

公示稿

十味消食散

Shiwei Xiaoshi San

【处方】 诃子 5g 石榴子 25g 肉桂 15g 豆蔻 15g
荜茇 15g 胡椒 15g 光明盐 10g 山柰 5g
寒水石（制）15g 渣驯膏 15g

【制法】 以上十味，粉碎成细粉，过筛，混匀，即得。

【性状】 本品为浅棕褐色粉末；气香，味辣、微咸。

【鉴别】（1）取本品细粉，置显微镜下观察：内种皮厚壁细胞黄棕色或棕红色，表面观类多角形，壁厚，非木化，胞腔含硅质块（豆蔻）。石细胞类方形或类圆形，直径32~88 μ m，壁厚，有的一面菲薄（肉桂）。纤维淡黄色或黄绿色，较窄长，直径14~25 μ m，长约526 μ m，纹孔及孔沟较稀疏（荜茇）。淀粉粒众多，主为单粒，圆形、椭圆形或类三角形，多数扁平，直径5~30 μ m，脐点、层纹均不明显（山柰）。

（2）取本品细粉0.5g，加稀盐酸10ml，立即产生大量气泡。加热使溶解，溶液呈钙盐的鉴别反应（中国药典2015年版通则0301）。

（3）取本品细粉0.2g，加水8ml使溶解，加硝酸银试液1~3滴，即生成白色沉淀。

（4）取铂丝，用盐酸湿润后，沾取少许本品粉末，在无色火焰中燃烧，火焰即显鲜黄色。

（5）取本品细粉1g，加乙醇5ml，超声处理30分钟，取上清液作为供试品溶液。另取石榴子对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典2015年版通则0502）试验，吸取供试品溶液5~10 μ l，对照药材溶液3 μ l，分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上，以石油醚（60-90 $^{\circ}$ C）-乙酸乙酯（9:1）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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；再喷以5%香草醛硫酸溶液，在105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰，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。

(6) 取本品细粉 2g, 加乙醇 20ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液低温浓缩至 1ml, 作为供试品溶液。另取肉桂对照药材 0.4g, 同法制成对照药材溶液。再取桂皮醛对照品, 加乙醇制成每 1ml 含 1 μ l 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年版通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液 8 μ l、对照药材及对照品溶液各 4 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯(17:3) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以二硝基苯肼乙醇试液(使用时加 3~4 滴盐酸), 日光下检视。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。

(7) 取本品细粉 2g, 加乙醚 15ml, 振摇 10 分钟, 弃去乙醚液, 残渣挥去乙醚, 加乙酸乙酯 15ml, 置水浴上加热回流 1 小时, 滤过, 滤液回收溶剂至干, 残渣加乙醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取胡椒碱对照品, 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 年版通则 0502) 试验, 吸取上述两种溶液各 5 μ l, 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 10%硫酸乙醇溶液, 晾干, 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】 应符合散剂项下有关的各项规定(中国药典 2015 年版通则 0115)。

【含量测定】 肉桂 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-水(37:63) 为流动相; 检测波长为 290nm。理论板数按桂皮醛峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取桂皮醛对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 28 μ g 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品细粉, 混匀, 取约 0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50%甲醇 50ml, 密塞, 称定重量, 静置 30 分钟后, 超声处理(功率 200W, 频率 40kHz) 30 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 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含肉桂以桂皮醛(C₉H₈O) 计, 不得少于 0.77mg。

胡椒、荜茇 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；以甲醇-[水-磷酸(90:0.01)](65:35)为流动相；检测波长为 343nm。理论板数按胡椒碱峰计算应不低于 1500。

对照品溶液的制备 取胡椒碱对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加无水乙醇制成每 1ml 含 24 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品细粉，混匀，取约 0.5g，精密称定，置 100ml 棕色量瓶中，加入无水乙醇 70ml，避光静置 30 分钟后，超声处理（功率 200W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，加无水乙醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 10 μ l，供试品溶液 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含胡椒和荜茇以胡椒碱（ $C_{17}H_{19}NO_3$ ）计，不得少于 5.7mg。

诃子 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适应性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-磷酸(10:90:0.01)为流动相；检测波长为 273nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 10 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品细粉，混匀，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 50ml，密塞，称定重量，静置 30 分钟后，超声处理（功率 200W，频率 40kHz）30 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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含诃子以没食子酸（ $C_7H_6O_5$ ）计，不得少于 0.20mg。

【功能与主治】 健胃消食。用于消化不良，胃脘胀满，泛酸，吐泻。

【用法与用量】 一次 1g，一日 2~3 次。

【规格】 每袋装 10g。

【贮藏】 密闭，防潮。

起草单位：青海省药品检验检测院

复核单位：四川省食品药品检验检测院

征求意见稿