

编号：琼 ZP2023--004

桑黄粉

Sang huang fen

【来源】本品为多孔菌科真菌忍冬木层孔菌 *phellinus lonicerinus*(Bond.) Bond.et Sing.干燥子实体的炮制加工品。

【炮制】取桑黄原药材，除去杂质和树皮，切块或砸成小块，粉碎成细粉。

【性状】本品为棕黄色至咖啡色的粉末。气微，味微苦。

【鉴别】

(1) 本品粉末棕黄色至咖啡色。生殖菌丝占多数，黄色至褐色，少有分枝，通常简单分隔，直径 2~5 μm ，壁薄，不透明。骨架菌丝占少数，金黄色，壁厚，不分隔且不分枝，直径为 3~6 μm 。

(2) 取本品粉末 1g，加乙醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取桑黄对照药材 1g，同法处理，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015 年版通则 0502）试验，分别吸取上述两种溶液各 5 μl ~10 μl ，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以丙酮-石油醚（60~90 $^{\circ}\text{C}$ ）（1:3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%的磷钼酸乙醇溶液，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，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 3.0%（《中国药典》2015 年版四部通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过 0.5%（《中国药典》2015 年版四部通则 2302）。

浸出物 按水溶性浸出物测定法（通则 2201）中的热浸法测定，不得少于 3.0%。

微生物限度 应符合中药饮片的微生物限度标准（《中国药典》2015 年版通则 1107）

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

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

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

供试品溶液的制备 取本品粉末约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加乙醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 140W，频率 42kHz）45 分钟，放冷，再称定重量，用乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液，即得。

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

本品按干燥品计算，含三萜及甾醇以齐墩果酸（ $C_{30}H_{48}O_3$ ）计，不得少于 0.25%。

【性味与归经】 微苦，寒。归肝、胃、大肠经。

【功能与主治】 软坚散结，活血止血，和胃止泻。用于癥瘕积聚，瘰疬，痰核，外伤出血，崩漏带下，胃热呕吐，湿热泄痢。

【用法与用量】 吞服，每次 2-3g，或遵医嘱。

【贮藏】 置通风干燥处，防蛀。

炮制规范起草单位：海南康农堂中药有限公司

标准复核单位：海南省药品检验所

中药饮片桑黄粉炮制规范起草说明

【处方用名】

处方用名：桑黄。来源于《太平圣惠方》、《药性论》等古今经典验方。如“治久血痢不止，腹痛心烦，桑黄散方。桑黄（一两微炒）地榆（三分锉）黄连（三分去须微炒）当归（一两锉微炒）黄芩（半两）甘草（半两炙微赤，锉）上件药。捣筛为散。每服三钱。以水一中盏。煎至六分。去滓。不计时候温服。”（《太平圣惠方》）；“桑黄 9 克，栀子 3 克，龙胆草 15 克。水煎服。治黄疸型肝炎”（《蕈菌医方集成》）^[1]。

【药材来源】

本品为多孔菌科真菌忍冬木层孔菌 *phellinus.lonicerinus*(Bond.) Bondet Sing 干燥子实体，全年均可采收，干燥。始载于《药性论》，《中国药用真菌》、《本草纲目》、《神农本草经》、《中华本草》、《中药大辞典》、《肿瘤治疗的革命》等历代本草和现代医学著作中均有记载。主要用于血淋、崩漏带下、脾虚泄泻等疾病以及各类肿瘤的辅助治疗。

【原植物】

原植物主要为杨、柳、白桦、栎树、桦树、杜鹃及四照花等阔叶树。桑黄生于其活立木干部，子实体多年生，多集中于树干的中下部，引起心材海绵状白色腐朽^[2]。见图 1。



图 1：桑黄原植物

【产地】

主产于东北、云南、西藏、湖北。



图 2 桑黄和桑黄粉饮片
(①桑黄粉, ②桑黄)

【鉴别】

1.粉末显微鉴别

参考《湖北省中药材标准》桑黄项下, 结合桑黄粉 12 批样品的检验结果, 将骨架菌丝和生殖菌丝进行描述, 制定为: 本品粉末棕黄色至咖啡色。生殖菌丝占多数, 黄色至褐色, 少有分枝, 通常简单分隔, 直径 2~5 μm, 壁薄, 不透明。骨架菌丝占少数, 金黄色, 壁厚, 不分隔且不分枝, 直径为 3~6 μm。(见图 3~图 4, 表 2)

表 2: 12 批桑黄粉显微鉴别结果

批号	20181115PZ	20181116PZ	20181117PZ	20181119PZ	20181120PZ	20181121PZ
结果	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色至褐色, 少有分枝, 通常简单分隔, 直径 3.09 μm, 壁薄, 不透明。骨架菌丝占少数, 金黄色, 壁厚, 不分隔且不分枝, 直径为 4.00 μm。	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色至褐色, 少有分枝, 通常简单分隔, 直径 3.15 μm, 壁薄, 不透明。骨架菌丝占少数, 金黄色, 壁厚, 不分隔且不分枝, 直径为 4.09 μm。	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色至褐色, 少有分枝, 通常简单分隔, 直径 3.30 μm, 壁薄, 不透明。骨架菌丝占少数, 金黄色, 壁厚, 不分隔且不分枝, 直径为 4.08 μm。	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色至褐色, 少有分枝, 通常简单分隔, 直径 2.96 μm, 壁薄, 不透明。骨架菌丝占少数, 金黄色, 壁厚, 不分隔且不分枝, 直径为 3.47 μm。	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色至褐色, 少有分枝, 通常简单分隔, 直径 3.08 μm, 壁薄, 不透明。骨架菌丝占少数, 金黄色, 壁厚, 不分隔且不分枝, 直径为 4.06 μm。	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色至褐色, 少有分枝, 通常简单分隔, 直径 3.15 μm, 壁薄, 不透明。骨架菌丝占少数, 金黄色, 壁厚, 不分隔且不分枝, 直径为 4.63 μm。
批号	20181122PZ	20181123PZ	20181124PZ	181201	181202	181203
结果	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色至褐色, 少	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色至褐	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色	棕黄色至咖啡色的粉末。生殖菌丝占多数, 黄色

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

有分枝，通常简单分隔，直径 3.09 μm，壁薄，不透明。骨架菌丝占少数，金黄色，壁厚，不分隔且不分枝，直径为 4.11 μm。 ，	色，少有分枝，通常简单分隔，直径 4.05 μm，壁薄，不透明。骨架菌丝占少数，金黄色，壁厚，不分隔且不分枝，直径为 3.30 μm。	至褐色，少有分枝，通常简单分隔，直径 3.02 μm，壁薄，不透明。骨架菌丝占少数，金黄色，壁厚，不分隔且不分枝，直径为 4.00 μm。	至褐色，少有分枝，通常简单分隔，直径 4.31 μm，壁薄，不透明。骨架菌丝占少数，金黄色，壁厚，不分隔且不分枝，直径为 4.07 μm。	至褐色，少有分枝，通常简单分隔，直径 3.65 μm，壁薄，不透明。骨架菌丝占少数，金黄色，壁厚，不分隔且不分枝，直径为 4.07 μm。	至褐色，少有分枝，通常简单分隔，直径 3.72 μm，壁薄，不透明。骨架菌丝占少数，金黄色，壁厚，不分隔且不分枝，直径为 4.02 μm。
--	---	---	---	---	---



(图 3: 骨架菌丝)



(图 4: 生殖菌丝)

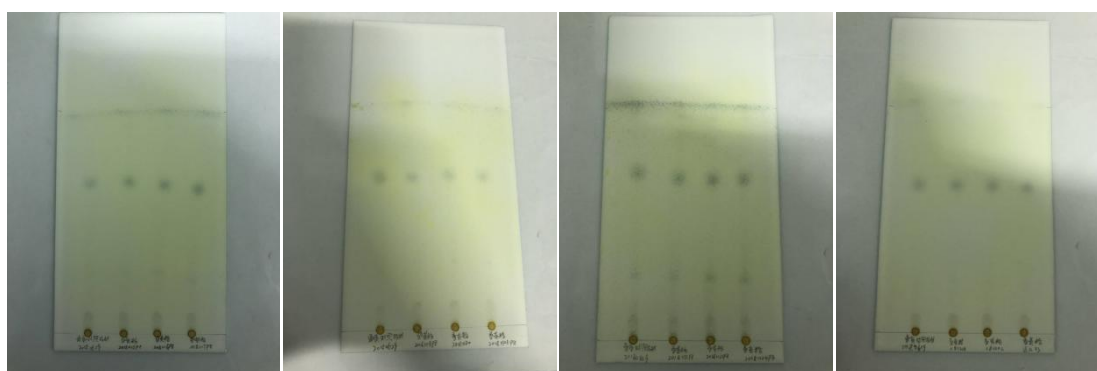
2.薄层鉴别

参考《湖北省中药材标准》桑黄，由于麦角甾烷-6，22-二烯-3,5,8-三醇对照品获取难度极大，采用对照药材进行试验。通过 12 批样品检验结果，将薄层鉴别定为：“取本品粉末 1g，加乙醇 10ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取桑黄对照药材 1g，同法处理，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（《中国药典》^[5]2015 年版通则 0502）试验，分别吸取上述两种溶液各 5 μl，点于同一硅胶 G 薄层板上，以丙酮-石油醚（60~90℃）（1:3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5% 的磷钼酸乙醇溶液，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，显相同颜色的斑点。” 12 批桑黄粉样品检验结果分别如下：（表 3，图,5）

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

表 3：12 批桑黄粉薄层鉴别结果

批号	20181115PZ	20181116PZ	20181117PZ	20181119PZ	20181120PZ	20181121PZ
结果	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点
批号	20181122PZ	20181123PZ	20181124PZ	181201	181202	181203
结果	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点	在与对照药材色谱相应的位置，显相同颜色的斑点



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

图 6：桑黄粉薄层鉴别

(注：1. 桑黄对照药材（批号 HN180629）、2. 20181115PZ，3. 20181116PZ，4. 20181117PZ，5. 20181119PZ，6. 20181120PZ，7. 20181121PZ，8. 20181122PZ，9. 20181123PZ，10. 20181124PZ，11. 181201，12. 181202，13. 181203)

【检查】

1.水分

(1) 检验方法及样品检验结果

参考《中国药典》2015年版“灵芝”水分测定方法《中国药典》2015年版四部通则 0832 水分测定法) 中的第二法烘干法，取本品粉末约 2~4g，平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中，厚度不超过 5mm，精密称定，开启瓶盖在 105℃干燥 5 小时，将瓶盖盖好，移至干燥器中，放冷 30 分钟，精密称定，再在上述温度干燥 1 小时，放冷，称重，至连续两次称重的差异不超过 5mg 为止。根据减失的重量，计算供试品中含水量 (%)。水分结果见表 4。

表 4 12 批桑黄粉水分测定结果

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

样品批号	水分 (%) 烘干法
20181115PZ	12.1
20181116PZ	10.1
20181117PZ	12.2
20181119PZ	12.4
20181120PZ	9.7
20181121PZ	11.6
20181122PZ	12.4
20181123PZ	10.8
20181124PZ	10.6
181201	8.4
181202	7.9
181203	8.0
$\bar{X} \pm sd$	10.5 ± 1.7

(2) 水分测定结果分析及检验方法确认

从上表数据可以看出，中药饮片桑黄粉水分幅度范围为 7.9%~12.4%，平均值为 10.5%；根据 12 批结果的平均值乘以 120%，得出桑黄粉的水分限度标准为：12.6%。综合考虑方法和限度的结果，最终将桑黄粉的水分测定方法和限度拟定为：照水分测定法《中国药典》（2015 年版四部通则 0832）中的第二法测定，含水分不得过 13.0%

2.总灰分

(1) 测定方法和结果

按照《中国药典》2015 年版四部（通则 2302 灰分测定法）中的总灰分测定法，取供试品粉末 3-5g，置炽灼至恒重的坩埚中，称定重量，缓缓炽热，注意避免燃烧，至完全炭化时，逐渐升高温度至 550℃，使完全灰化并至恒重。根据残渣重量，计算供试品中总灰分的含量（%）。

12 批结果见表 5。

表 5 12 批桑黄粉总灰分和酸不溶性灰分测定结果

样品批号	灰分 (%)	酸不溶性灰分 (%)
20181115PZ	2.6	0.6
20181116PZ	2.2	0.2
20181117PZ	1.3	0.3
20181119PZ	2.2	0.1
20181120PZ	1.2	0.7
20181121PZ	2.0	0.8
20181122PZ	2.5	0.5
20181123PZ	2.1	0.6
20181124PZ	1.4	0.4
181201	1.2	0.2

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

181202	1.3	0.1
181203	1.3	0.3
$\bar{X} \pm sd$	1.8 ± 0.6	0.4 ± 0.3

(2) 结果分析及限度确认

从表 5 的数据 可以看出, 12 批中药饮片桑黄 桑黄粉的总灰分结果在 1.2%~2.6%之间, 平均值为 1.8%。根据平均值乘以 120%, 得到饮片桑黄粉的灰分限度为 2.16%。最终拟定 将桑黄的总灰分测定方法及限度定为: 照《中国药典》2015 年版四部(通则 2302 灰分测定法)中的总灰分测定法, 不得过 3.0%。

3. 酸不溶性灰分

(1) 检验方法及结果

照(《中国药典》2015 年版四部通则 2302 灰分测定法)中的酸不溶性灰分测定法, 取总灰分检测所得的灰分, 在坩埚中小心加入稀盐酸约 10ml, 用表面皿覆盖坩埚, 置水浴上加热 10 分钟, 表面皿用热水 5ml 冲洗, 洗液并入坩埚中, 用无灰滤纸滤过, 坩埚内的残渣用水洗于滤纸上, 并洗涤至洗液不显氯化物反应为止。滤渣连同滤纸移至同一坩埚中, 干燥, 炽灼至恒重。根据残渣重量, 计算供试品中酸不溶性灰分的含量(%). 结果见表 5。

(2) 结果分析及限度确认

从表 5 的数据 可以看出, 中药饮片桑黄粉酸不溶性灰分均在 0.1%-0.8%之间, 平均值为 0.4%, 取平均值乘以 120%, 得到桑黄粉酸不溶性灰分限度分别为: 0.48%, 最终拟定, 桑黄的酸不溶性灰分测定方法及限度定为: 照《中国药典》2015 年版四部(通则 2302 灰分测定法)中的酸不溶性灰分测定法, 不得过 1.0%。

4. 浸出物

(1) 水溶性浸出物(热浸法)测定方法及结果

照《中国药典》2015 年版四部通则 2201 水溶性浸出物测定法)中的热浸法, 取供试品约 2-4g, 精密称定, 至 250ml 的锥形瓶中, 精密加水 100ml, 密塞, 称定重量, 静置 1 小时后, 连接回流冷凝管, 加热至沸腾, 并保持微沸 1 小时。放冷后, 取下锥形瓶, 密塞, 再称定重量, 用水补足减失的重量, 摇匀, 用干燥滤器滤过, 精密量取滤液 25ml, 置已干燥至恒重的蒸发皿中, 在水浴上蒸干后, 于 105℃干燥 3 小时, 置干燥器中冷却 30 分钟, 迅速精密称定重量。以干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量(%).

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

(2) 水溶性浸出物冷浸法及其测试结果

取供试品约 4g，精密称定，置 250~300ml 的锥形瓶中，精密加水 100ml，密塞，冷浸，前 6 小时内时时振摇，再静置 18 小时，用干燥滤器迅速滤过，精密量取续滤液 20ml，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于 105℃干燥 3 小时，置干燥器中冷却 30 分钟，迅速精密称定重量。除另有规定外，以干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量（%）。浸出物结果见表 6。

表 6 12 批桑黄粉浸出物测定结果

样品批号	浸出物（%）热浸法	浸出物（%）冷浸法
20181115PZ	2.9	3.2
20181116PZ	3.8	2.9
20181117PZ	5.4	4.8
20181119PZ	6.1	2.4
20181120PZ	3.1	4.8
20181121PZ	4.5	3.2
20181122PZ	5.9	5.4
20181123PZ	4.9	3.8
20181124PZ	5.8	5.0
181201	5.2	3.7
181202	3.7	3.4
181203	4.6	3.0
X±sd	4.7±1.6	3.8±1.0

(3) 结果分析及方法限度确认

根据上表数据，中药饮片桑黄粉的水溶性浸出物，热浸法结果幅度范围为：2.9%~6.1%，平均值为 4.7%；冷浸法结果幅度范围为 2.4~5.4%，平均值为 3.8%。根据平均值乘以 80%，得出热浸法浸出物限度结果为 3.8%；冷浸法浸出物限度为 3.0%。可以看出，热浸法检验结果高于冷浸法，综合考虑桑黄粉的结果，拟将桑黄粉浸出物测定方法和限度定为：照《中国药典》（2015 年版四部通则 2201 浸出物测定法）中的水溶性浸出物热浸法，不少于 3.0%。

5. 微生物限度

(1) 检验方法及限度

取供试品粉末 10g，照微生物限度检查法《中国药典》2015 年版通则 1105、1106、1107 检查，结果应不得检出沙门菌，耐胆盐革兰氏阴性菌应小于 10⁴cfu/g。

(2) 三批验证批次产品检验结果

表 7：3 批桑黄粉（验证批次）微生物限度检验结果

批号	181201	181202	181203

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

结果	沙门菌，耐胆盐革兰氏阴性菌均未检出	沙门菌，耐胆盐革兰氏阴性菌均未检出	沙门菌，耐胆盐革兰氏阴性菌均未检出
----	-------------------	-------------------	-------------------

6. 粒度

(1) 检验方法及限度

照粒度与粒度分布测定法《中国药典》2015年四部（通则 0982）测定，应符合细粉的规定。

直接口服中药饮片的粒度作为炮制工艺指标，是产品的通用指标，故该指标在炮制项下规定，并在半成品及成品的内控质量标准中对该指标进行控制，不单独列出。

(2) 检验结果（见表 8）

表 8: 12 批桑黄粉粒度检查结果

批号	20181115PZ	20181116PZ	20181117PZ	20181119PZ	20181120PZ	20181121PZ
结果	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定
批号	20181122PZ	20181123PZ	20181124PZ	181101	181102	181103
结果	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定	符合规定

【含量测定】三萜及甾醇

1. 检测方法

桑黄主要成分之一为麦角甾醇和三萜，故参考《中国药典》2015年版灵芝的含量测定项下“三萜及甾醇”检验方法制定如下检验：

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

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

供试品溶液的制备 取本品粉末约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加乙醇 30ml，超声处理（功率 140W，频率 42kHz）45 分钟，滤过，滤液置 50ml 量瓶中，用适量乙醇，分次洗涤滤器和滤渣，洗液并入同一量瓶中，加乙醇至刻度，摇匀，即得。

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

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

2.计算公式：

通过线性回归方程计算出样品浓度 C，再通过下列公式计算：

$$\text{三萜及甾醇含量 (\%)} = \frac{C_{\text{样}} \times \text{样品稀释倍数} \times 10^{-3}}{W_{\text{样}} \times (1 - \text{水分}\%)} \times 100\%$$

3.含量测定方法确认：

采用桑黄粉（181201 批）对上述方法进行确认，确认项目包括：

- 系统适用性
- 准确度（加样回收率）
- 精密度-重复性
- 溶液稳定性

3.1 系统适用性试验

齐墩果酸对照品溶液制备精密称取齐墩果酸对照品 10mg，置 50ml 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，使成 0.2mg/ml 作为储备液。

标准曲线的制备精密量取对照品溶液 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5ml，分别置 15ml 具塞试管中，挥干，放冷，精密加入新配制的香草醛冰醋酸溶液（精密称取香草醛 0.5g，加冰醋酸使溶解成 10ml，即得）0.2ml，高氯酸 0.8ml，摇匀，在 70℃ 水浴中加热 15 分钟，立即置冰浴中冷却 5 分钟，取出，精密加入乙酸乙酯 4ml，摇匀，作为标准曲线溶液。分别为标准溶液 1、为标准溶液 2、为标准溶液 3、为标准溶液 4、为标准溶液 5。

空白溶液的制备精密量取新配制的香草醛冰醋酸溶液（精密称取香草醛 0.5g，加冰醋酸使溶解成 10ml，即得）0.2ml 置 15ml 的具塞试管中，加入高氯酸 0.8ml，摇匀，在 70℃ 水浴中加热 15 分钟，立即置冰浴中冷却 5 分钟，取出，精密加入乙酸乙酯 4ml，作为空白溶液

测定方法

以空气为空白，以空白溶液为作为样品，照紫外-可见分光光度法（通则 0401），在 546nm 波长处测定吸光度

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

以空白溶液为空白，以标准溶液 1 为样品，在 546nm 波长处测定吸光度，连续测试 6 次，计算 6 次吸光度的 RSD。

以空白溶液为空白，以标准溶液 1~5 为样品，在 546nm 波长处测定吸光度，以样品浓度为横坐标 (X)，吸光度为纵坐标 (Y)，绘制标准曲线。

可接受标准

空白溶液的吸光度应不得过 0.01

标准溶液 1 吸光度的 RSD 不得过 2.0%

线性回归系数 R 不得低于 0.99

测试结果和结论

项目		结果	
空白溶液吸光度		0.004	
标准溶液 1			
序号	吸光度	保留时间 RSD (%)	
1	0.178	0.6	
2	0.177		
3	0.177		
4	0.177		
5	0.179		
6	0.179		
标准曲线			
序号	浓度(C)	吸光度	
标准溶液 1	0.1	0.173	
标准溶液 2	0.2	0.355	
标准溶液 3	0.3	0.526	
标准溶液 4	0.4	0.704	
标准溶液 5	0.5	0.874	
线性回归方程	Y=1.7526x+0.0005	回归系数 R	0.9999
可接收标准	空白溶液的吸光度应不得过 0.01，标准溶液 1 吸光度的 RSD 不得过 2.0% 回归系数 R ≥ 0.99		
结论		<input checked="" type="checkbox"/> 符合可接受标准 <input type="checkbox"/> 不符合可接受标准	

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

3.2 准确度（加样回收率）

供试品溶液的制备 取混合均匀的本品粉末约 2.0g，一共准备 10 份 精密称定，按下表加入对照品储备溶液的量，置具塞锥形瓶中，加乙醇 50ml，超声处理（功率 140W，频率 42kHz）45 分钟，滤过，滤液置 100ml 量瓶中，用适量乙醇，分次洗涤滤器和滤渣，洗液并入同一量瓶中，加乙醇至刻度，摇匀。精密量取 0.2ml，置 15ml 具塞试管中，照标准曲线制备项下的方法，自“挥干”起，同法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中齐墩果酸的含量并换算成 mg。

供试品	称样量(g)	含量 (%)
供试品 0	2.08413	0.32

根据供试品 0 的含量，折算出供试品 1~6 三萜甾醇的本底量
加入的齐墩果酸对照品重量

序号	名称	对照品储备液加入量 (ml)
样 0	空白本底	0
样 1	约 100%浓度	6.15
样 2	约 100%浓度	5.82
样 3	约 100%浓度	5.96
样 4	约 100%浓度	6.15
样 5	约 100%浓度	6.11
样 6	约 100%浓度	6.08

可接受标准

- 1、加样回收率应在 90.0%~108.0%之间
- 2、回收率的 RSD 不得过 2.0%

回收率试验结果及结论:

回收率试验结果

样品	称样量 (g)	加入量 (mg)	吸光度	测得量 (mg)	本底量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
供试品 1	2.01401	6.15	0.406	12.22	6.44	93.98	92.9	0.4
供试品 2	2.06413	5.82	0.399	12.01	6.61	92.78		

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

样品	称样量 (g)	加入量 (mg)	吸光度	测得量 (mg)	本底量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
供试品 3	1.99851	5.96	0.396	11.92	6.40	92.62		
供试品 4	2.00301	6.15	0.402	12.10	6.41	92.52		
供试品 5	2.01025	6.11	0.402	12.10	6.43	92.80		
供试品 6	2.00213	6.08	0.400	12.04	6.41	92.60		
标准规定			回收率在 90.0%~108.0%，RSD 不得过 2.0%					
试验结论			符合可接受标准					

3.3 重复性

重复性溶液的制备 取混合均匀的本品粉末约 2.0g，一共准备 6 份 精密称定，置具塞锥形瓶中，加乙醇 50ml，超声处理（功率 140W，频率 42kHz）45 分钟，滤过，滤液置 100ml 量瓶中，用适量乙醇，分次洗涤滤器和滤渣，洗液并入同一量瓶中，加乙醇至刻度，摇匀。精密量取 0.2ml，置 15ml 具塞试管中，照标准曲线制备项下的方法，自“挥干”起，同法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中齐墩果酸的含量。

可接受标准

6 份供试品溶液含量的 RSD 应不得过 2.0%。

重复性结果和结论

样品	称样量 (g)	吸光度	含量 (%)	含量均值 (%)	RSD (%)
供试品 1-1	2.01003	0.210	0.346	0.35	1.7
供试品 1-2	2.00011	0.207	0.343		
供试品 1-3	2.02607	0.213	0.349		
供试品 1-4	2.08122	0.223	0.355		
供试品 1-5	2.01455	0.217	0.357		
供试品 1-6	2.00124	0.204	0.338		
标准规定		RSD 不得过 2.0%			
试验结论		符合可接受标准			

3.4 溶液稳定性

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

供试品溶液配制

直接采用重复性项下的一份供试品溶液

对照品溶液配制

直接采用标准曲线绘制用标准溶液 2

测试方法

供试品溶液及对照品溶液室温放置，分别在 0 小时（初始点）、0.5 小时、1 小时、1.5 小时、2 小时进行测试，与其 0 小时吸光度进行比较

可接受标准

每个时间点的吸光度与 0 小时吸光度的比值应在 0.98~1.02 之间。

溶液稳定性试验结果

测试时间	吸光度		与 0 小时 比值	
	供试品	对照品	供试品	对照品
0 小时	0.204	0.358	N/A	N/A
0.5 小时	0.202	0.356	0.99	0.99
1 小时	0.203	0.353	1.00	0.99
1.5 小时	0.204	0.350	1.00	0.98
2 小时	0.203	0.353	1.00	0.99
标准规定	吸光度比值应在 0.98~1.02 之间			
结论	符合可接受标准			

3.5 不同批次中药饮片 含量测定结果

分别精密称取以上批次的桑黄粉，按以上方法测定，结果如下表（表 15）。

表 15：12 桑黄粉含量测定结果

批次	三萜及甾醇含量 (%)
20181115PZ	0.16
20181116PZ	0.29
20181117PZ	0.20
20181119PZ	0.20
20181120PZ	0.41
2018121PZ	0.14
20181122PZ	0.31
20181123PZ	0.34
20181124PZ	0.19
181201	0.29
181202	0.37

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

181203	0.33
$X \pm sd$	0.27 ± 0.1

3.6 结果分析和限度确认

桑黄粉 12 批样品的检验结果，含量结果的幅度范围为：0.14%~0.41%，平均值 0.27%，取平均值的 80%，计算桑黄粉的含量测定限度为不得低于 0.22%，综合考虑，拟将桑黄粉含量测定的限度定为：按干燥品计，含三萜及甾醇以齐墩果酸（ $C_{30}H_{48}O_3$ ）计，不得少于 0.25%。

【性味与归经】

参考《湖北省中药材标准》2009 年版桑黄，制定为：微苦，寒。归肝、胃、大肠经。

【功能与主治】

参考《湖北省中药材标准》2009 年版桑黄，制定为：软坚散结，活血止血，和胃止泻。用于癥瘕积聚，瘰疬，痰核，外伤出血，崩漏带下，胃热呕吐，湿热泄痢。

【用法与用量】

【修订原因】

参考《太平圣惠方卷第四十三》^[6]、《蕈菌医方集成》引《食用中医家庭保健手册》、《蕈菌医方集成》引《百病简易疗法》、《中华本草》^[7]、《中国药典》2020 年版多孔菌科中药灵芝及云南省中药饮片炮制规范灵芝粉（标准号：云 YPBZ-0194-2013）的炮制规范等，制定为：吞服，每次 2~3g，或遵医嘱。

【贮藏】

参考《湖北省中药材标准》2009 年版桑黄，制定为：置通风干燥处，防蛀。

参考文献

- [1] 陈士瑜，陈海英.蕈菌医方集成：上海科学技术文献出版社.2000.1：133-135.
- [2] 刘波.中国药用真菌：陕西人民出版社.1974:71-72.
- [3] 湖北省中药材标准 2009 年版[S]：湖北省食品药品监督管理局 / 湖北科学技术出版社 / 2009-12：113-114.

海南省药品监督管理局中药饮片炮制规范草案征求意见稿

- [4] 江苏新医学院 编 . 中药大辞典. 上册[M]. 上海: 上海科技出版社. 1975:1967.
- [5] 中华人民共和国药典[S]: 2015 年版. 四部/国家药典委员会编. 一北京: 中国医药科技出版社, 2015.6.
- [6] 王怀隐. 太平圣惠方[O]: 人民卫生出版社. 2016: 894.
- [7] 国家中医药管理局. 中华本草: 上海科学技术出版社. 546-547.