附件9

开郁曲饮片标准(征求意见稿)

开郁曲

Kaiyu Qu

【来源】 本品为清半夏、川芎、苍术、香附经发酵加工而成。

【制法】 取香附、苍术、川芎，分次加水煎煮，滤过，合并滤液，浓缩至适量。另取清半夏，粉碎成粗粉，加入上述浓缩液及麦麸，混合均匀，置适宜条件下发酵，待其表面遍布白黄色“霉衣”时，取出，干燥。

每100㎏清半夏，用香附100㎏、苍术100㎏、川芎100㎏、麦麸10㎏。

【性状】 本品呈不规则颗粒或团块状，表面棕黄色至棕褐色。微有香气，味甘、微辛。

【鉴别】 （1）本品粉末为棕黄色。淀粉粒甚多，单粒类圆形、半圆形或圆多角形，直径2～20µm，脐点裂缝状、人字状或星状；草酸钙针晶束存在于椭圆形黏液细胞中，或随处散在，针晶长20～144µm。螺纹导管直径10～24µm。

（2）取本品粉末2g，加乙醇20ml，加热回流1小时，滤过，滤液浓缩至干，加乙醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取半夏对照药材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5µl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯-冰醋酸（10:7:1）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。

（3）取本品粉末2g，加1%碳酸氢钠溶液20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液用稀盐酸调pH值至2～3，用乙酸乙酯振摇提取3次（20ml，15ml，15 ml），合并乙酸乙酯液，挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取川芎对照药材1g，同法制成对照药材溶液，再取阿魏酸对照品，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（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-甲酸（4:1:0.1）为展开剂，展开、取出、晾干，喷以新配制的1%三氯化铁和1%铁氰化钾（1:1）混合溶液，置日光下检视。供试品溶液色谱中，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。

（4）取本品粉末2g，加水25ml，超声处理15分钟，过滤，滤液用乙酸乙酯萃取3次（25 ml、15 ml、15ml），取乙酸乙酯液，挥干，残渣加甲醇2ml溶解，作为供试品溶液。另取苍术对照药材1g，同法制得对照药材溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-氨水（3:10:0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视，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10.0%（通则0832第二法）。

总灰分 不得过7.0%（通则2302）。

酸不溶性灰分 不得过0.5%（通则2302）。

黄曲霉毒素 照黄曲霉毒素测定法（通则2351）测定。

本品每1000g含黄曲霉毒素B1不得过5μg，含黄曲霉毒素B1、黄曲霉毒素B2、黄曲霉毒素G1和黄曲霉毒素G2的总量不得过10μg。

【浸出物】照水溶性浸出物测定法（通则2201）项下热浸法测定，不得少于50.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（通则0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；甲醇-1%冰乙酸（30:70）为流动相；检测波长为323nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 精密称取阿魏酸对照品适量，加70%甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备取本品，研细，过四号筛，精密称定2.5g，置50ml量瓶中，加70%甲醇约40ml，超声处理（功率400W，频率50KHz）30分钟，取出，放冷，用70%甲醇定容，滤过，取续滤液，过0.45μm微孔滤膜，即得。

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

本品按干燥品计，含川芎以阿魏酸（C10H10O4）计，不得少于0.010%。

【功能与主治】 燥湿化痰，行气解郁，降逆止呕。用于痰气郁结而成的郁痰证。症见痰结咽间，粘稠难咯，咽干，口燥，咳嗽喘促；或痰留胃脘，嗳气吞酸，呕吐少食；或胁肋胀满，胸中烦闷，睡卧不宁。

【用法与用量】 3～9g。

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处，防蛀。

【注意】 不宜与川乌、制川乌、草乌、制草乌、附子同用。