

芪参益气滴丸

Qishenyiqi Diwan

【处方】 黄芪 1800g 丹参 900g 三七 180g 降香油 12g

【制法】 以上四味，丹参、三七加水煎煮二次，每次 2 小时，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.13~1.23 (80℃)，加入乙醇使含醇量达 70%，静置，滤过，滤液回收乙醇并浓缩成稠膏；黄芪加水煎煮二次，第一次 2 小时，第二次 1 小时，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.05~1.20 (75℃)，加入乙醇使含醇量达 60%，静置，滤过，滤液回收乙醇，浓缩至相对密度为 1.18~1.30 (60℃)，加入乙醇使含醇量达 80%，静置，滤过，滤液回收乙醇并浓缩成稠膏。合并上述两稠膏，加入适量聚乙二醇 6000，加热熔融，加入降香油，混匀，制成滴丸 1050g，或包薄膜衣，即得。

【性状】 本品为浅棕色至深棕色的滴丸，或为薄膜衣滴丸，除去包衣后显浅棕色至深棕色；气微香，味微苦。

【鉴别】 (1) 取本品 1 袋，薄膜衣滴丸压破包衣，加水 1ml，稀盐酸 1 滴，超声处理至滴丸全部溶散，放冷，加乙酸乙酯 3ml，振摇 1 分钟，离心 5 分钟，取乙酸乙酯层作为供试品溶液。另取丹参素钠对照品，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，吸取上述两种溶液各 10 μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-甲酸（10:4:1.6）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%三氯化铁乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，置日光下检视。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。

(2) 取本品 2 袋，薄膜衣滴丸压破包衣，加氨试液 5ml，超声处理使溶解，离心，取上清液通过 D₁₀₁ 型大孔吸附树脂柱（柱内径为 1cm，柱高为 5cm，流速为 0.5~0.7ml/分钟），用水 20ml 洗脱，弃去洗脱液，再用乙醚 10ml 洗脱，洗脱液备用；继用三氯甲烷 5ml 洗脱，弃去洗脱液，再用甲醇 4ml 缓慢洗脱，弃去初洗脱液约 1ml，收集后 3ml 甲醇洗脱液作为供试品溶液。另取三七皂苷 R₁ 对照品、人参皂苷 Rg₁ 对照品、黄芪甲苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含三七皂苷 R₁ 1mg、黄芪甲苷 1mg 及人参皂苷 Rg₁ 0.5mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5~10 μl，分别点于同一高效硅胶

G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（60:30:10）10℃以下放置分层的下层溶液为展开剂，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，在日光下检视。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。

（3）取鉴别（2）项下的乙醚洗脱液，取上清液挥干，残渣加乙醚 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取降香对照药材 2g，加乙醚 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加无水乙醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2~10 μ l，分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上，以正己烷-丙酮-乙酸乙酯（8:1:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，至少显两个相同颜色的斑点。

【检查】应符合丸剂项下有关的各项规定（通则 0108）。

【含量测定】 黄芪 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-水（34:66）为流动相；用蒸发光散射检测器检测，柱温 40℃。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，滴丸取约 0.7g，精密称定，置 10ml 量瓶中，加 4%氨溶液 7ml，超声处理（功率 120 W，频率 40 KHz）20~25 分钟使充分溶散，放冷，用 4%氨溶液稀释至刻度，摇匀，以 1ml/分钟的速度加在已处理好的 C₁₈固相萃取小柱（500mg，先以甲醇 5ml 预洗，再以水 5ml 预洗）上，以水 5ml 洗脱，弃去洗脱液，再用甲醇 2ml 缓慢洗脱至 2ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

薄膜衣滴丸压破包衣，取约 1.8g，精密称定，置 25ml 量瓶中，加 4%氨溶液约 20ml，超声处理（功率 120W，频率 40kHz）20~25 分钟使充分溶散，放冷，用 4%氨溶液稀释至刻度，摇匀，置离心管中离心（转速为每分钟 2000 转）20 分钟，精密量取上清液 10ml，以 1ml/分钟的速度加在已处理好的 C₁₈固相萃取小柱（500mg，先以甲醇 5ml 预洗，再以水 5ml 预洗）上，以水 5ml 洗脱，弃去洗脱液，

再用甲醇2ml缓慢洗脱至2ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10 μl、20 μl，供试品溶液20 μl，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每袋含黄芪以黄芪甲苷(C₄₁H₆₈O₁₄)计，不得少于0.18mg。

丹参 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 用Waters Acquity UPLC™HSS T3(柱长为100mm，内径为2.1mm，1.8 μm)色谱柱，以含0.02%磷酸的80%乙腈溶液为流动相A，以0.02%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.4ml；检测波长为280nm；柱温为40℃。理论板数按丹参素峰计算应不低于8000。

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~1.6	9→22	91→78
1.6~1.8	22→26	78→74
1.8~8.0	26→39	74→61
8.0~8.4	39→9	61→91
8.4~10.0	9	91

对照品溶液的制备 取丹参素钠对照品适量，精密称定，加75%甲醇制成每1ml含0.14mg的溶液(相当于每1mg含丹参素0.126mg)，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下本品内容物，混匀，取约0.3g，薄膜衣滴丸取约0.31g，精密称定，置10ml量瓶中，加水适量，超声处理使溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，离心，取上清液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各2 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含丹参以丹参素(C₉H₁₀O₅)计，不得少于1.50mg。

【功能与主治】 益气通脉，活血止痛。用于气虚血瘀型胸痹。症见胸闷胸痛，气短乏力，心悸、面色少华、自汗、舌体胖有齿痕、舌质暗或紫暗有瘀斑，脉沉或沉弦，适用于冠心病心绞痛见上述证候者。

【用法与用量】 餐后半小时服用。一次1袋，一日3次。4周为一疗程或遵医嘱。

【注意】 孕妇慎用

【规格】 (1) 每袋装 0.5g

(2) 薄膜衣滴丸 每袋装 0.52g

【贮藏】 密封。

征求意见箱

附：降香油质量标准

降香油

Jiangxiang You

本品为降香加水回流提取的挥发油。

【性状】 本品为淡黄色至深黄色的透明液体。

相对密度 应为 0.900~0.940（通则 0601）

折光率 应为 1.470~1.480（通则 0622）

【鉴别】 取本品 20mg，加甲醇 1ml，振摇使溶解，作为供试品溶液。另取降香对照药材 2g，加乙醚 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液挥去乙醚，残渣加无水乙醇 2ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（通则 0502）试验，吸取对照药材溶液 1 μ l、供试品溶液 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙醚-三氯甲烷（7:2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%香草醛硫酸溶液-无水乙醇（1:9）的混合溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，至少显两个相同颜色的斑点。

【贮藏】 密闭，置冷处。