

妇 科 止 带 片

Fuke Zhidai Pian

【处方】	椿皮 363g	五味子 64g
	黄柏 363g	龟甲 242g
	茯苓 363g	阿胶 120g
	山药 363g	

【制法】 以上七味，椿皮加水煎煮二次，每次2小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.10~1.20（60℃）的清膏，加乙醇使含醇量约为50%，静置，滤过，滤液备用。黄柏用85%乙醇回流提取三次，每次1.5小时，合并提取液，滤过，滤液备用。茯苓用60%乙醇、五味子、山药用45%乙醇作溶剂，缓缓渗漉，收集渗漉液。以上各液分别回收乙醇并浓缩成稠膏。龟甲加水煎煮二次，每次6小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩成稠膏；滤渣晾干，粉碎成粗粉，用10%醋酸溶液浸渍，滤过，滤液蒸干。阿胶用蛤粉炒后粉碎成细粉，过筛，与上述各稠膏及醋酸浸出物混匀，加辅料适量，制成颗粒，干燥，压制成1000片，或包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】 本品为素片、糖衣片或薄膜衣片，素片或包衣片除去包衣后显棕黄色至棕褐色；气微，味苦、微酸腥。

【鉴别】 （1）取本品3片，包衣片除去包衣，研细，加甲醇10ml，超声处理10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取椿皮对照药材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10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-乙醇（6:5:1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（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。

（2）取本品10片，包衣片除去包衣，研细，加乙醚50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取五味子对照药材1g，自“加乙醚50ml”起，同法制成对照药材溶液。再取五味子甲素对照品与五味子醇甲对照品，分别加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502）试验，吸取上述四种溶液各5μl，分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸（20:5:0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（254nm）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。

(3) 取本品5片，包衣片除去包衣，研细，取0.1g，加甲醇5ml，超声处理30分钟，滤过，滤液补加甲醇使成5ml，作为供试品溶液。另取黄柏对照药材0.1g，自“加甲醇5ml”起，同法制成对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg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1 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（7:1:2）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（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。

(4) 取【鉴别】（2）项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取茯苓对照药材 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 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60~90℃）-乙醚（1:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2%香草醛硫酸溶液-乙醇（4:1）混合溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与茯苓对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5) 取本品10片，包衣片除去包衣，研细，取约1片的重量（约相当于含阿胶0.1g），加1%碳酸氢铵溶液50ml，超声处理30分钟，用微孔滤膜滤过，取续滤液100 μ l，置微量进样瓶中，加胰蛋白酶溶液10 μ l（取序列分析用胰蛋白酶，加1%碳酸氢铵溶液制成每1ml中含1mg的溶液，临用时配制），摇匀，37℃恒温酶解12小时，作为供试品溶液。另取阿胶对照药材 0.1g，自“加1%碳酸氢铵溶液50ml”起，同法制成对照药材溶液。照高效液相色谱-质谱法（通则0512和通则0431）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（色谱柱内径为2.1mm）；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml。采用质谱检测器，电喷雾正离子模式（ESI⁺），进行多反应监测（MRM），选择质荷比（m/z）539.8（双电荷）→612.4和m/z539.8（双电荷）→923.8作为检测离子对。取阿胶对照药材溶液，进样5 μ l，按上述检测离子对测定的MRM色谱峰的信噪比均应大于3:1。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~6	5→7	95→93
6~8	7→90	93→10
8~9	90	10
9~9.5	90→5	10→95

吸取供试品溶液5 μ l，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定。以质荷比（m/z）539.8（双电荷）→612.4和m/z539.8（双电荷）→923.8离子对提取的供试品离子流色谱中，应同时呈

现与阿胶对照药材色谱保留时间一致的色谱峰。

(6) 取本品5片，包衣片除去包衣，研细，加10%盐酸溶液25ml，加热回流1小时，滤过，放冷，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次30ml，合并乙酸乙酯液，回收溶剂至干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取山药对照药材1g，自“加10%盐酸溶液25ml”起，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5~10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮（18:3）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，立即在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定（通则0101）。

【浸出物】 取本品20片，包衣片除去包衣，精密称定，研细，取2g，精密称定，精密加入60%乙醇50ml，依法（通则2201醇溶性浸出物测定法—热浸法）测定，不得少于30%。

【含量测定】 黄柏 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.025mol/L磷酸二氢钾溶液-0.025mol/L十二烷基硫酸钠溶液（46:27:27）为流动相；检测波长为265nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加流动相制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品10片，包衣片除去包衣，精密称定，研细，取约0.55g，精密称定，置100ml量瓶中，加流动相80ml，超声处理（功率400W，频率40kHz）45分钟，放冷，加流动相至刻度，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。

本品每片含黄柏以盐酸小檗碱（ $C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$ ）计，不得少于4.6mg。

五味子 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 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（62:38）为流动相；检测波长为250nm。理论板数按五味子醇甲峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取五味子醇甲对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，包衣片除去包衣，精密称定，研细，取约2g，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（功率400W，频率40kHz）30分钟，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。

本品每片含五味子以五味子醇甲 ($C_{24}H_{32}O_7$) 计, 不得少于0.18mg。

【功能与主治】 清热燥湿, 收敛止带。用于慢性子宫颈炎, 子宫内膜炎, 阴道炎所致湿热型带下病。

【用法与用量】 口服。一次4~6片, 一日2~3次。

【规格】 (1) 素片 每片重0.25g、0.3g、0.35g、0.36g

(2) 糖衣片 每基片重0.33g

(3) 薄膜衣片 每片重0.35g、0.36g、0.37g、0.4g

(4) 每片相当于饮片1.9g

【贮藏】 密闭, 防潮。