

鳖甲煎丸

Biejiajian Wan

【处方】	鳖甲胶 18g	阿胶 30g	炒蜂房 40g	鼠妇虫 30g
	炒土鳖虫 50g	蛭螂 60g	硝石 120g	柴胡 60g
	黄芩 30g	法半夏 10g	党参 10g	干姜 30g
	姜厚朴 30g	桂枝 30g	炒白芍 50g	射干 30g
	桃仁 20g	牡丹皮 50g	大黄 30g	凌霄花 30g
	葶苈子 10g	石韦 30g	瞿麦 20g	

【制法】 以上二十三味，除硝石、鳖甲胶、阿胶外，其余二十味酌予碎断，加黄酒 600g 拌匀，加盖封闭，隔水炖至酒尽药熟，干燥，与硝石等三味混合粉碎成细粉，过筛，混匀。每 100g 粉末加炼蜜 45~55g 与适量的水，泛丸，干燥，即得。

【性状】 本品为黑褐色水蜜丸；味苦、涩。

【鉴别】（1）取本品，置显微镜下观察：石细胞橙黄色，贝壳形，壁较厚，较宽一边纹孔明显（桃仁）。草酸钙柱晶直径约至 34 μm （射干）。体壁碎片黄色或棕红色，具圆形突起。体壁碎片黄色或棕红色，有圆形毛窝，直径 8~24 μm ，有的具长短不一的刚毛（土鳖虫）。体壁肌碎片无色或淡黄色，肌纤维长条状而平行排列，常上下层交错（蛭螂虫）。

（2）取本品 20g，研碎，加乙醚-乙醇（3:1）50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，加在中性氧化铝柱（100~120 目，2g，内径为 1~1.5cm）上，以甲醇 10ml 洗脱，收集洗脱液，挥至约 1ml，作为供试品溶液。取厚朴酚对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，分别吸取上述对照品溶液 2 μl 、供试品溶液 5 μl ，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以环己烷-二氯甲烷-乙酸乙酯-氨水（10:4:8:0.1）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，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；喷以 5% 香草醛浓硫酸溶液，105 $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点清晰，日光下检视，显相同颜色的斑点。

（3）取本品 1.5g，研碎，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液 10ml，蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，再加盐酸 1ml，加热回流 30 分钟，放冷，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，回收溶剂至干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材

0.1g，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，分别吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-甲酸乙酯-甲酸（15:5:1）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，显相同的橙黄色荧光斑点；置氨蒸气中熏后，斑点变为红色。

（4）取本品 5g，研碎，加正丁醇 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，加在中性氧化铝柱（100~120 目，5g，内径为 1~1.5cm）上，以 50% 甲醇 50ml 洗脱，收集洗脱液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取柴胡对照药材 1g，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，分别吸取上述供试品溶液 10 μ l，对照药材溶液 5 μ l，分别点于同一以羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13:6:2）10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层液为展开剂，20 $^{\circ}$ C 以下展开，取出，晾干，喷以 2% 对甲氨基苯甲醛 40% 硫酸溶液，在 60 $^{\circ}$ 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；置紫外光灯（365nm）下检视，显相同颜色的荧光斑点。

（5）取本品粉末 15g，加乙酸乙酯-甲醇（3:1）的混合溶液 40ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加水 15ml 使溶解，通过 D101 大孔吸附树脂柱（内径为 1.5cm，柱高为 10cm），用水 30ml 洗脱，弃去水液，再用甲醇 50ml 洗脱，收集洗脱液，回收溶剂至干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩对照药材 0.3g，同法制成对照药材溶液。取汉黄芩素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，分别吸取上述供试品溶液、对照药材溶液及对照品溶液各 6 μ l，分别点于同一以羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶 G 板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-甲酸乙酯-甲酸（15:5:1）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；喷以 5% 三氯化铁溶液，在与对照药材、对照品相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版通则 0108）。

砷 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2015 年版通则 2321）测定，不得过百万分之十四。

汞 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2015 年版通则 2321）测定，不得过百万分之四。

【含量测定】 白芍和牡丹皮 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，0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 230nm。理论板数按芍药苷计算不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	15	85
20~25	15→60	85→40
25~38	60	40
38~40	60→15	40→85
40~45	15	85

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 15 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，称定重量，浸泡 1 小时，超声处理（功率 160W，频率 40Hz）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，精密量取续滤液 25ml，蒸干，残渣用 50%甲醇 2ml 使溶解，加在中性氧化铝柱上（3g，100~200 目，内径 1.0cm），用 50%甲醇洗脱，收集洗脱液置 25ml 量瓶中，近至刻度，移出，加 50%甲醇至刻度，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 20 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含白芍和牡丹皮以芍药苷（C₂₃H₂₈O₁₁）计，不得少于 0.58mg。

黄芩 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（42:58:0.5）为流动相，检测波长为 280nm。理论板数按黄芩苷计算不低于 2500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 15 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，粉碎，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 160W，频率 40Hz）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 20 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含黄芩以黄芩苷 ($C_{21}H_{18}O_{11}$) 计，不得少于 1.0mg。

【功能与主治】 活血化瘀，软坚散结。用于胁下癥块。

【用法与用量】 口服。一次 3g，一日 2~3 次。

【注意】 孕妇禁用。

【贮藏】 密闭，防潮。

征求意见稿