

## 附件 4

# 九制黄精中药标准（征求意见稿）

## 九制黄精

Jiuzhihuangjing

### POLYGONATI RHIZOMA PRAEPARATA

本品为黄精的炮制加工品。

**【炮制】** 九制黄精 取黑豆，熬汁（取黑豆 10kg，加水适量，煮约 4 小时，熬汁约 15kg，豆渣再加水煮约 3 小时，熬汁约 10kg，合并得黑豆汁约 25kg），将黑豆汁分为九等份，备用；另取黄精片，加一份黑豆汁拌润至汁液吸尽，蒸 1 小时，取出干燥，相同操作反复九次（蒸制产生的蒸液应在制备过程中加入黄精中）。

每 100kg 黄精，用黑豆 20kg。

**【性状】** 本品呈不规则厚片。表面呈棕褐色至棕黑色，切面可见筋脉小点，断面棕褐色至棕黑色，质稍硬而韧。气微，味甜，嚼之有黏性。

**【鉴别】** 取本品粉末 1.5g，加 70%乙醇 20ml，加热回流 1 小时，抽滤，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，加正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黄精（制）对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 10 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯-甲酸（5：2：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，在 105 $^{\circ}$ C 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 15.0%（通则 0832 第三法）。

总灰分 取本品，80 $^{\circ}$ C 干燥 6 小时，粉碎后测定，不得过 6.0%（通则 2302）。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（通则 2201）项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于 50.0%。

**【含量测定】** 多糖 照紫外-可见分光光度法（通则 0401）测定。

**对照品溶液的制备** 取经 105 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的无水葡萄糖对照品 33mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，即得（每 1ml 中含无水葡萄糖 0.33mg）。

**标准曲线的制备** 精密量取对照品溶液 0.1ml、0.2ml、0.3ml、0.4ml、0.5ml、0.6ml，分别置 10ml 具塞刻度试管中，各加水至 2.0ml，摇匀，在冰水浴中缓缓滴加 0.2% 蒽酮-硫酸溶液至刻度，混匀，放冷后置水浴中保温 10 分钟，取出，立即置冰水浴中冷却 10 分钟，取出，以相应试剂为空白。照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 582nm 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 60℃ 干燥至恒重的本品细粉约 0.25g，精密称定，置圆底烧瓶中，加 80% 乙醇 150ml，置水浴中加热回流 1 小时，趁热滤过，残渣用 80% 热乙醇洗涤 3 次，每次 10ml，将残渣及滤纸置烧瓶中，加水 150ml，置水浴中加热回流 1 小时，趁热滤过，残渣及烧瓶用热水洗涤 4 次，每次 10ml，合并滤液与洗液，放冷，转移至 250ml 量瓶中，加水至刻度，摇匀，精密量取 1ml，置 10ml 具塞干燥试管中，照标准曲线的制备项下的方法，自“加水至 2.0ml”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中含无水葡萄糖的重量（mg），计算，即得。

本品含多糖以无水葡萄糖（ $C_6H_{12}O_6$ ）计，不得少于 2.5%。

**单糖** 照高效液相色谱法（通则 0521）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-0.02mol/L 的乙酸铵溶液（20：80）为流动相；检测波长为 250nm。理论板数按 D-葡萄糖峰计算应不低于 5000。

**对照品溶液的制备** 取经 105℃ 干燥至恒重的无水葡萄糖对照品约 10mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加适量水使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

**测定法** 取 60℃ 干燥至恒重的本品细粉约 0.25g，精密称定，加水 50ml，超声（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，滤过，取续滤液作为供试品溶液。分别取对照品溶液、供试品溶液各 400 $\mu$ l，加 0.5mol/L 的 PMP（1-苯基-3-甲基-5 吡唑啉酮）甲醇溶液与 0.3mol/L 的氢氧化钠溶液各 400 $\mu$ l，混匀，70℃ 水浴反应 100 分钟。再加 0.3mol/L 的盐酸溶液 500 $\mu$ l，混匀，用三氯甲烷洗涤 3 次，每次 2ml，弃去三氯甲烷液，水层离心后，分别取上清液各 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含单糖以无水葡萄糖（ $C_6H_{12}O_6$ ）计，不得少于 4.0%。

**【性味与归经】** 甘，平。归脾、肺、肾经。

**【功能与主治】** 补气养阴，健脾，润肺，益肾。用于脾胃气虚，体倦乏力，胃阴不足，口干食少，肺虚燥咳，劳嗽咳血，精血不足，腰膝酸软，须发早白，

内热消渴。

**【炮制作用】** 九制黄精 增强补脾润肺益肾作用，减缓刺激性。

**【用法与用量】** 9~15g。

**【贮藏】** 置通风干燥处，防霉，防蛀。

**【药材收载标准】**《中国药典》（2015年版）一部。

征求意见稿