

田七痛经胶囊

Tianqi Tongjing Jiaonang

【处方】	三七	60g	五灵脂	60g	蒲黄	55g
	延胡索	60g	川芎	60g	木香	40g
	小茴香	60g	冰片	5g		

【制法】 以上八味，除冰片外，其余三七等七味粉碎成细粉，将冰片研细，与上述粉末混合，过筛，混匀，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为浅灰黄色至黄棕色的粉末；气微香，味微甘。

【鉴别】(1) 取本品，置显微镜下观察：花粉粒黄色或淡黄色，类圆形、椭圆形或皱缩成类三角形，直径 17~30 μm ，表面具极细的网状雕纹，萌发孔不明显（蒲黄）。厚壁下皮组织碎块绿黄色至黄棕色，细胞呈类多角形、长条形或不规则形，壁常作连珠状增厚，微木化（延胡索）。

(2) 取本品内容物 2g，加水 1ml，搅匀，再加以水饱和的正丁醇 20ml，密塞，振摇 10 分钟，放置 2 小时，离心，取上清液，加 3 倍量以正丁醇饱和的水，摇匀，放置分层，取正丁醇层，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取三七皂苷 R_1 对照品、人参皂苷 Rb_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品和人参皂苷 Rg_1 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 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 1 μl ，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（15:8:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105 $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰。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；置紫外光灯（365nm）下检视，显相同的荧光斑点。

(3) 取本品内容物 3g，加甲醇 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，加浓氨试液调至碱性，用乙醚振摇提取 3 次，每次 10ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取延胡索对照

药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取延胡索乙素对照品，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（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 2~3 μ l，分别点于同一用 1% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以甲苯-丙酮（9：2）为展开剂，展开，取出，晾干，置碘缸中约 3 分钟后取出，挥尽板上吸附的碘后，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。

（4）取本品内容物 2g，加乙醚 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取川芎对照药材、木香对照药材各 2g，分别同法制成对照药材溶液。再取木香烃内酯对照品、去氢木香烃内酯对照品，分别加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述五种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-甲酸乙酯-甲酸（15:5:1）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，在与川芎对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；再喷以 1% 香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与木香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。

（5）取本品内容物 0.5g，加乙酸乙酯 10ml，超声处理 10 分钟，摇匀，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取冰片对照品、反式茴香脑对照品，加乙酸乙酯制成每 1ml 含冰片 0.5mg、反式茴香脑 0.05 mg 的溶液，作为对照品溶液。照气相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0521）试验，以聚乙二醇（PEG-20M）为固定相，涂布浓度为 10%；程序升温；初始温度 145 $^{\circ}$ C，保持 2 分钟，以每分钟 2 $^{\circ}$ C 的速率升温至 155 $^{\circ}$ C；再以每分钟 10 $^{\circ}$ C 的速率升温至 180 $^{\circ}$ C，保持 1.5 分钟；分流进样，分流比为 10:1。分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 1 μ l，注入气相色谱仪。供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间一致的色谱峰。

【检查】应符合胶囊剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0103）。

【含量测定】三七 照高效液相色谱法（中国药典 2020 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。理论板数按三七皂苷 R_1 峰计算应不低于 4000。

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 取三七皂苷 R_1 对照品、人参皂苷 R_{g_1} 对照品、人参皂苷 R_{b_1} 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含三七皂苷 R_1 0.05 mg、人参皂苷 R_{b_1} 0.2 mg、人参皂苷 R_{g_1} 0.2 mg 的混合对照品溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物约 2g，精密称定，精密加入甲醇 50ml，称定重量，放置过夜，置 80℃ 水浴上保持微沸 2 小时，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 分别精密吸取上述两种溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含三七以三七皂苷 R_1 ($C_{47}H_{80}O_{18}$)、人参皂苷 R_{b_1} ($C_{54}H_{92}O_{23}$) 和人参皂苷 R_{g_1} ($C_{42}H_{72}O_{14}$) 的总量计，不得少于 2.7mg。

【功能与主治】 通调气血，止痛调经。用于经期腹痛及因寒所致的月经失调。

【用法与用量】 口服，经期或经前 5 天一次 3~5 粒，一日 3 次；经后可继续服用，一次 3~5 粒，一日 2~3 次。

【规格】 每粒装 0.4g (相当于饮片 0.40g)

【贮藏】 密封。

起草单位：大连市药品检验检测院

复核单位：福建省食品药品质量检验研究院