

## 葆宫止血颗粒

Baogong Zhixue Keli

【处方】 煅牡蛎 667g      白芍 333g  
侧柏炭 400g      地黄 333g  
金樱子 400g      醋北柴胡 167g  
三七 67g      仙鹤草 400g  
椿皮 333g      大青叶 333g

【制法】 以上十味，三七粉碎成细粉；白芍、醋北柴胡用 50%乙醇加热回流提取二次，第一次 2 小时，第二次 1 小时，合并提取液，滤过，滤液回收乙醇，浓缩至相对密度为 1.25~1.30（40~50℃）的清膏，备用；煅牡蛎先加水煎煮 1 小时，再与其余侧柏炭等六味加水煎煮二次，第一次 2 小时，第二次 1 小时，合并煎液，离心，上清液浓缩至相对密度为 1.25~1.30（40~50℃）的清膏，与白芍、醋北柴胡清膏合并，减压干燥，粉碎成细粉，加入三七细粉及蔗糖粉适量，混匀，制粒，干燥，制成颗粒 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；味甜、微苦。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：树脂道碎片含黄色分泌物；网纹导管、梯纹导管直径 15~55 $\mu\text{m}$ （三七）。

（2）取本品 5g，研细，加甲醇 25ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 10ml，合并正丁醇液，用正丁醇饱和的水洗涤 2 次，每次 15ml，取正丁醇液，蒸干，残渣加无水乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取三七对照药材 0.5g，加水 5 滴，搅匀，再加水饱和的正丁醇 5ml，密塞，振摇 10 分钟，放置 2 小时，离心，取上清液，加正丁醇饱和的水 15ml，摇匀，放置使分层（必要时离心），取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。再取人参皂苷 R<sub>g1</sub> 对照品、人参皂苷 R<sub>b1</sub> 对照品、人参皂苷 R<sub>e</sub> 对照品和三七皂苷 R<sub>1</sub> 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 年通则 0502）试验，吸取供试品溶液、对照品溶液各 5 $\mu\text{l}$ ，对照药材溶液 1 $\mu\text{l}$ ，分别点于同一高效预制硅胶 G 薄层板上，以二氯甲烷-无水乙醇-水（70:45:6.5）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，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。

（3）取本品 15g，研细，加乙醇 50ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，

残渣加水 25ml 使溶解，用乙酸乙酯 30ml 振摇提取，提取液用无水硫酸钠脱水后，置水浴上蒸干，残渣加无水乙醇适量使溶解，加于中性氧化铝小柱(100~120 目, 2g, 内径为 10~15mm) 上，用无水乙醇 50ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取金樱子对照药材 2g，加乙醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 25ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 30ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年通则 0502) 试验，吸取供试品溶液 15 $\mu$ l、对照药材溶液 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇(8.5:1.5) 为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，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。

(4) 取本品 10g，研细，加乙酸乙酯 60ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取仙鹤草对照药材 2g，加乙酸乙酯 40ml，自“超声处理 30 分钟”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年通则 0502) 试验，吸取上述供试品溶液 5~10 $\mu$ l、对照药材溶液 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-乙酸(10:0.9:0.5) 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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(5) 取本品 10g，研细，加水 50ml 使溶解，用稀硫酸调节 pH 值至 1~2，在沸水浴中水解 1 小时，放冷，用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至中性，用乙醚振摇提取 2 次(40ml、30ml)，合并乙醚液，挥干，残渣加无水乙醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取靛玉红对照品，加三氯甲烷制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年通则 0502) 试验，吸取供试品溶液 10 $\mu$ l、对照品溶液 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙醇(9:1) 为展开剂，展开，取出，晾干。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。

(6) 取本品 6g，研细，加甲醇 30ml，超声处理 20 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇液，分别用正丁醇饱和的水 30ml 和氨试液 30ml 洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加无水乙醇 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取椿皮对照药材 2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2015 年通则 0502) 试验，吸取上述两种溶液各 5~10 $\mu$ l，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 $^{\circ}$ C 以下放置 12 小时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。

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典2015年版通则0104）。

**【含量测定】** 三七 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 Rb<sub>1</sub> 峰计算应不低于 8000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	19	81
12~60	19→36	81→64

**对照品溶液的制备** 取人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 对照品、人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含人参皂苷 Rg<sub>1</sub>0.3mg、人参皂苷 Rb<sub>1</sub>0.15mg 的混合溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取装量差异项下本品适量，研细，取约 5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟（功率 500 W，频率 53 kHz），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。

本品每袋含三七以人参皂苷 Rg<sub>1</sub>（C<sub>42</sub>H<sub>72</sub>O<sub>14</sub>）和人参皂苷 Rb<sub>1</sub>（C<sub>54</sub>H<sub>92</sub>O<sub>23</sub>）的总量计，不得少于 29.5mg。

**白芍** 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-0.1%磷酸溶液（取 1.7ml 磷酸用水稀释至 1000ml，用三乙胺调节 pH 值至 3.0±0.1）（17:83）为流动相；检测波长为 230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于 3000。

**对照品溶液的制备** 取芍药苷对照品适量，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** 取装量差异项下的本品适量，研细，取约 1g，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 50%乙醇 40ml，超声处理 30 分钟（功率 500 W，频率 53 kHz），放冷，加 50%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与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含白芍以芍药苷（C<sub>23</sub>H<sub>28</sub>O<sub>11</sub>）计，不得少于 20.0mg。

---

**【功能与主治】** 固经止血，滋阴清热。用于冲任不固、阴虚血热所致月经过多、经期延长，症见月经量多或经期延长，经色深红、质稠，或有小血块，腰膝酸软，咽干口燥，潮热心烦，舌红少津，苔少或无苔，脉细微；功能性子宫出血及上环后子宫出血见上述症候者。

**【用法与用量】** 开水冲服。一次1袋，一日2次。月经来后开始服药，14天为一个疗程，连续服用2个月经周期。

**【规格】** 每袋装15g

**【贮藏】** 密封。

征求意見稿