根及根茎	长春九台市土们岭镇二道沟村附近山上	药材

图1 山刺玫原植物

图2 山刺玫腊叶标本

【性状】 根据对收集到的15批野玫瑰根样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈圆柱形，常弯曲，具分枝，直径0.5～2cm，顶端常有残留的茎基。表面红棕色或棕褐色，具多个细根或细根痕。木栓层易脱落，脱落处呈黄棕色或红棕色，具细纵皱纹。质坚硬，不易折断，断面不平坦，显纤维性。切面皮部薄，棕色，木质部

较大，浅黄色或浅棕色，具放射状纹理，髓部较小，色较深。气微，味微苦涩。

本品主要鉴别特征为木栓层易脱落，脱落处呈黄棕色或红棕色，具细纵皱纹。切面木质部具放射状纹理，具髓部。见图3、图4。

图3 野玫瑰根药材

图4 野玫瑰根药材横切面

【鉴别】（1）显微特征：根据对收集的15批样品进行制片观察。显微组织片的制备以水合氯醛装片为主，观察本品的横切面和粉末。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品根横切面[4]：木栓细胞数列，黄棕色。栓内层为数列扁平细胞。韧皮部纤维单个散在或数个成群，木化，壁甚厚；韧皮薄壁细胞和韧皮射线中含草酸钙方晶、砂晶及棱晶。形成层细胞4～6列，多不明显，呈环状。木质部宽广，导管、木纤维、薄壁细胞均木化；导管单个散在或2～3个相聚。射线宽1～10余列，韧皮射线和木射线均富含淀粉粒。髓部较大，散有木薄壁细胞，纹孔明显；薄壁细胞含淀粉粒。见图5。

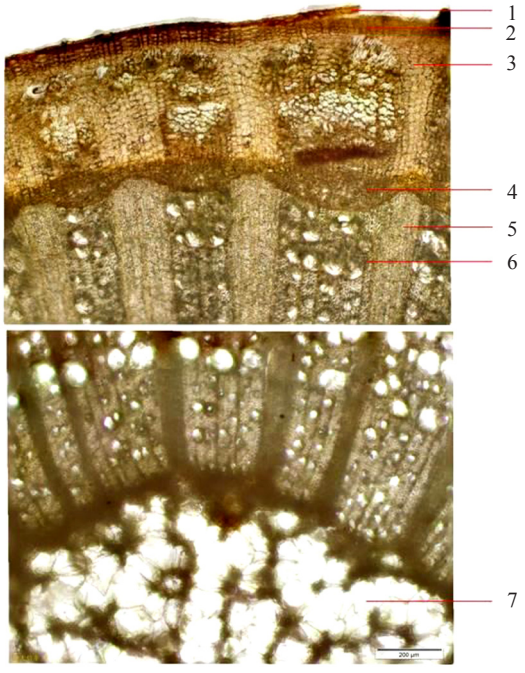


图5 山刺玫横切面显微图

1.木栓层　2.栓内层　3.韧皮部　4.形成层　5.木射线　6.木质部　7.髓

粉末显微特征[4]：粉末棕黄色。纤维成束或单个散在，壁厚，直径10～30μm。木栓细胞黄棕色或红棕色，表面观呈多角形，壁稍厚。淀粉粒较多，单粒卵圆形、类圆形、长圆形或肾形，直径4～10μm，脐点点状、条状、星状，位于中心，层纹不明显；复粒由2～6分粒组成。导管为具缘纹孔导管，多破碎，直径10～50μm。草酸钙方晶，直径10～40μm。（图6）

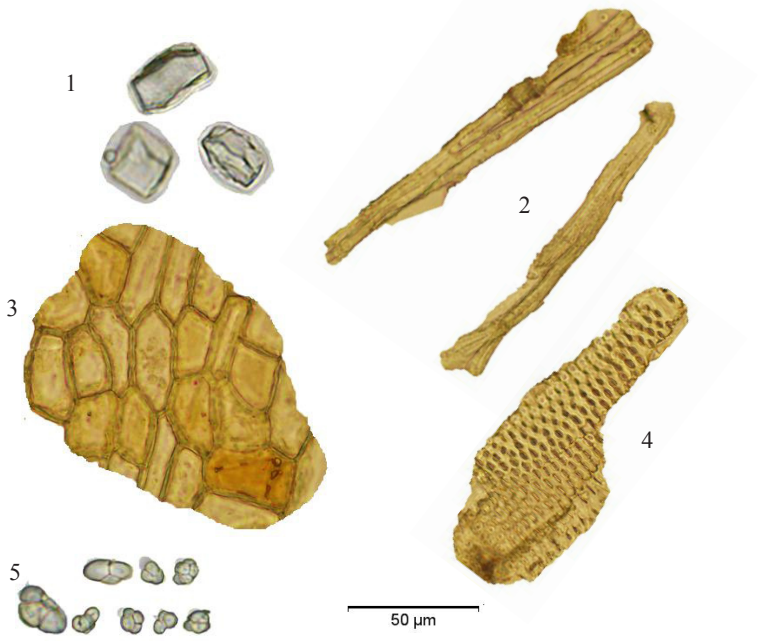


图6 野刺玫根粉末

1.草酸钙方晶　2.纤维　3.木栓细胞　4.导管　5.淀粉粒

（2）取本品粉末1g，加乙醇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。另取野玫瑰根对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取熊果酸对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液5μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-丙酮（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。分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的斑点或荧光斑点。15批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好，见图7、图8。

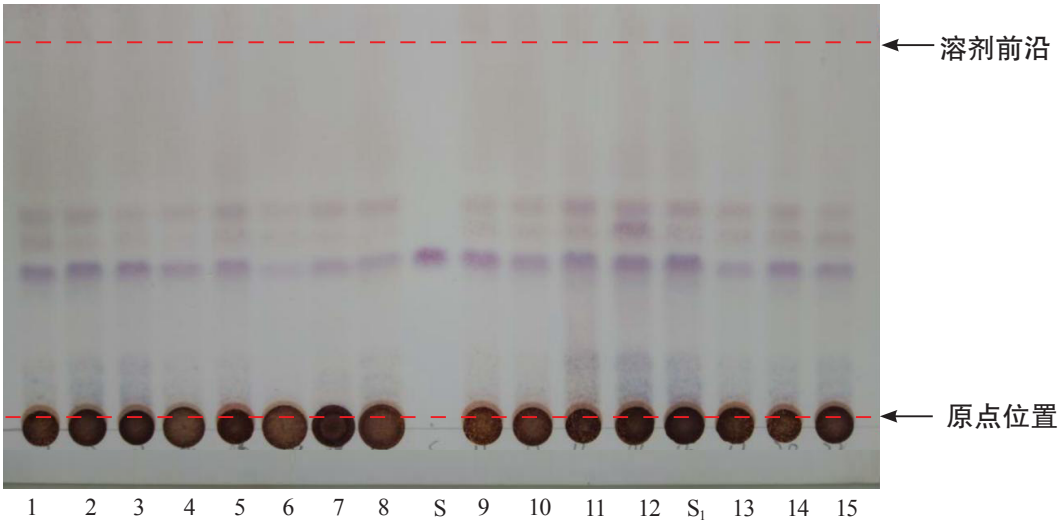


图7 野玫瑰根样品TLC图（日光）

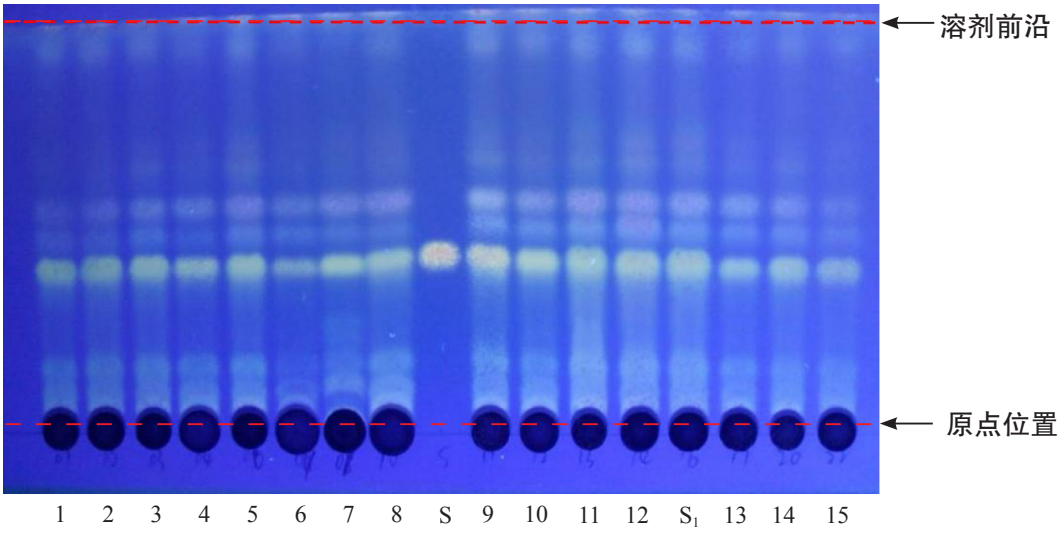


图8 野玫瑰根样品TLC图（365nm）

1.YMGG-1 2.YMGG-2 3.YMGG-3 4.YMGG-4 5.YMGG-5 6.YMGG-6 7.YMGG-7
8.YMGG-8 9.YMGG-9 10.YMGG-10 11.YMGG-11 12.YMGG-12 13.YMGG-13
14.YMGG-14 15.YMGG-15 S.熊果酸对照品 S1.野玫瑰根对照药材

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工分厂 批号：20130108，规格10cm×20cm；圆点状点样，点样量：供试品溶液5μl、对照品溶液及对照药材溶液各2μl；展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：45%；

展开剂：甲苯-丙酮（5∶1）；

显色与检视：喷以10%硫酸乙醇溶液，在90℃加热至斑点显色清晰。分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。

耐用性考察 对四个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工分厂，批号：20130108；青岛海浪硅胶干燥剂有限公司，批号：20130920；青岛胜海精细硅胶化工有限公司，批号：20130923；山东烟台市化工研究所，批号：20130901）的展开效果

进行考察，对不同展开温度和相对湿度（10℃、32%；20℃、45%；35℃、72%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

（3）取本品粉末1g，加乙醇20ml和稀盐酸1ml，超声处理5分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取野玫瑰根对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各10μl、对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（6∶6∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。15批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好。见图9。

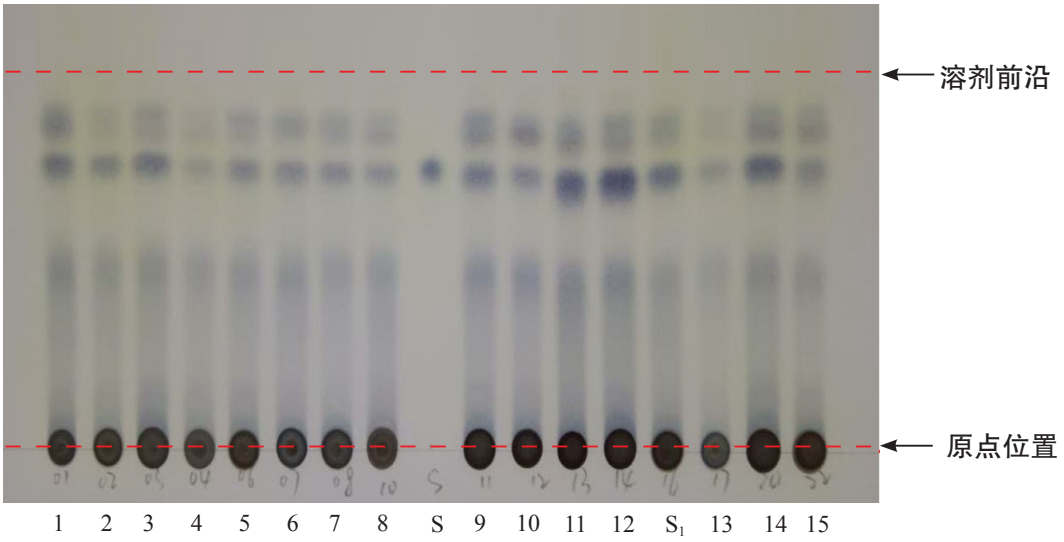


图9 野玫瑰根样品TLC图

1.YMGG-1　2.YMGG-2　3.YMGG-3　4.YMGG-4　5.YMGG-5　6.YMGG-6　7.YMGG-7
8.YMGG-8　9.YMGG-9　10.YMGG-10　11.YMGG-11　12.YMGG-12　13.YMGG-13
14.YMGG-14　15.YMGG-15，S.没食子酸对照品　S_1.野玫瑰根对照药材

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工分厂 批号：20130108，规格10cm×20cm；
圆点状点样，点样量：供试品溶液和对照药材溶液10μl、对照品溶液1μl；展距：8cm；
温度：20℃；相对湿度：45%；
展开剂：甲苯-乙酸乙酯-甲酸（6∶6∶1）；
显色与检视：2%三氯化铁乙醇溶液，日光下检视。

耐用性考察　对四个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工分厂，批号：20130108；青岛海浪硅胶干燥剂有限公司，批号：20130920；青岛胜海精细硅胶化工有限公司，批号：20130923；山东烟台市化工研究所，批号：20130901）的展开效果进行考察，对不同展开温度和相对湿度（10℃、32%；20℃、45%；35℃、72%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对15份样品进行水分测定，结果见表2。其水分测定值在5.6%～7.3%之间，考虑到现实情况，将本品水分限度定为不得过12.0%。

表2 野玫瑰根样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
YMGG-1	6.0	YMGG- 9	7.0
YMGG- 2	6.3	YMGG-10	6.8
YMGG- 3	6.1	YMGG-11	6.5
YMGG- 4	6.8	YMGG-12	7.3
YMGG- 5	6.6	YMGG-13	5.9
YMGG- 6	6.1	YMGG -14	6.4
YMGG- 7	5.6	YMGG- 15	6.0
YMGG- 8	6.0		

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对本品15份样品进行总灰分测定，结果见表3，其总灰分测定值在1.5%～3.2%之间，将本品总灰分限度定为不得过4.0%。

表3 野玫瑰根样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
YMGG-1	2.3	YMGG- 9	3.2
YMGG- 2	2.2	YMGG-10	1.9
YMGG- 3	1.8	YMGG-11	2.6
YMGG- 4	1.9	YMGG-12	2.0
YMGG- 5	1.9	YMGG-13	1.5
YMGG- 6	2.6	YMGG -14	1.8
YMGG- 7	1.5	YMGG- 15	1.6
YMGG- 8	2.9		

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对本品15份样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表4。其酸不溶性灰分测定值在0.2～1.1%之间，将本品的酸不溶性灰分限度定为不得过1.0%。

表4 野玫瑰根样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
YMGG-1	0.7	YMGG- 9	1.1
YMGG- 2	0.5	YMGG-10	0.4
YMGG- 3	0.4	YMGG-11	0.7
YMGG- 4	0.2	YMGG-12	0.3

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
YMGG- 5	0.3	YMGG-13	0.2
YMGG- 6	0.8	YMGG -14	0.4
YMGG- 7	0.2	YMGG- 15	0.2
YMGG- 8	0.5		

【浸出物】 照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）测定，考察了热浸法和冷浸法测定野玫瑰根的浸出物，以水、30%乙醇、45%乙醇、60%乙醇、75%乙醇、乙醇为活剂测定样品，结果用60%乙醇热浸法提取的浸出物含量较高，故选择60%乙醇作为活剂，热浸法测定。结果见表5。测定值在15.8～28.1%之间，平均值为20.7%。将浸出物限度定为不得少于16.0%。

表5 野玫瑰根样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
YMGG-1	21.0	YMGG- 9	20.7
YMGG- 2	19.2	YMGG-10	15.8
YMGG- 3	22.1	YMGG-11	22.3
YMGG- 4	18.1	YMGG-12	28.1
YMGG- 5	26.9	YMGG-13	21.3
YMGG- 6	20.5	YMGG -14	19.6
YMGG- 7	18.3	YMGG- 15	18.4
YMGG- 8	18.6		

【性味与归经】 苦、涩，平。归肺、大肠经。参照原标准，并经临床中医专家审定，增加其归经。

【功能与主治】 止咳祛痰，涩肠止泻，收敛止血。用于咳嗽，胸闷，痰多，久泻久痢，崩漏，跌打损伤。参照原标准及相关文献[5,6]，并经临床中医专家审定，将其功能主治中的西医术语规范为中医术语。

【用法与用量】 20～25g。同原标准，未作修订。

【贮藏】 置阴凉干燥处。同原标准，未作修订。

参考文献

[1] 吉林省卫生局. 吉林省药品标准[S]. 1977：245-246

[2] 刘治民，杨建龙，邢潇，等.吉林省山刺玫药用情况及资源调查研究[J]. 中药材，2017，40（7）：1558-1562

[3]中国科学院中国植物志编辑委员会. 《中国植物志》（第三十七卷）[M]. 科学出版社，1985：402-

403

[4] 谢晓燕, 贡济宇, 王立岩. 山刺玫根的生药学研究[J]. 时珍国医国, 2007, 18(9): 2112-2113

[5] 吉林省中医中药研究所, 长白山自然保护区管理局, 东北师范大学生物系. 长白山植物药志[M]. 吉林人民出版社, 1982: 573-576

[6]徐东铭, 徐雅娟, 周秋丽, 等. 长白山植物药基础研究与开发(上册)[M]. 吉林科学技术出版社, 2015: 181

研究起草人：刘治民　孙冶　邢潇　徐丹　曲艳丽　胡光华

起草单位：长春市食品药品检验所

复核单位：吉林省药品检验所

审　　校：姜启娟　南善姬

猪胆汁

Zhudanzhi

FEL SUILLUS

本品为猪科动物猪*Sus scrofadomestica* Brisson的胆汁。

【性状】 本品为黄棕色至棕色的半透明液体。气略腥，味极苦。

【鉴别】 取本品1g，加10%氢氧化钠溶液5ml，120℃加热4小时，放冷，滴加盐酸调节pH值至2～3，摇匀，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次15ml，合并提取液，蒸干，残渣加乙醇10ml使溶解，作为供试品溶液。另取猪胆粉对照药材0.1g，同法制成对照药材溶液。再取猪去氧胆酸对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以新配制的异辛烷-乙醚-冰醋酸-正丁醇-水（10∶5∶5∶3∶1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】 **牛、羊胆** 取牛、羊胆对照药材各0.1g，按〔鉴别〕项下的供试品溶液制备方法，自“加10%氢氧化钠溶液5ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0502）试验，吸取〔鉴别〕项下的供试品溶液和上述对照药材溶液各2μl，分别点于同一硅胶G 薄层板上，同上述〔鉴别〕项下方法展开，显色。供试品色谱中，不得显与牛、羊胆对照药材完全相同的斑点。

还原糖 取本品1g，加水10ml，摇匀，取1ml置试管中，滴加α-萘酚乙醇溶液（1→50）数滴，摇匀，沿管壁缓缓加入硫酸约0.5ml，两液接界面不得显紫红色环。

脂肪油 取本品1g，加水10ml，摇匀，观察液面，不得有脂肪油滴漂浮。

相对密度 应不低于1.02（《中国药典》2015年版 四部 通则 0601）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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-0.03mol/L磷酸二氢钠溶液（60∶40）为流动相（用磷酸调节pH值为4.0）；检测波长为200nm。理论板数按牛磺猪去氧胆酸峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取牛磺猪去氧胆酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml

含0.12mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品2g，精密称定，置50ml量瓶中，加甲醇适量，振摇使溶解，并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

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

本品含牛磺猪去氧胆酸（$C_{26}H_{45}O_6NS$）不得少于0.23%。

【性味与归经】 苦，寒。归肝、胆、肺、大肠经。

【功能与主治】 清热解毒，止咳平喘。用于咳喘，热病烦渴，目赤肿痛，湿热黄疸，湿热泻痢，热结便秘，喉痹，痈疮肿毒。

【用法与用量】 3～6g，冲服，或入丸、散；外用适量，涂敷、点眼或灌肠。

【贮藏】 密封、避光，冷藏。

猪胆汁质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　猪胆汁
汉语拼音名　　Zhudanzhi
拉丁名　　FEL SUILLUS

【概述】 猪胆汁作为药用始载于《伤寒论》、《名医别录》、《本草纲目》、《本草拾遗》、《本草图经》等。质量标准现收载于《湖南省中药材标准（2009年版）》[1]；经过滤，干燥后制成的猪胆粉，收载于《中国药典》2015年版一部[2]。

【来源】 猪胆汁为猪科动物猪*Sus scrofadomestica* Brisson的胆汁[2]。

动物形态：猪躯体肥胖、头大，鼻与口吻皆长，略向上屈。眼小，耳壳有的大而下垂，有的较小而前挺。四肢短小，4趾，前2趾有蹄，后2趾有悬蹄。颈粗，项背疏生鬃毛。尾短小，末端有毛丛。毛色有纯黑、纯白或黑白混杂等[3]。猪胆汁在猪屠宰时及时收集。

起草样品收集情况：本次收集的样品共12批，每批次收集50个猪胆囊，挤出胆汁，混合均匀，过滤。详细信息见表1、图1、图2。

表1 猪胆汁样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
ZDZ-1	猪胆汁	白城市鹤翔肉类屠宰加工厂	药材
ZDZ-2	猪胆汁	白城市九一三路屠宰厂	药材
ZDZ-3	猪胆汁	白城市兴旺屠宰厂	药材
ZDZ-4	猪胆汁	白城市立军综合屠宰加工厂	药材
ZDZ-5	猪胆汁	洮南市圆梦牧业发展扶贫有限公司屠宰厂	药材
ZDZ-6	猪胆汁	洮南市吉顺生猪屠宰厂	药材
ZDZ-7	猪胆汁	大安市宏玉屠宰厂	药材
ZDZ-8	猪胆汁	镇赉县镇赉镇兴盛屠宰加工厂	药材
ZDZ-9	猪胆汁	兴隆屠宰厂	药材
ZDZ-10	猪胆汁	通化市东昌区新诚屠宰加工厂	药材
ZDZ-11	猪胆汁	吉林市拱北屠宰厂	药材
ZDZ-12	猪胆汁	辽源市生猪屠宰加工厂	药材

图1 猪胆囊

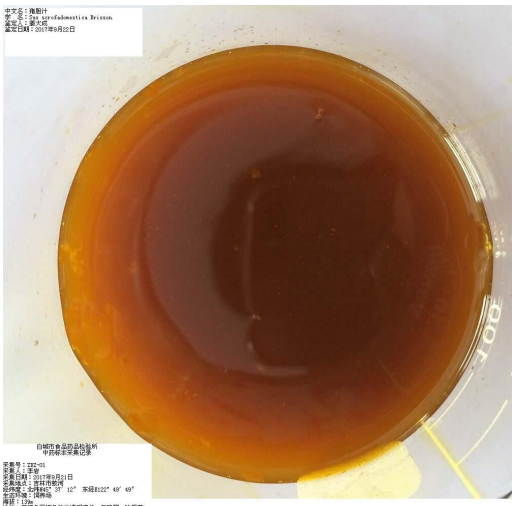


图2 猪胆汁药材

【性状】本品为黄棕色至棕色的半透明液体。气略腥，味极苦。见图3。

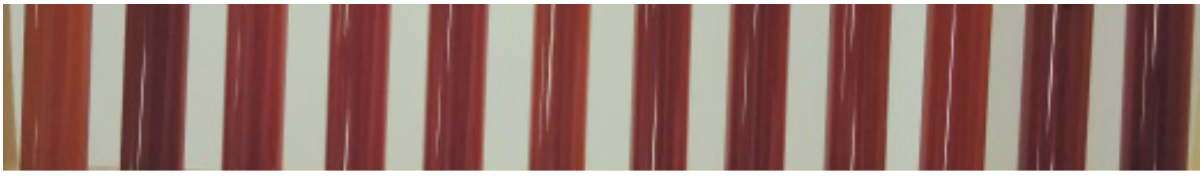


图3 猪胆汁药材

【鉴别】取本品1g，加10%氢氧化钠溶液5ml，120℃加热4小时，放冷，滴加盐酸调节pH值至2～3，摇匀，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次15ml，合并提取液，蒸干，残渣加乙醇10ml使溶解，作为供试品溶液。另取猪胆粉对照药材0.1g，同法制成对照药材溶液。再取猪去氧胆酸对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以新配制的异辛烷-乙醚-冰醋酸-正丁醇-水（10∶5∶5∶3∶1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的斑点或荧光斑点。12批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故列入正文。见图4、图5。

耐用性考察：对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20140922；烟台市江友硅胶开发有限公司，批号：20170908；国药集团化学试剂有限公司，批号：20160112）的展开效果；采用同一厂家同一批号的硅胶G预制板（烟台市江友硅胶开发有限公司，批号：20170908），对不同展开温度和相对湿度（10℃，65%；34℃，75%；25℃，35%）进行了考察。结果表明本法的耐用性良好。

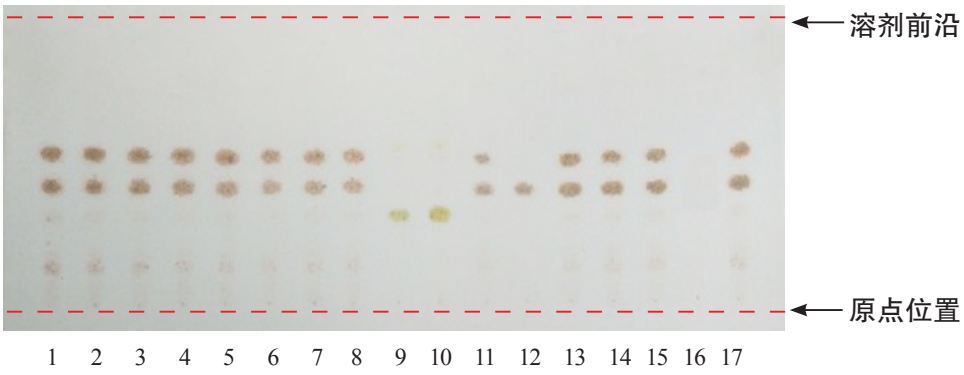


图4 猪胆汁样品TLC图（日光）

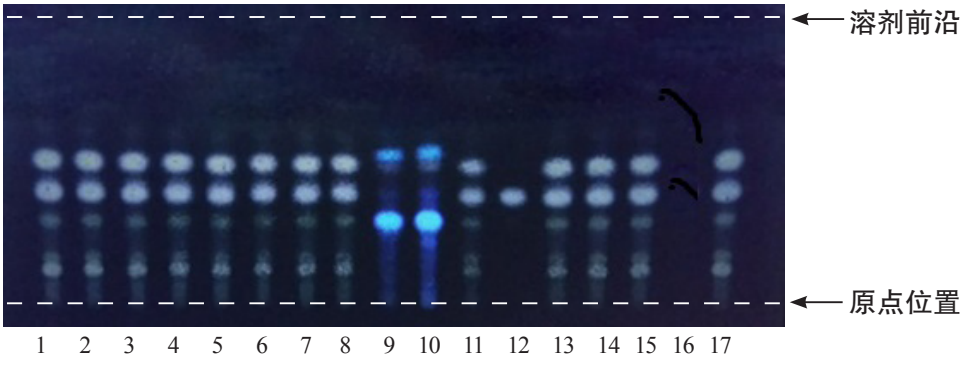


图5 猪胆汁样品TLC图（365nm）

1.ZDZ-1　2. ZDZ-2　3.ZDZ-3　4. ZDZ-4　5.ZDZ-5　6. ZDZ-6　7.ZDZ-8　8.ZDZ-8
9.牛胆粉对照药材　10.羊胆粉对照药材　11. 猪胆粉对照药材　12.猪去氧胆酸对照品
13. ZDZ-9　14.ZDZ-10　15. ZDZ-11　16.阴性　17.ZDZ-12

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20140922，规格：10cm×20cm；
圆点状点样，点样量：2μl；展距：8cm；温度：20℃，相对湿度：40%；
展开剂：新配制的异辛烷-乙醚-冰醋酸-正丁醇-水（10∶5∶5∶3∶1）的上层溶液为展开剂；
显色与检视：10%硫酸乙醇溶液，日光、紫外光灯（365nm）下检视。

【检查】 牛、羊胆 取牛、羊胆对照药材各0.1g，按〔鉴别〕项下的供试品溶液制备方法，自“加10%氢氧化钠溶液5ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0502 ）试验，吸取〔鉴别〕项下的供试品溶液和上述对照药材溶液各2μl，分别点于同一硅胶G 薄层板上，同上述〔鉴别〕项下方法展开，显色。供试品色谱中，不得显与牛、羊胆对照药材完全相同的斑点。12批样品均符合规定，重现性较好，可以有效控制猪胆汁中混入牛羊胆汁，故列入正文[1, 2]。见图4、图5。

还原糖 取本品1g，加水10ml，摇匀，取1ml置试管中，滴加α-萘酚乙醇溶液（1→50）数滴，摇匀，沿管壁缓缓加入硫酸约0.5ml，两液接界面不得显紫红色环。

参照《中国药典》2015年版一部[2]猪胆粉中还原糖检查项下试验方法，与《湖南省

中药材标准》（2009年版）猪胆汁中还原糖检查项下试验方法，12批样品在两液接界面均未显紫红色环[1, 2]。

脂肪油 取本品1g，加水10ml，摇匀，观察液面，不得有脂肪油滴漂浮[1]。

12批样品按本方法检验，均符合规定，同时考察了混入脂肪油的情况。该操作方法简便，现象易于观察，可以有效控制脂肪油混入，故列入正文。

相对密度 照（《中国药典》2015年版 四部 通则 0601）测定。

对12批样品分别采用比重瓶法和韦氏比重称法进行相对密度测定，结果见表2、表3。12批样品的相对密度结果在1.025～1.031的范围内，限度定为不低于1.02。

表2 猪胆汁样品相对密度（比重瓶法）测定结果

样品编号	相对密度	样品编号	相对密度
ZDZ-1	1.026	ZDZ-7	1.026
ZDZ-2	1.025	ZDZ-8	1.026
ZDZ-3	1.028	ZDZ-9	1.027
ZDZ-4	1.027	ZDZ-10	1.029
ZDZ-5	1.031	ZDZ-11	1.027
ZDZ-6	1.025	ZDZ-12	1.028

表3 猪胆汁样品相对密度（韦氏比重称法）测定结果

样品编号	相对密度	样品编号	相对密度
ZDZ-1	1.026	ZDZ-7	1.026
ZDZ-2	1.025	ZDZ-8	1.026
ZDZ-3	1.028	ZDZ-9	1.027
ZDZ-4	1.027	ZDZ-10	1.029
ZDZ-5	1.031	ZDZ-11	1.027
ZDZ-6	1.025	ZDZ-12	1.028

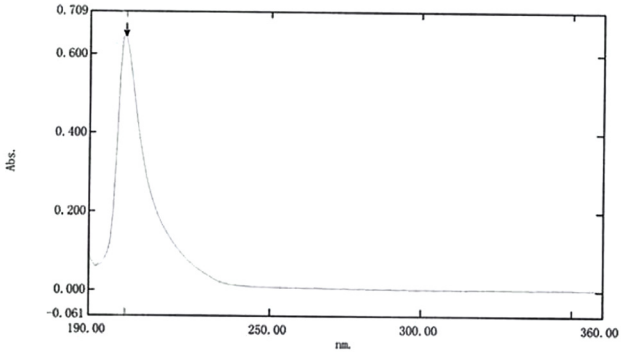
【含量测定】 参照《中国药典》2015年版一部“猪胆粉”**【含量测定】**项下方法，采用高效液相色谱法，对本品中有效成分牛磺猪去氧胆酸进行测定。结果显示该方法灵敏度高，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品内在质量的控制方法。测定方法考察及验证结果如下。

1.方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇–0.03mol/L磷酸二氢钠溶液（60∶40）为流动相（用磷酸调节pH值为4.0）；进样量10μl，柱温30℃，流速1.0ml/min。用紫外-可见分光光度计在190～400nm范围内进行扫描，牛磺猪去氧胆酸对照品在200nm波长

处有最大吸收，见图6，故确定检测波长为200nm。



No.	P/V	波长(nm)	吸收值	描述
1	↑	200.00	0.645	

图6 牛磺猪去氧胆酸对照品紫外扫描图

1.2 提取方法

1.2.1 提取溶剂考察

取本品2g，精密称定，共4份，分别置50ml量瓶中，再分别加入30%甲醇、50%甲醇、75%甲醇、甲醇适量，振摇使溶解，并用相应的溶剂稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。测定，结果见表4，用甲醇作提取溶剂时，效果最优，故确定选用甲醇为提取溶剂。

表4 提取溶剂考察表

提取溶剂	牛磺猪去氧胆酸含量（%）
30%甲醇	0.2855
50%甲醇	0.2863
70%甲醇	0.2949
甲醇	0.2954

1.2.2 提取方法及时间考察

取本品2g，精密称定，共6份，分别置50ml量瓶中，各加甲醇20ml。超声处理（功率500W，频率40kHz）10分钟、20分钟、30分钟，手动振摇5分钟、10分钟、20分钟。放冷至室温，分别加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。结果见表5。

表5 提取方法及时间考察表

提取方法	牛磺猪去氧胆酸含量（%）
超声10分钟	0.2952
超声20分钟	0.2954
超声30分钟	0.2953
振摇5分钟	0.2952
振摇10分钟	0.2953
振摇20分钟	0.2953

结果表明，提取方法及提取时间对提取效率无明显影响，选择手动振摇方式提取列入正文。

2.方法学验证与结果

2.1 标准曲线的制备

精密称取牛磺猪去氧胆酸对照品9.63mg（含量95.2%），置25ml量瓶中，加甲醇适量，振摇，使溶解，并加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照品溶液。精密吸取上述对照品溶液0.2μl、0.5μl、1μl、2μl、4μl、8μl 、10μl，分别注入液相色谱仪，记录峰面积，以对照品进样量（μg）为横坐标，峰面积为纵坐标，得回归方程为Y =404.3996X +5.6747，r =0.9999，试验结果表明，当牛磺猪去氧胆酸进样量在0.073～3.667μg范围内，呈良好的线性关系。

2.2 重复性试验

取同一供试品（ZDZ-1）2g，精密称定，依正文的方法平行测定6份，计算，6份样品测得牛磺猪去氧胆酸含量的平均值为0.295%，RSD=1.0%（n=6），试验结果表明本法的重复性良好。

2.3 仪器精密度试验

取同一份供试品溶液（ZDZ-1），按正文拟定的色谱条件，连续进样6次。结果表明6次测定的牛磺猪去氧胆酸峰面积平均值为504，RSD=0.9%（n=6），试验表明仪器精密度良好。

2.4 准确度试验

精密称取牛磺猪去氧胆酸对照品（含量95.2%）61.38mg，置50ml量瓶中，加甲醇振摇使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品储备液。

取已知含量（牛磺猪去氧胆酸含量：0.295%）的供试品2g，共9份，精密称定，分别精密加入上述对照品储备液2.5ml、2.5ml、2.5ml、5.0ml、5.0ml、5.0ml、7.5ml、7.5ml、7.5ml，置50ml量瓶中，按标准正文含量测定项下方法制备供试品溶液，测定，计算回收率及RSD。结果牛磺猪去氧胆酸平均回收率为98.2%，RSD =1.3%（n=9）。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

在Agilent-1260高效液相色谱仪下，分别采用不同品牌的色谱柱[Agilent C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Kromat C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Diamonsil C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）]测定供试品中牛磺猪去氧胆酸的含量，结果三根色谱柱测定结果平均值为0.293%，RSD=0.7%（n=3）。

2.5.2 仪器的考察

分别采用不同品牌色谱仪（Agilent-1260、Agilent 1200、岛津2010A）测定供试品中牛磺猪去氧胆酸的含量，结果三台色谱仪测定结果平均值为0.293%，RSD=0.8%（n=3）。

3.样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定了12批样品中牛磺猪去氧胆酸的含量（见表6），根据测得含量平均值，规定含量测定限度为含牛磺猪去氧胆酸不得少于0.23%。

牛磺猪去氧胆酸对照品HPLC图、猪胆汁样品HPLC图分别见图7、图8。

表6 猪胆汁样品牛磺猪去氧胆酸测定结果

样品编号	牛磺猪去氧胆酸含量（%）
ZDZ-1	0.295
ZDZ-2	0.295
ZDZ-3	0.364
ZDZ-4	0.281
ZDZ-5	0.324
ZDZ-6	0.286
ZDZ-7	0.280
ZDZ-8	0.283
ZDZ-9	0.281
ZDZ-10	0.278
ZDZ-11	0.277
ZDZ-12	0.284

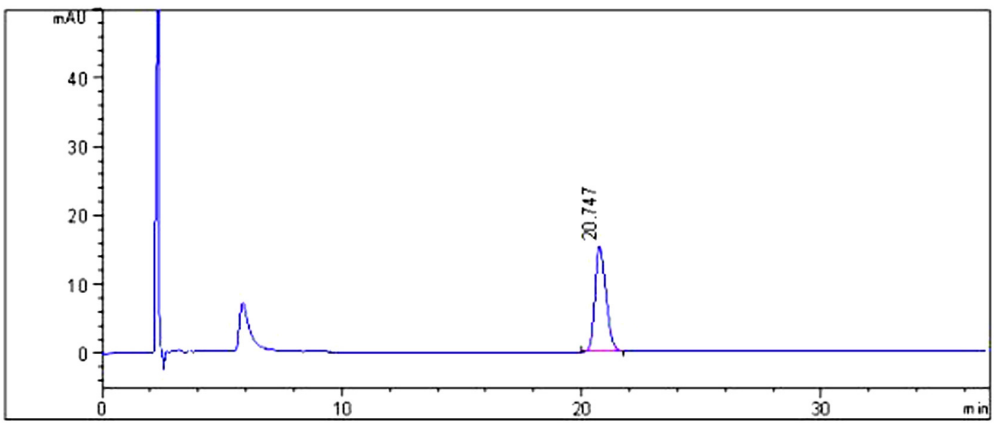


图7 牛磺猪去氧胆酸对照品HPLC图

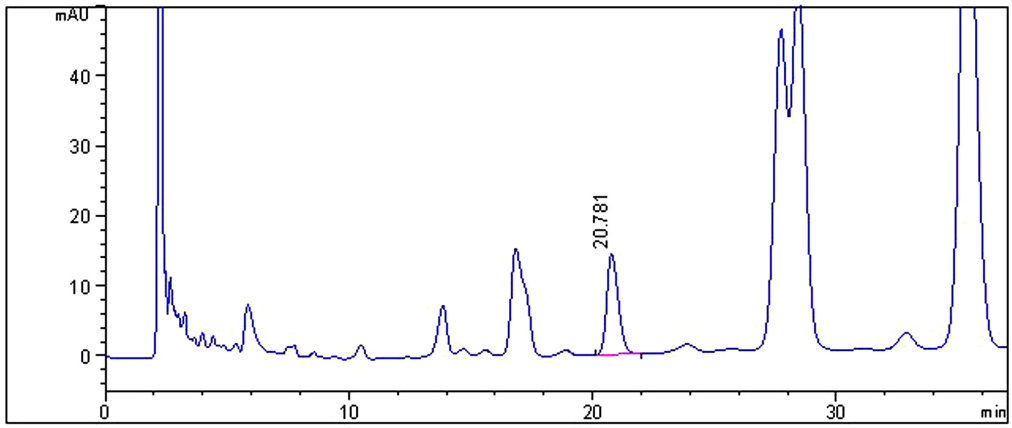


图8 猪胆汁样品HPLC图

【性味与归经】 苦、寒。归肝、胆、肺、大肠经。[2]

【功能与主治】 起草阶段拟定为“清热润燥，止咳平喘，解毒。用于顿咳，哮喘，热病燥渴，目赤，喉痹，黄疸，泄泻，痢疾，便秘，痈疮肿毒。[2]”

最后经医学专家会确定为“清热解毒，止咳平喘。用于咳喘，热病烦渴，目赤肿痛，湿热黄疸，湿热泻痢，热结便秘，喉痹，痈疮肿毒。”

【用法与用量】 内服：煎汤，取汁冲服1～2钱；或入丸散。外用：涂敷、点眼或灌肠。[3]

根据药学专家会给出的意见，按1钱=3.125g折算，将用法用量拟定为：“内服：取汁冲服3～6g；或入丸、散。外用：涂敷、点眼或灌肠。”

最后经医学专家会确定为“3～6g，冲服，或入丸、散；外用适量，涂敷、点眼或灌肠。”

【贮藏】 参考《湖南省中药材标准》（2009年版）[1]，结合实验研究中猪胆汁的保存方式（冷藏保存）及生产企业的专家给出的意见，将贮藏确定为“密封、避光，冷藏。”

参考文献

[1]湖南省食品药品监督管理局. 湖南省中药材标准 2009年版[S]. 湖南：湖南科学技术出版社，2009：129

[2]国家药典委员会. 中国药典. 2015年版 一部[S]. 北京：中国医药科技出版社，2015：319.

[3]江苏新医学院. 中药大辞典（下册）[M]. 上海：上海人民卫生出版社，1977：2189～2190、2194～2196.

研究起草人：赵俊华　商丽丽　李岩　倪亚娜　单柏宇　王卓琰　蔡晓东　朱晶

起草单位：白城市食品药品检验所

复核单位：松原市食品药品检验所

审　　校：王辉　王维礼

鹿　心

Luxin

SANGUIS CERVI

本品为鹿科动物梅花鹿*Cervus nippon* temminck或马鹿*Cervus elaphus* linnacus的干燥心脏。杀鹿取心，除去残肉及脂肪，洗净，烘干。

【性状】 **梅花鹿心**　本品呈略扁的三角状锥形或类卵形，心尖钝圆，宽4.8～7.5cm，冠状沟基部至心尖高7.5～8.9cm，深黑褐色。表面有多数不规则的皱褶纹理。基部覆盖少量浅黄棕色脂肪，前后纵沟及末端弓明显，形成深浅不一的皱纹。顶端残留部分有不规则的左、右心房及脉管等组织。气腥。

马鹿心　呈略扁的长或短的三角状锥形或类卵形，心尖尖或稍钝，表面凹凸不平或有较大的皱褶纹理。

【鉴别】（1）取本品粉末0.5g，加70%乙醇5ml，超声处理15分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取谷氨酸对照品、缬氨酸对照品、色氨酸对照品，分别加70%乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述四种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（3∶1∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%茚三酮丙酮溶液，在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）聚合酶链式反应法。

模板DNA提取　取本品0.5g，置乳钵中，充分研磨使成粉末，取0.1g置 1.5ml离心管中，加入消化液275μl［细胞核裂解液200μl，0.5mol/L乙二胺四醋酸二钠溶液50μl，蛋白酶K（20mg/ml）20μl，RNA酶溶液5μl］，在55℃水浴保温1小时，加入裂解缓冲液250μl，混匀，加到DNA纯化柱中，离心（转速为每分钟10000转）3分钟；弃去过滤液，加入洗脱液800μl［5mol/L醋酸钾溶液26μl，lmol/L Tris-盐酸溶液（pH值 7.5）18μl，0.5mol/L乙二胺四醋酸二钠溶液（pH值 8.0）3μl，无水乙醇480μl，灭菌双蒸水273μl］，离心（转速为每分钟10000转）1分钟；弃去过滤液，用上述洗脱液反复洗脱3次，每次离心（转速为每分钟10000转）1分钟；弃去过滤液，再离心2分钟，将DNA纯化柱转移入另一离心管中，加入无菌双蒸水100μl，室温放置2分钟后，离心（转速为每分钟10000转）2分钟，取上清液，作为供试品溶液，置零下20℃保存备用。另取

鹿心对照药材0.1g，同法制成对照药材模板DNA溶液。

PCR反应 鉴别引物：5’-TCA TCG CAG CAC TCG CTA TAG TAC ACT-3’和5’-ATC TCC AAG CAG GTC TGG TGC GAA TAA-3’。PCR反应体系：在200μl离心管中进行，反应总体积为25μl，反应体系包括DNA模板2μl，鉴别引物（10μmol/L）各1μl，2×PCR Mix 12.5μl，ddH_2O 8.5μl。将PCR反应管置PCR仪，PCR反应参数：94℃预变性5分钟，循环反应30次（94℃30秒，63℃30秒，72℃30秒），延伸72℃5分钟。另取无菌超纯水，同法上述PCR反应操做，作为空白对照。

电泳检测 照琼脂糖凝胶电泳法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0541 第三法），胶浓度为2%，胶中加入核酸凝胶染色剂GelRed；供试品与对照药材PCR反应溶液的上样量分别为8μl，DNA分子量标记上样量为6μl。电泳结束后，取凝胶片在凝胶成像仪上或紫外分析仪上检视。供试品凝胶电泳图谱中，在与对照药材凝胶电泳图谱相应的位置上，在170～210bp应有单一DNA条带。

【检查】 水分 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过5.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【含量测定】 取本品粉末约0.25g，精密称定，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 氮测定法 第一法或第三法）测定。

本品按干燥品计算，含总氮（N）不得少于8.0%。

【炮制】 烘干，粉碎成细粉。

【性味与归经】 咸、甘，温。归心经。

【功能与主治】 益气养血，宁心安神。用于心悸，怔忡，失眠，健忘，心痛，易惊。

【用法与用量】 0.5～1g，研粉吞服；或入片剂、胶囊剂等。

【贮藏】 置通风干燥处，密闭保存。

鹿心质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　鹿心
汉语拼音名　　Luxin
拉丁名　　SANGUIS CERVI

【概述】 鹿心收载于《中药大辞典》、《中华本草》。鹿心为吉林省的习用药材，原标准为吉药监注〔2000〕第132号，该标准收载鹿心为健康鹿心，烘干，粉碎制成的粉末。本次标准提高修订为杀鹿取心，除去残肉及脂肪，洗净，烘干。原动物梅花鹿、马鹿生活于针阔混交林的山地、森林边缘和山地草原地区。主要分布于中国吉林，日本和俄罗斯。长春市“双阳区”、辽源“东丰县”为全省梅花鹿产业发展两大核心园区。

【来源】 本品为鹿科动物梅花鹿*Cervus nippon* temminck或马鹿*Cervus elaphus* linnacus的干燥心脏。

梅花鹿心　呈前后略压扁的三角锥形（短粗型）。心脏中上部较宽，心尖较钝圆，冠状沟覆盖少量脂肪，不突出于表面，呈暗黄白色，肌肉细腻，前、后纵沟的走向恰好是左、右心室的分界位置，左心室大于右心室，右心室柔软，基部可见残留的左右部分心房，心耳和脉管组织。全体平滑光亮，呈红褐色，气腥。见图1、图2。

图1 梅花鹿心

图2 梅花鹿心标本

马鹿心　呈前后略压扁的狭长三角锥形，心尖脚尖（中间型），其它同梅花鹿。见图3、图4。

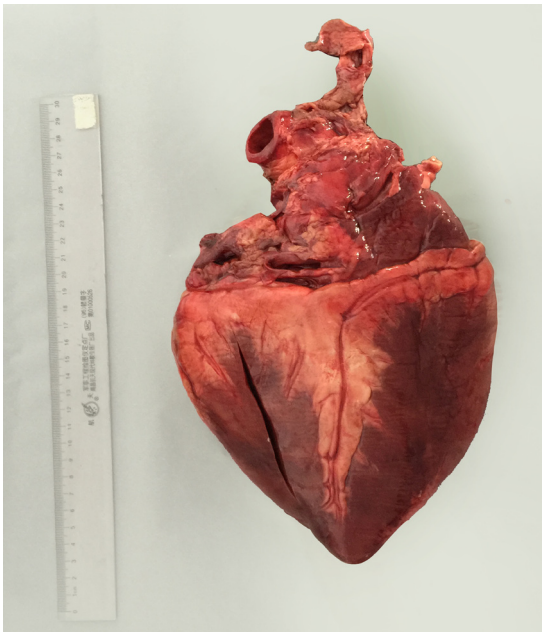


图3 马鹿心

图4 马鹿心标本

采收及加工 杀鹿取心，除去残肉及脂肪，洗净，烘干。

起草样品收集情况：共收集11批鹿心，详细信息见表1。

表1 鹿心样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
LX-1	心脏	洮南保民鹿厂（3年公鹿）	药材
LX-2	心脏	通化鹿厂（3年母鹿）	药材
LX-3	心脏	通化鹿厂（4年公鹿）	药材
LX-4	心脏	长春双阳吉祥（3年公鹿）	药材
LX-5	心脏	长春双阳鹿厂（3年母鹿）	药材
LX-6	心脏	辽源鹿厂（3年公鹿）	药材
LX-7	心脏	长春双阳鹿厂（3年母鹿）	药材
LX-8	心脏	长春双阳鹿厂公鹿4岁	药材
LX-9	心脏	长春双阳鹿厂公鹿3岁	药材
LX-10	心脏	辽源鹿场 公鹿4岁	药材
LX-11	心脏	长春双阳吉祥（4年公马鹿）	药材

备注：鹿心样品LX-9、LX-11同时制成标本，经长春中医药大学姜大成教授鉴定分别为梅花鹿心、马鹿心，实验过程中以该样品作为鹿心的对照药材，其余样品经鉴定均为正品。

【性状】 根据收集到的11批鹿心样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

梅花鹿心 本品呈略扁的三角状锥形或类卵形，心尖钝圆，宽4.8～7.5cm，冠状沟基部至心尖高7.5～8.9cm，深黑褐色。表面有多数不规则的皱褶纹理。基部覆盖少量浅

黄棕色脂肪，前后纵沟及末端弓明显，形成深浅不一的皱纹。顶端残留部分有不规则的左、右心房及脉管等组织。气腥。见图5。

马鹿心　呈略扁的长或短的三角状锥形或类卵形，心尖尖或稍钝，表面凹凸不平或有较大的皱褶纹理。见图6。

图5 梅花鹿心药材

图6 马鹿心药材

【鉴别】（1）取本品粉末0.5g，加70%乙醇5ml，超声处理15分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取谷氨酸对照品、缬氨酸对照品、色氨酸对照品，分别加70%乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述四种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（3∶1∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%茚三酮丙酮溶液，在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。11批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点圆整清晰，比移值适中，重现性好。故列入正文。

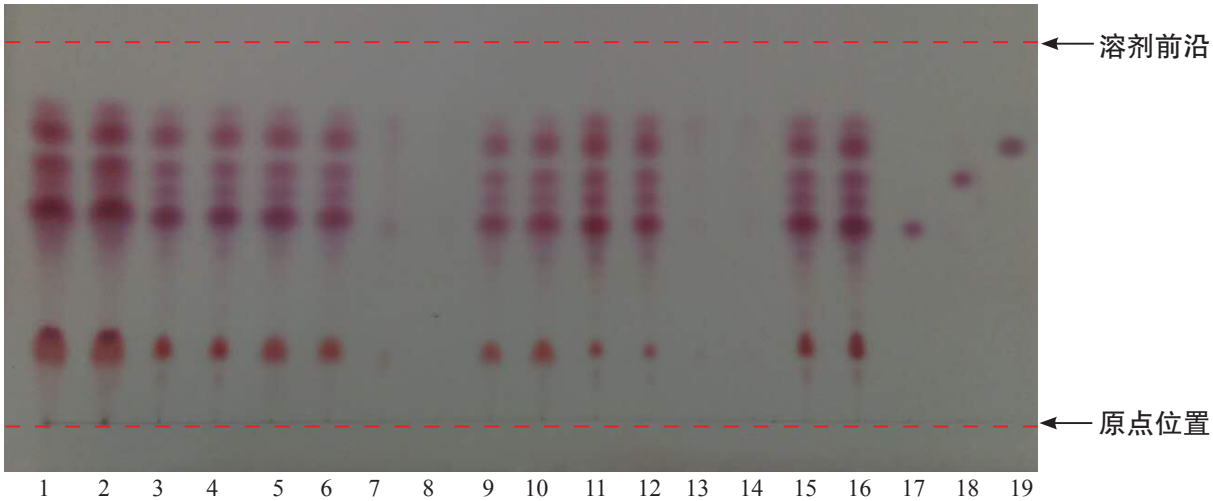


图7 鹿心样品TLC图

1.LX-1　2.LX-2　3.LX-3　4.LX-4　5.LX-5　6.LX-6　7.阴性对照　8. 阴性对照
9.LX-7　10.LX-8　11.LX-9　12.LX-10　13.阴性对照　14. 阴性对照　15.LX-11
16.LX-9　17.色氨酸　18.缬氨酸　19.谷氨酸

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂，批号：20151205，规格：10cm×20cm；圆

点状点样，点样量：5μl；展距：8cm；温度：24℃；相对湿度：50%；
展开剂：正丁醇-冰醋酸-水（3∶1∶1）；
显色与检视：2%茚三酮丙酮溶液，在105℃加热显色后在日光下观察。

耐用性考察：对硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂，批号：20151205，规格：10cm×20cm）的展开效果进行考察，在不同温度（15℃、27℃）和相对湿度（10%、80%）下进行考察，结果表明本法的耐用性良好。

（2）聚合酶链式反应[1,2]

模板DNA提取 取本品0.5g，置乳钵中，充分研磨使成粉末，取0.1g置 1.5ml离心管中，加入消化液275μl[细胞核裂解液200μl，0.5mol/L乙二胺四醋酸二钠溶液50μl，蛋白酶K（20mg/ml）20μl，RNA酶溶液5μl]，在55℃水浴保温1小时，加入裂解缓冲液250μl，混匀，加到DNA纯化柱中，离心（转速为每分钟10 000转）3分钟；弃去过滤液，加入洗脱液800μl[5mol/L醋酸钾溶液26μl，lmol/L Tris-盐酸溶液（pH值 7.5）18μl，0.5mol/L乙二胺四醋酸二钠溶液（pH值 8.0）3μl，无水乙醇480μl，灭菌双蒸水273μl]，离心（转速为每分钟10000转）1分钟；弃去过滤液，用上述洗脱液反复洗脱3次，每次离心（转速为每分钟10000转）1分钟；弃去过滤液，再离心2分钟，将DNA 纯化柱转移入另一离心管中，加入无菌双蒸水100μl，室温放置2分钟后，离心（转速为每分钟10 000转）2分钟，取上清液，作为供试品溶液，置零下20℃保存备用。另取鹿心对照药材0.1g，同法制成对照药材模板DNA溶液。

PCR反应 鉴别引物：5’-TCA TCG CAG CAC TCG CTA TAG TAC ACT-3’和5’-ATC TCC AAG CAG GTC TGG TGC GAA TAA-3’。PCR反应体系：在200μl离心管中进行，反应总体积为25μl，反应体系包括DNA模板2μl，鉴别引物（10μmol/L）各1μl，2×PCR Mix 12.5μl，ddH_2O 8.5μl。将PCR反应管置PCR仪，PCR反应参数：94℃预变性5分钟，循环反应30次（94℃30秒，63℃30秒，72℃30秒），延伸72℃5分钟。另取无菌超纯水，同法上述PCR反应操做，作为空白对照。

电泳检测 照琼脂糖凝胶电泳法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0541 第三法），胶浓度为2%，胶中加入核酸凝胶染色剂GelRed；供试品与对照药材PCR反应溶液的上样量分别为8μl，DNA分子量标记上样量为6μl。电泳结束后，取凝胶片在凝胶成像仪上或紫外分析仪上检视。供试品凝胶电泳图谱中，在与对照药材凝胶电泳图谱相应的位置上，在170～210bp应有单一DNA条带。11批样品按本法检验，均符合规定，且条带清晰，重现性好，故列入正文。

反应体系和反应条件：预变性94℃ 5分钟，扩增反应94℃ 30秒，63℃ 30秒，72℃30秒，30个循环，72℃延伸5分钟。

PCR反应体系：2×master mix：12.5μl，Primer F：1μl，Primer R：1μlddH$_2$O：8.5μl，DNA：2 μl，总反应体系：25μl。

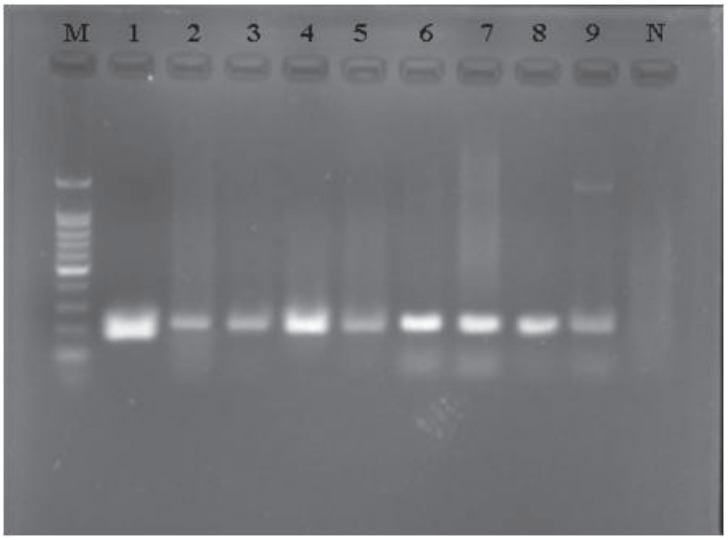


图8

1.鹿心（鲜） 2.梅花鹿 3.梅花鹿 4.马鹿 5.梅花鹿 6.马鹿
7.梅花鹿 8.梅花鹿 9.梅花鹿 N.阴性对照 M.DNA marker

方法学研究：以对照药材为阳性对照，以猪、牛、羊、马、驴、骆驼、鸡和鸭为阴性对照，进行特异性实验，结果表明，只有鹿心检测结果为阳性，其它样品未有扩增条带被检出，表明该方法具有很好的特异性。不同实验室人员3名进行鹿心PCR实验，实验结果无差异；采用不同仪器（分别为Bio-Rad MyCycler扩增仪和ABI 9700型扩增仪）进行实验，结果表明不同仪器操作本实验无差异；不同试剂盒操作本实验无差异。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对11批样品进行水分测定，同时复核单位对3批样品进行水分测定，结果见表2，据最高值、最低值及平均值，并考虑到水分过高容易引起发霉、影响药材贮藏期，故应予以控制。将水分限度定为不得过13.0%。

表2 鹿心样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
LX-1	6.1	LX-8	12.4
LX-2	5.4	LX-9	12.8
LX-3	9.3	LX-10	12.5
LX-4	10.9	LX-11	6.7
LX-5	7.8	LX-9-FH	12.8
LX-6	6.6	LX-2-FH	5.4
LX-7	8.7	LX-3-FH	9.0

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定

对11批样品进行总灰分测定，同时复核单位对3批样品进行总灰分测定，结果见表3，据最高值、最低值及平均值，将总灰分限度定为不得过5.0%。

表3 鹿心样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
LX-1	4.2	LX-8	3.1
LX-2	2.4	LX-9	3.1
LX-3	3.5	LX-10	3.6
LX-4	3.8	LX-11	3.4
LX-5	4.0	LX-9-FH	4.0
LX-6	3.5	LX-2-FH	2.4
LX-7	2.8	LX-11-FH	3.4

【含量测定】 吉药管注字〔2000〕第132号标准收载“鹿心”项下无此项目。根据鹿心所含化学成分及动物药鹿心含有肌肉，采用氮测定法测定鹿心的氮含量，照（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 氮测定法 第一法或第三法）测定。采用第三法与第一法测定，含量无差别，鉴于自动定氮仪价格昂贵，无法普及，故仍采用第一法进行测定。测定方法考察及验证结果如下。

1. 方法考察与结果[3~7]

1.1 消解条件考察

取本品按照氮测定法的第一法和第三法分别测定，结果无差异。所以使用第一法和第三法都可以。

1.2 取样量考察

分别取本品粉末0.10、0.25、0.50、1.00g，精密称定，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，根据硫酸滴定液（0.05mol/L）消耗量，确定取样量。

已知总氮含量为9.98%的样品，不同取样量消耗滴定液的体积（表4）

表4 鹿心样品取样量考察

取样量（g）	0.10	0.25	0.50	1.00
消耗滴定液（ml）	6.52	16.30	32.62	65.20

根据上述滴定液消耗体积，控制滴定体积25ml以下，确定取样量为0.25g。

2. 方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取供试品粉末0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7、0.8、0.9、1.0g，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，以取样量为横坐标，消耗滴定液体积值为纵坐标，绘制标准曲线，结果表明供试品取样量在0.1g～1.0g范围内呈现良好线性关系。回归方程为Y=65.37X–0.0993，r=0.9999。

2.2 精密度试验

2.2.1 重复性试验

取样品6份，分别精密称重，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，计算测定结果的RSD值为0.2%（n=6)。结果证明此方法重复性良好。

2.2.2 中间精密度试验

实验室3人同时做同一批样品（已知含氮量9.98%），用同一台天平、相同试剂试药、同一条件消解测定，测得含氮量分别为9.97%、9.96%、9.96%，计算其相对标准偏差RSD为0.1%（n=3）。

2.3 准确度试验

2.3.1 以磷酸二氢铵为基准物质的考察

取已知含量的样品粉末0.25g（含氮量9.98%以干品计算，水分5.4%），共取6份，精密加入磷酸二氢铵（含氮量12.17%）试剂适量，平行6份，按（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，计算回收率，结果表明平均回收率为95.2%，RSD为0.56%（n=6）。

2.3.2 以硫酸铵为基准物质的考察

取已知含量的样品粉末0.25g（含氮量9.98%以干品计算，水分5.4%），共取6份，精密加入硫酸铵（含氮量21.21%）试剂适量，平行6份，按（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，计算回收率，平均回收率为95.5%，RSD为0.01%（n=6）。结果表明：用磷酸二氢铵和硫酸铵两种基准物考察回收率无差异，回收率在95%～105%之间，方法可行。

2.4 专属性

取空白试剂，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704 第一法）测定，消耗滴定液体积值为0.20ml。

2.5 耐用性试验

2.5.1 试剂试药考察

取样品6份，分别精密称重，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704

第一法）测定，采用不同厂家试剂、试药进行试验，计算测定结果，测定结果的RSD值为1.1%（n=6）。结果表明不同厂家的试剂试药能保证方法的可靠性。

2.5.2　溶液的稳定性考察

取样品7份，分别精密称重，照氮测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0704第一法）蒸馏后放置0、4、8、12、16、20、24小时测定，计算测定结果的RSD值为0.2%（n=7）。结果表明，接收液24小时内测定能保证方法的可靠性。

3.样品测定及含量限度的确定

分别精密称取11个批次的样品，按正文含量测定项下的方法进行测定。根据11批样品的含量检测结果，平均值为10.29%，将含量限度定为“本品按干燥品计算，含总氮（N）不得少于8.0%”。结果见表5。

表5 鹿心样品含量测定结果

样品编号	含氮量（%）	样品编号	含氮量（%）
LX-1	8.46	LX-7	14.63
LX-2	9.98	LX-8	12.28
LX-3	11.82	LX-9	11.47
LX-4	9.26	LX-10	12.35
LX-5	13.35	LX-11	13.14
LX-6	7.90		

【炮制】 烘干，粉碎成细粉。

【性味与归经】 咸、甘，温。归心经。

【功能与主治】 益气养血，宁心安神。用于心悸，怔忡，失眠，健忘，心痛，易惊。

【用法与用量】 0.5～1g，研粉吞服；或入片剂、胶囊剂等。

【贮藏】 置通风干燥处，密闭保存。

参考文献

[1]白根本. 鹿源类中药材DNA序列分析及马鹿和梅花鹿的PCR鉴定. 中草药, 2006, 36(10): 1566-1569.

[2]孙景昱. 聚合酶链式反应偶联单链构象多态性分析(PCR-SSCP)技术用于鹿鞭线粒体DNA指纹的研究. 中国药学杂志, 2014, 49(9): 721-725.

[3]车兰兰. 氨基酸分析检测方法的研究进展 氨基酸和生物资源, 2011, 33(2): 39-42+48.

[4]江海风. 氨基酸分析方法的研究进展. 现代科学仪器, 2013,（4）: 55-61.
[5]罗美兰. 凯氏定氮法测定土鳖虫多肽片的总氮量. 中国药房, 2013, 24（25）: 2365-2367.
[6]孙蓉. 食品中蛋白质检测技术研究进展 食品科学, 2012, 33（23）: 393-398.
[7]国家药典委员会. 中国药典. 2015年版一部［S］. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 372.

研究起草人：倪亚娜　陈庆先　李岩　商丽丽　杨晓赫　单柏宇　蔡晓东　赵雪梅　史艳宇　长城

起草单位：白城市食品药品检验所

复核单位：延边朝鲜族自治州食品药品检验所

审　　校：赵俊华　王辉

DBY-22-JLYC-007-2018

葎　草

Lücao

HUMULI HERBA

本品为桑科植物葎草*Humulus scandens* (Lour.)Merr.的干燥地上部分。6月初至9月末采收，除去杂质，切段，晒干。

【性状】 本品为缠绕草本，茎、枝和叶柄均密生倒钩刺。茎淡绿色，有纵棱，呈六角柱形，不易折断。叶对生，有长柄，叶片呈肾状五角形，直径7～10cm，掌状5深裂，稀为3或7裂，裂片卵形或卵状三角形，边缘呈锯齿状，先端急尖或渐尖，基部心形，两面生粗糙硬毛，下表面有黄色腺点。有时可见圆锥花序，长约15～25cm，雄花小，花被5片，黄绿色；雌花序球果状，直径约0.5cm，包片纸质，卵状披针形，具白色绒毛。体轻。气微，味淡、微苦。

【鉴别】 （1）本品粉末灰绿色或绿色。草酸钙簇晶较多，直径5～18μm。叶上表皮含晶细胞，晶细胞内含大型类圆形钟乳体，钟乳体45～71μm；叶下表皮细胞可见类圆形的腺鳞。非腺毛1～2细胞，多为单细胞，壁上偶见疣状突起。螺纹导管多见，可见网纹导管、具缘纹孔导管。纤维成束或单个散在，两端较平截。

（2）取本品粉末2g，加70%甲醇20ml，超声处理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。另取葎草对照药材2g，同法制成对照药材溶液。再取木犀草苷对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（7∶3∶1∶1.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铝乙醇溶液，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **水分**　不得过11.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分　不得过17.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分　不得过1.5%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 取本品粉末（过三号筛）适量，照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于20.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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-0.3%磷酸溶液（20∶80）为流动相；检测波长为350nm。理论板数按木犀草苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取木犀草苷对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含25μg的溶液，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70%甲醇25ml，密塞，称定重量，加热回流提取30分钟，放冷，再称定重量，用70%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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含木犀草苷（$C_{21}H_{20}O_{11}$）不得少于0.10%。

【性味与归经】 甘、苦，寒。归肺、肾、大肠、膀胱经。

【功能与主治】 清热解毒，利尿通淋，退热除蒸。用于肺热咳嗽，发热烦渴，热淋涩痛，湿热泻痢，骨蒸潮热；外治痈疖肿毒、湿疹、虫蛇咬伤。

【用法与用量】 10～20g；外用适量。

【贮藏】 置干燥处。

葎草质量标准起草说明

【药材名称】正名　　葎　草
汉语拼音名　Lücao
拉丁名　　HUMULI HERBA

【概述】葎草，俗称拉拉秧、拉拉藤、五爪龙等。始载于《新修本草》，《名医别录》称为勒草。《本草纲目》李时珍云："此草茎有细刺，善勒人肤，故名勒草。讹为葎草，别录勒草即此，合并为一。"古人对葎草形态作了描述："二月生苗，茎有细刺。叶对节生，一叶五尖，微似蓖麻而有细齿。八九月开始细紫花成簇，结子状如黄麻子。"此述与现今使用葎草*Humulus scanclens* (Lour.) Merr.一致。在《吉林省中草药》（1970年版）[1]、《中华本草》[2]、《中药大辞典》[3]、《中国植物志》[4]等均有记载。除新疆、青海外，分布于全国南北各省，吉林省各地区均有分布。一般多野生于沟边、路旁、荒地，为中国分布最广泛的种之一。

【来源】本品为桑科植物葎草*Humulus scanclens* (Lour.) Merr.的干燥地上部分。

植物形态：一年生或多年生蔓性草本，长达数米，有倒钩刺。叶对生，掌状5深裂，稀有3～7裂，边缘有锯齿，上面生刚毛，下面有腺点，脉上有刚毛；叶柄长5～20cm。花单性，雌雄异株；花序腋生；雄花成圆锥状花序，有多数淡黄绿色小花；萼片5，披针形；雄蕊5，花药大，长约2mm，花丝甚短；雌花10余朵集成短穗，腋生，每2雌花有1卵状披针形、有白毛刺和黄色腺点的苞片，无花被，花柱2。果穗呈绿色，鳞状苞花后成卵圆形，先端短尾尖，外侧有暗紫斑及长白毛。瘦果卵圆形，长4～5mm，质坚硬。花期7～8月。果期8～9月。

葎草以地上部分入药，6～9月采收，除去杂质，切段，晒干。近代研究表明，葎草全草中主成分为黄酮类化合物，已分离出秋英甙、木犀草素-7-葡萄糖甙（木犀草苷）及牡荆素等，其中主要成分木犀草苷在叶中含量最高。葎草在吉林省以地上部分入药，《吉林省中药材标准》将葎草的药用部位定为地上部分，并以木犀草苷作为指标的含量测定具有一定的科学依据。

起草样品收集情况：本次搜集的样品共16批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 葎草样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
LC-1	地上部分	松原市经开区	药材
LC-2	地上部分	松原市经开区	药材
LC-3	地上部分	松原市经开区	药材
LC-4	地上部分	松原市中山广场	药材
LC-5	地上部分	松原市城南	药材
LC-6	地上部分	松原市经开区	药材
LC-7	地上部分	长春市南四环	药材
LC-8	地上部分	长春市吉林大学南校区	药材
LC-9	地上部分	抚松县	药材
LC-10	地上部分	通化市区	药材
LC-11	地上部分	磐石市	药材
LC-12	地上部分	松原市经开区	药材
LC-13	地上部分	松原市经开区	药材
LC-14	地上部分	通化市区	药材
LC-15	地上部分	辽源市区	药材
LC-16	地上部分	四平市区	药材

备注：样品编号LC-1的样品，经过长春中医药大学张景龙基源鉴定为桑科植物葎草，实验中以该批样品作为葎草对照药材与其它批次样品进行比对。

图1 葎草原植物

图2 葎草药材标本

【性状】 根据对收集到的16批葎草样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述

如下：

图3 葎草药材图

本品为缠绕草本，茎、枝和叶柄均密生倒钩刺。茎淡绿色，有纵棱，呈六角柱形，不易折断。叶对生，有长柄，叶片肾状五角形，直径7～10cm，掌状5深裂，稀为3或7裂，裂片卵形或卵状三角形，边缘呈锯齿状，先端急尖或渐尖，基部心形，两面生粗糙硬毛，下表面有黄色腺点。有时可见圆锥花序，长约15～25 cm，雄花小，花被5片，黄绿色；雌花序球果状，直径约0.5cm，包片纸质，卵状披针形，具白色绒毛。体轻。气微，味淡、微苦。

本品主要鉴别特征为茎、枝和叶柄均密生倒钩刺；叶对生，有长柄，叶片肾状五角形，掌状5深裂，稀为3或7裂，裂片卵形或卵状三角形，边缘呈锯齿状，先端急尖或渐尖，基部心形，两面生粗糙硬毛，下表面有黄色腺点。以叶大、完整、色绿者为佳。见图3。

【鉴别】（1）粉末显微特征：根据对收集到的16批次吉林省各地区的葎草样品进行制片观察，拟定了本品的粉末显微特征，每个批次样品观察不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末灰绿色或绿色。草酸钙簇晶较多，直径5 ～18μm；叶上表皮含晶细胞，晶细胞内含大型类圆形钟乳体，钟乳体45～71μm；叶下表皮细胞可见类圆形的腺鳞。非腺毛1～2细胞，多为单细胞，壁上偶见疣状突起。螺纹导管多见，可见网纹导管、具缘纹孔导管。纤维成束或单个散在，两端较平截。见图4。

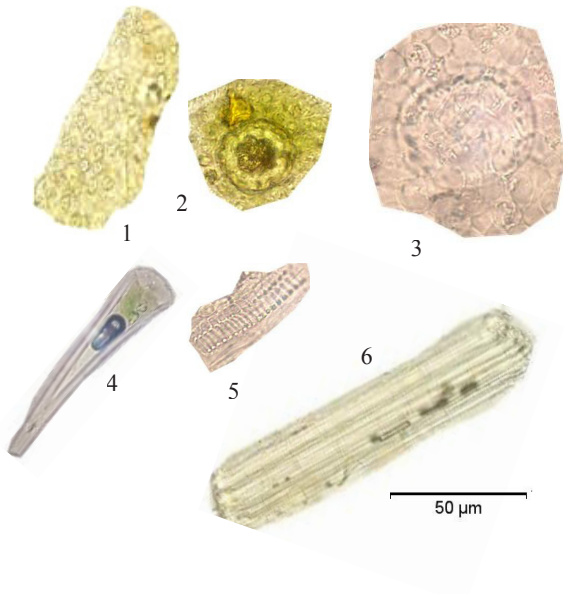


图4 葎草粉末

1.草酸钙簇晶　2.钟乳体　3.腺鳞　4.非腺毛　5.导管　6.纤维束

（2）取本品粉末2g，加70%甲醇20ml，超声处理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。另取葎草对照药材2g，同法制成对照药材溶液。再取木犀草苷对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（7∶3∶1∶1.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铝乙醇溶液，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。16批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故收入正文，见图5。

耐用性考察：对两个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20161222；天津思利达科技有限公司，批号20170218）的展开效果考察，对不同展开温度（20℃、33℃）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

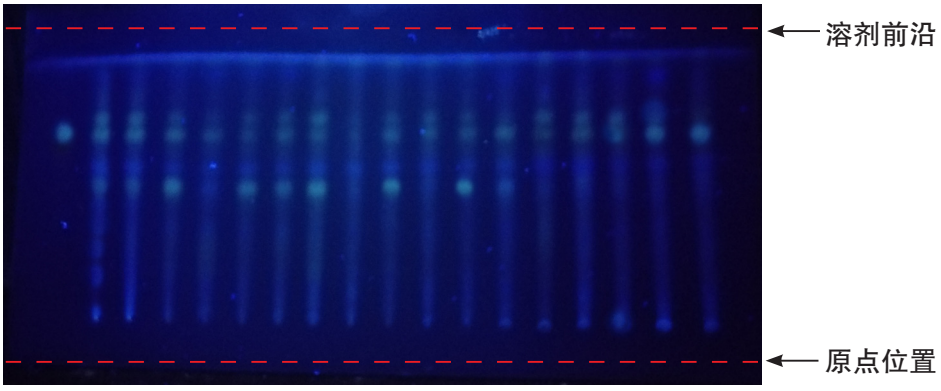


图5 葎草样品TLC图

S.木犀草甘对照品　1.对照药材　2.LC-1　3.LC-2　4.LC-3　5.LC-4　6.LC-5
7.LC-6　8.LC-7　9.LC-8　10.LC-9　11.LC-10　12.LC-11　13.LC-12
14.LC-13　15.LC-14　16.LC-15　17.LC-16

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20151106，规格：10cm×20cm；
圆点状点样，点样量5μl，展距：8cm；温度：24℃；相对湿度：54%；
展开剂：乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（7∶3∶1∶1.2）；
显色与检视：5%三氯化铝乙醇溶液，置紫外光灯（365nm）下检视。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法和第四法）测定。

对16批样品进行水分测定，结果见表2、表3，结果无明显差别。考虑环境因素，故将第二法列入正文的测定方法。根据最高值、最低值及平均值，规定水分限度为不得过11.0%。

表2 葎草样品水分（第二法）测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
LC-1	7.5	LC-9	8.8
LC-2	8.7	LC-10	8.1
LC-3	8.6	LC-11	8.1
LC-4	8.7	LC-12	9.2
LC-5	9.0	LC-13	8.8
LC-6	8.7	LC-14	8.5
LC-7	8.2	LC-15	8.5
LC-8	8.0	LC-16	8.5

表3 葎草样品水分（第四法）测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
LC-1	7.7	LC-9	8.9
LC-2	8.6	LC-10	8.3
LC-3	8.7	LC-11	8.0
LC-4	8.9	LC-12	9.3
LC-5	9.2	LC-13	8.8
LC-6	8.6	LC-14	8.5
LC-7	8.2	LC-15	8.7
LC-8	8.1	LC-16	8.6

总灰分　照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对16批样品进行总灰分测定，结果见表4，根据最高值、最低值及平均值，总灰分限度定为不得过17.0%。

表4 葎草样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
LC-1	15.1	LC-9	16.8
LC-2	17.5	LC-10	12.8
LC-3	15.7	LC-11	15.5
LC-4	13.1	LC-12	14.6
LC-5	14.3	LC-13	15.1
LC-6	12.2	LC-14	14.5
LC-7	12.7	LC-15	11.7
LC-8	14.2	LC-16	14.0

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对16批样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表5，根据最高值、最低值及平均值，酸不溶性灰分限度定为不得过1.5%。

表5 葎草样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
LC-1	1.8	LC-9	1.0
LC-2	1.2	LC-10	1.1
LC-3	1.6	LC-11	0.8
LC-4	1.4	LC-12	1.1
LC-5	1.5	LC-13	1.0
LC-6	0.5	LC-14	2.8
LC-7	0.4	LC-15	0.2
LC-8	0.5	LC-16	0.4

【浸出物】 取本品粉末（过三号筛）适量，由于本品粉末过二号筛后含有较多的长纤维，所以采用过三号筛的粉末试验。根据葎草所含成分，通过对无水乙醇、乙醇、稀乙醇、50%乙醇、30%乙醇分别采用冷浸法和热浸法进行考察，结果采用稀乙醇、热浸法测定值最高，并且溶剂不同、提取方式不同，结果差异较大。因此正文采用样品粉末（过三号筛），稀乙醇作溶剂，照醇溶性浸出物热浸法测定。

采用热浸法对16批样品进行醇溶性浸出物测定，结果见表6。根据测定结果最高值、最低值及平均值，浸出物限度定为不得少于20.0%。

表6 葎草样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
LC-1	27.5	LC-9	22.1
LC-2	31.5	LC-10	23.2
LC-3	25.2	LC-11	29.8
LC-4	22.1	LC-12	27.2
LC-5	22.1	LC-13	26.3
LC-6	26.0	LC-14	24.7
LC-7	20.1	LC-15	26.3
LC-8	20.3	LC-16	25.5

【含量测定】 葎草全草中主成分为黄酮类化合物，木犀草苷是葎草中有效成分。为提高本品质量控制水平，参照有关文献，采用高效液相色谱法，对本品中有效成分木犀草苷进行测定。结果显示该方法灵敏度高，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品内在质量控制方法。测定方法考察及验证结果如下。

1. 方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈–0.3%磷酸溶液（20∶80）为流动相；进样量10μl，柱温为30℃；流速1.0ml/min。用紫外-可见分光光度计在200～400nm范围内进行扫描，木犀草苷对照品在350nm、254nm和207nm波长处均有最大吸收，见图6；同时参照《中国药典》2015年版一部高效液相色谱法测定锦灯笼中木犀草苷的含量，测定波长为350nm，故选择350nm波长为本品的测定波长。

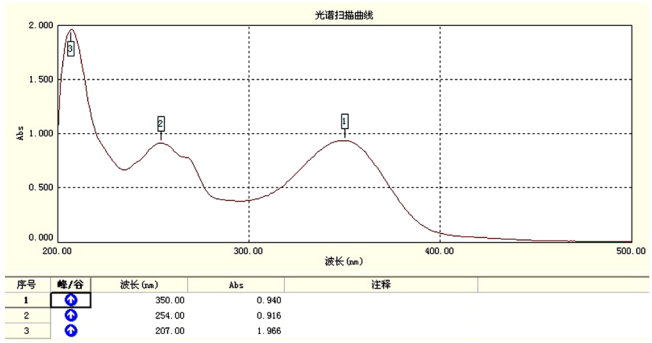


图6 木犀草苷对照品紫外扫描图

1.2 提取方法

1.2.1 提取试剂考察

取本品粉末（过三号筛）0.4g，精密称定，取5份，置贝塞锥形瓶中，分别精密加入甲醇、70%甲醇、50%甲醇、30%甲醇和水各25ml，称定重量，加热回流30分钟，放冷，再次称定重量，用溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，测定，结果见表7，用70%甲醇作提取溶剂时，效果最优，故确定选用70%甲醇作提取溶剂。

表7 提取溶剂考察表

提取溶剂	木犀草苷含量（%）
甲醇	0.08
70%甲醇	0.15
50%甲醇	0.15
30%甲醇	0.14
水	未检出

1.2.2 提取方法考察

取本品粉末（过三号筛）0.4g，精密称定，取2份，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇25ml，称定重量，分别采用加热回流、超声处理30分钟的提取方法，放冷，同1.2.1操作，即得。结果见表8，加热回流提取木犀草苷含量明显高于超声提取，所以选择加热回流提取30分钟。

表8 提取方式考察表

提取方法	木犀草苷含量（%）
方法一（回流）	0.15
方法二（超声）	0.06

1.2.3 提取时间考察

取本品粉末（过三号筛）约0.4g，精密称定，取3份，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇25ml，称定重量，分别加热回流20分钟、30分钟、45分钟后，放冷，同1.2.1操作，即得。结果见表9，结果表明回流30分钟基本上可以提取完全，故选择加热回流提取30分钟。

表9 提取时间考察表

提取时间（分钟）	木犀草苷含量（%）
20	0.11
30	0.16
45	0.16

综合以上试验结果，最终提取方法确定如下：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70%甲醇25ml，密塞，称定重量，加热回流提取30分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取木犀草苷对照品约10.11mg，置100ml量瓶中，加70%甲醇适量溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取2.5ml，置10ml量瓶中，加70%甲醇稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液；分别精密吸取对照品溶液1μl、5μl、10μl、15μl、20μl，分别注入液相色谱仪，记录峰面积，以对照品进样量为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，结果表明：当木犀草苷对照品进样量在0.0240～0.4797mg范围内时，进样量与峰面积呈良好的线性关系，计算回归方程为Y=2296456X+188487，r=0.9996。

2.2 重复性试验

取同一批供试品（LC-2）粉末0.4g，精密称定，依正文的方法平行测定6份，计算，6份样品测得木犀草苷含量的平均值为0.152%，RSD=1.3%（n=6），试验结果表明本法的重现性良好。

2.3 仪器精密度（进样重复性）试验

取同一份供试品（LC-2）溶液，按正文拟定的色谱条件，连续进样6次。结果表明6

次测定的木犀草苷峰面积平均值为702827，RSD=0.24%（n=6），试验表明本法的精密度良好。

2.4 准确度试验

精密称取木犀草苷对照品10.11mg，置100ml量瓶中，加70%甲醇使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品储备液。

精密称取已知含量（木犀草苷含量：0.15%）的供试品（LC-2）粉末0.2g，共6份，分别加入木犀草苷对照品溶液3ml，按标准正文含量测定项下方提取、测定，计算回收率及RSD。结果：木犀草苷平均回收率为98.0%，RSD =0.33%（n=6）。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

在Waters 2695-2998高效液相色谱仪下，分别采用不同品牌的色谱柱N［依利特Hyperdil BDS C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、 Thermo Hyperdil C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Waters SunFire C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）］测定同一供试品中木犀草苷的含量，结果三根色谱柱测定结果平均值为0.154%，RSD=1.3%（n=3）。

2.5.2 仪器的考察

分别采用不同品牌色谱仪（Waters 2695-2998型，Agilent 1200型）三台测定同一供试品中木犀草苷的含量，结果三台色谱仪测定结果平均值为0.153%，RSD=1.2%（n=3）。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定了16批样品中木犀草苷的含量（见表10），根据最高值、最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，规定含量测定限度为不得少于0.10%。

木犀草苷HPLC图、葎草样品HPLC图分别见图7、图8。

表10 葎草样品含量测定结果

样品编号	批　号	木犀草苷含量（%）
LC-1	20170520	0.14
LC-2	20170606	0.15
LC-3	20170701	0.15
LC-4	20170801	0.16
LC-5	20170820	0.16
LC-6	20170820	0.17

续表

样品编号	批　号	木犀草苷含量（%）
LC-7	20170807	0.18
LC-8	20170807	0.16
LC-9	20170810	0.10
LC-10	20170811	0.09
LC-11	20170813	0.15
LC-12	20170915	0.13
LC-13	20170930	0.12
LC-14	20170816	0.17
LC-15	20170820	0.16
LC-16	20170820	0.13

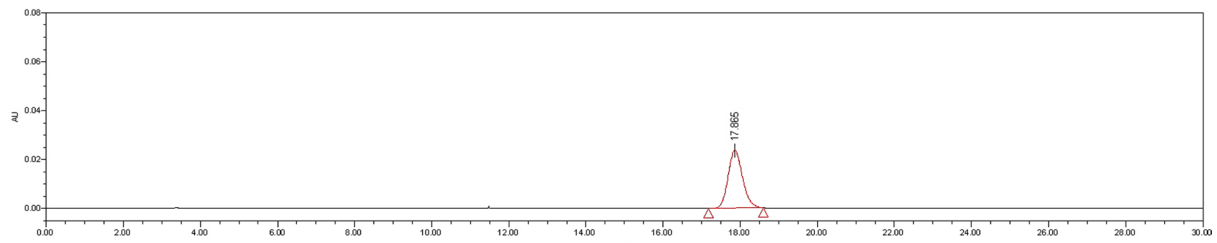


图7 木犀草苷对照品HPLC图

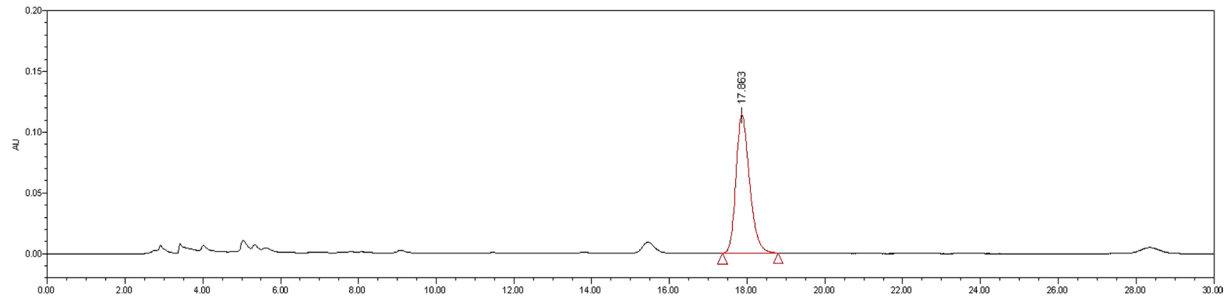


图8 葎草样品HPLC图

【性味与归经】 甘、苦，寒。归肺、肾、大肠、膀胱经。参照《吉林中草药》及各省地方标准制定，并经医学专家会确定。

【功能与主治】 清热解毒，利尿通淋，退热除蒸。用于肺热咳嗽，发热烦渴，热淋涩痛，湿热泻痢，骨蒸潮热；外治痈疖肿毒、湿疹、虫蛇咬伤。参照《吉林中草药》及各省地方标准制定，并经医学专家会确定。

【用法与用量】 10～20g；外用适量。参照《吉林中草药》及各省地方标准制定，并经医学专家会确定。

【贮藏】 置干燥处。参照《吉林中草药》及各省地方标准制定，并经医学专家会确定。

参考文献

[1]长春中医学院. 长春中医学院革命委员会编 编著. 吉林中草药[M]. 长春：吉林人民出版社，1970：112.

[2]国家中医药管理局. 中华本草编委会编著. 中华本草（第二册）[M].上海：上海科学技术出版社，1999：2.514.

[3]南京中医药大学 编著.中药大辞典 下册（第二版）[M]. 上海：上海科学技术出版社，2006：3214.

[4]中国科学院 中国植物志编辑委员会编著. 中国植物志（第23.1卷）[M]. 北京：科学出版社，2004：220.

[5]国家药典委员会. 中国药典. 2015年版一部［S］. 北京：中国医药科技出版社，2015：360.

研究起草人：杨志伟　孙丽颖　邓莎莎　史磊　刘亚茹　刘海侠　吴庆淼　耿代云　马飞

起草单位：松原市食品药品检验所

复核单位：长春市食品药品检验中心

审　　校：王辉　王路宏

朝白术（叨百克怵）

Chaobaizhu

ATRACTYLODIS JAPONICAE RHIZOMA

本品系朝鲜族习用药材。为菊科植物关苍术*Atractylodes japonica* Koidz.ex Kitam.的干燥块状根茎。春、秋二季采挖，除去须根，洗净，晒干。

【性状】 本品呈不规则的块状，具瘤状突起，长2～6cm，直径1～3cm。表面灰棕色或灰黄色，粗糙不平，上部有类圆形茎痕，下部有较多的须根痕。质坚硬，不易折断，断面不平整，有裂隙，类白色，散有黄棕色油点。具有特异的香气，味辛，微甜。

【鉴别】 （1）本品横切面：木栓层为10余列细胞；石细胞1～3列，分布在木栓层间、栓内层与皮层间，断续切向排列成带状。皮层较宽，其间有大型油室、纤维束，薄壁细胞中富含菊糖和草酸钙针晶。形成层明显。木质部导管多角形，常单个散在或数个成团，呈放射状排列；木纤维束与导管相间排列，最内侧纤维发达；木射线较宽，薄壁细胞中散有菊糖、草酸钙针晶、油室。髓部薄壁细胞中散有草酸钙针晶、油室。

粉末灰黄色。石细胞较多，淡黄色，类圆形、多角形或长方形，长约至60μm，壁厚，孔沟明显，成群或单个散在。纤维淡黄棕色，长条形或纺锤形，常成束，壁厚，胞腔狭细。草酸钙针晶甚多，常含于薄壁细胞中或散在，长7～23μm。网纹导管多见，直径12～50μm。菊糖扇形，散在于薄壁细胞中，与草酸钙针晶粘结。木栓细胞棕黄色，多角形，偶与石细胞连结。

（2）取本品粉末0.5g，加正己烷2ml，超声处理15分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取朝白术对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述新制备的两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（50∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，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，并应显有一桃红色主斑点（苍术酮）。

（3）取白术内酯Ⅰ对照品、白术内酯Ⅱ对照品、白术内酯Ⅲ对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取【鉴别】（2）项下的供试品溶液、对照药材溶液及上述对

照品溶液各3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（7∶2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%对二甲氨基苯甲醛10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 水分 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）。

总灰分 不得过8.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于45.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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-水（65∶35）为流动相；白术内酯Ⅰ检测波长为278nm、白术内酯Ⅲ检测波长为220nm。理论板数按白术内酯Ⅰ峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取白术内酯Ⅰ对照品、白术内酯Ⅲ对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含16μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，称定重量，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，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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含白术内酯Ⅰ（$C_{15}H_{18}O_2$）不得少于0.025%，含白术内酯Ⅲ（$C_{15}H_{20}O_3$）不得少于0.030%。

【性味与归经】 辛、苦，温。归脾、胃经。

【功能与主治】 健脾益气，燥湿利水，止汗止泻，安胎。用于脾虚食少，腹胀泄泻，痰饮眩悸，失眠头痛，水肿，自汗，食欲不振、胎动不安。

朝医四象医学用于少阴人体质。

【用法与用量】 10～15g。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

朝白术（叨百克怵）质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　朝白术（叨百克怵）
汉语拼音名　　Chaobaizhu
拉丁名　　ATRACTYLODIS JAPONICAE RHIZOMA

【概述】 朝白术，也称关苍术、朝鲜苍术、关东苍术、土白术、白术等，为朝鲜族习用药材。《中药大辞典》、《长白山植物药志》、《中国医学百科全书》朝医学、《中国民族药志》第三卷及《中国长白山经济植物彩色图鉴》、《实用东药学》等均有记载。朝医药中“白术”为关苍术*Atractylodes japonica* Koidz. ex Kitam.或朝鲜苍术*Atractylodes koreana* (Nakai) Kitam.及同属*Atractylodes* 植物块状根茎，其疗效与《中国药典》2015年版一部收载品种“白术*Atractylodes macrocephala* Koidz.”相同，过去中国朝医药临床上互用。在中国行医的老朝医医药工作者为了区别于中药“白术”而取名为“土白术”或“朝白术”。历版中国药典和吉林省地方标准等未有质量标准的收载。使用于延边朝医医院制剂“舒坦灵胶囊”和“扶正抗癌灵口服液”的原料及朝医的中药处方中。原植物关苍术分布于黑龙江、吉林和辽宁。

【来源】 本品为菊科植物关苍术*Atractylodes japonica* Koidz.ex Kitam.的干燥块状根茎[1]。

植物形态：多年生草本，高达70cm。根茎横走，结节状，肥大，下端呈块状。茎单一，上部有分枝。叶有长柄，长2.5～3cm，茎上部叶三出，茎下部叶3～5羽裂，裂片长圆形、倒卵形或椭圆形，先端短尖，边缘有平状或内弯的刚毛，顶端裂片较大，茎上部叶三裂至不分裂。头状花絮顶生，直径约1～1.5cm；基部有叶状苞片，2列，羽状深裂；总苞片7～8层，稍有毛，先端带紫色；花冠管状，白色。瘦果长圆形，密生向上的银白色毛，冠毛羽状，灰褐色。花期7～8月，果期8～9月[1]。喜生于山坡、灌木丛中、柞树林下及林缘[1]，为野生。

朝白术以块状根茎入药，春、秋二季采挖，除去须根，洗净，晒干[1]。实验研究表明，根茎中含挥发性成分、黄酮类、白术内酯类等成分，且朝医药文献及民间均习以春秋两季采挖的块状根茎入药。因此，将药用部位定为块状根茎有一定的科学依据。

起草样品收集情况：共收集样品8批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 朝白术样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
CBZ-1	根茎	敦化市雁鸣湖镇鸣湖村	药材
CBZ-2	根茎	延吉市小河龙村	药材
CBZ-3	根茎	汪清县吉青岭沟	药材
CBZ-4	根茎	珲春市板石镇湖龙村	药材
CBZ-5	根茎	图们市凉水镇	药材
CBZ-6	根茎	和龙市大青头沟	药材
CBZ-7	根茎	龙井市智新镇龙江村	药材
CBZ-8	根茎	安图县明月镇丰产村	药材

备注：朝白术样品CBZ-2、CBZ-4同时制成腊叶标本，实验中以CBZ-4干燥块状根茎作为朝白术对照药材，经鉴定，8批样品均为菊科植物关苍术的根茎。

图1 朝白术原植物

图2 朝白术标本

【性状】 根据对收集到的8批朝白术样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈不规则的块状，具瘤状突起，长2～6cm，直径1～3cm。表面灰棕色或灰黄色，粗糙不平，上部有类圆形茎痕，下部有较多的须根痕。质坚硬，不易折断，断面不平整，有裂隙，类白色，散有黄棕色油点。具有特异的香气，味辛，微甜[1]。

本品主要鉴别特征为呈不规则的块状，断面有裂隙，散有黄棕色油点。具有特异的香气，味辛，微甜。详见图3。

图3 朝白术药材及断面

【鉴别】（1）显微特征：根据对收集的8个产地样品，进行制片观察。显微组织片的制备以水合氯醛装片为主，观察本品的横切面和粉末。为了力求直观和真实，全部组织显微图均采用显微照相技术进行拍照。

本品横切面：木栓层为10余列细胞；石细胞1～3列，分布在木栓层间、栓内层与皮层间，断续切向排列成带状。皮层较宽，其间有大型油室、纤维束，薄壁细胞中富含菊糖和草酸钙针晶。形成层明显。木质部导管多角形，常单个散在或数个成团，呈放射状排列；木纤维束与导管相间排列，最内侧纤维发达；木射线较宽，薄壁细胞中散有菊糖、草酸钙针晶、油室。髓部薄壁细胞中散有草酸钙针晶、油室。详见图4。

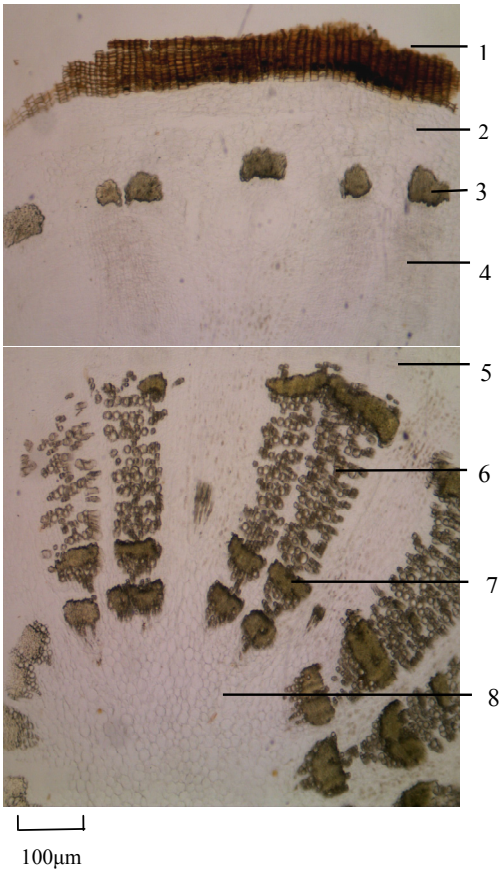


图4 朝白术横切面显微图

1 木栓层 2 皮层 3 纤维束 4 韧皮部
5 形成层 6 木质部 7 木纤维 8 髓部

粉末灰黄色。石细胞较多，淡黄色，类圆形、多角形或长方形，长约至60μm，壁厚，孔沟明显，成群或单个散在。纤维淡黄棕色，长条形或纺锤形，常成束，壁厚，胞腔狭细。草酸钙针晶甚多，常含于薄壁细胞中或散在，长7～23μm。网纹导管多见，直径12～50μm。菊糖扇形，散在于薄壁细胞中，与草酸钙针晶粘结。木栓细胞棕黄色，多角形，偶与石细胞连结。详见图5。

（2）取本品粉末0.5g，加正己烷2ml，超声处理15分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取朝白术对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述新制备的两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60-90℃）-乙酸乙酯（50∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，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，并应显有一桃红色主斑点（苍术酮）。8批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好，故收入正文，见图6。

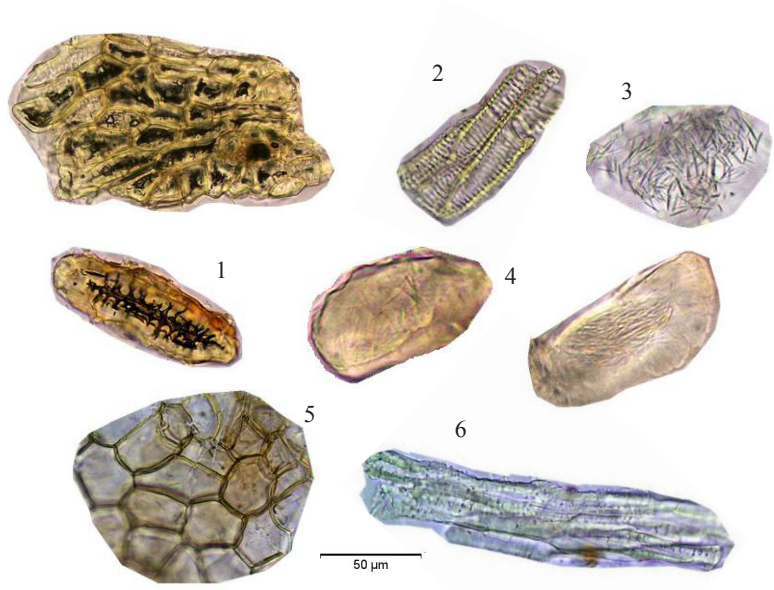


图5 朝白术粉末

1.石细胞　2.导管　3.草酸钙针晶
4.菊糖　5.木栓细胞　6.纤维

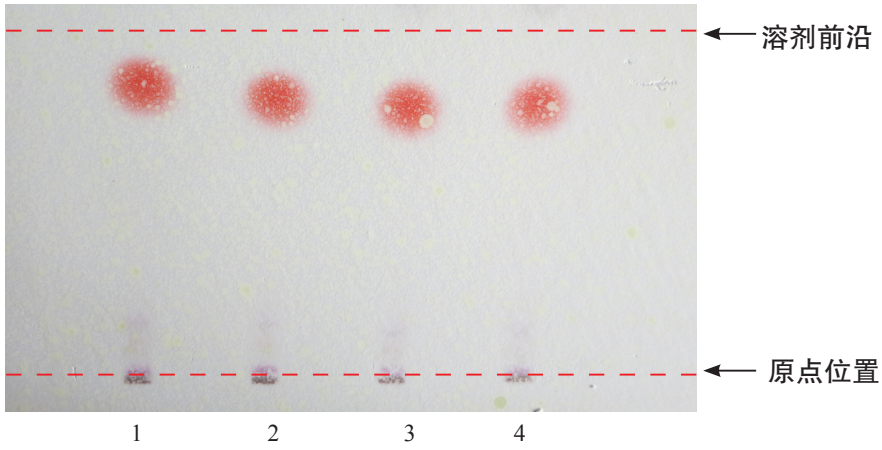


图6 朝白术样品（苍术酮）TLC图

1. CBZ-1　2. CBZ-2　3. CBZ-3　4. CBZ-4（对照药材）

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20150609，
规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：2μl，展距:8cm；温度：21℃；相对湿度：39%；
展开剂：石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（50∶1）；
显色与检视：5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰，在日光下检视。

耐用性考察：对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20150609；烟台市化学工业研究所，批号：20150410；德国默克公司，批号：HX67912426）的展开效果进行考察，对不同展开温度（4℃、23℃）、相对湿度（10%、39%、87%）进行考察，结果表明具有良好的耐用性。

（3）取白术内酯Ⅰ对照品、白术内酯Ⅱ对照品、白术内酯Ⅲ对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取【鉴别】（2）项下的供试品溶液[3]、对照药材溶液及上述对照品溶液各3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（7∶2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%对二甲氨基苯甲醛10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。8批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好，故列入正文，见图7。

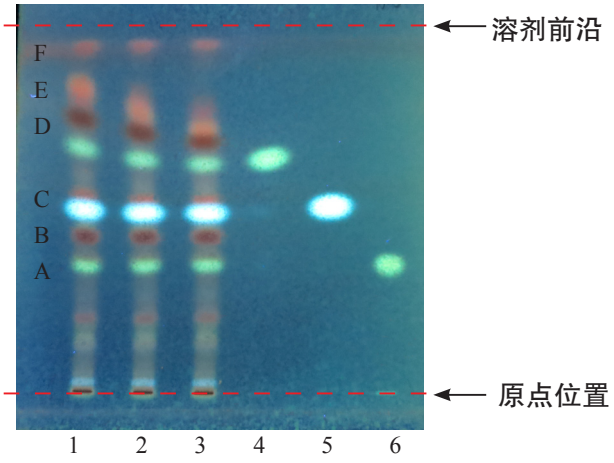


图7 朝白术样品（白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅱ、白术内酯Ⅲ）TLC图

1. CBZ-1　2. CBZ-2　3. CBZ-4（对照药材）　4. 白术内酯Ⅰ对照品
5.白术内酯Ⅱ对照品　6.白术内酯Ⅲ对照品
A、D. 黄绿色荧光斑点　B、E. 棕色荧光斑点　C. 亮蓝绿色荧光斑点　F. 砖红色荧光斑点

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20150609，规格：10cm×10cm；条带状点样，点样量：3μl；展距：8cm；温度：27℃；相对湿度：51%；展开剂：正己烷-乙酸乙酯（7∶2）；
显色与检视：5%对二甲氨基苯甲醛10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外 光灯（365nm）下检视。

耐用性考察：对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20150609；烟台市化学工业研究所，批号：20150410；德国默克公司，批号：HX67912426）的展开效果进行考察，对不同展开温度（5℃、27℃）、相对湿度（10%、23%、51%、90%）进行考察，结果表明具有良好的耐用性。

【检查】 水分　照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）

测定。

朝白术中含挥发性成分，所以选择甲苯法测定水分。对8批样品进行水分测定，结果见表2，据最高值、最低值及平均值，水分限度定为不得过12.0%。

表2 朝白术样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
CBZ-1	7.2	CBZ-5	6.5
CBZ-2	7.9	CBZ-6	7.7
CBZ-3	7.6	CBZ-7	7.4
CBZ-4	7.9	CBZ-8	7.6

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对8批样品进行总灰分测定，结果见表3，据最高值、最低值及平均值，总灰分限度定为不得过8.0%。

表3 朝白术样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
CBZ-1	4.4	CBZ-5	5.2
CBZ-2	4.2	CBZ-6	4.5
CBZ-3	4.6	CBZ-7	4.2
CBZ-4	4.1	CBZ-8	4.8

【浸出物】照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）测定。

查阅文献表明[1, 2]，朝白术药材成分中挥发油、黄酮类及酯类成分较多，因此考虑用乙醇作为溶剂，热浸法进行测定。本次试验对四种不同浓度的乙醇溶液进行了考察，结果稀乙醇提取的浸出物含量较高。故选择稀乙醇作为溶剂，热浸法测定，结果见表4。据最高值、最低值及平均值，浸出物限度定为不得少于45.0%。

表4 朝白术样品浸出物测定结果

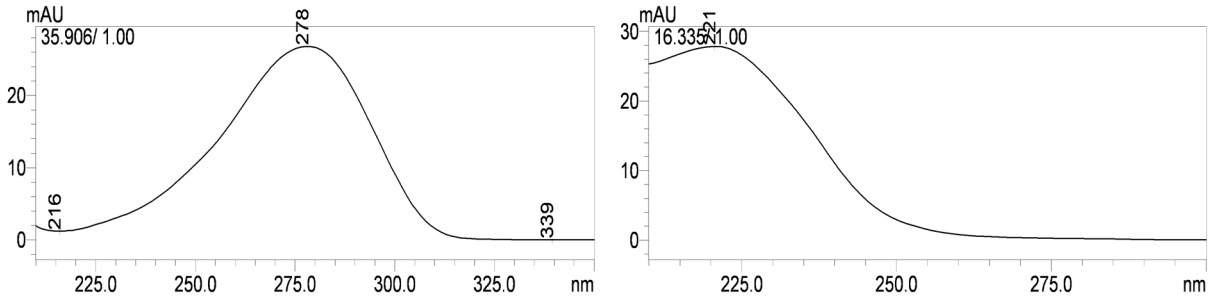
样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
CBZ-1	70.1	CBZ-5	61.7
CBZ-2	68.4	CBZ-6	67.6
CBZ-3	60.0	CBZ-7	71.0
CBZ-4	62.7	CBZ-8	69.8

【含量测定】 本品主要含有白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅲ，参考有关文献，采用高效液相色谱法，对本品中白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅲ进行含量测定。结果显示该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品内在质量的控制方法，测定方法考察及验证结果如下。

1. 方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（65∶35）[4]为流动相；进样量10μl，柱温35℃，流速0.8ml/min。用紫外-可见分光光度计在200～400nm进行扫描，白术内酯Ⅰ对照品在278nm波长处有最大吸收，白术内酯Ⅲ对照品在220nm波长处有最大吸收，详见图8，故确定白术内酯Ⅰ检测波长为278nm、白术内酯Ⅲ检测波长为220nm。



（A） （B）

图8 白术内酯Ⅰ对照品（A）和白术内酯Ⅲ对照品（B）紫外扫描图

1.2 提取方法

1.2.1 提取方法的考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，共3份，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，称定重量，分别采用浸渍、超声、加热回流三种方法提取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，测定。结果详见表5，浸渍提取含量较低，超声和加热回流提取含量相当，考虑方便、节约，故确定为超声提取。

表5 提取方法的考察结果

提取方式（均30分钟）	白术内酯Ⅰ			白术内酯Ⅲ		
	浸渍	超声	加热回流	浸渍	超声	加热回流
含量（%）	0.049	0.051	0.051	0.044	0.049	0.049

1.2.2 提取溶剂的考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，共8份，置具塞锥形瓶中，分别精密加入30%甲醇、50%甲醇、75%甲醇、甲醇和30%乙醇、50%乙醇、75%乙醇、乙醇各25ml，称定重量，超声提取30分钟，放冷，同上操作。结果详见表6，提取溶剂为甲醇、75%乙醇和乙醇时白术内酯Ⅰ含量较高，提取溶剂为甲醇和乙醇时白术内酯Ⅲ含量较高，考虑流动相为甲醇-水，故确定提取溶剂为甲醇。

表6 提取溶剂的考察结果

提取溶剂	30%甲醇	50%甲醇	75%甲醇	甲醇	30%乙醇	50%乙醇	75%乙醇	乙醇
白术内酯Ⅰ含量（%）	0.001	0.041	0.047	0.051	0.017	0.030	0.051	0.051
白术内酯Ⅲ含量（%）	0.017	0.043	0.045	0.049	0.036	0.027	0.045	0.049

1.2.3 提取时间的考察

取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，共4份，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，称定重量，分别超声提取15分钟、30分钟、45分钟、60分钟，放冷，同上操作。结果详见表7，超声30分钟、45分钟和60分钟含量无明显差异，故确定提取时间为30分钟。

表7 提取时间的考察结果

提取时间（分钟）	白术内酯Ⅰ				白术内酯Ⅲ			
	15	30	45	60	15	30	45	60
含量（%）	0.050	0.051	0.051	0.051	0.043	0.049	0.049	0.048

2. 方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

分别精密称取白术内酯Ⅰ对照品15.80mg、白术内酯Ⅲ对照品15.84mg，置100ml量瓶中，加甲醇适量使溶解，稀释至刻度，摇匀，备用。分别精密吸取以上混合对照品溶液1ml、3ml、5ml、10ml、20ml、40ml置100ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，作为不同浓度的混合对照品溶液。

将上述混合对照品溶液按正文的色谱条件分别进样10μl，以对照品浓度（μg/ml）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。结果表明：当白术内酯Ⅰ对照品进样浓度在1.58～63.20μg/ml范围内时，进样浓度与峰面积呈良好的线性关系，回归方程为Y=66404X+22671，相关系数r=0.9998。当白术内酯Ⅲ对照品进样浓度在1.58～63.36μg/ml范围内时，进样浓度与峰面积呈良好的线性关系，回归方程为Y=32167X+8082，相关系数r=0.9998。

2.2 重复性试验

取同一批供试品粉末约1g，精密称定，按正文的方法平行测定6份，经计算，6份样品测得白术内酯Ⅰ含量的平均值0.049%，RSD=2.0%（n=6），白术内酯Ⅲ含量的平均值为0.050%，RSD=2.0%（n=6）。试验结果表明本法的重复性良好。

2.3 仪器精密度（进样重复性）试验

取同一份供试品溶液，按正文的色谱条件，连续测定6次。结果表明，6次测定的白术内酯Ⅰ峰面积的平均值为1226899，RSD=0.5%（n=6），白术内酯Ⅲ峰面积的平均值为511311，RSD=0.2%（n=6）。试验表明仪器的精密度良好。

2.4 准确度试验

分别精密称取白术内酯Ⅰ对照品15.80mg、白术内酯Ⅲ对照品15.84mg，置10ml量瓶中，加甲醇适量使溶解，稀释至刻度，摇匀，精密吸取2ml，置200ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，作为混合对照品溶液。

精密称取已知含量（白术内酯Ⅰ含量为0.036%，白术内酯Ⅲ含量为0.037%）的供试品粉末约1g，置具塞锥形瓶中，共6份，精密加入上述混合对照品溶液25ml，按照正文的方法制备供试品溶液，测定，计算加样回收率，结果白术内酯Ⅰ平均回收率为102.7%，RSD=1.3%（n=6），白术内酯Ⅲ平均回收率为106.8%，RSD=3.5%（n=6）。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

分别采用不同品牌的色谱柱（Thermo C_{18}、Agilent SB C_{18}、phenomenex C_{18}、SunFire C_{18}，色谱柱规格均为4.6mm×250mm，5μm）测定样品中白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅲ含量。结果：四根色谱柱测定白术内酯Ⅰ含量的平均值为0.049%，RSD=0.5%（n=4），白术内酯Ⅲ含量的平均值为0.050%，RSD=0.8%（n=4）。

2.5.2 仪器的考察

分别采用不同品牌的色谱仪（岛津LC-2030C_{3D}、Waters e2695、Agilent 1100）测定样品中白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅲ含量。结果：三台色谱仪测定白术内酯Ⅰ含量的平均值为0.049%，RSD=0.8%（n=3），白术内酯Ⅲ含量的平均值为0.050%，RSD=0.9%（n=3）。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定了8批样品中的白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅲ含量（详见表8），据最高值、最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，将限度定为：本品按干燥品计算，含白术内酯Ⅰ不得少于0.025%，含白术内酯Ⅲ不得少于0.030%。

白术内酯Ⅰ、白术内酯Ⅲ对照品HPLC图、朝白术样品HPLC图分别见图9、图10、图11、图12

表8 朝白术样品含量测定结果

样品编号	白术内酯Ⅰ含量（%）	白术内酯Ⅲ含量（%）
CBZ-1	0.027	0.076
CBZ-2	0.039	0.049
CBZ-3	0.041	0.056
CBZ-4	0.051	0.048
CBZ-5	0.028	0.033
CBZ-6	0.031	0.019
CBZ-7	0.038	0.032
CBZ-8	0.036	0.037

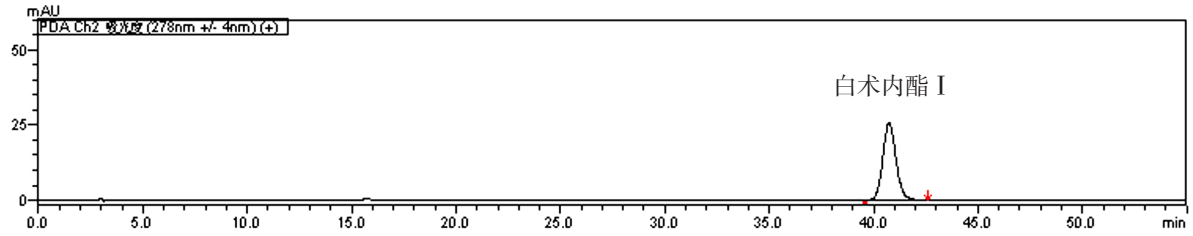


图9 白术内酯Ⅰ对照品HPLC图（278nm）

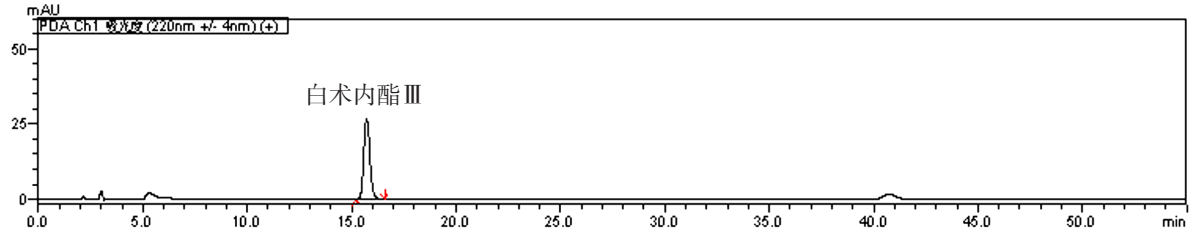


图10 白术内酯Ⅲ对照品HPLC图（220nm）

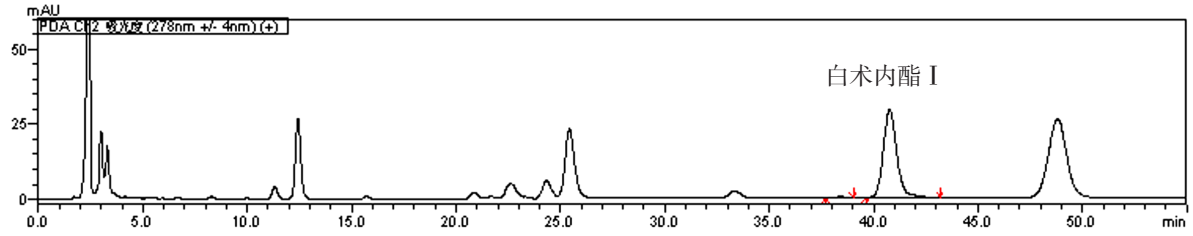


图11 朝白术供试品HPLC图（278nm）

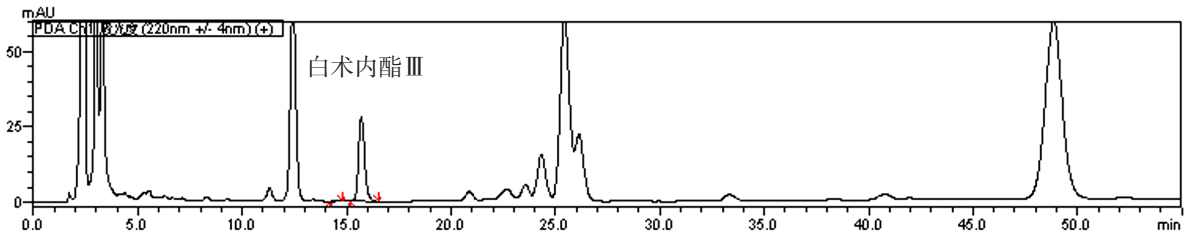


图12 朝白术供试品HPLC图（220nm）

【性味与归经】 征求朝医学专家意见，规定为“辛、苦，温。归脾、胃经。”

【功能与主治】 健脾益气，燥湿利水，止汗止泻，安胎。用于脾虚食少，腹胀泄泻，痰饮眩悸，失眠头痛，水肿，自汗，食欲不振、胎动不安[1]。

征求朝医学专家意见，规定为“朝医四象医学用于少阴人体质。”

【用法与用量】 10～15g[1]。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

参考文献

[1]中国民族药志编委会. 中国民族药志：第3卷[M]. 四川民族出版社，2007.

[2]王喜习，刘建利，刘竹兰. 苍术属植物化学成分研究进展[J]. 中成药，2008，30（7）：1039-1043.

[3]李英姬. 关苍术（新药材）质量标准的研究[D]. 延边大学，2002.

[4]刁继红，杨绍群，刘爽，等. 关苍术HPLC指纹图谱研究及白术内酯Ⅰ和Ⅲ的含量分析[J]. 中国药房，2012（39）：3714-3717.

研究起草人： 朴宪　南善姬　刘汇　蔡玲玲　金长雪　金桂花　王宇　陈健龙　朴明杰　张琳

起草单位： 延边朝鲜族自治州食品药品检验所

复核单位： 白城市食品药品检验所

审　　校： 赵俊华　王辉

DBY-22-JLYC-008-2018

雄蜂蛹

Xiongfengyong

PUPA APIDIS

本品为蜜蜂科昆虫中华蜜蜂*Apis cerana* Fabricus或意大利蜂*Apis mellifera* Linnaeus的雄蛹。在蜂产卵后的20～22天采收，冷冻干燥。

【性状】 本品呈长椭圆形，长1～1.7cm，直径0.3～0.6cm。表面乳白色至淡黄色，蛹体饱满完整者头部正面呈圆形，眼部呈浅红色至紫红色；胸、腹部呈白色至淡黄色，有光泽；胸部三对足已形成，翅未分化，腹部有横环节，几丁质皮壳未硬化。体轻，易破碎。气微腥，味甘。

【鉴别】 （1）本品粉末乳白色至淡黄色。体壁碎片淡黄色或黄色，细胞界限不明显，可见短粗或细长刚毛，常见刚毛脱落后的圆形毛窝及细小圆孔，橙黄色至黄褐色，直径5～20μm；刚毛浅黄色至橙黄色，先端锐尖，长20～220μm，直径5～20μm。复眼细胞具褐色乳头状突起，单眼细胞界限不明显。

（2）取本品粉末1g，加70%乙醇10ml，超声处理15分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取丙氨酸对照品、亮氨酸对照品，加70%乙醇制成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4∶1∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%茚三酮丙酮溶液，在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。

【检查】 **水分** 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过6.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 **水溶性浸出物** 照水溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的冷浸法测定，不得少于17.0%。

醇溶性浸出物 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于10.0%。

【炮制】 **冷冻干燥粉** 将新鲜的雄蜂蛹送入冷冻室，采用真空速冻升华干燥，研磨成粉。

【性味与归经】 甘，微寒。归脾、肝、肾经。

【功能与主治】 滋补强壮，止痛解毒，杀虫。用于体虚面黄，丹毒，虫积腹痛。

【用法与用量】 1～2g，入散剂；一日3次。

【贮藏】 置阴凉干燥处，防蛀。

雄蜂蛹质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　雄蜂蛹
汉语拼音名　　Xiongfengyong
拉丁名　　PUPA APIDIS

【概述】 蜂蛹始载于《本草纲目》。蜂蛹“甘，平，微寒，无毒”“补虚赢，伤中，久服令人光泽，好颜色，不老，轻身益气等。”蜂蛹主要包括工蜂蛹和雄蜂蛹。现今药用为雄蜂蛹。雄蜂蛹为吉林省的习用药材，收载在吉药监注〔2002〕355号，具有滋补强壮，止痛解毒，杀虫的功效，治体虚面黄，虫积腹痛，丹毒等症。

【来源】 本品为蜜蜂科昆虫中华蜜蜂*Apis cerana* Fabricus或意大利蜂*Apis mellifera* Linnaeus的雄蛹。在蜂产卵后的20～22天采收，进行冷冻干燥[1]。

雄蜂蛹是指蜜蜂雄性幼虫封盖后到羽化出房前这一变态时期的营养体。正常情况下，雄蜂是在蜜蜂进入繁殖季节才出现的。由于蜂王能根据巢房大小控制产卵类型的特点，用人工的办法，生产出比工蜂房眼大的巢础加进蜂群里，工蜂就会把它做成整张都是雄蜂巢房的雄蜂脾。蜂王在上面产下的都是未受精卵，以后全部发育成为雄蜂。当蛹发育到第20～22天时，即可采收。

起草样品收集情况：本次收集的样品共15批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 雄蜂蛹样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
XFY-1	冷冻干燥体	吉林市蛟河（槐树蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-2	冷冻干燥体	珲春市（椴树蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-3	冷冻干燥体	吉林市蛟河（五味子蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-4	冷冻干燥体	吉林市蛟河（枣花蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-5	冷冻干燥体	吉林市蛟河（野山玫瑰蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-6	冷冻干燥体	松原市（百花蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-7	冷冻干燥体	白城市（百花蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-8	冷冻干燥体	洮南市（百花蜜雄蜂蛹）	药材
XFY9	冷冻干燥体	吉林市永吉（油菜花雄蜂蛹）	药材
XFY10	冷冻干燥体	白城市（葵花蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-11	冷冻干燥体	四平东风（油菜花雄蜂蛹）	药材

续表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
XFY-12	冷冻干燥体	通化市集安（油菜花雄蜂蛹）	药材
XFY-13	冷冻干燥体	敦化市（百花蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-14	冷冻干燥体	通榆市（百花蜜雄蜂蛹）	药材
XFY-15	冷冻干燥体	吉林敖东提供（雄蜂蛹）	药材

备注：样品编号XFY-1、XFY-6的样品，经过长春中医药大学姜大成基源鉴定分别为蜜蜂科动物意大利蜂*Apis mellifera* Linnaeus及中华蜜蜂*Apis cerana* Fabricus的雄蛹，实验中以该2批样品作为雄蜂蛹对照药材与其它批次样品进行比对。

图1 雄蜂蛹

图2 雄蜂蛹药材标本

【性状】 根据对收集到的15批雄蜂蛹样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈长椭圆形，长1～1.7cm，直径0.3～0.6cm。表面乳白色至淡黄色，蛹体饱满完整者头部正面呈圆形，眼部呈浅红色至紫红色；胸、腹部呈白色至淡黄色，有光泽；胸部三对足已形成，翅未分化，腹部有横环节，几丁质皮壳未硬化。体轻，易破碎。气微腥，味甘[2]。详见图3。

【鉴别】 （1）粉末显微特征：根据对收集到的15批次吉林省各地区的雄蜂蛹样品进行制片观察，每个批次样品观察不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末乳白色至淡黄色。体壁碎片淡黄色或黄色，细胞界限不明显，可见短粗或细长刚毛，常见刚毛脱落后的圆形毛窝及细小圆孔，橙黄色至黄褐色，直径5～20μm；刚毛浅黄色至橙黄色，先端锐尖，长20～220μm，直径5～20μm。复眼细胞具褐色乳头状突起，单眼细胞界限不明显[3, 4, 6]。详见图4。

图3 雄蜂蛹药材图

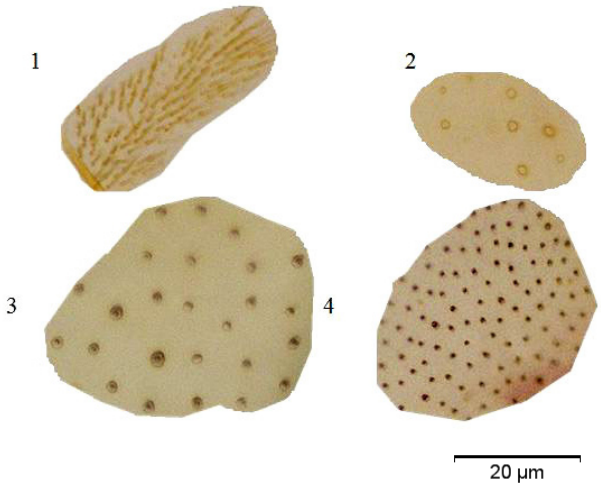


图4 雄蜂蛹粉末

1.刚毛　2.毛窝　3.单眼细胞　4.复眼细胞

（2）取本品粉末1g，加70%乙醇10ml，超声处理15分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液[5]。另取丙氨酸对照品、亮氨酸对照品，加70%乙醇制成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4∶1∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%茚三酮丙酮溶液，在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。15批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故列入正文，见图5。

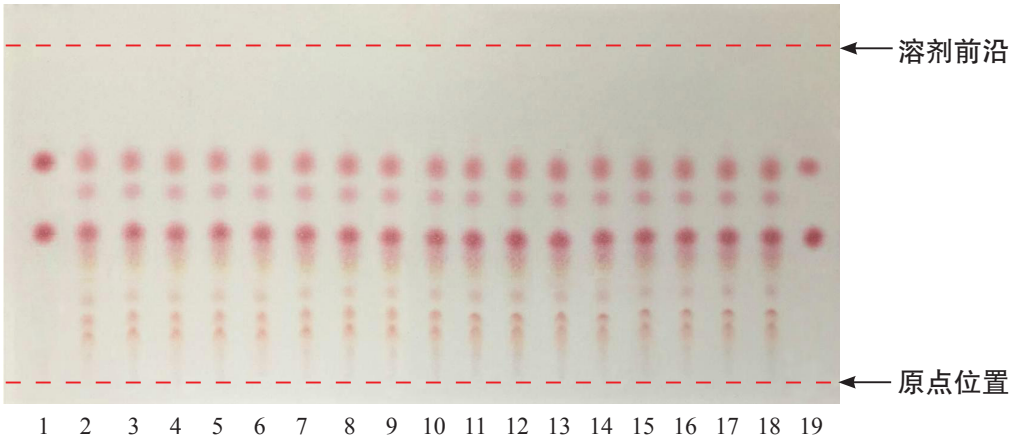


图5 雄蜂蛹样品TLC图

1.丙氨酸、亮氨酸混合对照品　2.中华蜜蜂对照药材　3.意大利蜜蜂对照药材　4.XFY-1　5.XFY-2　6.XFY-3　7.XFY-4　8.XFY-5　9.XFY-6　10.XFY-7　11.XFY-8　12.XFY-9　13.XFY-10　14.XFY-11　15.XFY-12　16.XFY-13　17.XFY-14　18.XFY-15　19. 丙氨酸、亮氨酸混合对照品

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：国药集团化学试剂有限公司，批号：20160112，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量4μl；展距：8cm；温度：20℃；相对湿度：50%；展开剂：正丁醇-冰醋酸-水（4∶1∶1）；

显色与检视：2%茚三酮丙酮溶液，在105℃加热至熔点显色清晰，日光下检视。

耐用性考察：对四个厂家的硅胶G薄层板（国药集团化学试剂有限公司，批号20160112；烟台德信生物科技有限公司，批号20140712；烟台市化学工业研究所，批号060518；青岛海洋化工分厂，批号20110712）的展开效果进行考察，对不同展开温湿度（室温：30℃，相对湿度：80%；室温：20℃，相对湿度：50%；室温：5℃，相对湿度：30%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法和第四法）测定。

对15批样品进行水分测定，结果见表2、表3，两法测定结果无明显差别。考虑对环境污染的因素，选择第二法用于水分测定。根据最高值、最低值及平均值，水分限度定为不得过13.0%。

表2 雄蜂蛹样品水分（第二法）测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
XFY-1	11.0	XFY-9	10.4
XFY-2	10.5	XFY-10	9.2
XFY-3	9.7	XFY-11	8.9
XFY-4	10.4	XFY-12	9.4
XFY-5	6.9	XFY-13	8.7
XFY-6	8.9	XFY-14	8.7
XFY-7	9.2	XFY-15	8.6
XFY-8	11.2	-	-

表3 雄蜂蛹样品水分（第四法）测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
XFY-1	11.4	XFY-9	9.2
XFY-2	10.7	XFY-10	9.9
XFY-3	10.0	XFY-11	8.5
XFY-4	10.9	XFY-12	9.3
XFY-5	7.2	XFY-13	8.8
XFY-6	9.1	XFY-14	8.7
XFY-7	11.8	XFY-15	8.7
XFY-8	8.1	-	-

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对15批样品进行总灰分测定，结果见表4。根据最高值、最低值及平均值，总灰分限度定为不得过6.0%。

表4 雄蜂蛹样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
XFY-1	5.3	XFY-9	5.0
XFY-2	5.1	XFY-10	4.6
XFY-3	4.9	XFY-11	3.9
XFY-4	5.2	XFY-12	5.3
XFY-5	5.1	XFY-13	2.4
XFY-6	4.8	XFY-14	2.4
XFY-7	5.0	XFY-15	2.5
XFY-8	4.6	-	-

【浸出物】

在化学反应实验中对雄蜂蛹的主要活性成分进行了鉴定，其水溶性浸出物为雄蜂蛹中滋补强壮的有效成分蛋白质、多糖、有机酸、多肽，醇溶性浸出物为雄蜂蛹中止痛解毒，杀虫的有效成分油脂、少量挥发油、黄酮类化合物，故设计采用两种浸出方法，进行质量控制。

分别取15批样品适量，分别采用冷浸法和热浸法对水、乙醇、75%乙醇、稀乙醇四种溶剂进行考察，结果冷浸法中以水为溶剂测定值最高，热浸法以乙醇为溶剂测定值最高。因此水溶性浸出物采用冷浸法；醇溶性浸出物采用以乙醇为溶剂的热浸法。

对15批样品进行浸出物测定，结果见表5、表6。根据测定结果最高值、最低值及平均值，水溶性浸出物限度定为不得少于17.0%；醇溶性浸出物限度定为不得少于10.0%。

表5 雄蜂蛹样品水溶性浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
XFY-1	22.3	XFY-9	20.8
XFY-2	22.2	XFY-10	21.1
XFY-3	22.5	XFY-11	24.9
XFY-4	24.8	XFY-12	21.8
XFY-5	25.4	XFY-13	17.8
XFY-6	20.6	XFY-14	18.0
XFY-7	21.4	XFY-15	17.9
XFY-8	20.9	-	-

表6 雄蜂蛹样品醇溶性浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
XFY-1	12.4	XFY-9	12.9
XFY-2	10.9	XFY-10	14.9
XFY-3	15.1	XFY-11	14.6
XFY-4	15.0	XFY-12	14.4
XFY-5	13.8	XFY-13	12.7
XFY-6	12.9	XFY-14	11.4
XFY-7	14.6	XFY-15	10.5
XFY-8	10.6		

【炮制】 冷冻干燥粉　将新鲜的雄蜂蛹送入冷冻室，采用真空速冻升华干燥，研磨成粉。根据专家意见将“冷冻干燥”修改为“冷冻干燥粉”。

【性味与归经】 将“甘，平，微寒无毒。归脾，肝肾经。”根据医学专家意见修订为“甘，微寒。归脾、肝、肾经。”

【功能与主治】 将“滋补强壮，止痛解毒，杀虫。治体虚面黄，虫积腹痛，丹毒等。”根据医学专家意见修订为“滋补强壮，止痛解毒，杀虫。用于体虚面黄，丹毒，虫积腹痛。”

【用法与用量】 将“1～2g，一日3次，内服，入散剂。”根据医学专家意见修订为“1～2g，入散剂，一日3次。”

【贮藏】 置阴凉干燥处，防蛀。未做修订。

参考文献

[1]雄蜂蛹[S]. 吉药监注〔2002〕355号.
[2]国家食品标准 雄蜂蛹[S]GB/T30764-2014.
[3]国家药典委员会. 中药材显微鉴别彩色图鉴[M]. 人民卫生出版社，2009：10-11.
[4]赵中振，陈虎彪. 中药显微鉴定图典[M]. 海峡出版发行集团|福建科学技术出版社，2016：9.1.
[5]林瑞超，鲁静，马双成，刘玉珍. 实用中药药品检验检测[M]. 人民卫生出版社，2015：90.
[6]国家药典委员会. 中国药典. 2015版 一部[S]. 北京：中国医药科技出版社，2015：119.121.129.205.

研究起草人： 商丽丽　李岩　赵俊华　倪亚娜　吴迪　高兰　蔡晓东　陈庆先　王慧卓
起草单位： 白城市食品药品检验所
复核单位： 松原市食品药品检验所
审　　校： 王辉　王维礼

紫丁香叶

Zidingxiangye

SYRINGAE OBLATAE FOLIUM

本品为木犀科植物紫丁香*Syringa oblata* Lindl.的干燥叶。夏、秋二季采收，洗净，干燥。

【性状】 本品多皱缩，有的破碎，完整叶片展平后呈宽卵形，长5～12cm，宽6～15cm。表面暗绿色或灰绿色。先端渐尖或锐尖，基部近心形，全缘，无毛，沿柄常下延，叶柄长1～2.5cm。质脆，易碎。气微，味苦。

【鉴别】 （1）本品粉末绿色。表皮细胞呈类多角形，内含多数细小的草酸钙结晶。上表皮下方栅栏细胞明显。下表皮细胞近长方形，气孔不定式或不等式，副卫细胞4～6个。螺纹导管多见。

（2）取本品粉末0.5g，加甲醇15ml，超声处理15分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取紫丁香叶对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（5∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁–1%铁氰化钾（1∶1）的溶液（临用配制），日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **水分** 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于35.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸（5∶95）为流动相；检测波长为278nm。理论板数按酪醇峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取酪醇对照品适量，精密称定，加甲醇溶解制成每1ml含0.125mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入水25ml，加热回流2小时，放冷，滤过，用25ml水分次洗涤容器，滤过，合并

滤液，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，即得。

测定法 分别精密吸取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，含酪醇（$C_8H_{10}O_2$）不得少于0.020%。

【性味与归经】 苦、寒。归肝，肺，大肠经。

【功能与主治】 清热解毒，利湿退黄。用于湿热泄泻，湿热黄疸，肝火目赤肿痛。

【用法与用量】 5～10g。

【贮藏】 置通风干燥处。

紫丁香叶质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　紫丁香叶
汉语拼音名　　Zidingxiangye
拉丁名　　SYRINGAE OBLATAE FOLIUM

【概述】 紫丁香首载于《中国高等植物图鉴》[1]。在《中药大辞典》[2]、《中华本草》[3]、《新华本草纲要》[4]有其药用记载，主要用其叶。紫丁香叶为《吉林省药品标准》1977年版[5]收载的中药材。可清热解毒、利湿退黄，主治急性痢疾、黄疸性肝炎、火眼等。紫丁香叶应用广泛，为生产炎立消胶囊、炎立消片的唯一原料，吉林省多家企业有炎立消片和炎立消胶囊品种。为东北地区特色药材，分布以秦岭为中心，北到黑龙江，吉林、辽宁、内蒙古、河北、山东、陕西、甘肃、四川，朝鲜也有，南到云南和西藏均有分布。目前全国无规范化种植基地。

【来源】 本品为木犀科植物紫丁香*Syringa oblata* Lindl.的干燥叶。夏、秋二季采收，洗净，干燥。

植物形态：落叶灌木或小乔木，高可达5m；树皮灰褐色或灰色。叶片革质或厚纸质，卵圆形至肾形，宽常大于长，长2～14cm，宽2～15cm，先端短凸尖至长渐尖或锐尖，基部心形、截形至近圆形，或宽楔形，上面深绿色，下面淡绿色；萌枝上叶片常呈长卵形，先端渐尖，基部截形至宽楔形；叶柄长1～3cm。圆锥花序直立，由侧芽抽生，近球形或长圆形，长4～16cm，宽3～7cm；花梗长0.5～3mm；花萼长约3mm，萼齿渐尖、锐尖或钝；花冠紫色，长1.1～2cm，花冠管圆柱形，长0.8～1.7cm，裂片呈直角开展，卵圆形、椭圆形至倒卵圆形，长3～6mm，宽3～5mm，先端内弯略呈兜状或不内弯；花药黄色，位于距花冠管喉部0～4毫米处。小枝、花序轴、花梗、苞片、花萼、幼叶两面以及叶柄均无毛而密被腺毛。小枝较粗，疏生皮孔。果倒卵状椭圆形、卵形至长椭圆形，长1～1.5cm，宽4～8mm，先端长渐尖，光滑[6, 7]。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 紫丁香叶样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
ZDXY-1	叶	浑江区蔡家沟	药材
ZDXY -2	叶	集安市青石镇蒿子沟村	药材
ZDXY -3	叶	辉南县祥子哨镇小椅山水库	药材
ZDXY -4	叶	柳河县红石镇红石希望小学东南	药材
ZDXY -5	叶	柳河县姜家店朝鲜族乡	药材
ZDXY -6	叶	辉南县祥子哨镇	药材
ZDXY -7	叶	东昌区金厂镇福参源生态园	药材
ZDXY -8	叶	通化市二道江区	药材
ZDXY -9	叶	通化市东昌区江东乡	药材
ZDXY -10	叶	梅河口市	药材

备注：紫丁香叶ZDXY-2制备成腊叶标本，经于俊林教授鉴定为木犀科植物紫丁香，实验中采用ZDXY-2作为紫丁香叶的对照药材与其他样品进行对比。

图1 紫丁香原植物

图2 紫丁香叶标本

【性状】 根据对收集到的10批紫丁香叶样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品多皱缩，有的破碎，完整叶片展平后呈宽卵形，长5～12cm，宽6～15cm。表面暗绿色或灰绿色。先端渐尖或锐尖，基部近心形，全缘，无毛，沿柄常下延，叶柄长1～2.5cm。质脆，易碎。气微，味苦。

本品主要鉴别特征为先端渐尖或锐尖，基部近心形，全缘，无毛，沿柄常下延。详见图3。

【鉴别】（1）粉末显微特征：取10批紫丁香叶药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末绿色。表皮细胞呈类多角形，内含多数细小的草酸钙结晶。上表皮下方栅栏细胞明显。下表皮细胞近长方形，气孔不定式或不等式，副卫细胞4～6个。螺纹导管多见。详见图4。

图3 紫丁香叶药材

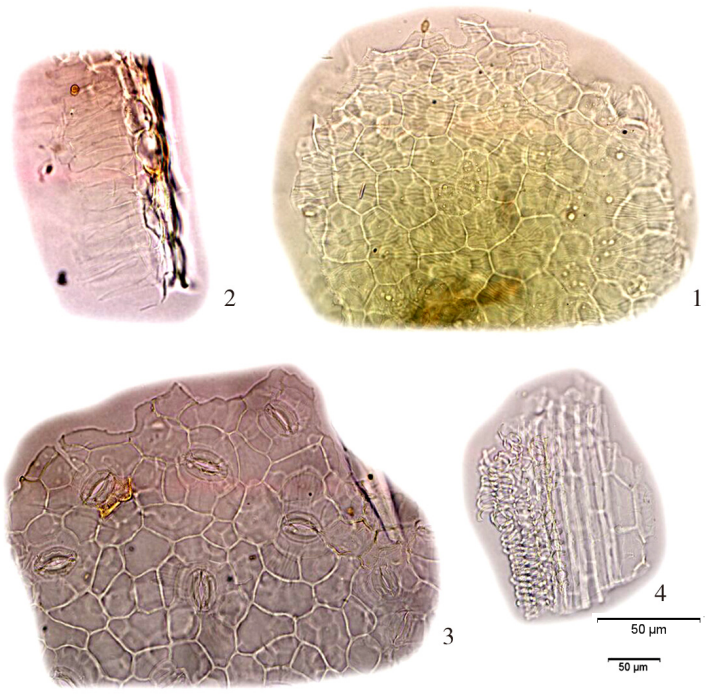


图4 紫丁香叶粉末

1.表皮细胞（含细小草酸钙结晶） 2.栅栏细胞 3.气孔 4.导管

（2）取本品粉末0.5g，加甲醇15ml，超声处理15分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取紫丁香叶对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（5:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁–1%铁氰化钾（1:1）的溶液（临用配制），日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。10批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故收入正文。详见图5。

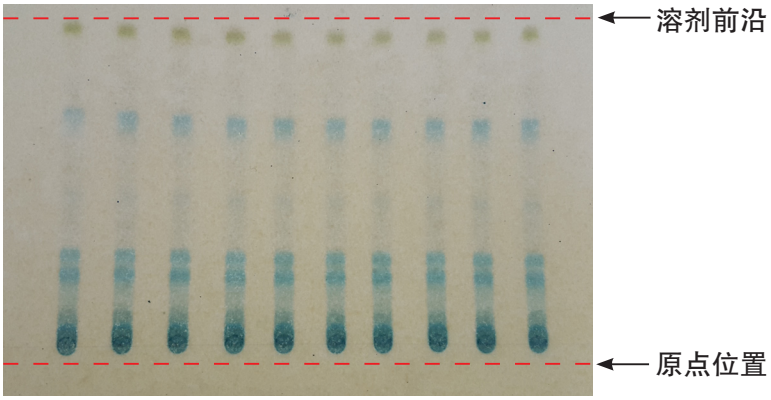


图5 紫丁香叶药材及对照药材TLC图

1.ZDXY-1　2. ZDXY-2（对照药材）　3.ZDXY-3　4. ZDXY-4　5.ZDXY-5
6. ZDXY-6　7.ZDXY-7　8. ZDXY-8　9.ZDXY-9　10. ZDXY-10

色谱条件：硅胶G薄层预制板，国药集团化学试剂有限公司，批号：20160226，规格：10cm×20cm
圆点状点样，点样量5μl；展距：8cm；温度：25℃；相对湿度：60%；
展开剂：三氯甲烷-甲醇（5∶1）；
显色与检视：喷以2%三氯化铁–1%铁氰化钾（1∶1）的溶液（临用配制），日光下检视。

耐用性考察：采用三个厂家预制板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20160802；烟台市化学工业研究所，批号20160506；国药集团化学试剂有限公司，批号：20160226），对不同展开温度和相对湿度（8℃、30%）、（30℃、80%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

【检查】 水分　照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表2。根据最高值、最低值及平均值，并考虑到该药材多为野生，生长环境比较潮湿，因此，规定本品水分限度为不得过12.0%。

表2 紫丁香叶样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
ZDXY-1	8.1	ZDXY-6	6.2
ZDXY-2	6.6	ZDXY-7	6.7
ZDXY-3	6.9	ZDXY-8	6.5
ZDXY-4	6.8	ZDXY-9	6.7
ZDXY-5	6.8	ZDXY-10	7.0

总灰分　照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，结果见表3。根据最高值、最低值及平均值，将本品药材总灰分限度规定为不得过10.0%。

表3 紫丁香叶总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
ZDXY-1	9.9	ZDXY-6	8.7
ZDXY-2	7.2	ZDXY-7	7.9
ZDXY-3	7.9	ZDXY-8	7.1
ZDXY-4	7.3	ZDXY-9	6.7
ZDXY-5	7.5	ZDXY-10	8.9

【浸出物】 紫丁香叶主要含有原儿茶酸、酪醇、3，4二羟基苯乙醇、3，4二羟基苯甲酸、咖啡酸、紫丁香苷[8]、三萜类化合物等成分[9]，由于该类成分多为醇溶性成分，因此考虑用稀乙醇、70%乙醇和乙醇作为溶剂进行考察。结果稀乙醇测定值较乙醇和70%乙醇测定值高，所以采用稀乙醇作溶剂。照《中国药典》2015年版 四部 通则2201醇溶性浸出物测定法测定（热浸法）。对10批样品进行浸出物测定，结果见表4。根据测定结果最高值、最低值及平均值，将本品浸出物限度定为不得少于35.0%。

表4 紫丁香叶浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
ZDXY-1	48.6	ZDXY-6	44.0
ZDXY-2	46.3	ZDXY-7	44.4
ZDXY-3	44.9	ZDXY-8	44.9
ZDXY-4	41.8	ZDXY-9	42.2
ZDXY-5	45.2	ZDXY-10	43.2

【含量测定】 紫丁香叶味苦、性寒、有清热燥湿的作用，民间多用于止泻。紫丁香鲜叶制成的溶液，对弗氏痢疾杆菌进行体外抑菌试验，效果较强；用于防治菌痢。紫丁香叶主要含有酪醇、咖啡酸、紫丁香苷、原儿茶酸、三萜类化合物等[8~10]。为了提高本品质量控制水平，参考文献选择高效液相色谱法测定紫丁香叶中有效成分酪醇含量，方法学研究结果显示，该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，专属性强，可作为该品种的内在质量控制方法。具体测定方法考察和实验结果如下。

1.方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基键合硅胶为填充剂；以甲醇–0.1%磷酸溶液（5∶95）为流动相，检测波长为278nm。理论板数按酪醇峰计算应不低于3000。

酪醇对照品在278.0nm波长处有最大吸收，确定测定波长为278nm，详见图6。

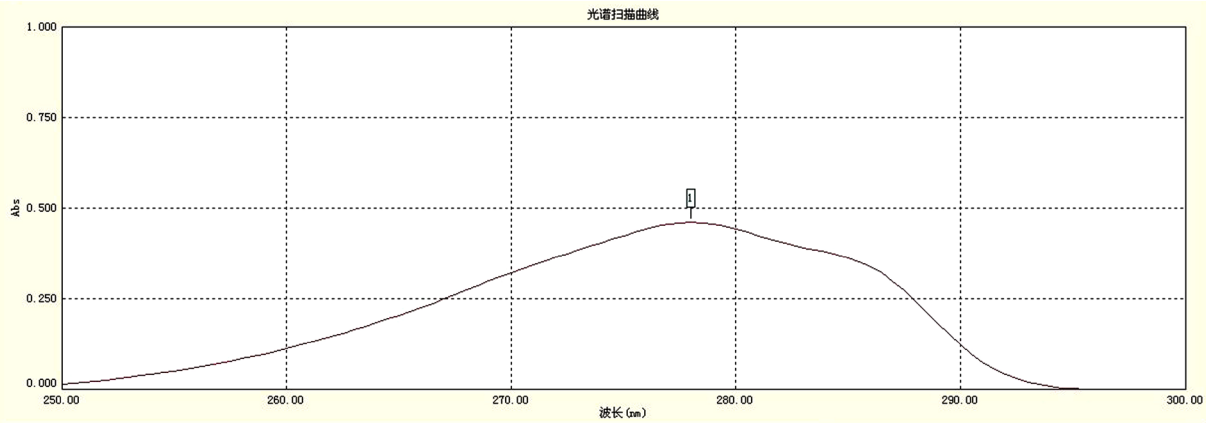


图6 酪醇紫外扫描图

1.2 提取方法

1.2.1 提取溶剂考察

取本品粉末（过三号筛）约2g，精密称定，取4份，分别加甲醇、30%甲醇、50%甲醇、水25ml，超声处理30分钟，用相对应的溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。照标准正文色谱条件测定。结果详见表5。

表5 提取溶剂考察表

提取溶剂	酪醇峰面积
甲醇	2.108
30%甲醇	4.870
50%甲醇	5.103
水	8.943

结果显示：以水为溶剂提取充分，固选择酪醇含量高的水为提取溶剂。

1.2.2 提取方法考察

方法一：取本品粉末（过三号筛）约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入水25ml，超声处理1小时，放冷，滤过，用25ml的水分次洗涤容器，滤过，合并滤液，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣用适量甲醇溶解，并转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

方法二：取本品粉末（过三号筛）约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入水25ml，加热回流1小时，放冷，滤过，用25ml的水分次洗涤容器，滤过，合并滤液，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣用适量甲醇溶解，并转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

方法三：取本品粉末（过三号筛）约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入乙醚25ml，超声处理30分钟，滤过，弃去滤液，药渣挥干乙醚，加水25ml，超声处理1小时，放冷，滤过，用25ml的水分次洗涤容器，滤过，合并滤液，用乙酸乙酯振摇提取2

次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣用适量甲醇溶解，并转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。结果见表6。

表6 提取方法考察表

提取方法	酪醇峰面积
方法一	8.057
方法二	18.094
方法三	4.642

结果显示：根据上表中酪醇的测定结果，回流后用乙酸乙酯提取的方法酪醇的含量较高，同时对乙酸乙酯提取后的水层进行了酪醇含量残留的测定，酪醇没有残留，说明用乙酸乙酯将酪醇完全提取出来，故选定回流后乙酸乙酯提取的方法二为测定方法。

1.2.3 提取时间的考察

取本品粉末（过三号筛）约2g，精密称定，分别取3份，置具塞锥形瓶中，加入水25ml，分别回流提取1小时、2小时、3小时，放冷，滤过，用25ml的水分次洗涤容器，滤过，合并滤液，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣用适量甲醇溶解，并转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。结果见表7。

表7 提取时间考察表

提取时间	酪醇峰面积
回流提取1小时	10.826
回流提取2小时	17.133
回流提取3小时	17.856

结果表明，提取2小时比提取1小时含量高，提取2小时和提取3小时比较，结果无明显变化，故确定样品的提取时间为2小时。

综合以上试验结果，最终紫丁香叶含量测定提取方法如下：取本品粉末（过三号筛）约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入水25ml，加热回流2小时，放冷，滤过，用25ml水分次洗涤容器，滤过，合并滤液，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，即得。

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取酪醇对照品约10mg，置10ml量瓶中，加甲醇适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，再精密吸取3ml置25ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。分别精密吸

取上述对照品溶液1ml、2ml、4ml、6ml、8ml、10ml置10ml量瓶中，加甲醇至刻度作为不同浓度对照品溶液。取上述不同对照品溶液10μl注入高效液相色谱仪测定，以对照品进样量（μg）为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。结果表明酪醇在0.12516～1.2516μg范围内，呈线性关系，符合外标法定量测定的要求。

回归方程为Y=0.0141X–0.1367（r=0.9991）

2.2 仪器精密度（进样重复性）试验

取同一批供试品，按正文拟定的色谱条件，连续进样进样测定6次，结果表明6次测定的酪醇峰面积的平均值10.493，RSD=1.7%（n=6），试验表明本法的精密度良好。

2.3 重复性试验

取同一批供试品，依正文方法平行测定6份，计算，6份样品测得酪醇含量平均值为0.030%，RSD=1.0%（n=6），试验结果表明本法的重复性良好。

2.4 准确度试验

精密称取酪醇对照品11.55mg，置10ml量瓶中，加甲醇适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，再精密吸取3ml置25ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。作为酪醇对照品储备液。

精密称取已知含量（酪醇含量：0.030%）的供试品粉末1.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，共6份，精密吸取上述对照品储备液3ml分别置于具塞锥形瓶中，按标准正文拟定的方法提取、测定，计算加样回收率，结果酪醇平均回收率为87.56%，RSD1.1%（n=6）

2.5 耐用性试验

2.5.1 不同色谱柱及不同仪器的考察

分别采用三家不同品牌的色谱柱及高效液相色谱仪①Agilent ZORBAX SB-phenyl（4.6mm×250mm，5μm）、②Platisil PH（4.6mm×250mm, 5μm）③Sepax GP-phenyl（4.6mm250mm，5μm）在三台液相色谱仪（a：Agilent 1200RRLC、b：戴安Ultimate3000、c：岛津LC-2010AHT）上进行了比较，测定供试品中酪醇的理论板数分别为17129、19307、14539。

结果表明，测定条件小的变动能满足系统适用性试验要求，能够保证方法的可靠性。

2.5.2 溶液稳定性的考察

取同一样品供试溶液，按标准正文拟定的方法提取，分别于0、2、8、12、16、22小时测定，记录酪醇的峰面积，其22小时内峰面积的平均值11.361，RSD=1.1%（n=6）。试验表明样品溶液的稳定性良好。

3.样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定的方法，测定10批样品中酪醇的含量（详见表8），含量平均值0.026%，考虑药材来源差异情况，规定本品以干燥品计算，含酪醇不得少于0.020%。

表8 紫丁香叶样品含量测定结果

样品编号	含量（%）	样品编号	含量（%）
ZDXY-1	0.012	ZDXY-6	0.036
ZDXY-2	0.035	ZDXY-7	0.034
ZDXY-3	0.031	ZDXY-8	0.035
ZDXY-4	0.031	ZDXY-9	0.029
ZDXY-5	0.025	ZDXY-10	0.008

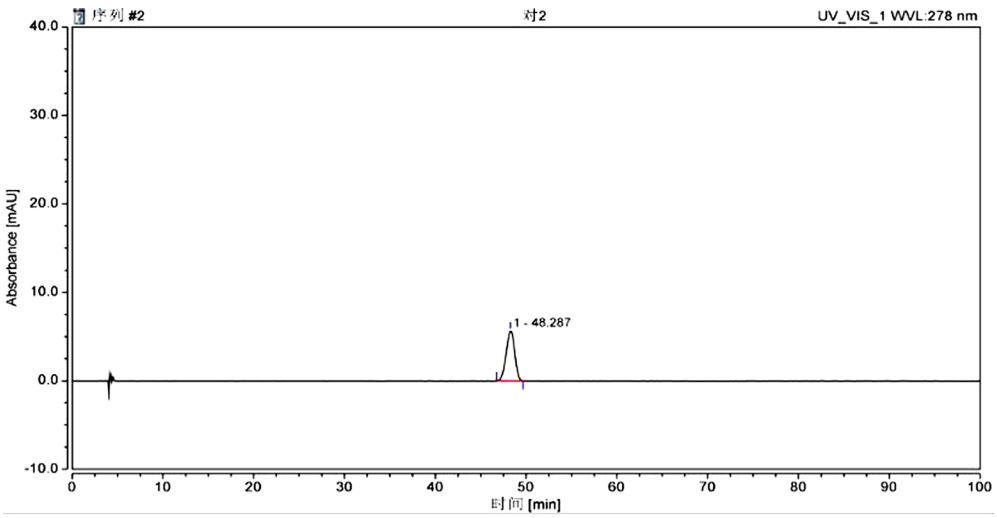


图7 酪醇对照品HPLC图

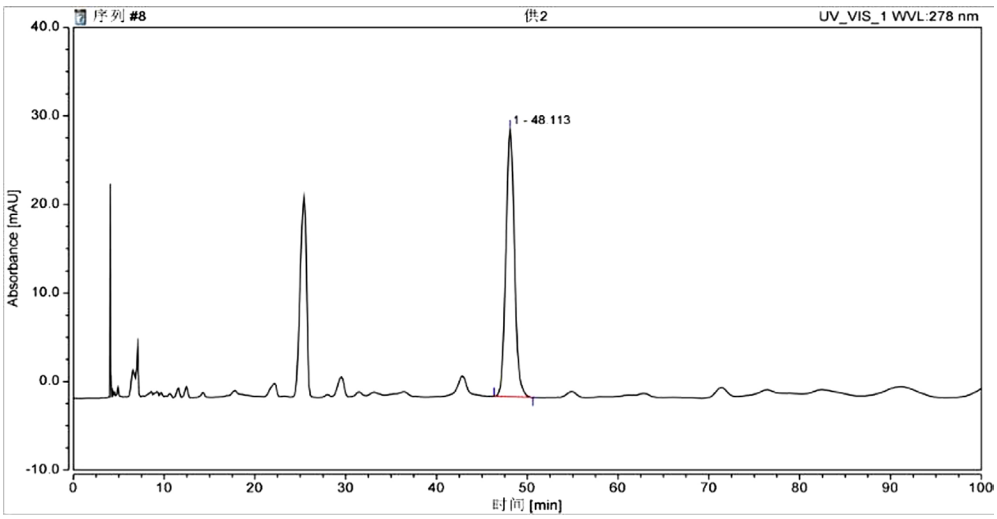


图8 紫丁香叶样品HPLC图

【性味与归经】《吉林省药品标准》（1977）性味为“苦、寒。”，经医学专家会确定为“苦、寒。归肝、肺，大肠经。”

【功能与主治】《吉林省药品标准》（1977）为“清肝、止痢。用于细菌性痢疾，传染性肝炎。”，经医学专家会确定为“清热解毒，利湿退黄。用于湿热泄泻，湿热黄疸，肝火目赤肿痛。”

将“作用与主治”修订为“功能与主治”。

【用法与用量】5～10g。沿用《吉林省药品标准》（1977）。

【贮藏】《吉林省药品标准》（1977）为“置阴凉干燥处。”，经医学专家会确定为“置通风干燥处。”

参考文献

[1]中国科学院植物研究所.中国高等植物图鉴[M].北京：科学出版社，28：696.
[2]南京中医药大学.中药大辞典上册[M].上海：上海科学技术出版社，2006：3282.
[3]国家中医药管理局.中华本草（第六册）[M]. 上海：上海科学技术出版社，1999：198.
[4]江苏省植物研究所.新华本草纲要（第三册）[M]. 上海：上海科学技术出版社.1990：252.
[5]吉林省卫生厅.吉林省药品标准1977版[S]. 1977：249.
[6]李作文.中国园林树木[J].沈阳：辽宁科学技术出版社，2008.
[7]中国科学院中国植物志编辑委员会.中国植物志（第61卷）[M].北京：科学出版社，1992：71.
[8]章春宇，庄程，商量.HPLC测定紫丁香叶中紫丁香苷的含量[J].中国执业药师，2015，12(03)：28-30.
[9]张道旭，陈重，李笑然，杨世林.紫丁香叶三萜类化学成分研究[J].中国医药指南，2011，9(11)：45-46.
[10]裴香萍，张淑蓉，裴妙荣，黄炫，黄灿林.高效液相色谱法测定紫丁香叶中酪醇的含量[J].光明中医，2008(06)：733-734.

研究起草人：雷杨　李岩岩　姜启娟　王侠　蔡喜生　刘海洋
起草单位：通化市食品药品检验所
复核单位：松原市食品药品检验所
审　　校：南善姬　杨志伟

貂　肾

Diaoshen

MUSTELA

本品为鼬科动物水貂 *Mustela vison* Sehreber的雄性的外生殖器。11月份至次年3月份采收，3月份为佳，屠宰后，割取阴茎及睾丸，除净残肉及油脂，风干。

【性状】 本品呈长条形，长3.5～7.0cm。表面黄棕色至棕红色，前端呈钩状。质坚硬，不易折断。基部有两个睾丸。气腥，味咸。

【鉴别】 （1）取本品阴茎煮熟，弃去筋肉，可见阴茎骨表面黄白色，长4～6 cm，先端有向后上方弯曲的骨钩，腹面有1明显的凹沟，侧面有纵沟一条。质坚硬，难折断。

（2）本品粉末淡黄白色至棕红色。骨碎片较多，淡黄色至灰色，呈长条形、不规则块状、三角形或方形，大小不等，表面有细纹理；骨陷窝呈类梭形或类圆形，边缘的骨小管呈放射状沟纹，边缘不整齐。肌肉碎片可见，淡黄色至灰黄色，呈不规则形、长条形或块状，纵断面观可见肌纤维，明暗带明显，明带较宽，暗带隐约可见。睾丸碎片为棕色至深棕色，具细小纹理。

（3）取残留毛置显微镜下观察：毛干中部直径较粗，髓骨细胞多为1列，毛小皮纹理下中部尖山状，中上部覆瓦状，上部横行波状。

（4）取本品睾丸粉末0.2g，加入三氯甲烷25ml，加热回流30分钟，滤过，滤液浓缩至约2ml，作为供试品溶液。另取貂睾丸对照药材0.2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取供试品溶液2～5μl、对照药材溶液3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-丙酮（6∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，再置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】 **水分**　取本品切片，破碎后测定，不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第三法）。

酸不溶性灰分　取本品粉末（过一号筛）适量，不得过4.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则2302）。

【浸出物】 取本品粉末（过一号筛）适量，照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用70%乙醇作溶剂，不得少于

11.0%。

【含量测定】 标准品溶液的制备 分别精密量取钙（Ca）标准溶液适量，置100ml量瓶中，加入20g/L镧溶液［取23.45g氧化镧，先用少量水湿润后再加入75ml盐酸溶液（1→2）溶解，转入1000ml容量瓶中，加水定容至刻度，混匀］5ml，用5%硝酸溶液稀释至刻度，制成每lml分别含钙0μg、0.5μg、1.0μg、2.0μg、4.0μg、6.0μg、15.0μg的溶液。

供试品溶液的制备（以下三种方法任选一种）

A法 取供试品粗粉0.3g，精密称定，置于聚四氟乙烯消解罐内，加硝酸5～7ml，浸泡过夜，盖好内盖，旋紧外套，置微波消解炉内，进行消解。消解完全后，取消解内罐置电热板上于140～160℃缓缓加热至红棕色蒸气挥尽，并继续缓缓浓缩至1～2ml，放冷，用水转入25ml量瓶中，并用水稀释至刻度，摇匀，取1ml，置100ml量瓶中，加入20g/L镧溶液5ml，加5%硝酸溶液稀释至刻度，即得。同时同法制备试剂空白溶液。

B法 取供试品粗粉0.6g，精密称定，置凯氏烧瓶中，加硝酸-高氯酸（4∶1）混合溶液5～10ml，混匀，瓶口加一小漏斗，浸泡过夜。置电热板上加热消解，保持微沸，若变棕黑色，再加硝酸-高氯酸（4∶1）混合溶液适量，持续加热至溶液澄明后升高温度，继续加热至冒浓烟，直至白烟散尽，消解液呈无色透明或略带黄色，放冷，转入50ml量瓶中，用水洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，取1ml，置100ml量瓶中，加入20g/L镧溶液5ml，加5%硝酸溶液稀释至刻度，即得。同时同法制备试剂空白溶液。

C法 取供试品粗粉0.3g，精密称定，置瓷坩埚中，于电热板上先低温炭化至无烟，移入高温炉中，于550℃灰化5～6小时（若个别灰化不完全，加硝酸适量，于电热板上低温加热，反复多次直至灰化完全），取出冷却，加10%硝酸溶液5ml使溶解，转入25ml量瓶中，用水洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，取1ml，置100ml量瓶中，加入20g/L镧溶液5ml，加5%硝酸溶液稀释至刻度，即得。同时同法制备试剂空白溶液。

测定法 取标准品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0406 第一法），在422.7nm的波长处测定，计算，即得。

本品按干燥品计算，含钙（Ca）应为1.35%～4.65 %。

【性味与归经】 咸，温。归肝、肾、膀胱经。

【功能与主治】 补肾壮阳，祛寒。用于肾虚精冷，腰膝酸痛，耳聋耳鸣，阳萎，早泄。

【用法与用量】 10～25g，炖服，熬膏或入丸、散等。

【贮藏】 阴凉干燥处，防蛀，防腐。

貂肾质量标准起草说明

【药材名称】正名　　貂肾
汉语拼音名　　Diaoshen
拉丁名　　MUSTELA

【概述】貂肾古籍中未有记载，水貂鞭见于1986年《中医年鉴》。貂肾原标准，吉药监注〔2002〕355号貂肾标准[1]。本品具治疗肾阳虚，肝肾阴虚，心脾两虚，湿热[2]的功效。在吉林、黑龙江和辽宁等省均有养殖，资源丰富。貂肾为七鞭回春乐胶囊和三肾温阳酒的原料[3,4]，吉林省有2家药厂使用该药材。

【来源】通过对貂肾进行考证，确定基源为鼬科动物水貂 *Mustela vison* Sehreber的雄性的外生殖器。

动物形态：身躯细长，体长约40cm，头小，眼圆，约20根发达触须、四肢粗壮，前肢比后肢略短，指、趾间具蹼，后趾间的蹼较明显，足底有肉垫，尾巴粗大，蓬松长度约为20cm。貂的品种有彩色水貂，黑色标准水貂、丹麦黑色标准水貂和美国短毛黑水貂。见图1。

貂肾以鼬科动物水貂 *Mustela vison* Sehreber的雄性的外生殖器入药，11月份至次年3月份采收，3月份为佳，屠宰后，割取阴茎及睾丸除净残肉及油脂，风干。实验研究表明，貂鞭同其他鞭一样含有18种氨基酸，但比鹿鞭、驴鞭、狗鞭的氨基酸总含量少约一半。但是貂鞭中铁、锌、铜、钙大大超过其他鞭类产品[5]。鞭类药物的应用，运用中医学“以脏补脏”的原理[6]。《青囊钞》记载[7]“水貂鞭宜男，能救子嗣之艰”。因此，将貂肾入药有一定的科学依据。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1、图2。

表1 貂肾样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
DS-1	阴茎及睾丸	辽宁省大连	药材
DS-2	阴茎及睾丸	吉林省左家	药材
DS-3	阴茎及睾丸	药厂供样	药材
DS-4	阴茎及睾丸	药厂供样	药材
DS-5	阴茎及睾丸	药厂供样	药材
DS-6	阴茎及睾丸	吉林省白山	药材
DS-7	阴茎及睾丸	黑龙省哈尔滨	药材
DS-8	阴茎及睾丸	吉林省吉林	药材
DS-9	阴茎及睾丸	吉林省和龙	药材
DS-10	阴茎及睾丸	吉林省白山	药材

备注：貂肾样品DS-1制成标本，经鉴定，结果确定其为鼬科动物水貂 *Mustela vison* Schreber的干燥阴茎及睾丸，实验中以DS-1貂肾的睾丸作为貂肾的睾丸对照药材与其它样品进行对比。

图1 貂动物原图

图2 貂肾药材

【性状】 根据对收集到的10批貂肾样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈长条形，长3.5～7.0cm，表面黄棕色至棕红色。前端呈钩状，质坚硬，不易折断。基部有两个睾丸。气腥，味咸。见图2。

【鉴别】 （1）取本品阴茎煮熟，弃去筋肉，可见阴茎骨表面黄白色，长4～6cm，先端有向后上方弯曲的骨钩，腹面有1明显的凹沟，侧面有纵沟一条。质坚硬，难折断。见图3。

图3 阴茎显微图

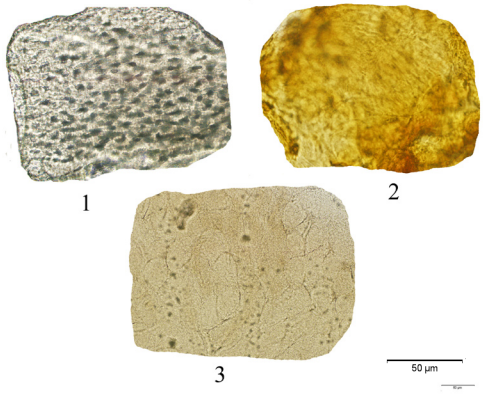


图4 貂肾粉末

1. 骨碎片 2. 肌肉碎片 3. 睾丸碎片

（2）粉末显微特征：取10批貂肾药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末淡黄白色至棕红色。骨碎片较多，淡黄色至灰色，呈长条形、不规则块状、三角形或方形，大小不等，表面有细纹理，骨陷窝呈类梭形或类圆形，边缘的骨小管呈放射状沟纹，边缘不整齐。肌肉碎片可见，淡黄色至灰黄色，呈不规则形、长条形或块状，纵断面观可见肌纤维，明暗带明显，明带较宽，暗带隐约可见。睾丸碎片为棕色至深棕色，具细小纹理。见图4。

（3）取残留毛置显微镜下观察：毛干中部直径较粗，髓骨细胞多为1列，毛小皮纹理下中部尖山状，中上部覆瓦状，上部横行波状。见图5。

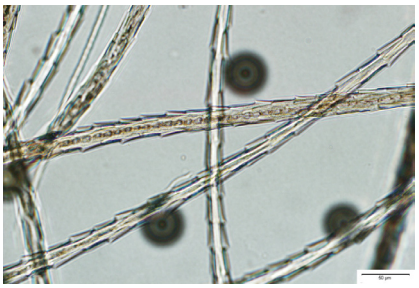


图5 残留毛

（4）取本品睾丸粉末0.2g，加三氯甲烷25ml，加热回流30分钟，滤过，滤液浓缩至约2ml，作为供试品溶液。另取貂睾丸对照药材0.2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部 通则0502）试验，吸取供试品溶液2～5μl、对照药材溶液3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-丙酮（6:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。再置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。详见图6、图7。

耐用性实验考察：两个厂家硅胶G预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20170209；黄海化工厂，批号：20140905）的展开效果进行考察，对不同展开温度（4℃、22℃、30℃），对点状、条带状点样，对不同点样量，对不同展距和显色前后变化进行考察，样本在8cm展距条件下展开效果达到要求，表明本法具有良好耐用性。

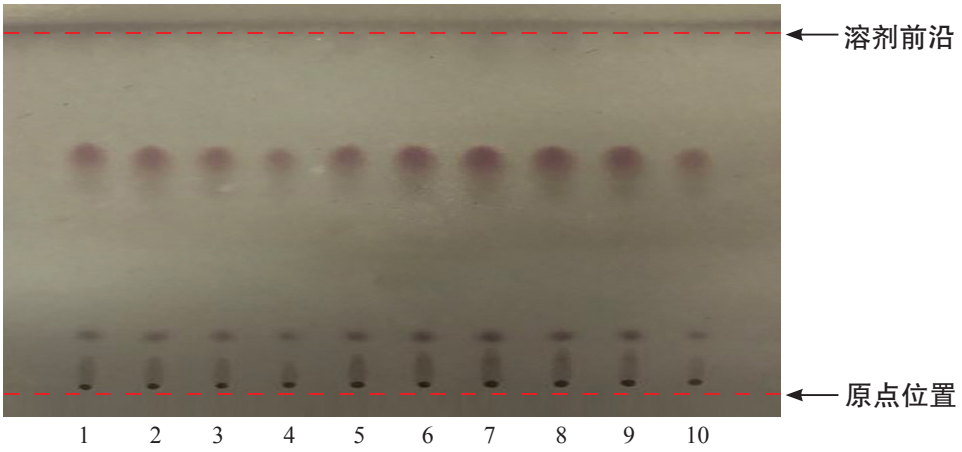


图6 貂睾丸TLC图（日光下）

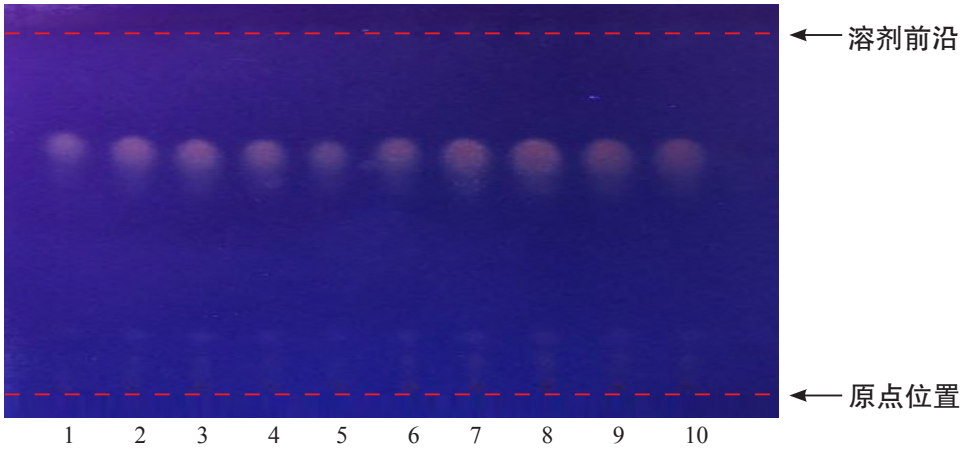


图7 貂睾丸TLC图（365nm）

1. DS-1（同时为对照药材） 2. DS-2 3. DS-3 4. DS-4 5. DS-5 6. DS-6 7. DS-7
8. DS-8 9. DS-9 10. DS-10

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20140108，规 格10cm×20cm；
点状点样，点样量：3μl；展距：8cm；温度：20℃，相对湿度：40%；
展开剂：正己烷-丙酮（6∶1）；
显色与检视：喷以10%硫酸乙醇溶液，105℃加热至斑点显色清晰。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第三法）测定。

根据多次测定结果，最高值为12.44%，平均值为7.9%，为防止霉变将水分限度规定为不得过13.0%。实验结果见表2。

表2 貂肾样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
DS-1	6.75	DS-6	4.16
DS-2	12.44	DS-7	11.87
DS-3	11.33	DS-8	4.20
DS-4	7.52	DS-9	5.00
DS-5	7.74	DS-10	8.12

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

最高值为2.41%，最低值为0.05%，见表3。征求意见的过程中，药厂又提供了10批样品，经测定均值为2.8%，见表4，规定酸不溶性灰分不得过4.0%。

表3 貂肾样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶灰分（%）	样品编号	酸不溶灰分（%）
DS-1	0.09	DS-6	0.26
DS-2	0.15	DS-7	0.14
DS-3	2.41	DS-8	0.51
DS-4	0.05	DS-9	0.25
DS-5	0.46	DS-10	0.23

表4 药厂的貂肾样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶灰分（%）	样品编号	酸不溶灰分（%）
DS-1	2.6	DS-6	3.2
DS-2	2.8	DS-7	2.5
DS-3	2.7	DS-8	3.1
DS-4	2.8	DS-9	2.7
DS-5	2.9	DS-10	2.8

【浸出物】 取供试品适量，照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定。对不同浓度的乙醇溶液进行考察，结果用70%乙醇提取浸出物含量最高。10批样品测定结果的平均值为28.6%，最低值为11.2%，考虑样品中油脂的除净程度等因素。最终规定浸出物不得少于11.0%。结果见表5。

表5 貂肾样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
DS-1	60.08	6DS-	25.69
DS-2	19.33	DS-7	30.81
DS-3	16.47	DS-8	20.54
DS-4	34.31	DS-9	41.59
DS-5	11.17	DS-10	25.70

【含量测定】 貂肾本身含有骨骼，含钙量的高低不但可以反应貂肾油脂的除净程度，从某种程度上还可以反应貂的年龄，采用原子吸收分光光度法测定貂肾中钙的含量，结果显示该方法灵敏度高，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品内在质量的控制方法，具体测定方法考察和实验结果如下。

1. 方法考察与结果

1.1 消解用酸的考察

取含量测定项下所用的硝酸溶液，按标准正文含量测定项下的条件测定。测定结果对钙的含量测定无干扰，符合规定。

1.2 消解方法的考察

选择微波消解法，湿法消解和干法灰化对同一批样品进行处理，按标准正文含量测定项下的方法测定，结果三种处理方法对结果影响不大，考虑每个单位的条件不同，将三种处理方法都列入标准正文。

2. 方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

分别精密量取钙（Ca）标准溶液适量，置100ml量瓶中，加入20g/L镧溶液（取23.45g氧化镧，先用少量水湿润后再加入75ml盐酸溶液（1→1）溶解，转入1000ml容量瓶中，加水定容至刻度，混匀）5ml，用5%硝酸溶液稀释至刻度，制成每lml分别含钙0μg、0.5μg、1.0μg、2.0μg、4.0μg、6.0μg、15.0μg的溶液。将钙标准系列溶液按浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器，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。结果钙（Ca）浓度在0～15μg/ml范围内，线性关系良好，回归方程为Y=0.021769X+0.0020394，r=0.9999。

2.2 精密度试验

2.2.1 重复性试验

取同一批样品粗粉0.3g，精密称定，置微波消解罐内，共6份，照标准正文含量测

定项下的A法处理，测定，结果钙（Ca）含量均值为1.98%，RSD=0.7%（n=6），结果表明该法重复性良好。

2.2.2 中间精密度

取同一批样品粗粉0.3g，三名不同操作人员，二台不同的原子吸收分光光度计，不同检测日期，照标准正文含量测定项下的方法处理、测定，结果测得钙（Ca）含量平均值为1.91%，RSD=2.1%（n=6）。试验结果表明该法的中间精密度良好。

2.3 准确度试验

精密称取已知含量样品（钙（Ca）含量为3.84%）6份，每份约0.16g，分别精密加入1mg/ml的钙标准溶液6ml，置石墨消解仪上浓缩至约1ml，照标准正文含量测定项下方法制备，测定计算加样回收率，平均回收率为92.3%，RSD=2.0%（n=6），结果表明该方法准确度良好。

2.4 耐用性试验

2.4.1 稳定性的考察

照标准正文含量测定项下的方法制备、测定，样品溶液在1小时、4小时、8小时、10小时、12小时、24小时进样测定，计算钙（Cα）含量均值为3.15%，RSD=0.9%（n=6），试验结果表明样品溶液在24小时内稳定性良好。

2.4.2 硝酸体积的考察

取同一批样品粗粉0.3g，精密称定，置微波消解罐内，共3份，分别加入5ml、6ml、7ml硝酸，照标准正文含量测定项下A法制备，测定。结果钙（Ca）含量平均值为3.13%，RSD=1.3%（n=3），表明本法耐用性良好。

3.样品测定及含量限度的确定

取样品10批，按照标准正文含量测定项下的方法进行测定，结果见表6。根据10批样品的测定结果，最低值为1.84%，考虑大量样本，下浮20%为1.47%，最高值为3.84%，上浮20%为4.61%，综合考虑，规定值为1.35%～4.65%，之间最合理。

表6 貂肾样品含量测定结果

样品编号	含量（%）	样品编号	含量（%）
DS-1	3.84	DS-6	2.49
DS-2	2.42	DS-7	2.86
DS-3	1.90	DS-8	3.14
DS-4	2.32	DS-9	2.40
DS-5	1.84	DS-10	2.36

根据原标准，经医学专家组确定。

【性味与归经】 咸，温。归肝、肾、膀胱经[1]。

【功能与主治】 补肾壮阳，祛寒[1]。用于肾虚精冷，腰膝酸痛，耳聋耳鸣，阳萎，早泄。

【用法与用量】 10～25g[1]，炖服，熬膏或入丸、散等。

【贮藏】 阴凉干燥处，防蛀，防腐。

参考文献

[1]貂肾[S]. 吉药监注〔2002〕355 号.

[2]张天，冯雨玲. 阳痿的治疗[J]. 中医年鉴：人民卫生出版社，1986：182-183.

[3]中华人民共和国卫生部药典委员会.中华人民共和国卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂第十三册，1997：9.

[4]国家药品监督管理局.国家中成药品标准汇编[S]. 内科肾系分册，2002：324-328.

[5]武汉大学. 普通动物学[M]. 北京：人民教育出版社，1978：10.

[6]唐慎微. 证类本草[M]. 华夏出版社，1993：469.

[7]马逸清. 黑龙江省兽类志[M]. 哈尔滨：黑龙江科学技术出版社，1986：177.

研究起草人： 杨树东[1]　樊红军[1]　王辉[1]　李坦城[1]　李玉雪[1]　王乐奇[2]　周丽丽[1]　于海瑶[1]　谷杰[1]　王洪莹[1]　赵琳琳[3]　马巍[1]　张航[1]　王彤[1]　刘晓彤[1]　鲍佳音[4]

起草单位： 1.长春市食品药品检验中心；2.东北师范大学；3.吉林省药品检验所；4.吉林农业大学

复核单位： 松原市食品药品检验所

审　　校： 彭振宇　栾国华

DBY-22-JLYC-014-2017

蒺藜草

Jilicao

TRIBULI HERBA

本品为蒺藜科植物蒺藜*Tribulus terrestris* L. 的干燥地上部分。9月上、中旬果实成熟时采割，除去杂质，晒干。

【性状】 本品呈卷折团状或绑扎成捆。茎呈扁圆柱形，基部多分枝，较完整者，数茎水平展开聚生于一根，长20～200cm，直径0.1～0.8cm，近中空，灰绿色或灰黄色，被短柔毛，具平行纵棱纹，节部稍膨大，有分枝。叶多脱落、破碎，完整叶片展开为偶数羽状复叶，小叶斜长卵形，长0.5～1.7cm，宽0.1～0.5cm，背面被密毛。果实脱落，成熟或未成熟，直径0.7～1.2cm，由五个分果瓣组成，呈放射状排列，分果瓣呈斧状，长0.3～0.6cm，背部黄绿色，隆起，有纵棱及多数小刺，并有对称的长刺和短刺各一对，分别与相邻者靠接呈五角星状，分果瓣侧面粗糙，有网纹，灰白色，刺坚硬。体轻。气微，味微苦。

【鉴别】 （1）本品茎横切面：表皮细胞一列，外被角质层；非腺毛单细胞，有的中间有菲薄的隔。皮层为数列薄壁细胞。维管束外韧型，韧皮部外侧为微木化的纤维群，断续排列成环；束间形成层不明显；木质部导管径向排列，木纤维壁稍厚，间断排列于维管束之间。髓部发达。

粉末灰绿色或灰黄色。果皮石细胞成群或散在，淡黄色或黄色，长椭圆形、类圆形、三角形、长方形或长条形，直径15～40μm，细胞壁薄厚不匀。果皮纤维木化，上下层纵横交错排列，少数散在。纤维淡黄色或黄色，细长，多成束，壁较厚，断端较整齐。叶表皮栅状细胞一列，无色或淡黄色。非腺毛单细胞，较长，细胞壁多为波状弯曲。草酸钙方晶成片存在或散在，呈类方形、菱形或薄片状。淀粉粒类圆形或椭圆形，直径4～30μm，多为单粒，脐点点状或裂缝状，层纹不明显。导管为螺纹导管和具缘纹孔导管，直径14～30μm。

（2）取本品粉末2g，加三氯甲烷50ml，超声处理30分钟，滤过，滤渣用三氯甲烷20ml洗涤，弃去三氯甲烷液，残渣挥干，加水饱和的正丁醇50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液加氨试液充分振摇洗涤3次，每次40ml，弃去洗液，取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取蒺藜草对照药材2g，同法制成对照药材溶液。再取蒺藜呋甾皂苷B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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各2～4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（10∶6∶2）10℃以下放置分层的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以改良对二甲氨基苯甲醛溶液（取对二甲氨基苯甲醛1g，加盐酸34ml，甲醇100ml，摇匀，即得），在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，显相同的粉红色斑点；在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的6个或6个以上粉红色斑点。

【检查】 水分 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过15.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过6.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇做溶剂，不得少于9.5%。

【性味与归经】 苦、辛，微温。归肝、肺经。

【功能与主治】 平肝解郁，活血祛风，明目止痒。用于头痛眩晕，胸胁胀痛，乳僻乳痈，目赤翳障，风疹瘙痒。

【用法与用量】 5～10g。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

蒺藜草质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　蒺藜草
汉语拼音名　　Jilicao
拉丁名　　TRIBULI HERBA

【概述】 蒺藜草为《中国药典》收载的传统中药材蒺藜（果实）同种植物的不同药用部位，近代植物化学研究阐明，蒺藜地上全草与其果实含有极其近似的化学成分，与传统中药蒺藜的中医学理论与用药经验颇相吻合。为了区别二者，根据植物来源及药用部位，命名本药材为“蒺藜草”。

蒺藜*Tribulus terrestris* L. 的果实，始载于《神农本草经》，又在《本草便读》、《本草汇言》、《雷公炮制药性解》等诸多古籍中有载述，为历史悠久的常用中药，现收载于诸版《中国药典》[1]（以蒺藜为药材名）中。具有平肝解郁，活血化瘀等功能。《本草纲目》记载蒺藜的花和苗也供药用。《别录》中记载蒺藜苗“主风痒，可煮以浴”。《纲目》中记载蒺藜苗“煮汤，洗疥癣风疮作痒”。但古籍文献中未见蒺藜草的药用，直到八十年代，吉林敖东洮南药业股份有限公司用蒺藜草提取蒺藜粗皂苷，生产防治心脑血管疾病的新药“心脑舒通胶囊”，蒺藜草才开始用为药用植物原料，扩增了植物的药用部位。蒺藜原植物生于沙地、荒地、山坡、路边。在全国大部分地区均有分布。

【来源】 本品为蒺藜科植物蒺藜*Tribulus terrestris* L. 的干燥地上部分。

植物形态：一年生草本。茎由基部分枝，平卧，全株密生白色柔毛。偶数羽状复叶，对生或互生，长1.5～6cm；具小叶5～8对，小叶对生，长圆形，长6～17mm，宽2～5mm，顶端锐尖或钝，基部稍偏斜，近圆形，全缘。花黄色，单生于叶腋；萼片5，宿存；花瓣5；雄蕊10，生于花盘基部，5个较短雄蕊的花丝基部有鳞片状腺体，子房5棱，柱头5裂。果由5个分果瓣组成，每果瓣具长短棘刺各1对；背面有短硬毛及瘤状突起。花期6～7月，果期7～8月[2]。

收割期的确定：蒺藜为一年生草本植物，种子繁殖，生长旺盛。于果实成熟期收割其地上部分，散落果实翌年或隔年萌发，在吉林产地4～6月陆续出苗，5～8月开花，6～9月结果。果实成熟者，茎粗实，质地较佳，蒺藜草的呋甾皂苷含量动态变化测试结果表明以8月中旬～9月中旬为较佳采收期，但考虑8月中旬该植株较嫩，雨水也较大，不利收割、晾晒和贮存，故规定收割期为9月上、中旬。就地迅速自然晒干，打捆。

起草样品收集情况：共收到样品32批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 蒺藜草样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
JLC-1	地上部分	吉林省通榆县团结乡顺山	药材
JLC-2	地上部分	吉林省通榆县团结乡建设	药材
JLC-3	地上部分	吉林省通榆县团结乡李油房	药材
JLC-4	地上部分	吉林省通榆县团结乡新发	药材
JLC-5	地上部分	吉林省通榆县团结乡马厂	药材
JLC-6	地上部分	吉林省通榆县团结乡元宝屯	药材
JLC-7	地上部分	吉林省通榆县团结乡民主	药材
JLC-8	地上部分	吉林省通榆县团结乡北河	药材
JLC-9	地上部分	吉林省通榆县团结乡胜利	药材
JLC-10	地上部分	吉林省通榆县团结乡王家店	药材
JLC-11	地上部分	吉林省通榆县兴隆山镇交各庙	药材
JLC-12	地上部分	吉林省通榆县兴隆山镇西长发	药材
JLC-13	地上部分	吉林省通榆县新兴乡西太	药材
JLC-14	地上部分	吉林省通榆县乌兰花镇后木	药材
JLC-15	地上部分	吉林省洮南市车力	药材
JLC-16	地上部分	吉林省洮南市安定	药材
JLC-17	地上部分	吉林省洮南市洮府乡	药材
JLC-18	地上部分	吉林省洮南市二龙	药材
JLC-19	地上部分	吉林省洮南市联合	药材
JLC-20	地上部分	吉林省通榆县新华	药材
JLC-21	地上部分	吉林省通榆县包拉温都	药材
JLC-22	地上部分	吉林省通榆县团结乡胜利	药材
JLC-23	地上部分	吉林省通榆县兴隆山	药材
JLC-24	地上部分	吉林省洮南市车力	药材
JLC-25	地上部分	吉林省洮南市安定乡四海	药材
JLC-26	地上部分	吉林省洮南市安定乡友谊	药材
JLC-27	地上部分	吉林省通榆县团结乡民主	药材
JLC-28	地上部分	吉林省通榆县兴隆山	药材
JLC-29	地上部分	吉林省通榆县向海和平	药材
JLC-30	地上部分	吉林省通榆县团结乡	药材
JLC-31	地上部分	吉林省通榆县新发自力	药材
JLC-32	地上部分	吉林省通榆县向海新发	药材

图1 蒺藜原植物

图2 蒺藜草标本

【性状】 根据对收集到的32批蒺藜样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈卷折团状或绑扎成捆。茎呈扁圆柱形，基部多分枝，较完整者，数茎水平展开聚生于一根，长20～200cm，直径0.1～0.8cm，近中空，灰绿色或灰黄色，被短柔毛，具平行纵棱纹，节部稍膨大，有分枝。叶多脱落、破碎，完整叶片展开为偶数羽状复叶，小叶斜长卵形，长0.5～1.7cm，宽0.1～0.5cm，背面被密毛。果实脱落，成熟或未成熟，直径0.7～1.2cm，由五个分果瓣组成，呈放射状排列，分果瓣呈斧状，长0.3～0.6cm，背部黄绿色，隆起，有纵棱及多数小刺，并有对称的长刺和短刺各一对，分别与相邻者靠接呈五角星状，分果瓣侧面粗糙，有网纹，灰白色，刺坚硬。体轻。气微，味微苦。药材图片见图3。

图3 蒺藜草药材

【鉴别】（1）显微特征：根据对收集的32批蒺藜草进行制片观察。显微组织片的制备以水合氯醛装片为主，观察本品的横切面和粉末显微特征。为了力求直观和真实，全部组织显微图均采用显微照相技术进行拍照。

本品茎横切面：表皮细胞一列，外被角质层；非腺毛单细胞，有的中间有菲薄的隔。皮层为数列薄壁细胞。维管束外韧型，韧皮部外侧为微木化的纤维群，断续排列成环；束间形成层不明显；木质部导管径向排列，木纤维壁稍厚，间断排列于维管束之间。髓部发达。见图4。

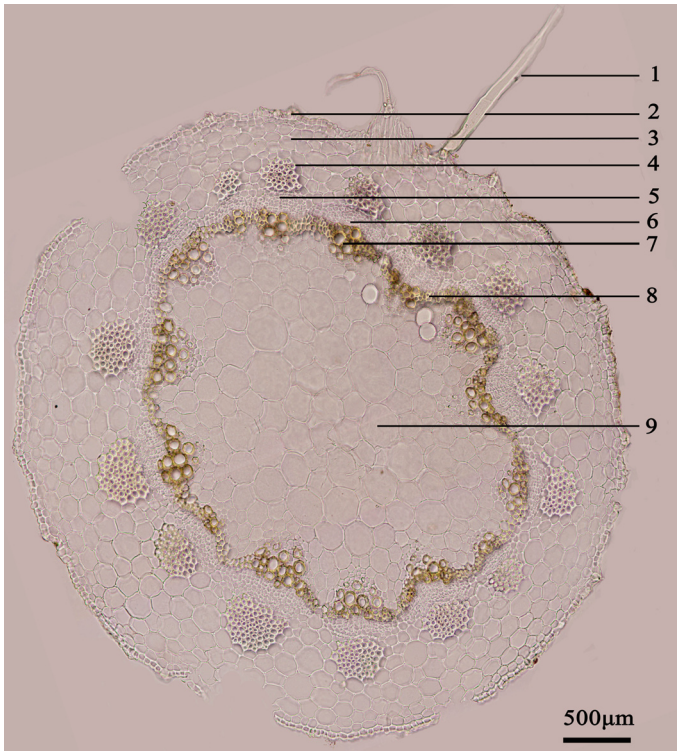


图4 蒺藜草茎横切面

1. 非腺毛　2. 表皮细胞　3. 皮层薄壁细胞　4. 纤维群　5. 韧皮部
6. 束间形成层　7.木质部　8. 木纤维　9. 髓

粉末灰绿色或灰黄色。果皮石细胞成群或散在，淡黄色或黄色，长椭圆形、类圆形、三角形、长方形或长条形，直径15～40μm，细胞壁薄厚不匀。果皮纤维木化，上下层纵横交错排列，少数散在。纤维淡黄色或黄色，细长，多成束，壁较厚，断端较整齐。叶表皮栅状细胞一列，无色或淡黄色。非腺毛单细胞，较长，细胞壁多为波状弯曲。草酸钙方晶成片存在或散在，呈类方形、菱形或薄片状。淀粉粒类圆形或椭圆形，直径4～30μm，多为单粒，脐点点状或裂缝状，层纹不明显。导管为螺纹导管和具缘纹孔导管，直径14～30μm。粉末显微特征见图5。

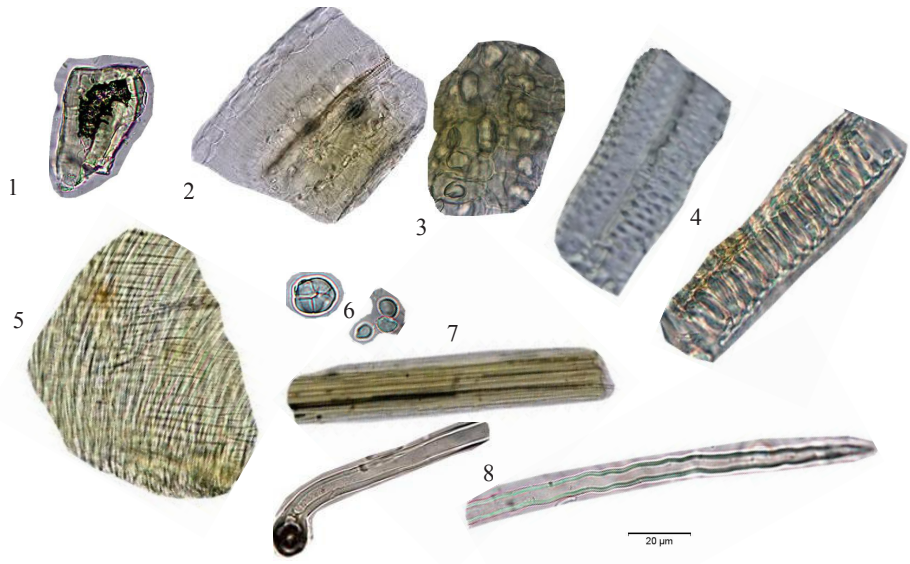


图5 蒺藜草粉末

1.石细胞　2.叶表皮栅状细胞　3.草酸钙方晶　4.导管
5.果皮纤维　6.淀粉粒　7.纤维　8.非腺毛

显微鉴别要点：（1）茎横切面　维管束外韧型，韧皮部外侧为微木化的纤维群，断续排列成环；束间形成层不明显；木质部导管径向排列，木纤维壁稍厚，间断排列于维管束之间。

粉末果皮纤维木化，上下层纵横交错排列；纤维淡黄色或黄色较长，多成束，壁较厚。叶表皮栅状细胞一列，无色或淡黄色；非腺毛单细胞，较长，细胞壁多为波状弯曲。草酸钙方晶成片存在或散在，呈类方形、菱形或薄片状。草酸钙砂晶散在。花粉粒类圆形，淡黄色，萌发孔不明显。

（2）呋甾皂苷类成分为蒺藜草中一类特征成分，也是一类有效成分，根据其化学成分性质，采用皂苷类成分的常规提取方法对样品进行前处理，再进行薄层色谱鉴别。

取本品粉末2g，加三氯甲烷50ml，超声处理30分钟，滤过，滤渣用三氯甲烷20ml洗涤，弃去三氯甲烷液，残渣挥干，加水饱和的正丁醇50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液加氨试液充分振摇洗涤3次，每次40ml，弃去洗液，取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取蒺藜草对照药材2g，同法制成对照药材溶液。再取蒺藜呋甾皂苷B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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各2～4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（5∶3∶1）10℃以下放置分层的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以改良对二甲氨基苯甲醛溶液（取对二甲氨基苯甲醛1g，加盐酸34ml，甲醇100 ml，摇匀，即得），在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，显相同的粉红色斑点；在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的6个或6个以上粉红色斑点。

32批样品按本法检验，均符合规定，薄层色谱分离效果较好，斑点清晰，重现性好。见图6。

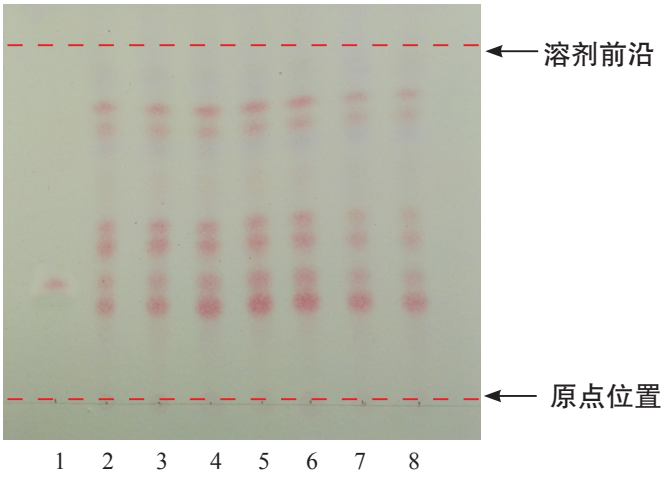


图6 蒺藜草样品TLC图

1.蒺藜呋甾皂苷B对照品 2.JLC-1 3.JLC-2 4.JLC-4 5.JLC-5 6.JLC-6 7.JLC-7 8.蒺藜草对照药材

色谱条件：硅胶预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂，批号：20160402，规格：10cm×10cm；圆点状点样，点样量：供试品溶液2μl、对照品溶液2μl、对照药材溶液2μl；展距：8cm；温度：25℃；相对湿度：55%；

展开剂：三氯甲烷-甲醇-水（5∶3∶1）；

显色剂：改良对二甲氨基苯甲醛溶液。

耐用性考察：按所拟方法采用不同厂家（青岛海洋化工厂分厂、天津思利达科技有限公司、烟台市化学工业研究所）生产的硅胶预制薄层板，在不同温度（8℃、20℃、30℃）和相对湿度（21%、55%、82%）下进行耐用性考察，结果显示，以青岛海洋化工厂分厂生产的硅胶G预制薄层板和高效薄层板，分离效果较好；而天津思利达科技有限公司和烟台市化学工业研究所生产的硅胶G预制板，分离效果较差。故本薄层鉴别建议采用青岛海洋化工厂分厂生产的硅胶G预制薄层板或高效硅胶预制薄层板。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对32批蒺藜草样品进行水分测定，结果见表2。32批样品的水分测定值在6.0%～8.0%之间，原标准水分限度是不得过12.0%，本标准不做修订。

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对32批蒺藜草样品进行总灰分测定，结果见表2。32批样品的总灰分测定值在8.2%～17.7%之间。据最高值、最低值及平均值，将本品总灰分限度规定为不得过15.0%。

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对32批蒺藜草样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表2。32批样品的酸不溶性灰分测定值在1.0%～4.2%之间。据最高值、最低值及平均值，将本品酸不溶性灰分限度规定为不得过6.0%。

表2 蒺藜草水分、灰分、浸出物测定结果

样品编号	水分（%）	总灰分（%）	酸不溶性灰分（%）	浸出物（%）
JLC-1	6.5	11.8	2.8	16.76
JLC-2	6.8	11.9	2.7	15.06
JLC-3	6.7	10.1	1.8	13.79
JLC-4	7.0	11.2	2.3	10.71
JLC-5	6.6	9.3	1.2	13.92
JLC-6	6.7	13.6	4.0	13.45
JLC-7	7.1	10.0	1.9	10.77
JLC-8	6.8	14.6	3.2	13.42
JLC-9	6.9	11.7	3.8	13.69
JLC-10	6.8	9.5	2.1	15.47
JLC-11	6.6	9.1	1.6	16.04
JLC-12	6.7	10.8	2.4	14.09
JLC-13	6.8	12.7	3.0	16.06
JLC-14	7.1	9.0	1.3	13.60
JLC-15	6.3	12.8	2.7	14.91
JLC-16	7.1	13.4	2.6	13.93
JLC-17	6.6	13.9	3.5	11.40
JLC-18	6.8	9.3	2.4	14.17
JLC-19	6.2	15.0	3.3	15.28
JLC-20	7.1	12.9	1.2	15.30
JLC-21	7.2	12.0	1.3	14.05
JLC-22	8.0	17.7	3.7	8.96
JLC-23	7.7	13.0	2.1	11.22
JLC-24	6.0	14.7	4.2	16.05
JLC-25	7.4	12.1	1.4	16.43
JLC-26	7.0	8.2	1.0	12.58
JLC-27	7.8	11.2	1.5	15.26
JLC-28	7.5	11.7	2.1	11.93
JLC-29	7.8	10.3	1.6	13.79
JLC-30	6.7	10.14	2.22	11.34
JLC-31	8.7	8.99	2.67	9.20
JLC-32	8.6	11.30	3.95	13.71

【浸出物】 针对蒺藜草中主要药效成分甾体皂苷类和黄酮类成分的性质，选择乙醇作溶剂，用热浸法考察醇溶性浸出物，以此来控制药材质量。比较使用不同浓度乙醇（70%乙醇、乙醇、无水乙醇）测定浸出量，结果70%乙醇浸出量较大，但干燥3小时后浸出物较粘，含糖较多，故不采用70%乙醇作溶剂，本实验选择乙醇作溶剂。

照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法，用乙醇作溶剂，测定32批样品的浸出物。结果见表2。浸出物测定值在8.96% ~ 16.76%之间，平均值为13.6 %，按平均值的70%定限度，规定浸出物不得少于9.5%。

【性味与归经】 参照《中药大辞典》及相关古籍文献，并按吉林省地方药材标准审查委员会审核意见，将本品【性味与归经】定为：苦辛，微温。归肝、肺经。”

【功能与主治】 近代植物化学阐明，蒺藜地上全草与其果实含有及其近似的化学成分；与传统中药蒺藜（果实）的中医学理论与用药经验颇相吻合，故采用《中国药典》蒺藜项下功能与主治：平肝解郁，活血祛风，明目，止痒。用于头痛眩晕，胸胁胀痛，乳闭乳痈，目赤翳障，风疹瘙痒。已经吉林省地方药材标准审查委员会审核通过。

【用法】 5 ~ 10g。（医学专家建议）

【贮藏】 置阴凉干燥处。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典2015年版：一部[M]. 北京：中国医药科技出版社，2015：352.

[2] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志：第四十三卷（1）[M]. 北京：科学出版社，1998：142.

研究起草人：沈丽娟　温立义　任乔森　赵琳琳

起草单位：吉林省药品检验所

复核单位：黑龙江省药品检验所

审　　校：栾国华　雷杨

DBY-22-JLYC-015-2017

榛子花

Zhenzihua

CORYLI MASCULINUS FLOS

本品为桦木科植物榛*Corylus heterophylla* Fisch.的干燥雄花序。清明节前后雄花未散粉时采收，除去杂质，晒干。也为朝鲜族习用药材。

【性状】 本品呈圆柱形，长1～3.5cm，直径4～7mm，基部具短梗。表面黄棕色至红棕色，柔毛不明显，苞鳞呈覆瓦状排列。质脆，易折断。断面柔毛较多，可见放射状排列的淡黄色或棕色的花药。气微，味微苦、涩。

【鉴别】 （1）本品粉末呈黄褐色至棕褐色。花粉粒众多，极面观呈钝三角形，赤道面观呈广椭圆形，外壁光滑，具三个萌发孔，直径为16～26μm。花药表皮细胞扁平多角形、壁呈不均匀增厚，具非腺毛，长30～150μm。苞鳞表皮细胞棕黄色，呈不规则多角形，苞鳞非腺毛长50～260μm，直径达5μm。花粉囊细胞内边缘呈波状弯曲。

（2）取本品粉末1g，加70%乙醇50ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸至近干，加水10ml使溶解，用石油醚（30～60℃）洗涤2次，每次20ml，弃去石油醚液，水液加乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，加水10ml洗涤，弃去洗涤液，取乙酸乙酯液蒸干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取榛子花对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取槲皮素对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶2∶1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，热风吹干，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **杂质** 不得过3%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2301）。

水分 不得过9.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过5.5%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于28.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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%磷酸水溶液（48∶52）为流动相，检测波长为360nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取槲皮素对照品、山柰素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每lml含槲皮素40μg、山柰素20μg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，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-25%盐酸（4∶1）混合溶液25ml，称定重量，加热回流1小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液5～10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含槲皮素（$C_{15}H_{10}O_7$）和山柰素（$C_{15}H_{10}O_6$）总量不得少于0.20%。

【性味与归经】 苦、涩，凉。归肝、肺经。

【功能与主治】 清热解毒，消肿止痛。用于痈疮肿毒，痄腮，虫蛇咬伤。

【用法与用量】 5～15g。外用适量，研末，凉开水调敷患处。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

榛子花质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　榛子花
汉语拼音名　　Zhenzihua
拉丁名　　CORYLI MASCULINUS FLOS

【概述】 榛子花为吉林省的习用药材，也为朝鲜族用药。收载在《吉林省药品标准》（1977年版）[1]，名称为榛子雄花，榛子雄花为桦木科植物榛子*Corylus heterophylla* Fisch. 的雄花穗。修订榛子花药材的质量标准，适用于医院、企业生产、科研和经营中对榛子花的鉴定和质量检验。

《中华本草》[2]、《中药大辞典》[3]、《长白山植物药志》[4]、《中国植物志》[5]等书均有对榛子雄花为桦木科植物榛子*Corylus heterophylla* Fisch.的雄花穗的记载，名称为榛子花。并有“榛子花”的药用记载。

生态环境：榛生于海拔200～1000m的山地阴坡灌丛中。分布于东北、华北及陕西等地。极具开发利用价值。通过对省内辖区多个产地进行品种实地调查，榛*Corylusheterophylla* Fisch.在吉林省产区内分布广泛，野生产量大。

【来源】 本品为桦木科植物榛*Corylus heterophylla* Fisch. 的雄花序。

植物形态：灌木或小乔木，高1～7m。树皮灰色；枝条暗灰色，无毛，小枝黄褐色，密生短柔毛及疏生长柔毛。叶柄长1～2cm；叶片圆卵形至宽倒卵形，长4～13cm，宽2.5～10cm先端凹缺或截形，中央有的三角状突尖，基部心形，边缘有不规则重锯齿，中部以上有浅齿，上面几无毛，下面没脉有短柔毛，侧脉5～7对。雄花序2～7排成总状，长约4cm，花药黄色。果单生或2～6簇生；果苞针形，具细条棱，外面密生短柔毛和刺毛状腺体，上部浅裂，裂片三角形，边缘几全缘；果序梗长约1.5cm，密生短柔毛。坚果近球形，长7～15mm，微扁，密被细绒毛，先端密被粗毛。花期4～5月，果期9月。

起草样品收集情况：共收集到样品14批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 榛子花样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	采集时间	样品状态
ZZH-1	雄花序	吉林市丰满区小孤家村	20160406	药材
ZZH-2	雄花序	延吉市敬老院后山	20160407	药材
ZZH-3	雄花序	通化市金场镇秦家寨	20160316	药材
ZZH-4	雄花序	集安市益盛药业后山	20160315	药材
ZZH-5	雄花序	七星山药业	2015年春季	药材
ZZH-6	雄花序	伊通县七星山	20150314	药材
ZZH-7	雄花序	伊通县七星山	20160325	药材
ZZH8	雄花序	四平市梨树镇塔山村	20160223	药材
ZZH-9	雄花序	四平市梨树镇塔山村	20160308	药材
ZZH-10	雄花序	四平市梨树镇塔山村	20160410	药材

备注：榛子花ZZH-7制备成标本，经延边大学吕慧子教授鉴定为桦木科植物榛*Corylus heterophylla* Fisch.的雄花序，作为实验中所采用的对照药材、槲皮素及山柰素对照品均来自于中国食品药品检定研究院。

图1 榛子花原植物

【性状】 根据对收集到的10批榛子花样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈圆柱形，长1～3.5cm，直径4～7mm，其基部具短梗。表面黄棕色至红棕色，柔毛不明显，苞鳞呈覆瓦状排列。质脆，易折断。断面柔毛较多，可见放射状排列的淡黄色或棕色的花药。气微，味微苦、涩。详见图3。

图2 榛子花标本

图3 榛子花药材

【鉴别】（1）粉末显微特征：取10批榛子花药材粉末，用水合氯醛试液装片，观察粉末显微特征，每个批次样品不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末呈黄褐色至棕褐色。花粉粒众多，极面观呈钝三角形，赤道面观呈广椭圆形，外壁光滑，具三个萌发孔，直径为16～26μm。花药表皮细胞扁平多角形、壁呈不均匀增厚，具非腺毛，长30～150μm。苞鳞表皮细胞棕黄色，呈不规则多角形，苞鳞非腺色长50～260μm，直径达5μm。花粉囊细胞内边缘呈波状弯曲。

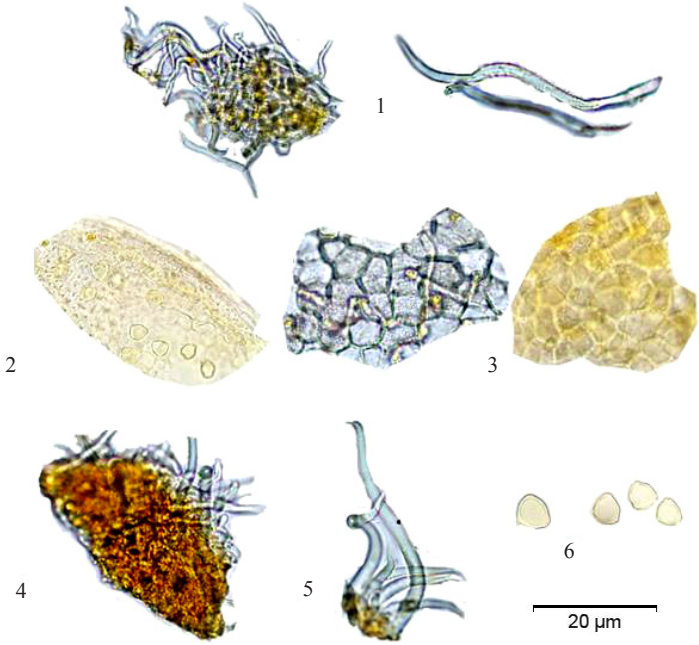


图4 榛子花粉末

1.表皮毛　2.花粉囊内壁细胞　3.花药表皮细胞　4.苞鳞表皮细胞　5.胞鳞非腺毛　6.花粉粒

（2）取本品粉末1g，加70%乙醇50ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸至近干，加水10ml使溶解，用石油醚（30～60℃）洗涤2次，每次20ml，弃去石油醚液，水液加乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，加水10ml洗涤，弃去洗涤液，取乙酸乙酯液蒸干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取榛子花对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取槲皮素对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》[6, 7]2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶2∶1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，热风吹干，置紫外光灯（365nm）下检视。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，显相同颜色的荧光斑点。10批样品按本法检验，均符合规定，且薄层色谱分离效果好，斑点清晰，重现性好。

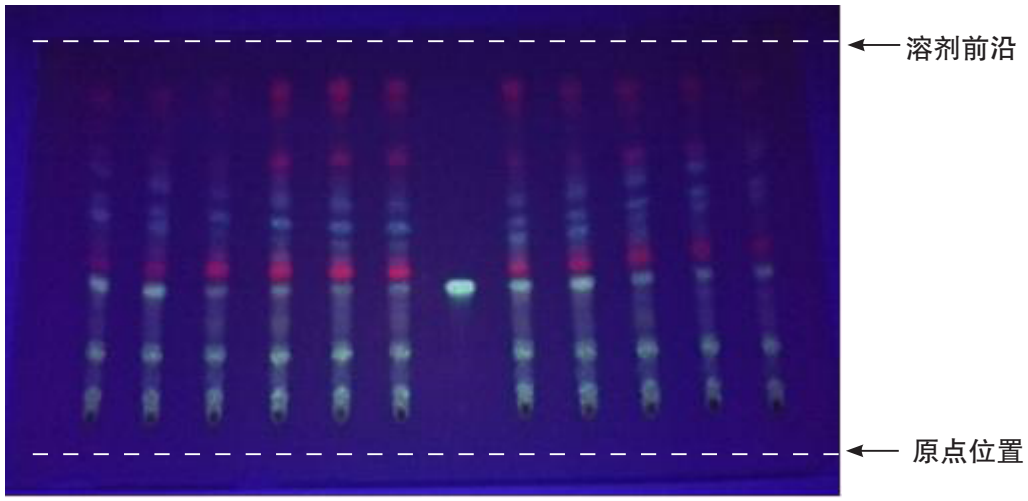


图5 榛子花TLC图

S.槲皮素　1.对照药材（ZZH-7）1～10榛子花样品（编号ZZH-1 ～ZZH-10）

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：烟台市化学工业研究所，型号：SG，批号：20151012，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：4μl；展距：8cm；室温：22℃；相对湿度：56%；

展开剂：甲苯-乙酸乙酯-甲酸（5∶2∶1）；

显色与检视：三氯化铝试液，紫外光灯（365nm）下检视。

耐用性考察：对三个厂家的高效硅胶预制薄层板（烟台市化学工业研究所　型号：SG　批号：20151012；青岛海洋化工有限公司　批号：20150928；上海盛亚化工有限公司　批号：2011600126）的展开效果进行考察，在高温、高湿（室温：40℃；相对湿度：80%）和低温、低湿（室温：8℃；相对湿度：30%）进行考察。结果：均可得到相应数目的较清晰的斑点。薄层色谱硅胶G高效预制薄层板，薄层色谱分离效果

最好，分离的斑点数最多，见图5。

【检查】 杂质 榛子花采收时易夹带叶柄及花梗等非药用部位，故应予以控制。按照《中国药典》2015年版 四部 通则 2301杂质检查法检查，对10批样品进行测定，结果见表2。

10批榛子花的杂质均在3.0%以下，故遵循原标准，规定本品杂质不得过3%。

表2 榛子花杂质测定结果

样品编号	杂质（%）	样品编号	杂质（%）
ZZH-1	1.2	ZZH-6	1.9
ZZH-2	1.5	ZZH-7	1.6
ZZH-3	1.2	ZZH-8	1.3
ZZH-4	1.0	ZZH-9	1.2
ZZH-5	2.3	ZZH-10	1.4

总灰分 植物的茎叶、花内含有大量的纤维等成分，经灼烧后残留的无机物质为灰分，榛子花的药用部位为其雄花序，同时带有少量花梗，如挑选不净，易带入产品中，故应予以控制。照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行测定，结果见表3。10批榛子花的总灰分平均值为4.0%，均值的130%为5.2%，规定本品的总灰分不得过5.5%。

表3 榛子花总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
ZZH-1	3.9	ZZH-6	3.9
ZZH-2	3.8	ZZH-7	3.6
ZZH-3	3.8	ZZH-8	4.3
ZZH-4	3.9	ZZH-9	4.2
ZZH-5	3.8	ZZH-10	4.4

水分 水分过高容易引起发霉、影响药材贮藏期，故应予以控制。照水分测定法《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法（烘干法）、第四法（甲苯法）测定，水分指标参考采收的不同地区10批榛子花的实测值制定，结果见表4。

表4 榛子花水分测定结果

样品编号	水分（%）（烘干法）	样品编号	水分（%）（甲苯法）
ZZH-1	6.9	ZZH-1	6.2
ZZH-2	7.0	ZZH-2	6.9
ZZH-3	6.6	ZZH-3	6.3
ZZH-4	6.6	ZZH-4	6.4
ZZH-5	5.9	ZZH-5	5.8
ZZH-6	6.2	ZZH-6	5.9
ZZH-7	6.6	ZZH-7	6.2
ZZH-8	7.0	ZZH-8	5.5
ZZH-9	6.5	ZZH-9	6.4
ZZH-10	7.3	ZZH-10	7.0

经测定，10批榛子花的水分烘干法和甲苯法差别小，均在7.5%以下，烘干法10批药材水分平均值为6.7%，故本标准采用第二法（烘干法）测定水分，考虑气候、温度、湿度以及药材包装、贮运的实际情况，规定本品水分不得过9.0%。

【浸出物】 根据榛子花的具体情况，制定反应其质量的浸出物指标和限度，以确保其有效。参照榛子花化学成分研究报道[5]，照醇溶性浸出物（《中国药典》2015年版四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用稀乙醇做溶剂。

对10批样品测定，结果见表5，10批榛子花的浸出物平均值为35.1%，按平均值的80%计算，规定本品按干燥品计，浸出物不得少于28.0%。

表5 榛子花浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
ZZH-1	31.8	ZZH-6	37.4
ZZH-2	34.4	ZZH-7	35.5
ZZH-3	37.8	ZZH-8	33.9
ZZH-4	37.6	ZZH-9	34.0
ZZH-5	35.6	ZZH-10	32.9

【含量测定】 为确保榛子花药材质量的稳定性、专属性及可控性，参照“HPLC法测定榛子雄花中槲皮素和山柰素的含量”[8]，确定采用高效液相色谱法测定榛子花中有效成分-槲皮素和山柰素。方法学研究结果显示，该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，专属性强，可作为该品种的内在质量控制方法。试验结果如下：

1. 仪器、试剂与标准物质

紫外可见分光光度计：TU-1901 北京普析通用仪器有限公司

高效液相色谱仪：Waters ALLiance E2695、岛津 LC-2010AHT、Agilent 1260

甲醇为色谱纯，水为超纯水，其它试剂均为分析纯。

槲皮素（中国食品药品检定研究院，批号：100081-201509 含量：98.1%）；

山柰素（中国食品药品检定研究院，批号：110861-201310 含量：93.2%）

2.测定波长选择

取槲皮素对照品溶液（浓度为6μg/ml）、山柰素对照品溶液（浓度为8μg/ml），紫外扫描图显示在371nm与366nm波长处有最大吸收，《中国药典2015年版一部》[7]高效液相色谱法测定槲皮素和山柰素含量，测定波长均为360nm，通过DAD全波长扫描可知360nm波长下响应值均较371nm、366nm波长下高，故选择360nm为检测波长。

3.流动相系统的选择

经试验，采用流动相系统甲醇-0.4%磷酸（48∶52）槲皮素、山柰素色谱峰保留时间适宜且色谱峰对称性好，主峰与杂质峰分离度大，溶剂在主峰保留时间处无色谱峰，不存在干扰。故标准选择此系统为流动相。

4. 提取方法

正交试验确定供试品溶液制备方法

分别考察以下（1）~（4）项样品处理方法，参考槲皮素和山柰素含量，确定供试品制备方法。

（1）盐酸浓度影响：甲醇-10%盐酸、甲醇-25%盐酸

（2）甲醇-盐酸溶液比例：（9∶1）；（6∶1）；（4∶1）

（3）回流时间：30分钟、60分钟、90分钟

（4）回流温度：80℃、90℃、100℃

供试品溶液的制备：取本品粉末（过三号筛）约0.5g，精密称定，精密加入甲醇-25%盐酸溶液（4∶1）混合溶液25ml，称定重量，加热回流1小时，放冷，再称定重量，用甲醇-25% 盐酸溶液（4∶1）混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，

即得。

5. 方法学验证与结果

5.1 标准曲线制备

精密称取槲皮素对照品和山柰素对照品各约10mg，分别置100ml量瓶中，加甲醇适量超声使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取槲皮素10ml和山柰素5ml，置同一25ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶（1）；精密量取槲皮素10ml，山柰素5ml置同一20ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液（2）；分别精密吸取对照品溶液（1）1、2、4、5、8、10、15、20、25μl，精密吸取对照品溶液（2）25μl，分别注入液相色谱仪，记录峰面积。以进样量（ng）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，进行回归分析，结果表明，槲皮素定在40～1250ng范围内，山柰素在20～625ng范围内进样量与峰面积线性关系良好。槲皮素回归方程Y=4174.9X–8024.6相关系数r=0.9999，山柰素回归方程Y=4418.5X–2122.2，相关系数r=0.9999。

5.2 耐用性试验

耐用性考查 由于不同生产厂家不同牌号的色谱柱存在填料及性能上的差异，为考察拟订方法的可行性及通用性，对三个品牌的色谱柱a：InertsilODS-SP C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、b：Agilent ZORBAX SB-C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、c：Sepax BR-C_{18}（4.6mm×250mm，5μm），在三台液相色谱仪（a：Waters ALLiance E2695、b：岛津 LC-2010AHT、c：Agilent 1260）上进行了比较。试验得到的供试品色谱图，主峰峰形对称、尖锐，且主峰与杂质峰分离度良好，说明方法具有较好的耐用性，理论板数规定为按槲皮素峰计不得低于3000。见表6

表6 方法耐用性

柱编号	液相色谱仪	拖尾因子		理论板数	
		槲皮素	山柰素	槲皮素	山柰素
a	c	1.03	1.01	13340	15183
b	b	0.996	0.979	14750	17680
c	a	1.07	1.09	10961	13377

5.3 重复性试验

取同一批次榛子花药材（ZZH-4），按【含量测定】项下方法制备供试品溶液6份，测定槲皮素和山柰素的含量，结果槲皮素平均含量为0.330%，RSD=1.12%（n=6）；山柰素平均含量为0.0919%，RSD=1.74%（n=6）；总含量为0.422%，RSD=0.92%（n=6）。说明本方法的重复性良好。

5.4 仪器精确度试验

取同一份对照品溶液，按上述色谱条件，精密吸取对照品溶液10μl重复进样6次，测定槲皮素和山柰素的峰面积，槲皮素峰面积RSD=0.51% 山柰素峰面积RSD=0.38%。说明仪器精确度良好。

5.5 准确度试验

取重复性试验同批次样品（槲皮素含量：0.330%；山柰素：0.0919%）6份，每份取约0.5g，精密称定，再分别加入槲皮素对照品和山柰素对照品适量，按标准正文含量测定项下方法制备供试品，进样，测定其中槲皮素和山柰素的含量，计算回收率。实验结果表明，本方法回收率良好，适合作为本品的含量测定方法。其中槲皮素平均回收率98.31%，RSD=1.28%（n=6）；山柰素平均回收率96.80%，RSD=0.96%（n=6）。

5.6 溶液的稳定性考察

精密吸取同一供试品溶液10μl，分别在0、2、8、12、16、24h进样，计算峰面积的RSD值。槲皮素RSD=0.81%，山柰素RSD=1.15%，结果表明供试品溶液在24小时内稳定。

5.7 含量测定

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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（48∶52）为流动相；检测波长为360nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取槲皮素对照品、山柰素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每lml含槲皮素40μg、山萘素20μg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，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-25%盐酸（4∶1）混合溶液 25ml，称定重量，加热回流1小时，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 精密吸取对照品溶液l0μl与供试品溶液5～l0μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

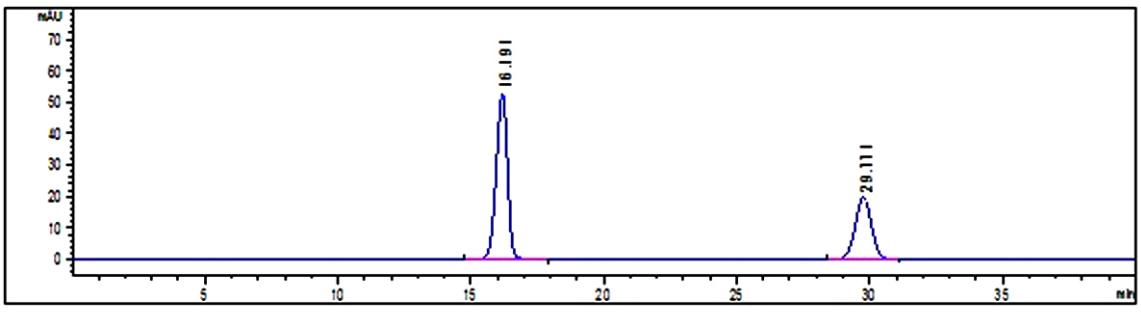


图6 槲皮素、山柰素对照品HPLC图

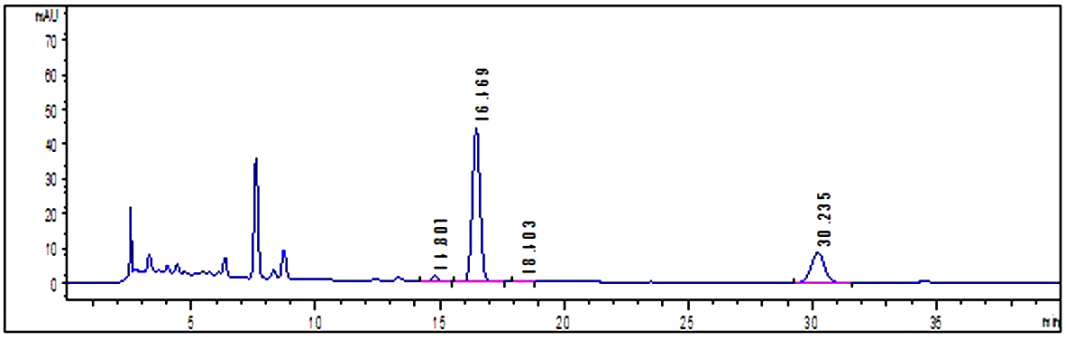


图7 榛子花样品HPLC图

5.7.1 样品采收季节考查

分别考查同一地点，不同采收时间的榛子花中槲皮素和山柰素的含量。测定结果可以看出不同采收季节、同一时间阴坡和阳坡榛子花槲皮素和山柰素含量不同，同一地点采收，贮藏时间不同，也影响榛子花槲皮素和山柰素含量。春季3月下旬至4月初，清明节前后榛子花未散粉时含量高。确定采收季节为：清明节前后雄花未散粉时采收。

5.7.2 取10批不同产地的榛子花药材，按拟定含量测定方法操作，测定其含量，结果见表7。

表7 榛子花样品测定结果

样品编号	槲皮素含量（%）	山柰素含量（%）	总含量（%）
ZZH-1	0.251	0.129	0.380
ZZH-2	0.226	0.097	0.323
ZZH-3	0.314	0.096	0.410
ZZH-4	0.330	0.092	0.422
ZZH-5	0.172	0.072	0.244
ZZH-6	0.194	0.085	0.279
ZZH-7	0.263	0.082	0.345
ZZH-8	0.074	0.122	0.196
ZZH-9	0.288	0.094	0.382
ZZH-10	0.086	0.133	0.219
平均值$\bar{x}$	0.220	0.100	0.320

结果显示：在规定的采收季节采收的榛子花药材含槲皮素和山柰素总量，在0.244～0.422%之间，考虑原料药产地、加工及生产等因素的影响，并根据样品实际测得结果，考虑厂家没有药材基地，自行收购，现药材来源都是野生的，含量差别大，厂家提供的2015年收购的药材含杂质量多，含量低。按含量平均值0.320的80%计算限度，考虑杂质量限值等因素确定含量限值，榛子花药材含槲皮素和山柰素总量不得少于0.20%。

【性味与归经】 性味沿用原标准规定，根据功能主治增加归经。

【功能与主治】 按中医理论规范了原标准【作用与主治】，根据《中华本草》、《中药大辞典》，经医学专家会确定为“清热解毒，消肿止痛。用于痈疮肿毒，疖腮，虫蛇咬伤。”

【用法与用量】 根据成方制剂“复方榛花疏肝胶囊”中处方量折算，在原标准基础上，根据《中华本草》、《中药大辞典》，经医学专家会确定为“5～15g。外用适量，研末，凉开水调敷患处。”

【贮藏】 遵循原标准。

参考文献

[1]吉林省卫生局. 吉林省药品标准[S]. 1977：250

[2]国家中医药管理局《中华本草编委会》. 中华本草（第二册）[M].上海：上海科学技术出版社，1999：2.419.

[3]南京中医药大学 编著.中药大辞典 下册 （第二版）[M].上海：上海科学技术出版社，2006：3561.

[4]吉林省中医中药研究所等编著.长白山植物药志[M].长春：吉林人民出版社，1982：217.

[5]中国科学院 中国植物志编辑委员会 编著. 中国植物志[M]. 北京：科学出版社，1979：21.50.

[6]国家药典委员会. 中华人民共和国药典 四部[M]. 北京：中国医药科技出版社，2015.

[7]国家药典委员会. 中华人民共和国药典一部[M]. 北京：中国医药科技出版社，2015：216.

[8]徐建，王婷婷，等. HPLC法测定榛子雄花中槲皮素和山茶素含量[J]. 安徽农业科学，2012年，第5期，2669～2670.

研究起草人：王路宏　梁帅　刘雁波　赵磊　韩璐　孙艳杰　张大勇

起草单位：四平市食品药品检验所

复核单位：通化市食品药品检验所

审　　校：栾国华　雷杨

缬　草

Xiecao

VALERIANA RADIX ET RHIZOMA

本品为败酱科植物缬草*Valeriana officinalis* L.的干燥根及根茎。秋季采挖，9～10月为宜，除去茎、叶、泥土，阴干。

【性状】 本品根茎呈头状或柱状，顶端残留黄棕色茎基，中心絮状而疏松，多空隙；长0.5～5cm，直径0.3～3cm。表面暗棕色或黄棕色，质坚实，不易折断，断面黄色或棕色，四周密生多数细长的根。根多数，须根簇生，长4～25cm，直径2～5mm；表面灰棕色或灰黄色，具众多深纵皱纹；质脆，易折断，断面黄白色。有特异臭气，味微苦、辛。

【鉴别】 （1）本品根横切面：表皮细胞1列，类长方形或不规则形，细胞较大，多切向延长，排列紧密，外壁增厚，可见凸出的乳头状根毛，长短不一。下皮层细胞1～4列，类圆形、椭圆形或不规则形，壁增厚。皮层较宽，占根的大部分，细胞内含有较多的淀粉粒，油细胞散在。内皮层细胞1列，切向排列整齐，可见凯氏点。中柱鞘细胞1～2列，切向排列，有的不明显。维管束为外韧型，韧皮部狭窄，形成层不明显，其内为木质部及髓。

粉末灰褐色。淀粉粒极多，且多为单粒，呈圆形或椭圆形，脐点点状，层纹不明显。导管多为孔纹导管、螺纹导管，单个散在或数个聚集。薄壁细胞类圆形或类长方形。石细胞单个散在或成群，胞腔大小不一。偶见凸出的乳头状根毛，长短不一。

（2）取本品粉末2g，加乙酸乙酯25ml，超声处理40分钟，滤过，滤液减压回收至干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取缬草对照药材2g，同法制成对照药材溶液。再取缬草三酯对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-丙酮（16∶3∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以盐酸-乙酸（4∶1）溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **水分**　不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）。

总灰分 不得过8.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过1.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的冷浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于18.0%。

【含量测定】 挥发油 照挥发油测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2204）测定。

本品含挥发油不得少于1.5%（ml/g）。

缬草三酯 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 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；以甲醇为流动相A，以0.5%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255nm。理论板数按缬草三酯峰计算应不低于8000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～5	60→70	40→30
5～22	70→82	30→18
22～30	82	18
30～35	82→90	18→10
35～40	60	40

对照品溶液的制备 取缬草三酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）约3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，称定重量，50℃以下超声处理（功率300W，频率50kHz）40分钟，放冷，称定重量，再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5μl与供试品溶液10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含缬草三酯（$C_{22}H_{30}O_8$）不得少于0.015%。

【性味与归经】 辛、苦，温。归心、肝经。

【功能与主治】 安神，行气止痛，活血通经。用于心神不宁之失眠多梦，心腹胀痛，腰腿疼痛，跌打损伤，月经不调，痛经，闭经。

【用法与用量】 5～15g。研末，1～2g。亦可浸酒服用。

【注意】 阴虚体弱者慎用。

【贮藏】 置阴凉干燥处。

缬草质量标准起草说明

【药材名称】正名　缬草
汉语拼音名　Xiecao
拉丁名　VALERIANA RADIX ET RHIZOMA

【概述】缬草为多年生草本，具有安神、镇静，驱风解痉，生肌止血、止痛等功效[1]。缬草在《中国植物志》、《东北植物检索表》、《中药大辞典》等均有收载。在我省内分布广泛，栽培、野生均有[2]。缬草生于山坡草地，适于酸性肥沃土壤。分布东北、陕西、甘肃、青海、新疆、四川、河北、河南、山东、山西、台湾、湖北等地[1]。

【来源】本品为败酱科植物缬草*Valeriana officinalis* L.的干燥根及根茎[3]。

植物形态：多年生草本，高100～150cm。茎直立，有纵条纹，具纺锤状根茎或多数细长须根。基生叶丛出，长卵形，为单数羽状复叶或不规则深裂，小叶片9～15，顶端裂片较大，全缘或具少数锯齿，叶柄长，基部呈鞘状；茎生叶对生，无柄抱茎，单数羽状全裂，裂片每边4～10，披针形，全缘或具不规则粗齿；向上叶渐小。伞房花序顶生，排列整齐；花小，白色或紫红色；小苞片卵状披针形，具纤毛；花萼退化；花冠管状，长约5mm，5裂，裂片长圆形；雄蕊3，较花冠管稍长；子房下位，长圆形。蒴果光滑，具1种子。花期6～7月，果期7～8月[1, 2]。

缬草以根入药，秋季采挖，除去茎、叶、泥土，阴干。因野生植株11月地上部分枯萎，不宜辨别，故9～10月为宜。缬草为多年生草本植物，秋季缬草三酯含量最高，故根据缬草中有效成分缬草三酯的含量变化来确定缬草的最适宜采收期为秋季。

起草样品收集情况：本次收集样品10批（野生4批，栽培6批），详细信息见表1、见图1、图2。

表1 缬草样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
XC-1	根及根茎	辽源市东丰县横道河（野生）	药材
XC-2	根及根茎	2015年九月采收栽培品	药材
XC-3	根及根茎	辽源市东辽县石河（春季采收）	药材
XC-4	根及根茎	辽源市友谊收费站（春季采收）	药材
XC-5	根及根茎	辽源市东丰县横道河养老院（野生）	药材
XC-6	根及根茎	辽源市东丰县横道河栽培品1	药材

续表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
XC-7	根及根茎	辽源市东丰县横道河栽培品2	药材
XC-8	根及根茎	辽源市东丰县横道河栽培品3	药材
XC-9	根及根茎	辽源市东丰县横道河栽培品4	药材
XC-10	根及根茎	辽源市东丰县横道河栽培品5	药材

备注：缬草样品编号XC-6同时制成腊叶标本，经长春中医药大学张强教授、牛志多教授鉴定为败酱科植物缬草，实验中以该样品作为缬草的对照药材与其他样品进行比对研究。

图1 缬草原植物

图2 缬草标本

【性状】 根据对收集到的10批缬草样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品根茎呈头状或柱状，顶端残留黄棕色茎基，中心絮状而疏松，多空隙；长0.5～5cm，直径0.3～3cm。表面暗棕色或黄棕色，质坚实，不易折断，断面黄色或棕色，四周密生多数细长的根。根多数，须根簇生，长4～25cm，直径2～5mm；表面灰棕色或灰黄色，具众多深纵皱纹；质脆，易折断，断面黄白色。有特异臭气，味微苦、辛。见图3。

图3 缬草药材

【鉴别】（1）为缬草药材的显微特征鉴别。

通过对10批缬草药材根横切面和粉末的显微特征研究，将药材的根横切面和粉末的显微特征列入标准。

本品根横切面：表皮细胞1列，类长方形或不规则形，细胞较大，多切向延长，排列紧密，外壁增厚，可见凸出的乳头状根毛，长短不一。下皮层细胞1～4列，类圆形、椭圆形或不规则形，壁增厚。皮层较宽，占根的大部分，细胞内含有较多的淀粉粒，油细胞散在。内皮层细胞1列，切向排列整齐，可见凯氏点。中柱鞘细胞1～2列，切向排列，有的不明显。维管束为外韧型，韧皮部狭窄，形成层不明显，其内为木质部及髓。见图4。

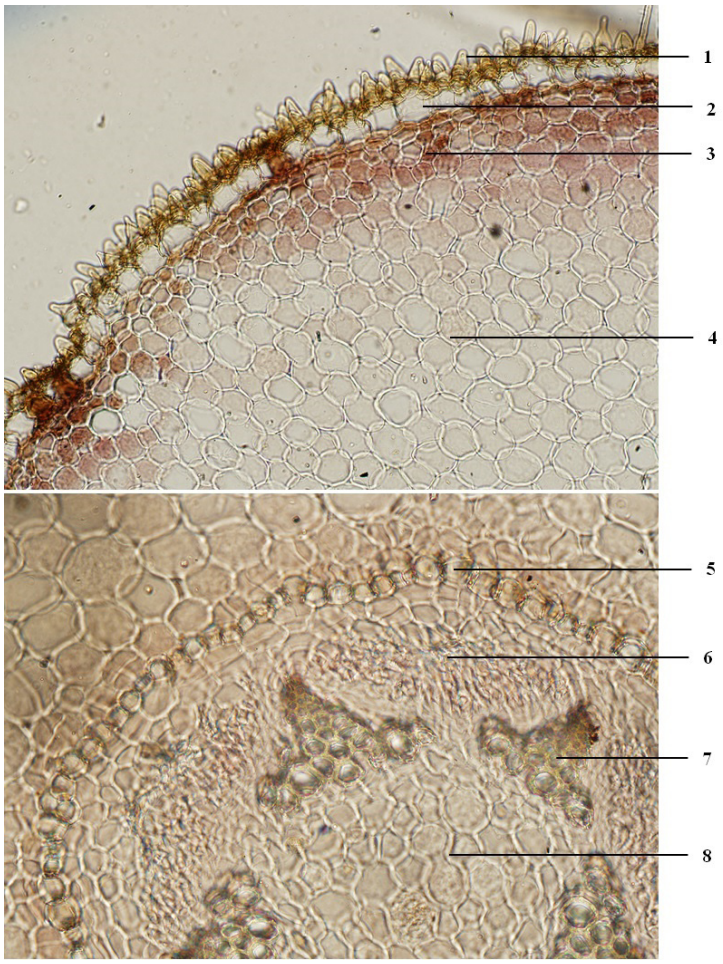


图4 缬草根横切面显微图（10×20倍）

1.根毛　2.表皮细胞　3.下表皮细胞　4.皮层
5.凯氏点　6.内表层　7.木质部　8.韧皮部　9.髓

粉末：粉末为灰褐色。淀粉粒极多，且多为单粒，呈圆形或椭圆形，脐点点状，层纹不明显。导管多为孔纹导管、螺纹导管，单个散在或数个聚集。薄壁细胞类圆形或类长方形。石细胞单个散在或成群，胞腔大小不一。偶见凸出的乳头状根毛，长短不一。见图5。

（2）取本品粉末2g，加乙酸乙酯25ml，超声处理40分钟，滤过，滤液减压回收至干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取缬草对照药材2g，同法制成对照药材溶液。再取缬草三酯对照品，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（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-丙酮（16∶3∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以盐酸-乙酸（4∶1）溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。10批样品按本方法检验，均符合规定，重现性较好，故收入正文，见图6。

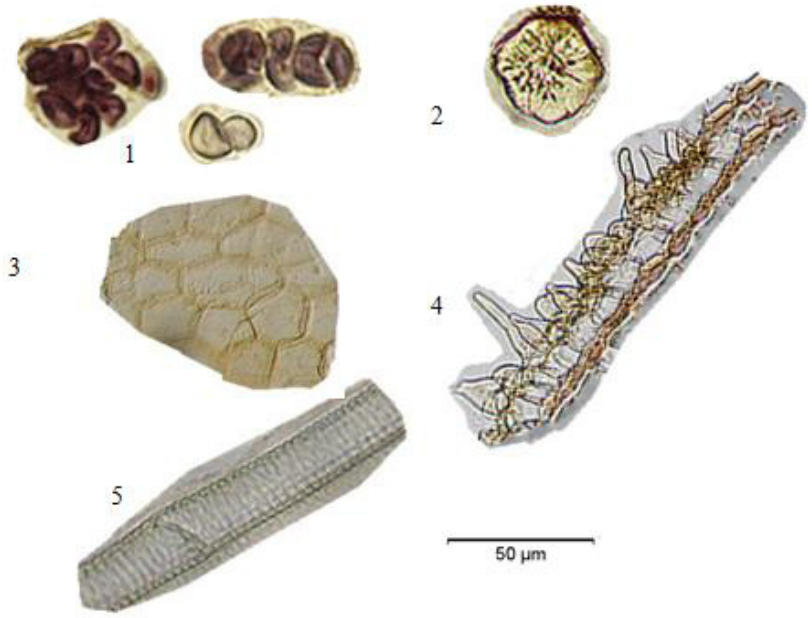


图5 缬草粉末

1.淀粉粒　2.石细胞　3.薄壁细胞　4.根毛　5.导管

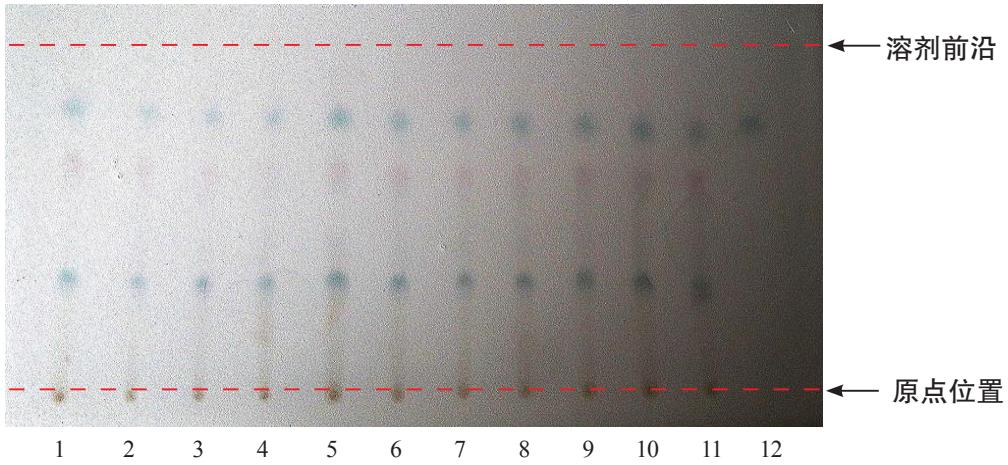


图6 缬草样品TCL图

1.XC-1　2.XC-2　3.XC-3　4.XC-4　5.XC-5　6.XC-6
7.XC-7　8.XC-8　9.XC-9　10.XC-10　11.对照药材　12.缬草三酯对照品

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20160802，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量：5μl；展距：8cm；温度：25℃；相对湿度：18%；
展开剂：甲苯-乙酸乙酯-丙酮（16∶3∶1）；
显色与检视：盐酸-乙酸（4∶1）溶液，105℃加热至斑点显色清晰，日光下检视。

耐用性考察　对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂，批号：20160802；青岛鼎康硅胶有限公司，批号20140410；天津思利达科技有限公司，批号：150316）的展开效果进行考察，对不同展开温度（10℃，40℃）和相对湿度（20%、75%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第四法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表2。由于缬草中含有挥发油成分，比较烘干法和甲苯法测定结果，烘干法测定结果均偏高。故采用甲苯法测定缬草水分，结果在6.9%～9.4%的范围内。由于采集的样品测定时间是在10～12月份期间，北方室内采暖，空气干燥，湿度很小，相对湿度约为10%～20%左右，样品一直在室内自然存放，会使水分测定偏低，考虑气候、温度、湿度以及药材包装、贮运的实际情况，故规定本品水分不得过12.0%。

表2 缬草样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
XC-1	8.6	XC-6	8.6
XC-2	9.4	XC-7	6.9
XC-3	9.0	XC-8	7.3
XC-4	8.9	XC-9	7.8
XC-5	8.6	XC-10	9.2

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，结果见表3，据最高值、最低值及平均值，将本品总灰分限度规定为不得过8.0%。

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对本品10批样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表3。结果在0.1%～0.6%的范围内，由于缬草的药用部位为干燥根及根茎，为地下部分，不易清洗，故规定酸不溶性灰分不得过1.0%。

表3 缬草样品总灰分、酸不溶性灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	酸不溶性灰分（%）
XC-1	5.66	0.1
XC-2	4.56	0.1
XC-3	6.64	0.2
XC-4	1.60	0.1
XC-5	3.25	0.3
XC-6	3.71	0.6
XC-7	2.95	0.2
XC-8	4.62	0.4
XC-9	4.01	0.3
XC-10	5.21	0.4

【浸出物】 照醇溶性浸出物（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）测定。用稀乙醇作溶剂。

缬草中主要含有挥发性成分[4]，因此在实验中考察了热浸法和冷浸法测定缬草的浸出物，以稀乙醇、60%乙醇、70%乙醇、30%乙醇为溶剂测定同一批次缬草浸出物含量，结果，以稀乙醇和60%乙醇冷浸法测定结果最高。考虑到试验浸渍过程中有机溶剂的挥发性，故采用稀乙醇为溶剂。对10批样品测定浸出物，结果见表4。根据最高值、最低值及平均值，将本品浸出物限度规定为不得少于18.0%。

表4 缬草样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
XC-1	26.25	XC-6	26.71
XC-2	20.32	XC-7	28.28
XC-3	19.62	XC-8	24.56
XC-4	20.15	XC-9	23.33
XC-5	27.50	XC-10	28.06

【含量测定】

（1）挥发油

由于缬草中含有易挥发性成分[4]，照挥发油测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2204）测定。结果见表5。

表5 缬草样品挥发油含量测定结果

样品编号	挥发油含量（ml/g）	样品编号	挥发油含量（ml/g）
XC-1	2.095%	XC-6	1.770%
XC-2	1.562%	XC-7	1.792%
XC-3	1.749%	XC-8	2.050%
XC-4	1.623%	XC-9	2.255%
XC-5	2.250%	XC-10	1.950%

经测定，10批缬草的挥发油平均值为1.91%，根据最高值、最低值及平均值，将本品挥发油含量规定为不得少于1.5%。

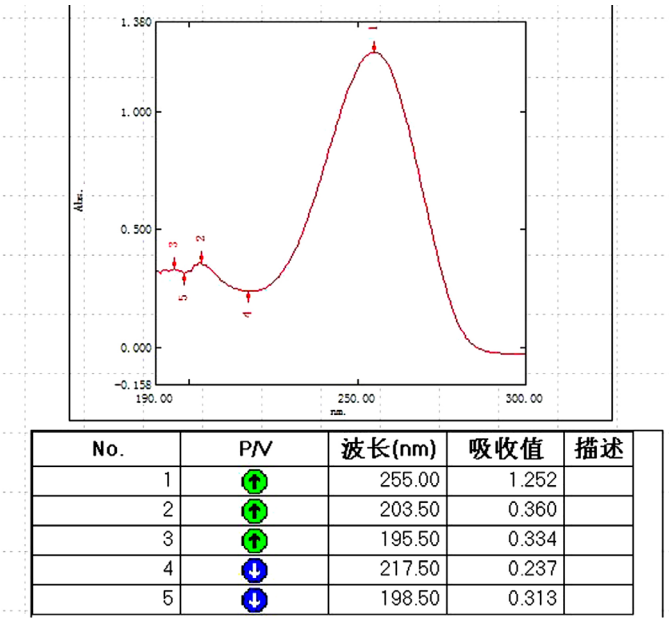
（2）缬草三酯

为确保缬草的药材质量的稳定性、专属性及可控性，分别对缬草中含有的有效成分缬草三酯、缬草烯酸、绿原酸、橙皮苷进行了实验，结果缬草烯酸、橙皮苷含量较低未列入标准正文，绿原酸专属性不强未列入正文，最终选择采用高效液相色谱法对缬草中有效成分缬草三酯进行含量测定。结果显示，该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，专属性强，可作为该品种的内在质量控制方法，测定方法考察及验证结果如下。

1.方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇–0.5%磷酸为流动相；进样量10μl，流速1.0ml/min。用紫外-可见分光光度计在200～300nm波长范围内进行扫描，缬草三酯在255nm波长处有最大吸收，详见图7，故确定检测波长为255nm。



No.	P/V	波长(nm)	吸收值	描述
1	↑	255.00	1.252	
2	↑	203.50	0.360	
3	↑	195.50	0.334	
4	↓	217.50	0.237	
5	↓	198.50	0.313	

图7 缬草三酯紫外扫描图

1.2 提取方法

1.2.1 提取溶剂考察

取本品（XC-8）粉末3g，精密称定，共6份，分别精密加入甲醇、30%甲醇、70%甲醇、稀乙醇、乙醇、无水乙醇各25ml，置具塞锥形瓶中，分别称定重量，50℃以下超声处理40分钟，放冷，再称定重量，用相应的溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。结果见表6，用甲醇作提取溶剂时，缬草三酯含量较高，故确定选用甲醇作提取溶剂。

表6 提取溶剂考察结果

提取溶剂	缬草三酯含量（%）
甲醇	0.0280
30%甲醇	0
70%甲醇	0.0139
稀乙醇	0.0126
乙醇	0.0105
无水乙醇	0.008

1.2.2 提取方法、提取时间考察

取本品（XC-8）粉末3g，精密称定，共取7份，精密加入甲醇25ml，称定重量，分别采用超声、浸渍、50℃以下超声15分钟、50℃以下超声30分钟、50℃以下超声40分钟、50℃以下超声50分钟、50℃以下超声60分钟七种方法提取，同上操作，即得。结果详见表7，50℃以下超声40分钟、50分钟和60分钟提取效果较好，三种方法提取含量无明显差异，故确定50℃以下超声40分钟为提取方法。

表7 提取方法及提取时间考察结果

称样量（g）	提取方法及提取时间	缬草三酯含量（%）
3.0047	浸渍12小时	0.0127
3.0022	超声40 分钟	0.0169
3.0042	50℃以下超声15 分钟	0.0135
3.0055	50℃以下超声30分钟	0.0154
3.0067	50℃以下超声40 分钟	0.0281
3.0071	50℃以下超声50分钟	0.0282
3.0049	50℃以下超声60 分钟	0.0287

2.方法学验证与结果

2.1 线性关系考察

精密称取缬草三酯对照品10.27mg（含量98%），置25ml量瓶中，加甲醇使溶解并稀释至刻度，摇匀，再精密吸取1ml，置10ml量瓶中，加甲醇使溶解并稀释至刻度，摇匀，备用。分别精密吸取以上对照品溶液1、2、4、5、8、10、15、20、25μl，注入液相色谱仪，记录峰面积。以进样量（ng）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。结果表明：当缬草三酯对照品进样量在0.04028～1.007μg范围内，进样量与峰面积呈良好的线性关系，回归方程为Y=1544.7X+2167.2，r=0.9999。

2.2 重复性试验

取同一批供试品（XC-6）粉末3g，精密称定，按正文的方法平行测定6份，计算，6份样品测得缬草三酯含量的平均值为0.0172%，RSD=1.5%（n=6），试验结果表明本品的重复性良好。

2.3 仪器精密度试验

取同一份供试品溶液（XC-6）按正文拟定的色谱条件，连续测定6次。结果表明6次测定的缬草三酯峰面积RSD=1.2%（n=6），表明所用仪器精密度良好。

2.4 准确度试验

精密称取缬草三酯对照品10.25mg，置25ml量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，再精密量取2ml置200ml量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，作为缬草三酯对照品储备液。

精密称取已知含量（缬草三酯含量为0.0172%）的供试品（XC-6）粉末1.5g，置具塞锥形瓶中，共6份，精密加入上述对照品储备液25ml，按正文拟定的方法提取、测定，计算回收率，结果缬草三酯平均回收率为96.55%，RSD=1.7%（n=6）。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

分别采用不同品牌的色谱柱[Agilent zorbax sb-C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Thermohypersil GOLD C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Inersil ods-sp3 C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）]测定样品（XC-6）中缬草三酯的含量，结果3根色谱柱测定结果平均值为0.0171%，RSD=1.7%（n=3）。

2.5.2 仪器的考察

分别采用不同型号的色谱仪（岛津LC-2010A、岛津2030C、Ultimate 3000）测定样品（XC-6）中缬草三酯的含量，结果三台色谱仪测定结果平均值为0.0173%，RSD=1.5%（n=3）。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定方法，测定了10批样品中缬草三酯的含量见表8，据最高值、最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，规定本品含量限度按干燥品计算不得少于0.015%。

缬草三酯对照品HPLC图、缬草样品HPLC图分别见图8、图9。

表8 缬草样品含量测定结果

样品编号	缬草三酯含量（%）	样品编号	缬草三酯含量（%）
XC-1	0.0185	XC-6	0.0172
XC-2	0.0090	XC-7	0.0389
XC-3	0.0060	XC-8	0.0280
XC-4	0.0094	XC-9	0.0394
XC-5	0.0597	XC-10	0.0651

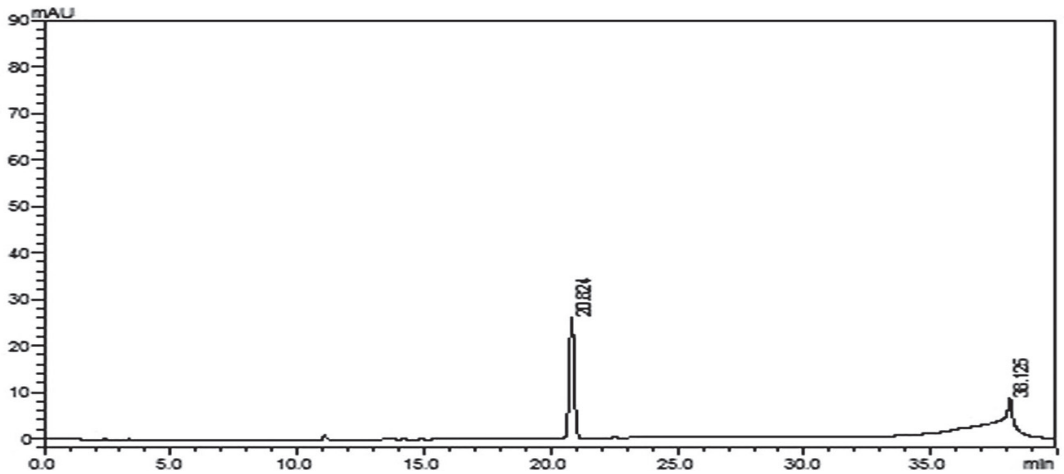


图8 缬草三酯对照品HPLC图

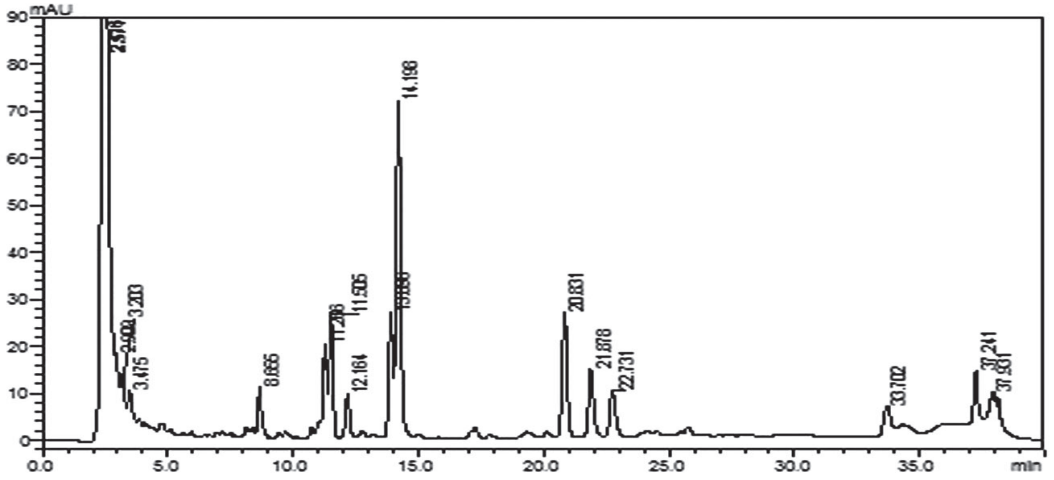


图9 缬草样品HPLC图

【性味与归经】 辛、苦、温。归心、肝经。起草阶段参考相关文献将其性味归经拟定为味辛苦、性温。归心、肝经[1]。后经临床中医专家会确定为“辛、苦、温。归心、肝经。”。

【功能与主治】 安神、行气止痛，活血通经。用于心神不宁之失眠多梦，心腹胀痛，腰腿疼痛，跌打损伤，月经不调，痛经，闭经等证。起草阶段参考文献将功能主治拟定为镇静、安神，驱风解痉，生肌止血、止痛。治心神不宁、神经衰弱、慢性神经失常、胃弱，腰痛、月经不调，跌打损伤[1, 5, 6]。后经临床中医专家会审定，将其功能主治中的西医术语规范为中医术语。

【用法与用量】 5～15g。研末，1～2g。亦可浸酒服用。起草阶段参照文献拟定为内服煎汤3～9g，研末或浸酒[1, 5]。经临床中医专家会确定为“5～15g。研末，1～2g。亦可浸酒服用。”。

【贮藏】 置阴凉干燥处。参照相关文献及有效成分多为挥发油，故定为“置阴凉干燥处”[5, 6]。

参考文献

[1]江苏新医学院主编[M]. 中药大辞典. 上海人民出版社, 1977: 2631-2633.

[2]傅沛云等. 东北植物检索表[M]. 2版. 科学出版社, 1995: 627-629.

[3]中国科学院中国植物志编委会. 中国植物志[M]. 科学出版社, 2004: 027.

[4]周霆, 黄宝康. 缬草挥发油的化学成分及药理活性研究进展[J]. 时珍国医国药, 2008, 19(11): 2663-2664.

[5甘肃省食品药品监督管理局. 甘肃省中药材标准[M]. 2008, 465.

[6]北京市卫生局编. 北京市中药材标准[M]. 首都师范大学出版社, 1998: 280.

研究起草人：夏冰晶　富小珺　王晓林　李娜　王兆武
起草单位：辽源市食品药品检验所
复核单位：通化市食品药品检验所
审　　校：姜启娟　南善姬

DBY-22-JLYC-006-2018

蟋　蟀

Xishuai

ASPERSUS CRICKET

本品为蟋蟀科昆虫蟋蟀*Scapsipedus aspersus* Weber的成虫干燥体。夏、秋季捕捉后，置沸水中烫死，晒干或烘干。

【性状】 本品呈长圆形，长15～30mm，宽4～8mm。全体呈黑褐色，有光泽。头短圆，复眼突出，椭圆形，长径约1mm。背部棕褐色，腹部淡黄褐色，翅2对，前翅棕褐色，后翅灰黄色。触角1对，细长，多脱落。足3对，尾须1对。刚毛棕褐色，后胸末端有尾毛1对，长1～3mm，雌虫在尾毛之间，有一产卵管，长约10mm。质轻而脆，易破碎。气腥，味辛、咸。

【鉴别】 （1）本品粉末棕褐色。体壁碎片棕褐色，可见毛窝和细小圆孔，偶见残留刚毛。横纹肌纤维较多，近无色，平直，呈平行的微波状。刚毛黄棕色，先端锐尖，常碎断散在。翅组织可见多数油滴状的透明圆孔。

（2）取本品粉末1g，加石油醚（60～90℃）20ml，浸泡30分钟，滤过，滤液置水浴上浓缩至约1ml，作为供试品溶液。另取蟋蟀对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以水饱和正丁醇为展开剂，预饱和30分钟，展开，取出，晾干，喷以0.2%茚三酮丙酮溶液，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**　不得过3%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2301）。

水分　不得过10.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分　不得过7.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分　不得过2.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于20.0%。

【性味与归经】 辛、咸，温。有小毒。归膀胱、小肠经。

【功能与主治】 利水消肿，清热解毒。用于水肿、小便不利；外治痈疮肿毒。

【用法与用量】 4～6只，水煎服或研末服；外用适量。

【注意】 孕妇忌服。

【贮藏】 置通风干燥处，防霉，防蛀。

蟋蟀质量标准起草说明

【药材名称】正名　　蟋蟀
汉语拼音名　　Xishuai
拉丁名　　ASPERSUS CRICKET

【概述】蟋蟀，别名促织、蛐蛐等。始载于《本草纲目》“灶马”项下，原名“促织”，赵际昌：“斗虫之戏，蟋蟀最盛”。现代文献多有收载。《山东省中药材标准》（2012年版）[1]收载来源为蟋蟀科昆虫蟋蟀*Scapsipedus aspersus* Weber，吉林省在长春中医学院编著的《吉林中草药》（1970年版）[2]第156页有记载。

【来源】本品为蟋蟀科昆虫蟋蟀*Scapsipedus aspersus* Weber的成虫干燥体。

动物形态：虫体长圆形，长15～30mm，全身黑色并有光泽，有黄褐色微毛与褐色刚毛。头棕褐色，头顶短圆，略向前方突出，头后有6条不规则的短纵沟。复眼1对，甚大，如半球形突出，呈黑褐色。单眼3个，黄色，位于头顶的两端。触角细长，淡褐色，长于身体的半倍。前胸背板左右平行如横方形，背中线稍向下陷，黑褐色，上生不规则的刚毛和棕褐色花斑；前胸背侧片向下垂斜。翅2对，前翅棕褐色，侧部上半面黑色，下半面淡黄色，雄虫的翅长过腹部，基部有比较坚硬透明的发音器，雌的短于腹部；后翅甚长，灰黄色，卷迭呈尾状，突出腹端。足3对，淡黄色，有黑褐斑及斜线，且有棕褐色微毛；后足胫节背面有刺10个，单行排列，腿节十分膨大而向侧方呈扁状。腹部近圆筒形，背面呈黑褐色，节间有污黄色斑纹；腹面呈灰黄色。尾毛褐色，雌虫有1产卵管，几与后胫节等长。见图1。

图1 蟋蟀

蟋蟀于夏、秋季捕捉后，用开水烫死，晒干或烘干。近代研究表明，蟋蟀含总脂肪酸，包括棕榈酸、硬脂酸、油酸、亚油酸、亚麻酸和及其他未鉴定的酸等。《中药动物药志》[3]记载：蟋蟀能兴奋膀胱括约肌和缓解输尿管痉挛。其醇溶性浸出物有显著解热作用。《中药大辞典》[5]记载：“含退热成分，曾暂名为蟋蟀退热素，并能扩张血管，降低血压”；《全国中草药汇编》[6]记载：“利尿，破血。用于水肿，小便不通，尿路结石，肝硬化腹水”；《中华本草》[6]记载：“解痉挛作用，退热作用，降压作用”等。本标准将蟋蟀的药用部位定为成虫干燥体。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1。

表1 蟋蟀样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
XS-1	成虫干燥体	吉林省	药材
XS-2	成虫干燥体	吉林省	药材
XS-3	成虫干燥体	吉林省	药材
XS-4	成虫干燥体	吉林省	药材
XS-5	成虫干燥体	吉林省	药材
XS-6	成虫干燥体	吉林省	药材
XS-7	成虫干燥体	吉林省	药材
XS-8	成虫干燥体	松原市	药材
XS-9	成虫干燥体	前郭县	药材
XS-10	成虫干燥体	前郭县	药材

备注：样品编号XS-3的样品，经过本所鉴定为蟋蟀科昆虫蟋蟀，实验中以该批样品作为蟋蟀对照药材与其它批次样品进行比对。

【性状】 根据对收集到的10批蟋蟀样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈长圆形，长15～30mm，宽4～8mm。全体呈黑褐色，有光泽。头短圆，复眼突出，椭圆形，长径约l mm。背部棕褐色，腹部淡黄褐色，翅2对，前翅棕褐色，后翅灰黄色。触角1对，细长，多脱落。足3对，尾须1对。刚毛棕褐色，后胸末端有尾毛1对，长1～3mm，雌虫在尾毛之间，有一产卵管，长约10mm。质轻而脆，易破碎。气腥，味辛、咸。见图2。

图2 蟋蟀药材

【鉴别】 （1）根据对收集到的10批次蟋蟀样品进行制片观察。拟定了本品的粉末显微特征，每个批次样品观察不少于10张制片。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行 拍照。

体壁碎片棕褐色，可见毛窝和细小圆孔，偶见残留刚毛。横纹肌纤维较多，近无色，平直，呈平行的微波状。刚毛黄棕色，先端锐尖，常碎断散在。翅组织可见多数油滴状的透明圆孔。见图3。

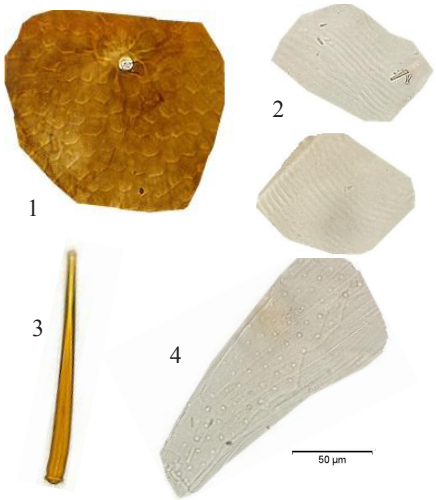


图3 蟋蟀粉末

1.体壁碎片　2.横纹肌纤维
3.刚毛　　4.翅组织

（2）取本品粉末1g，加石油醚（60～90℃）20ml浸泡30分钟，滤过，滤液置水浴上浓缩至约1ml，作为 供试品溶液。另取蟋蟀对照药材1g，同法制成对照

药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以水饱和正丁醇为展开剂，预饱和30分钟，展开，取出，晾干，喷以0.2%茚三酮丙酮溶液，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。10批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故收入正文，见图4。

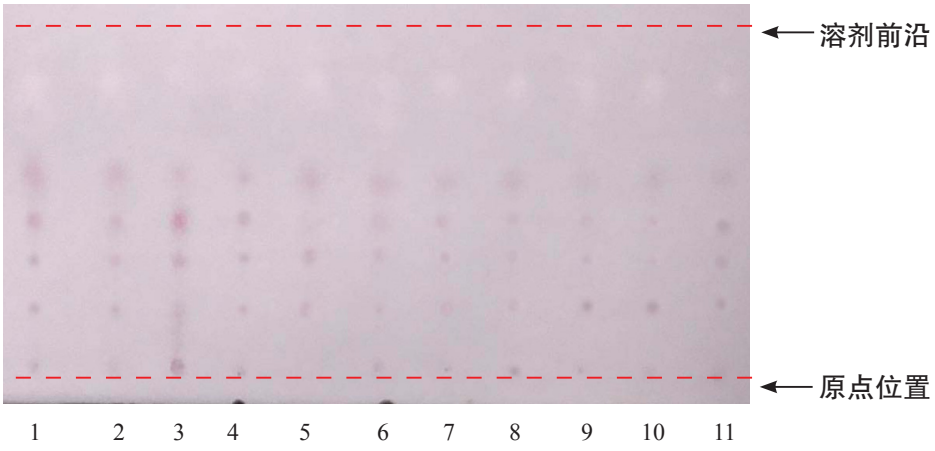


图4 蟋蟀药材TLC图

1.XS-1　2.XS-2　3.蟋蟀对照药材　4.XS-3　5.XS-4
6.XS-5　7.XS-6　8.XS-7　9.XS-8　10.XS-9　11.XS-10

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20151106，规格：10cm×20cm；圆点状点样，点样量5μl；展距：8cm；温度：28℃；相对湿度：60%；
展开剂：水饱和正丁醇；
显色与检视：0.2% 茚三酮丙酮溶液，105℃加热至斑点显色清晰，日光下观察。

耐用性考察：对两种硅胶G预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20151106；天津思利达科技有限公司，批号20150622）的展开效果考察，对不同展开温度（15℃、32℃）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

【检查】 杂质　照杂质检查法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2301）测定。

对10批样品进行杂质测定，结果见表2，根据最高值、最低值及平均值，并考虑到该药材多为野生，采集时容易引入杂质，因此，规定药材杂质限度为不得过3%。

表2 蟋蟀样品杂质测定结果

样品编号	杂质（%）	样品编号	杂质（%）
XS-1	1.5	XS-6	0.9
XS-2	2.1	XS-7	1.1
XS-3	1.0	XS-8	1.5
XS-4	2.0	XS-9	0.9
XS-5	1.3	XS-10	1.0

水分　照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表3，根据最高值、最低值及平均值，并考虑到该药材多为野生，生长环境比较潮湿，因此，规定药材水分限度为不得过10.0%。

表3 蟋蟀样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
XS-1	6.1	XS-6	5.6
XS-2	6.7	XS-7	5.1
XS-3	6.1	XS-8	5.6
XS-4	5.6	XS-9	6.3
XS-5	6.6	XS-10	6.6

总灰分　照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，结果见表4，根据最高值、最低值及平均值，将药材总灰分限度定为不得过7.0%。

表4 蟋蟀样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
XS-1	9.7	XS-6	8.3
XS-2	10.1	XS-7	9.0
XS-3	9.7	XS-8	8.7
XS-4	9.0	XS-9	8.6
XS-5	9.2	XS-10	8.5

酸不溶性灰分　照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表5，根据最高值、最低值及平均值，将药材酸不溶性灰分限度定为不得过2.0%。

表5 蟋蟀样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
XS-1	1.0	XS-6	1.2
XS-2	1.9	XS-7	1.3
XS-3	1.9	XS-8	0.9
XS-4	1.9	XS-9	1.9
XS-5	1.9	XS-10	1.1

【浸出物】 查阅文献表明，蟋蟀主要含有蛋白质，另外含有多种脂肪酸及氨基酸类，由于该类成分多为水溶性或醇溶性成分，因此考虑用水、乙醇及70%乙醇作为溶剂进行考察，因加热提取一方面有利于化学成分的溶出，又可以节省提取时间，所以

采用热浸法试验。

对10批样品进行浸出物测定，结果见表6、表7和表8。结果表明，醇溶性浸出物测定值最高，70%乙醇测定值最低，而水作溶剂不易过滤，所以正文采用乙醇作溶剂，照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定。根据测定结果最高值、最低值及平均值，将浸出物限度定为不得少于20.0%。

表6 蟋蟀水溶性浸出物（热浸法）测定结果

样品编号	水溶性浸出物（%）	样品编号	水溶性浸出物（%）
XS-1	22.2	XS-6	22.1
XS-2	22.7	XS-7	23.5
XS-3	25.9	XS-8	25.1
XS-4	24.6	XS-9	25.0
XS-5	25.9	XS-10	24.9

表7 蟋蟀70%乙醇作溶剂浸出物（热浸法）测定结果

样品编号	70%乙醇作溶剂浸出物（%）	样品编号	70%乙醇作溶剂浸出物（%）
XS-1	18.3	XS-6	19.9
XS-2	18.0	XS-7	18.1
XS-3	17.1	XS-8	18.7
XS-4	18.2	XS-9	17.8
XS-5	18.6	XS-10	17.9

表8 蟋蟀乙醇作溶剂浸出物（热浸法）测定结果

样品编号	乙醇作溶剂浸出物（%）	样品编号	乙醇作溶剂浸出物（%）
XS-1	28.2	XS-6	28.2
XS-2	28.1	XS-7	30.9
XS-3	27.1	XS-8	28.8
XS-4	30.4	XS-9	29.0
XS-5	28.8	XS-10	28.3

【性味与归经】 辛、咸，温。有小毒。归膀胱、小肠经。参照《中华本草》记载“蟋蟀”，增加“归膀胱、小肠经”；参照《全国中草药汇编》记载“蟋蟀”，增加“有小毒”并经医学专家会确定。

【功能与主治】 利水消肿，清热解毒。用于水肿、小便不利；外治痈疮肿毒。经

医学专家会确定。

【用法与用量】 4～6只，水煎服或研末服；外用适量。经医学专家会确定。

【注意】 孕妇忌服。经医学专家会确定。

【贮藏】 置通风干燥处，防霉，防蛀。

参考文献

[1]《山东中药材标准》 2012年版[S]：383.

[2] 长春中医学院革命委员会. 吉林中草药[M]. 长春：吉林人民出版社，1970：156.

[3] 高士贤. 中国动物药志[M]. 吉林科学技术出版社，1996：214.

[4] 江苏新医院. 中药大辞典（下册）[M]. 上海科学技术出版社，1977：2679.

[5] 王国强.《全国中草药汇编》（第三版）[M]. 人民卫生出版社，2014.

[6] 国家中医药管理局. 中华本草编委会编著. 中华本草（第二册）[M]. 上海：上海科学技术出版社，1999：9 162.

研究起草人： 吴庆淼　贺大凤　李昀铮　耿代云　刘晓东　王俊男　刘亚茹　李桂兰　邹文斌

起草单位： 松原市食品药品检验所

复核单位： 通化市食品药品检验所

审　　校： 杨树东　彭振宇

DBY-22-JLYC-019-2017

藜芦茎叶

Lilujingye

VERATRI HERBA

本品为百合科植物藜芦*Veratrum nigrum* L.的干燥茎叶。夏秋之间割茎叶，除去杂质，晒干。

【性状】 本品长30～100cm，茎圆柱状，中空，表面灰绿色或棕褐色，基部常残留黑褐色网状纤维。叶片椭圆形，基部抱茎，全缘，两面无毛，具数条明显的平行脉。体轻质脆，气微。

【鉴别】 （1）取本品粉末2g，加甲醇30ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取藜芦茎叶对照药材2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（15∶5∶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。

（2）取本品粉末0.5g，加甲醇50ml，超声处理40分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取白藜芦醇对照品，加甲醇制成每1ml含20μg的对照品溶液。以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-水（20∶80）为流动相，检测波长为306nm，理论板数按白藜芦醇峰计算应不低于1500。照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0512）试验，吸取对照品溶液10μl与供试品溶液20μl，注入液相色谱仪。供试品色谱中，应呈现与对照品色谱峰保留时间一致的色谱峰。

【检查】 **水分** 不得过13.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过14.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过2.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于13.0%。

【炮制】 拣净杂质，稍洗，润透，切10mm段，晒干。

【性味与归经】 辛、苦，寒；有毒。归肺、胃、肝经。

【功能与主治】 宣壅导滞，涌吐风痰。用于痰涎壅盛，风痫癫疾，喉痹，鼻息。

【用法与用量】 1.5～3g。

【注意】 孕妇忌服；不宜与人参、玄参、沙参、丹参、苦参、党参、太子参、赤芍、白芍、细辛同用。

【贮藏】 置通风干燥处。

藜芦茎叶质量标准起草说明

【药材名称】 正名　　藜芦茎叶
汉语拼音名　　Lilujingye
拉丁名　　VERATRI HERBA

【概述】 藜芦茎叶为百合科植物藜芦的干燥茎叶，主产于东北、华北、西北、内蒙古等地。《吉林省药品标准》（1977）[1]中记载其具有吐风痰，定癫痫作用，用于痰涎涌盛，癫痫喉痹。《中华本草》[2]记录其有祛痰，催吐，杀虫之效。用于中风痰壅，癫痫，疟疾，骨折；外用治疥癣，灭蝇蛆。中医用于治疗中风失语及痰壅、黄疸、久拒、喉癣、鼻息、泄痢、头痛、济癣等。藜芦已经作为原料药材被“藜芦十二味丸”[3]和“神州跌打丸”[4]使用。目前藜芦以全草及地上茎叶作为药用部分的标准收载于《吉林省药品标准》（1977）[1]、《吉林省中药饮片炮制规范》）（1986）[5]、《北京市中药饮片炮制规范》（2008）[6]、《黑龙江省中药饮片炮制规范》（2012）[7]及《天津市中药饮片炮制规范》（2012）[8]中，现行国家药品标准未有收载。其在吉林省内长白山地区各市县均产，资源丰富，目前并无规范化种植基地。

【来源】 本品为百合科植物藜芦*Veratrum nigrum* L.的干燥茎叶。

植物形态：藜芦植株高30～100cm，通常粗壮。藜芦基部的鞘枯死后残留为有网眼的黑色纤维网。叶椭圆形、宽卵状椭圆形或卵状披针形，大小常有较大变化，通常长22～25cm，宽约10cm，薄革质，先端锐尖或渐尖，基部无柄或生于茎上部的具短柄，两面无毛。圆锥花序密生黑紫色花；侧生总状花序近直立伸展，长4～22cm，通常具雄花；顶生总状花序常较侧生花序长2倍以上，几乎全部着生两性花；总轴和枝轴密生白色绵状毛；小苞片披针形，边缘和背面有毛；生于侧生花序上的花梗长约5mm，约等长于小苞片，密生绵状毛；花被片开展或在两性花中略反折，矩圆形，长5～8mm，宽约3mm，先端钝或浑圆，基部略收狭，全缘；雄蕊长为花被片的一半；子房无毛。蒴果长1.5～2cm，宽1～1.3cm。花果期7～9月[9]。

起草样品收集情况：共收集到样品10批，详细信息见表1、图1、图2。

表1 藜芦茎叶样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
LLJY-1	茎叶	吉林省磐石烟筒山镇	药材
LLJY-2	茎叶	吉林省通化集安	药材
LLJY-3	茎叶	吉林省通化辉南县抚民镇	药材
LLJY-4	茎叶	吉林省通化金厂镇	药材

续表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
LLJY-5	茎叶	吉林省延边珲春雪岱山木材厂	药材
LLJY-6	茎叶	吉林省通化金厂镇	药材
LLJY-7	茎叶	吉林省通化抚松县泉阳镇	药材
LLJY-8	茎叶	吉林省通化集安	药材
LLJY-9	茎叶	吉林省吉林蛟河	药材
LLJY-10	茎叶	吉林省长春九台	药材

图1 藜芦原植物

图2 藜芦标本

【性状】 根据对收集到的10批藜芦茎叶样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品长30～100cm，茎圆柱状，中空，表面灰绿色或棕褐色，基部常残留黑褐色网状纤维。叶片椭圆形，基部抱茎，全缘，两面无毛，具数条明显的平行脉。体轻质脆，气微。详见图3。

图3 藜芦茎叶药材

【鉴别】 （1）取本品粉末2g，加甲醇30ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取藜芦茎叶对照药材2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（15∶5∶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

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。10批样品按本法试验，均符合规定，表明重复性较好，且该方法省时、简便、直观，故收入正文。详见图4。

耐用性考察：对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂，批号：20160911；青岛海浪硅胶干燥剂有限公司，批号：20130920；青岛胜海精细硅胶化工有限公司，批号：2013年9月23日出品）的展开效果进行考察，对不同展开温度（4℃、19℃、30℃），不同相对湿度（18%、32%、65%）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

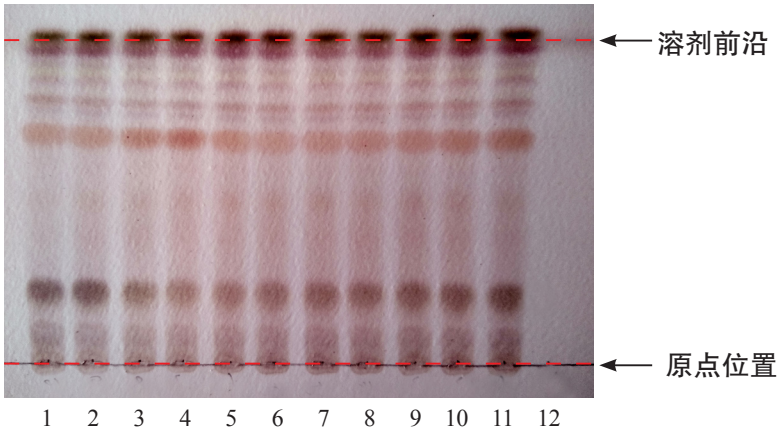


图4 藜芦茎叶样品TLC图

1.LLJY-1　2.LLJY-2　3.LLJY-3　4.LLJY-4　5.LLJY-5　6.LLJY-6　7.LLJY-7
8.LLJY-8　9.LLJY-9　10.LLJY-10　11. 藜芦茎叶对照药材　12.阴性对照

色谱条件：硅胶G预制薄层板，生产厂家：青岛海洋化工厂，批号：20130903，规格：10cm×20cm；
圆点状点样，点样量：5μl；展距：8cm；温度：22℃；相对湿度：39%；
展开剂：三氯甲烷-甲醇-水（15∶5∶0.5）；
显色与检视：10%硫乙醇溶液，105℃加热至斑点显色清晰

（2）藜芦茎叶所含有效成分甙类化合物白藜芦醇的鉴别

取本品粉末0.5g，加甲醇50ml，超声处理40分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取白藜芦醇对照品，加甲醇制成每1ml含20μg的对照品溶液。以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-水（20∶80）为流动相，检测波长306nm，理论板数按白藜芦醇峰计算应不低于1500，照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0512）试验，吸取对照品溶液10μl及供试品溶液20μl，注入液相色谱仪。供试品色谱中，应呈现与对照品色谱峰保留时间一致的色谱峰。

10批样品按本法试验，均符合规定，表明专属性强，耐用性好，故列入正文。详见图5、图6。

耐用性考察：采用三个不同品牌的色谱柱［Agilent ZORBAX SB-C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Agilent C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）、Diamonsil C_{18}（4.6mm×250mm，5μm）］进样，测定。结果三个不同品牌的色谱柱得到的色谱峰峰型及分离

度均较好。表明本法的耐用性良好。

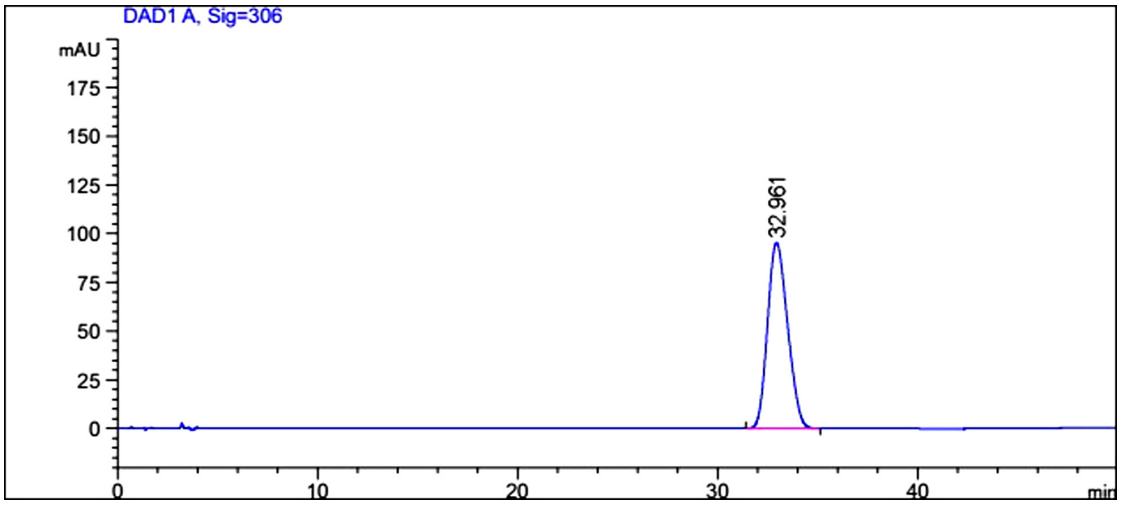


图5 白藜芦醇对照品HPLC图

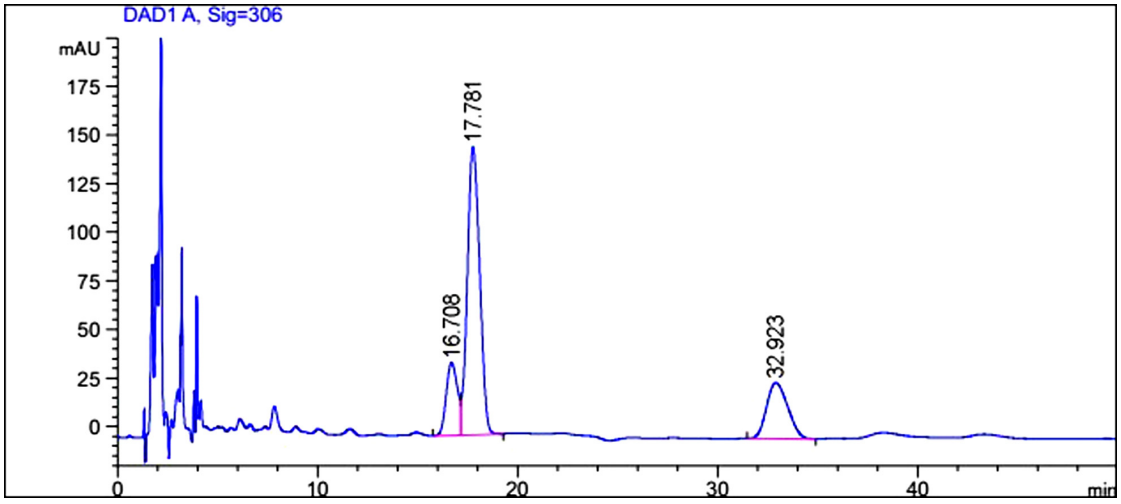


图6 藜芦茎叶样品HPLC图

【检查】 水分　照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表2。水分测定值在6.4%～10.6%之间，参考样品实际情况，定为水分不得过13.0%。

表2 藜芦茎叶样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
LLJY-1	10.5	LLJY-6	7.6
LLJY-2	10.2	LLJY-7	6.4
LLJY-3	9.7	LLJY-8	7.6
LLJY-4	10.6	LLJY-9	9.2
LLJY-5	8.8	LLJY-10	7.8

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，结果见表3。总灰分测定值在8.5%～13.4%之间，定为总灰分不得过14.0%。

表3 藜芦茎叶样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
LLJY-1	8.7	LLJY-6	8.9
LLJY-2	9.1	LLJY-7	10.5
LLJY-3	9.6	LLJY-8	12.1
LLJY-4	8.9	LLJY-9	10.4
LLJY-5	8.5	LLJY-10	13.4

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表4。酸不溶性灰分测定值在1.0%～2.0%之间，定为酸不溶性灰分不得过2.0%。

表4 藜芦茎叶样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
LLJY-1	1.0	LLJY-6	1.1
LLJY-2	1.2	LLJY-7	1.3
LLJY-3	1.0	LLJY-8	1.2
LLJY-4	1.1	LLJY-9	1.4
LLJY-5	1.1	LLJY-10	2.0

【浸出物】 照浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）测定。

分别考察甲醇和稀乙醇为提取溶剂的冷浸法和热浸法，结果以稀乙醇为溶剂，热浸法测定浸出物含量较高，故选择稀乙醇作为溶剂，热浸法测定。对10批样品进行测定，结果见表5。浸出物测定值在13.7%～31.0%之间，由于不同地区之间藜芦茎叶的浸出物含量差距较大，因此定为浸出物不得少于13.0%。

表8 藜芦茎叶样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
LLJY-1	17.2	LLJY-6	13.7
LLJY-2	14.4	LLJY-7	17.7
LLJY-3	19.7	LLJY-8	31.0
LLJY-4	19.9	LLJY-9	24.5
LLJY-5	14.0	LLJY-10	26.4

【炮制】 拣净杂质，稍洗，润透，切10mm段，晒干。沿用《吉林省药品标准》（1977）[1]。

【性味与归经】 苦、寒。归肺、胃、肝经。“性味”沿用《吉林省药品标准》（1977）[1]。“归经”参照《中华本草》“归肺；胃；肝经”[2]。

【功能与主治】 《吉林省药品标准》（1977）[1]为“吐风痰，定癫痫。用于痰涎涌盛，癫痫喉痹”，经医学专家会确定为“宣壅导滞，涌吐风痰。用于痰涎壅盛，负痫癫疾，喉痹，鼻息。”

【用法与用量】 1.5～3g。沿用《吉林省药品标准》（1977）[1]。

【注意】 有毒，慎用，孕妇忌服。反人参、党参、玄参、沙参、苦参、细辛、赤芍、白芍。沿用《吉林省药品标准》（1977）[1]内容，略作修订。

【贮藏】 《吉林省药品标准》（1977）[1]为“置阴凉干燥处”，经专家评审会确定为“置通风干燥处”。

参考文献

[1]吉林省卫生局. 吉林省药品标准(1977年版)[S]. 1977：258-259.

[2]国家中药管理局编委会. 中华本草：第八卷[M]. 上海：上海科学技术出版社，1999：183-188.

[3]中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品蒙药分册[S]. 北京：人民卫生出版社，1998：201.

[4]中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准中药成方制剂第十四册[S]. 北京：人民卫生出版社，1997：129.

[5]吉林省卫生局. 吉林省中药饮片炮制规范(1986年版)[S]. 长春：吉林科学技术出版社，1986：57.

[6]北京市药品监督管理局. 北京市中药饮片炮制规范(2008年版)[S]. 北京：化学工业出版社，2008：192.

[7]黑龙江省食品药品监督管理局. 黑龙江省中药饮片炮制规范(2012年版)[S]. 哈尔滨：黑龙江科学技术出版社，2012：398.

[8]天津市食品药品监督管理局. 天津市中药饮片炮制规范(2012年版)[S]. 天津：天津市食品药品监督管理局，2012：204.

[9]中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志：第十四卷[M]. 北京：科学出版社，1980：21.

研究起草人：邢潇　徐彤彤　刘治民　孙治　曲艳丽　梁玉冰　杨建龙　张鑫　徐丹　史记　张航

起草单位：长春市食品药品检验中心

复核单位：吉林省药品检验所

审　　校：王维礼　姜启娟

藤合欢

Tenghehuan

FRUCTUS CELASTRI ORBICULATI

本品为卫矛科植物南蛇藤*Celastrus orbiculatus* Thunb. 的干燥果实。又名“北合欢”、“南蛇藤果”。秋季果实成熟时采摘，除去杂质，晒干。

【性状】 本品呈圆球形，果皮常开裂成三瓣，偶有四瓣，基部相连，易脱落，各果瓣长6～9mm，直径6～7mm，鲜黄色至橙黄色，卵圆形，顶部有尖突起，内面有一纵隔。每一果实有种子3～6粒，外被红色肉质假种皮，集成球形。剥去假种皮可见卵形种子，表面灰棕色，光滑。气清香，味苦、甘。

【鉴别】 （1）本品粉末黄棕色。假种皮细胞含橙红色颗粒状物。草酸钙簇晶直径10～50μm，棱角稍尖或较钝。草酸钙方晶散在或分布在薄壁组织中。石细胞单个散在或数个成群，类圆形、长方形或长条形，有的末端较尖，层纹及纹孔明显。螺纹导管、梯纹导管常见，细小。

（2）取本品粗粉1g，加氢氧化钾40%甲醇溶液（10→50）50ml，加热回流45分钟，放冷，滤过，滤液加乙醚50ml振摇提取，取乙醚液用水洗涤3次，每次20ml，乙醚液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取藤合欢对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯（9∶4）为展开剂，展开，取出，晾干，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】 **水分** 不得过12.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过6.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过2.0%（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于25.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基键合硅胶为填充剂；以甲醇–0.4%磷酸溶液（50∶50）为流动相；检测波长为360nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取槲皮素对照品、山柰素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml分别含12μg、25μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入25%盐酸溶液-甲醇（1:6）的混合溶液100ml，称定重量，加热回流45分钟，冷却至室温，用上述溶剂补足减失的重量，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10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含总黄酮以槲皮素（$C_{15}H_{10}O_7$）和山柰素（$C_{15}H_{10}O_6$）的总量计，不得少于0.25%。

【性味与归经】 甘、平。归心、脾经。

【功能与主治】 调补心脾，安神解郁。用于心悸，失眠，多梦，健忘，情志抑郁。

【用法与用量】 15～25g。

【贮藏】 置通风干燥处，防潮、防蛀。

藤合欢质量标准起草说明

【药材名称】正名　　藤合欢
汉语拼音名　　Tenghehuan
拉丁名　　FRUCTUS CELASTRI ORBICULATI

【概述】藤合欢，俗称北合欢、南蛇藤果等。在《常用中草药配方》、《全国中草药汇编》、《中国药用植物志》、《植物名实图考》等均有记载。为中药成方制剂心舒胶囊、益心宁神片、安神宝颗粒、壮腰补肾丸的原料药材。藤合欢收载于《吉林省药品标准》（1977年版）[1]药材部分，以“北合欢”命名。分布于黑龙江、吉林、辽宁、内蒙古等地区，一般多野生于山地沟谷及临缘灌木丛中，垂直分布可达海拔1500米。为长白山道地药材。

【来源】藤合欢为卫矛科植物南蛇藤*Celastrus orbiculatus* Thunb. 的干燥果实。

植物形态：落叶攀援藤本，高3～8m，小枝光滑无毛，灰棕色或棕褐色，具稀而不明显的皮孔。叶通常阔倒卵形，近圆形或长方椭圆形，长5～13cm，宽3～9cm，先端圆阔，具有小尖头或短渐尖，基部阔楔形到近钝圆形，边缘具锯齿，两面光滑无毛或叶背脉上具稀疏短柔毛，侧脉3～5对。聚伞花序腋生，间有顶生，花序长1～3cm，小花1～3朵；花瓣倒卵椭圆形或长方形，长3～4cm，宽2～2.5mm；花盘浅杯状，裂片浅，顶端圆钝；雄蕊长2～3mm，退化雌蕊不发达；雌花花冠较雄花窄小，花盘稍深厚，肉质，退化雄蕊极短小；子房近球状，花柱长约1.5mm，柱头3深裂，裂端再2浅裂。蒴果近球状，橙黄色。直径8～10mm；种子卵形至椭圆形，有红色肉质假种皮。花期5～6月，果期9～10月。

藤合欢以果实入药，秋季果实成熟时采摘，除去杂质，晒干。此植物在国外研究较广泛，近年来中国对该植物也进行了一些化学成分和药理作用的研究，杨润亚等在《南蛇藤果中内生真菌的抑菌活性研究》[2]中对南蛇藤果实内生真菌进行了分离、研究，表明南蛇藤内生真菌中的抗病原真菌资源十分丰富，其中抑菌活性最强的发酵处理液的抑菌率高达90.5%，菌丝粗提物的抑菌率达89.2%；黄晓玲等在《南蛇藤果实提取液对弧菌的体外抑菌作用》[3]中证实南蛇藤果实提取液抑制弧菌的生长，具有潜在的药用开发价值。沈阳药科大学郭远强博士在其论文《南蛇藤果实化学成分和药理活性研究》[4]中对南蛇藤果实所含成分及其药理作用进行了系统全面的研究。

起草样品收集情况：本次收集的样品共10批，详细信息见表1、图1、图2、图3。

表1 藤合欢样品信息一览表

样品编号	药用部位	产地/采集地点	样品状态
THH-1	果实	集安市	药材
THH-2	果实	通化县	药材
THH-3	果实	辉南县	药材
THH-4	果实	柳河县	药材
THH-5	果实	抚松县	药材
THH-6	果实	靖宇县	药材
THH-7	果实	安图县	药材
THH-8	果实	敦化市	药材
THH-9	果实	梨树县	药材
THH-10	果实	公主岭市	药材

备注：10批样品经长春中医药大学张景龙教授鉴定均为卫矛科植物南蛇藤的果实。

图1 藤合欢原植物

图2 藤合欢果实

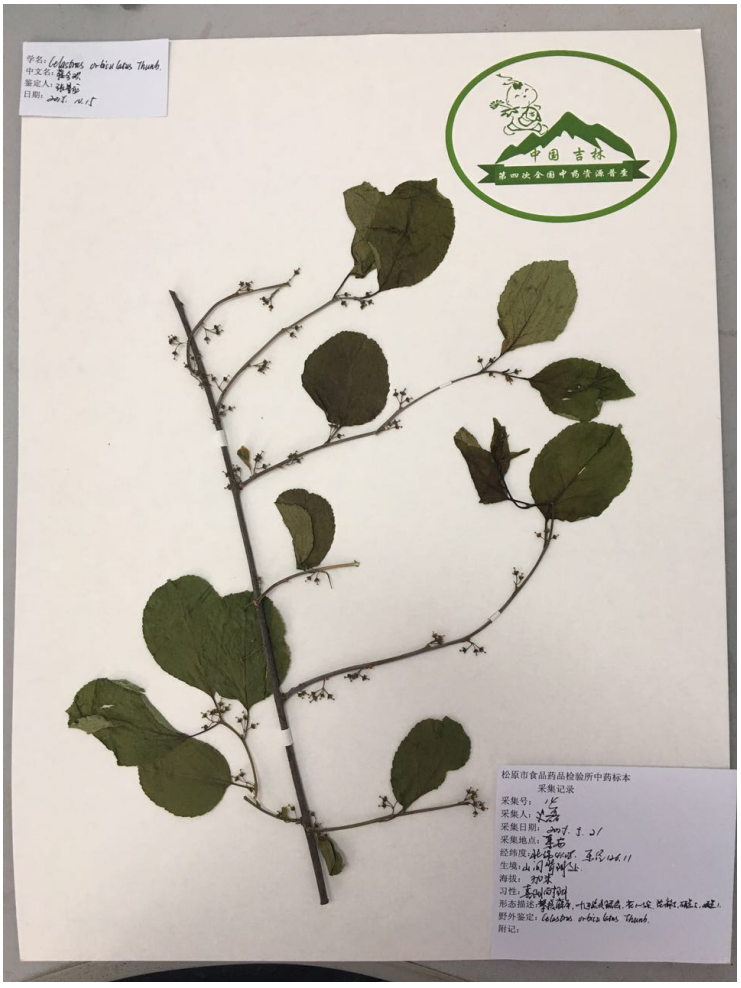


图3 藤合欢植物蜡叶标本

【性状】 根据对收集到的10批藤合欢样品进行外观性状观察，将本药材的性状描述如下：

本品呈圆球形，果皮常开裂成三瓣，偶有四瓣，基部相连，易脱落，各果瓣长6～9mm，直径6～7mm，鲜黄色至橙黄色，卵圆形，顶部有尖突起，内面有一纵隔。每一果实有种子3～6粒，外被红色肉质假种皮，集成球形。剥去假种皮可见卵形种子，表面灰棕色，光滑。气清香，味苦、甘。详见图4。

【鉴别】（1）粉末显微特征：根据对收集到的10批次吉林省各地区的藤合欢样品，进行制片观察。每个批次样品观察制片不少于10张。为了力求直观和真实，全部显微特征图均采用显微照相技术进行拍照。

本品粉末黄棕色。假种皮细胞含橙红色颗粒状物。草酸钙簇直径10～50μm，棱角稍尖或较钝。草酸钙方晶散在或分布在薄壁组织中。石细胞单个散在或数个成群，类圆形、长方形或长条形，有的末端较尖，层纹及纹孔明显。螺纹、梯纹导管常见，细小。详见图5。

图4 藤合欢药材图

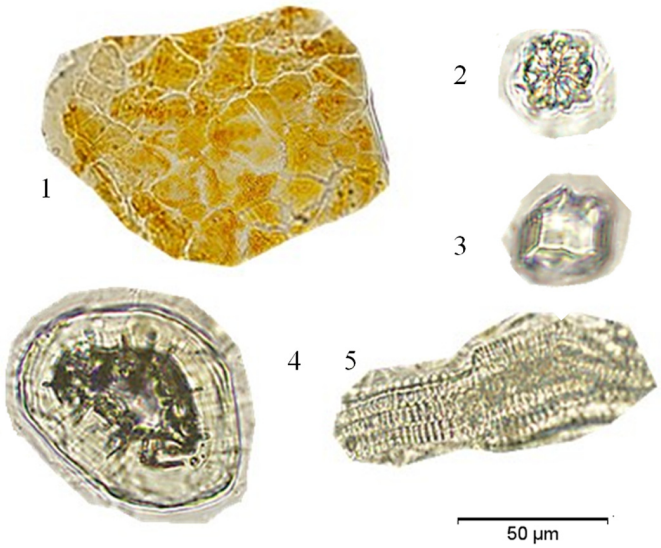


图 5 藤合欢粉末

1.假种皮细胞　2.草酸钙簇晶
3.草酸钙方晶　4.石细胞　5.导管

（2）取本品粗粉1g，加氢氧化钾40%甲醇溶液（10→50）50ml，加热回流45分钟，放冷，滤过，滤液加乙醚50ml振摇提取，取乙醚液用水洗涤3次，每次20ml，乙醚液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取藤合欢对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯（9∶4）为展开剂，展开，取出，晾干，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。10批样品按本法检验，均符合规定，重现性较好，故列入正文，见图6。

耐用性考察：对三个厂家的硅胶预制薄层板（青岛海洋化工厂分厂，批号：20160402；天津思利达科技有限公司，批号：160405；浙江省台州市路桥四甲生化塑料厂，批号：20150408）的展开效果考察，对不同展开温度（5℃、30℃）进行考察，结果均表明本法的耐用性良好。

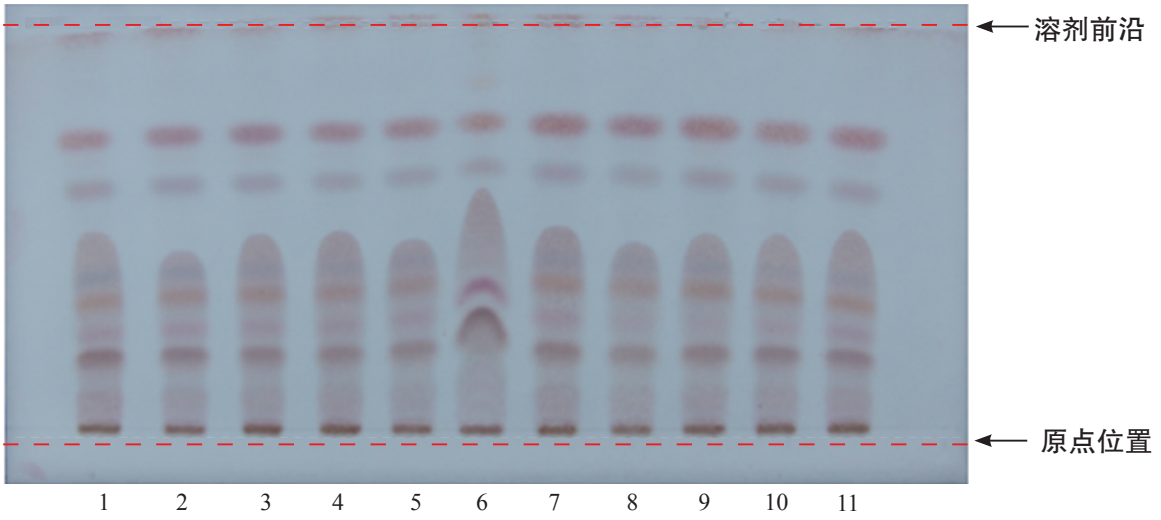


图6 藤合欢样品TLC图

1.对照药材溶液 2～11 10批次供试品溶液

色谱条件：硅胶G薄层预制板，生产厂家：青岛海洋化工厂分厂，批号：20160402，规格：10cm×20cm；条带点样，点样量5μl；展距：8cm；温度：22℃；相对湿度：56%
展开剂：甲苯-乙酸乙酯（9∶4）
显色与检视：喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。

【检查】 水分 照水分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 0832 第二法）测定。

对10批样品进行水分测定，结果见表2，根据最高值、最低值及平均值，将本品水分限度定为不得过12.0%。

表2 藤合欢样品水分测定结果

样品编号	水分（%）	样品编号	水分（%）
THH-1	9.9	THH-6	8.9
THH-2	9.2	THH-7	9.1
THH-3	9.0	THH-8	9.5
THH-4	9.0	THH-9	8.9
THH-5	9.3	THH-10	9.0

总灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行总灰分测定，结果见表3，根据最高值、最低值及平均值，将本品总灰分限度定为不得过6.0%。

表3 藤合欢样品总灰分测定结果

样品编号	总灰分（%）	样品编号	总灰分（%）
THH-1	4.7	THH-6	5.3
THH-2	5.5	THH-7	5.3
THH-3	5.1	THH-8	4.7
THH-4	5.1	THH-9	5.2
THH-5	5.1	THH-10	4.8

酸不溶性灰分 照灰分测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2302）测定。

对10批样品进行酸不溶性灰分测定，结果见表4，根据最高值、最低值及平均值，将本品酸不溶性灰分限度定为不得过2.0%。

表4 藤合欢样品酸不溶性灰分测定结果

样品编号	酸不溶性灰分（%）	样品编号	酸不溶性灰分（%）
THH-1	1.7	THH-6	1.3
THH-2	1.1	THH-7	1.0
THH-3	0.7	THH-8	0.7
THH-4	1.0	THH-9	0.6
THH-5	1.2	THH-10	0.5

【浸出物】 藤合欢中的主要化学成分槲皮素、山柰素为黄酮类化合物，由于黄酮类化合物极性较大，多为水溶性和醇溶性，因此考虑用水和乙醇作为提取溶剂。分别采用冷浸法和热浸法考察了水溶性浸出物和醇溶性浸出物，考察了不同浓度乙醇提取，最终确定以乙醇热浸法提取。

对10批样品照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版 四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，结果见表5。根据测定结果最高值、最低值及平均值，将本品浸出物限度定为不得少于25.0%。

表5 藤合欢样品浸出物测定结果

样品编号	浸出物（%）	样品编号	浸出物（%）
THH-1	32.2	THH-6	35.5
THH-2	31.8	THH-7	31.2
THH-3	30.0	THH-8	27.5
THH-4	32.6	THH-9	33.8
THH-5	28.2	THH-10	30.4

【含量测定】 藤合欢中主成分为黄酮类化合物，槲皮素、山柰素是藤合欢的主要功效成分。参照有关文献，采用高效液相色谱法，对本品中槲皮素和山柰素的总量进行测定。结果显示该方法灵敏，精密度高，重现性好，结果准确，可作为本品内在质量的控制方法。测定方法考察及验证结果如下。

1 方法考察与结果

1.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.4%磷酸溶液（50∶50）为流动相；进样量10μl；流速1.0ml/min。用紫外-可见分光光度计在190nm～500nm范围内进行扫描，结果显示槲皮素在192nm、204nm、256nm、372nm波长处有最大吸收；山柰素在200nm、267nm、323nm、366nm波长处有最大吸收。参照《中国药典》2015年版一部品种普乐安胶囊[6]含量测定波长的选择，确定360nm波长作为检测波长。

1.2 提取方法

1.2.1 提取试剂考察

取本品粉末（过三号筛）3份，每份1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别精密加入25%盐酸溶液-甲醇（1∶4）、25%盐酸溶液-甲醇（1∶5）、25%盐酸溶液-甲醇（1∶6）50ml，称定重量，加热回流30分钟，放冷，用上述溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液经0.45μm微孔滤膜滤过，滤液作为供试品溶液，测定。结果详见表6，用25%盐酸溶液–甲醇（1∶6）作为提取溶剂时，效果最优，故确定选用25%盐酸溶液-甲醇（1∶6）作提取溶剂。

表6 提取溶剂考察表

提取溶剂	槲皮素和山柰素总量（%）
25%盐酸溶液-甲醇（1∶4）	0.2360
25%盐酸溶液-甲醇（1∶5）	0.2511
25%盐酸溶液-甲醇（1∶6）	0.2561

1.2.2 提取方法考察

取本品粉末（过三号筛）1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入25%盐酸溶液-甲醇（1∶6）50ml，称定重量，同法制备3份，分别进行振摇30分钟提取，超声30分钟提取，加热回流30分钟提取，放冷，用上述溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液经0.45μm微孔滤膜滤过，作为供试品溶液，测定。结果详见表7，用振摇与超声方法提取所得含量较低，且无明显差异，加热回流方法提取所得含量最高，故采用加热回流方法为提取方法。

表7 提取方法考察表

提取方法	槲皮素和山柰素总量（%）
振摇	0.00721
超声	0.00690
回流	0.2561

1.2.3 提取溶剂量考察

取本品粉末（过三号筛）5份，每份1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别精密加入25%盐酸溶液-甲醇（1:6）25ml、50ml、100ml、125ml、150ml，称定重量，加热回流30分钟，放冷，用上述溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液经0.45μm微孔滤膜滤过，滤液作为供试品溶液，测定。结果详见表8，用100ml溶剂可提取完全，因此选择100ml溶剂提取。

表8 提取溶剂量考察表

提取溶剂量	槲皮素和山柰素总量（%）
25ml	0.1920
50ml	0.2484
100ml	0.3218
125ml	0.3246
150ml	0.3194

1.2.4 提取时间考察

取本品粉末（过三号筛）1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入25%盐酸溶液-甲醇（1:6）100ml，称定重量，同法制备3份，分别加热回流30分钟、45分钟、60分钟，放冷，用上述溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液经0.45μm微孔滤膜滤过，作为供试品溶液，测定。结果详见表9，结果表明回流提取45分钟，提取较完全，因此选择45分钟为该方法的提取时间。

表9 提取时间考察表

回流提取时间	槲皮素和山柰素总量（%）
30分钟	0.3218
45分钟	0.3454
60分钟	0.3175

综合以上试验结果，最终提取方法确定如下：取本品粉末（过三号筛）1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入25%盐酸溶液-甲醇（1:6）的混合溶液100ml，称定重量，加热回流45分钟，冷却至室温，用上述溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.方法学验证

2.1 线性关系考察

精密量取槲皮素对照品10.40mg（含量为96.2%），置100ml量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，作为对照品溶液。取对照品溶液分别用甲醇稀释制成每1ml含0.1μg、0.5μg、1μg、5μg、10μg、50μg、100μg的溶液，作为不同浓度对照品溶液。吸取上述不同浓度对照品溶液各10μl，注入液相色谱仪，以进样量（μg）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，槲皮素在进样量0.001μg～1μg范围内与峰面积有良好的线性关系，Y=3847.7X+0.4811（r=0.9999）。

精密量取山奈素对照品10.77mg（含量为93.2%），置100ml量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，作为对照品溶液。取对照品溶液分别用甲醇稀释制成每1ml含0.5μg、1μg、5μg、10μg、50μg、100μg的溶液，作为不同浓度对照品溶液。吸取上述不同浓度对照品溶液各10μl，注入液相色谱仪，以进样量（μg）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，山柰素在进样量0.005μg～10μg范围内与峰面积有良好的线性关系，Y=4329.5X+84.852（r=0.9998）。

2.2 重复性试验

取本品粉末（过三号筛）1g，共6份，照供试品溶液制备方法制备供试品溶液，计算槲皮素、山柰素含量，槲皮素和山柰素含量的RSD分别为1.3%，0.7%。表明本方法重复性符合要求。

2.3 仪器精密度

取本品粉末（过三号筛）1g，照供试品溶液制备方法制备供试品溶液，连续进样6针，槲皮素和山柰素含量RSD分别为0.4%，0.1%。表明仪器精密度良好。

2.4 准确度试验

取已知含量的供试品1g，共6份。对照品加入量：取槲皮素对照品10.12mg（含量为96.2%），置10ml量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取0.4ml，加入供试品中，加入量为0.389mg。另取山柰素对照品9.75mg（含量为93.2%），置10ml量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取2.7ml，加入供试品中，加入量为2.453mg，对照品总加入量为2.844mg。按标准正文含量测定项下方法制备供试品溶

液。同法测定槲皮素和山柰素总含量，计算回收率及RSD。结果：槲皮素和山柰素总量平均回收率为96.4%，RSD =1.7%（n=6）。

2.5 耐用性试验

2.5.1 色谱柱的考察

在Agilent 1260高效液相色谱仪下，分别采用不同品牌的色谱柱［Agilent ZORBAX Eclipse Plus C_{18}（4.6 mm × 250mm，5μm）、岛津 Wonda Cract ODS-2（4.6mm × 250mm，5μm）、Waters SunFire C_{18}（4.6mm × 250mm，5μm）］测定供试品中槲皮素和山柰素总含量，结果三根色谱柱测定结果平均值为0.284%，RSD=1.1%（n=3）。

2.5.2 仪器的考察

分别采用3台不同品牌色谱仪（Waters 2695-2998型，Agilent 1260型）测定供试品中槲皮素和山柰素总含量，结果3台色谱仪测定结果平均值为0.286%，RSD=0.8%（n=3）。

3. 样品测定及含量限度的确定

按正文含量测定项下的方法，测定了10批样品中槲皮素和山柰素总含量（详见表10），根据最高值、最低值及平均值，并考虑药材来源差异情况，将本品含量测定限度定为按干燥品计，不得少于0.25%。

槲皮素和山柰素HPLC图、藤合欢样品HPLC图分别见图7、图8。

表10 藤合欢样品含量测定结果

样品编号	槲皮素和山柰素总含量（%）
THH-1	0.3163
THH-2	0.2974
THH-3	0.2817
THH-4	0.2839
THH-5	0.3153
THH-6	0.2862
THH-7	0.2849
THH-8	0.3181
THH-9	0.3075
THH-10	0.3670

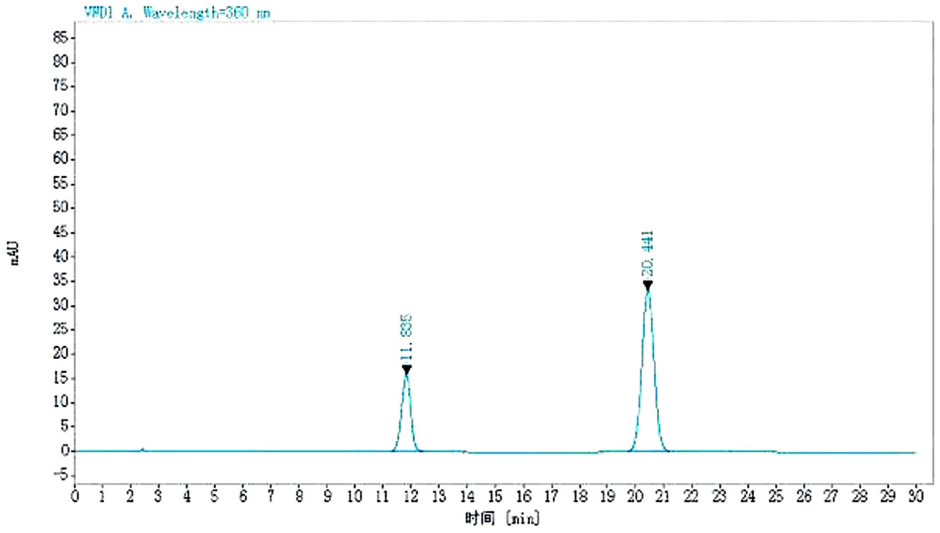


图7 槲皮素、山柰素混合对照品HPLC图

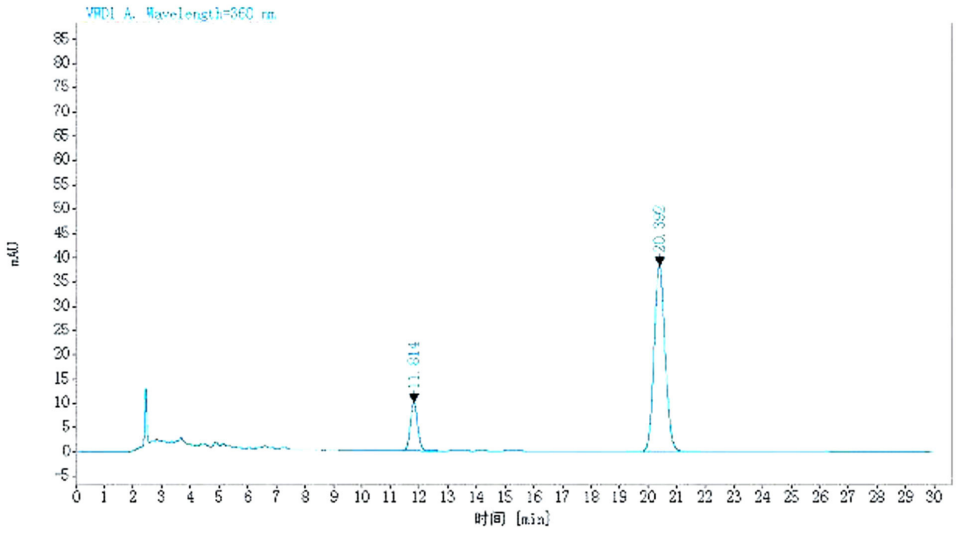


图8 藤合欢样品HPLC图

【性味与归经】 甘、平。归心、脾经。 医学专家会根据临床使用情况增加“归经”内容。

【功能与主治】 《吉林省药品标准》（1977年版）为“调补脾、安神解郁。用于神经衰弱，忧郁失眠，健忘。”，经医学专家会确定为“调补心脾，安神解郁。用于心悸，失眠，多梦，健忘，情志抑郁。”

【用法与用量】 15～25g。沿用《吉林省药品标准》（1977年版）。

【贮藏】 置通风干燥处，防潮、防蛀。沿用《吉林省药品标准》（1977年版）。

参考文献

[1]吉林省卫生局. 吉林省药品标准[S]. 1977：260.

[2]杨润亚，程亮，刘珂. 南蛇藤果中内生真菌的抑菌活性研究[J]. 鲁东大学学报（自然科学版），2006，22（3）：228-231.

[3]黄晓玲，刘倩倩，杨振美，等. 南蛇藤果实提取液对弧菌的体外抑菌作用[J]. 北方园艺，2010，（11）：173-175.

[4]郭远强. 南蛇藤果实化学成分和药理活性研究[D]. 沈阳药科大学，2004.

[5]卞俊. 南蛇藤活性成分及药理作用研究概况[J]. 药学实践杂志，2015，33（3）：201-204.

[6]国家药典委员会. 中国药典（一部）[S].北京：中国医药科技出版社，2015：1624-1625.

研究起草人：史磊　杨志伟　吴庆淼　刘亚茹　范纯玲　石鑫磊

起草单位：松原市食品药品检验所

复核单位：吉林市食品药品检验所

审　　校：王路宏　杨树东

中文名索引

（按汉语拼音顺序排列）

B

北香薷……109
北鼠妇虫……118

C

草苁蓉……192
朝白术（叨百克怵）……287

D

貂　肾……319
东北苦菜……96

F

返魂草……149

G

高山红景天……217

H

核桃楸皮……204
虎眼万年青……176

J

蒺藜草……328
金盏银盘……186

L

藜芦茎叶……371
列　当……137
龙牙楤木……86

鹿　心……263
驴　肾……167
葎　草……274
萝　藦……228

N

牛　髓……63

R

人参果……16
人参须……27
人参芦头……1

S

山紫菀……52
山葡萄藤……40

T

藤合欢……379

X

西洋参叶……128
蟋　蟀……364
缬　草……351
雄蜂蛹……300

Y

野玫瑰根……242
月见草子……75

Z

榛子花……338
猪胆汁……253
紫丁香叶……307

药材汉语拼音索引

B

Beishufuchong　北鼠妇虫 ……118
Beixiangru　北香薷 ……109

C

Caocongrong　草苁蓉 ……192
Chaobaizhu　朝白术（叨百克怵） ……287

D

Diaoshen　貂　肾 ……319
Dongbeikucai　东北苦菜 …… 96

F

Fanhuncao　返魂草 ……149

G

Gaoshanhongjingtian　高山红景天 ……217

H

Hetaoqiupi　核桃楸皮 ……204
Huyanwannianqing　虎眼万年青 ……176

J

Jilicao　蒺藜草 ……328
Jinzhanyinpan　金盏银盘 ……186

L

Liedang　列　当 ……137
Lilujingye　藜芦茎叶 ……371
Longyacongmu　龙牙楤木 …… 86
Lücao　葎　草 ……274

Luomo 萝 藦……228
Lüshen 驴 肾……167
Luxin 鹿 心……263

N

Niusui 牛 髓……63

R

Renshenguo 人参果……16
Renshenlutou 人参芦头……1
Renshenxu 人参须……27

S

Shanputaoteng 山葡萄藤……40
Shanziwan 山紫菀……52

T

Tenghehuan 藤合欢……379

X

Xiecao 缬 草……351
Xiongfengyong 雄蜂蛹……300
Xishuai 蟋 蟀……364
Xiyangshenye 西洋参叶……128

Y

Yemeiguigen 野玫瑰根……242
Yuejiancaozi 月见草子……75

Z

Zhenzihua 榛子花……338
Zhudanzhi 猪胆汁……253
Zidingxiangye 紫丁香叶……307

药材拉丁名索引

A

ARALIAE CORTEX　龙牙楤木 …… 86
ASPERSUS CRICKET　蟋　蟀 ……364
ATRACTYLODIS JAPONICAE RHIZOMA　朝白术（叨百克怵） ……287

B

BIDENS BITERNATA HERBA　金盏银盘……186
BOSCHNIAKIA ROSSICA HERBA　草 苁 蓉 ……192

C

CORYLI MASCULINUS FLOS　榛 子 花 ……338

E

ELSHOLTZIAE HERBA　北 香 薷 ……109

F

FEL SUILLUS　猪 胆 汁 ……253
FRUCTUS CELASTRI ORBICULATI　藤 合 欢 ……379

G

GINSENG LEPTORADIX　人 参 须 …… 27
GINSENG RHIZOMA　人参芦头 ……1

H

HUMULI HERBA　葎　草……274

I

IXERIDII GRAMINEI HERBA　东北苦菜…… 96

J

JUGLANDIS MANDSHURICAE CORTEX　核桃楸皮……204

L

LIGULARIAE RADIX ET RHIZOMA　山 紫 菀 …… 52

M

MEDULLA SPINALIS BOVIS SEU BUBALI　牛　髓 …… 63
METAPLEXIS JAPONICA HERBA　萝　藦 ……228
MUSTELA　貂　肾 ……319

O

OENOTHERAE BIENNIS SEMEN　月见草子 …… 75
ORNITHOGALUM HERBA　虎眼万年青 ……176
OROBANCHES HERBA　列　当 ……137

P

PANACIS QUINQUEFOLII FOLIUM　西洋参叶 ……128
PANAX GINSENG FRUCTUS　人 参 果 …… 16
PORCELLIO WORM　北鼠妇虫……118
PUPA APIDIS　雄 蜂 蛹 ……300

R

RHODIOLAE SACHALINENSIS RADIX ET RHIZOMA　高山红景天 ……217
ROSAE DAVURICAE RADIX ET RHIZOMA　野玫瑰根 ……242

S

SANGUIS CERVI　鹿　心 ……263
SENECIONIS CANNABIFOLIUS HERBA　返 魂 草 ……149
SYRINGAE OBLATAE FOLIUM　紫丁香叶……307

T

TESTIS ET PENIS ASINI　驴　肾 ……167
TRIBULI HERBA　蒺 藜 草 ……328

V

VALERIANA RADIX ET RHIZOMA　缬　草 ……351
VERATRI HERBA　藜芦茎叶……371
VITIS AMURENSIS CAULIS　山葡萄藤 …… 40

索引

植（动）物拉丁学名索引

A

Apis cerana Fabricus　中华蜜蜂 ……300
Apis mellifera Linnaeus　意大利蜂 ……300
Aralia elata (Miq.)Seem.　辽东楤木 …… 86
Armadillidium vulgare Latreille　平甲虫 ……118
Atractylodes japonica Koidz.ex Kitam.　关苍术 ……287

B

Bidens biternata (Lour.) Merr. et Sherff　金盏银盘 ……186
Bos Taurus domesticus Gmelin　黄牛 …… 63
Boschniakia rossica (Cham. et Schlecht.) Fedtsch.　草苁蓉 ……192

C

Celastrus orbiculatus Thunb.　南蛇藤 ……379
Cervus nippon temminck　梅花鹿 ……263
Cervus elaphus linnacus　马鹿 ……263
Corylus heterophylla Fisch.　榛 ……338

E

Eguus asinus L.　驴 ……167
Elsholtzia ciliata (Thunb.) Hyland.　香薷 ……109

H

Humulus scandens (Lour.)Merr.　葎草 ……274

I

Ixeridium gramineum (Fisch.) Tzvel.　窄叶小苦荬 …… 96

J

Juglans mandshurica Maxim.　核桃楸（胡桃楸）……204

L

Ligularia fischeri (Ledeb.) Turcz.　蹄叶橐吾 …… 52

M

Metaplexis japonica (Thunb.) Makino　萝藦 ……228
Mustela vison Sehreber　水貂 ……319

O

Oenothera biennis L.　月见草 …… 75
Ornithogalum caudatum Jacq.　虎眼万年青 ……176
Orobanche coerulescens Steph.　列当 ……137

P

Panax ginseng C. A. Mey.　人参 ……1，16，27
Panax quinquefolium L.　西洋参 ……128
Porcellio scaber Latreille　鼠妇 ……118

R

Rhodiola sachalinensis A.Bor.　库页红景天 ……217
Rosa davurica Pall.　山刺玫 ……242

S

Scapsipedus aspersus Weber　蟋蟀 ……364
Senecio cannabifolius Less.　宽叶返魂草（麻叶千里光） ……149
Senecio cannabifolius Less.var.integrifolius (Koidz.) Kitag.　单叶返魂草（全叶千里光）
……149
Sus scrofadomestica Brisson　猪 ……253
Syringa oblata Lindl.　紫丁香 ……307

T

Tribulus terrestris L.　蒺藜 ……328

V

Valeriana officinalis L.　缬草 ……351
Veratrum nigrum L.　藜芦……371
Vitis amurensis Rupr.　山葡萄 …… 40

编写说明

吉林省中药材标准编制始于1977年，名为《吉林省药品标准》，其中收载地方特色中药材68种。1992至2003年，原省卫生行政部门和省药品监督管理部门先后分8批次以文件形式颁布了26个品种吉林省中药材标准。为适应吉林省中医药事业的发展，吉林省药品监督管理局于2014年8月启动了吉林省中药材标准的研究编制工作，会同有关单位多次论证研讨，并在全省范围内开展了广泛调研，对拟收载品种及吉林省地区性习用药材情况进行了摸查筛选，建立了品种库，制定了吉林省药材标准工作管理办法、工作程序及相关技术要求，对研究编制工作进行了总体规划，并结合本省中药材、中药饮片生产、临床使用、标准研究的实际情况，以科学、先进、实用、规范为原则，组织省内检验机构、大专院校、科研院所、医疗机构和生产企业的专家学者开展协作攻关，对省内近105种习用中药材质量标准进行了研究编制。《吉林省中药材标准》第一册是遴选了近2年已经颁布的35个中药材标准基础上补充完善而成。作为吉林省中药材生产、经营、使用、检验和监督管理的技术依据。

本标准不再收载国家标准已收载的品种，但对部分与国家药品标准同名异物的品种，做了更名修订（如鼠妇虫改为北鼠妇虫、北败酱改为东北苦菜等）；规范了中药材中文名称（如楸树皮改为核桃楸皮、藜芦改为藜芦茎叶、榛子雄花改为榛子花）；对个别品种植物拉丁学名做了订正；规范功能与主治的表述、主症与次症的排列，彻底解决原标准描述不确切、前后矛盾、主治病症宽泛等问题；采用显微鉴别、薄层色谱及高效液相色谱等分析技术，对鉴别、检查、含量测定等项目进行质量控制的品种大幅度提高。全书附原植物（原动物）、药材、显微特征、薄层色谱等彩色图片共273余幅。

吉林省中药材标准研究编制工作，自始至终得到了国家药典委员会、原吉林省质量技术监督局、吉林省药品检验所、吉林省中医药科学院、长春中医药大学、吉林农业大学、延边大学药学院、延边朝医医院（延边朝鲜族自治州民族医药研究所）、长春市食品药品检验中心、吉林市食品药品检验所、延边朝鲜族自治州食品药品检验所、四平市食品药品检验所、通化市食品药品检验所、白城市食品药品检验所、松原市食品药品检验所、辽源市食品药品检验所、白山市食品药品检验所等单位的大力支持和帮助，在此表示衷心的感谢！

吉林省药品监督管理局

2019年6月