



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1733105 B

(45) 授权公告日 2011. 04. 20

(21) 申请号 200510200479. 4

(22) 申请日 2005. 08. 18

(73) 专利权人 贵阳云岩西创药物科技开发有限公司

地址 550001 贵州省贵阳市延安东路 3 号智诚大厦 A-12 楼

(72) 发明人 周霞

(74) 专利代理机构 贵阳中新专利商标事务所
52100

代理人 郭防

(56) 对比文件

黄捷等. 反相高效液相色谱法测定金鸡胶囊中盐酸巴马汀及盐酸小檗碱的含量. 《中国医院药学杂志》. 2002, (第 12 期), 723-724.

陈日来等. 高效液相色谱法测定金鸡胶囊中巴马汀和小檗碱的含量. 《中国医院药学杂志》. 2004, (第 01 期), 21-22.

刘士旺. 金鸡冲剂质量研究. 《中成药》. 1992, (第 04 期), 9-10.

审查员 司庆阳

(51) Int. Cl.

A61K 9/00 (2006. 01)

A61K 36/758 (2006. 01)

A61K 36/738 (2006. 01)

A61K 36/486 (2006. 01)

A61K 36/48 (2006. 01)

A61K 36/29 (2006. 01)

A61K 36/19 (2006. 01)

A61P 15/00 (2006. 01)

G01N 30/90 (2006. 01)

G01N 33/15 (2006. 01)

权利要求书 4 页 说明书 17 页

(54) 发明名称

治疗妇科疾病的金鸡制剂的检测方法

(57) 摘要

本发明是一种治疗妇科疾病的金鸡制剂及其制备方法和质量控制方法, 它由金樱根、鸡血藤、千斤拔、功劳木等中药材制备成微丸、分散片、软胶囊剂或滴丸等制剂, 用于对妇科疾病如盆腔炎、子宫内膜炎、宫颈炎等进行治疗, 其治疗效果好; 本发明提供的制备方法工艺参数合理、成本低廉, 提供的质量控制方法便于提高产品质量、进行生产质量的控制; 而且本发明提供的制剂不良反应小、可供病人长期使用。

1. 一种治疗妇科疾病的金鸡制剂的检测方法, 所述金鸡制剂按照重量组分计算, 它主要是由金樱根 9 ~ 20 份、鸡血藤 18 ~ 40 份、千斤拔 9 ~ 20 份、功劳木 9 ~ 20 份、两面针 4 ~ 8 份、穿心莲 3 ~ 7 份或相应重量份它们的提取物制作而成的; 所述的制剂包括: 注射剂: 直接用于注射给药的注射液、需稀释后用于静脉滴注的注射用浓溶液、直接供静脉滴注的葡萄糖静脉输液和氯化钠静脉输液、用冷冻干燥法或喷雾干燥法制得的注射用无菌粉末和无菌块状物; 口服制剂: 片剂、分散片、口腔崩解片、泡腾片、胶囊剂、软胶囊剂、微囊剂、颗粒剂、丸剂、微丸、散剂、滴丸剂、缓释制剂、控释制剂、胃或肠定位释放制剂、凝胶剂、栓剂、口服液体剂、煎膏剂、浸膏剂和膜剂药剂学上所有可以接受的剂型; 其特征在於: 该检测方法包括以下内容:

(1) 制剂中金樱根药材、鸡血藤药材、千斤拔药材、功劳木药材、两面针药材、穿心莲药材、芒柄花素、盐酸小檗碱、盐酸巴马汀、盐酸药根碱、黄连碱、两面针碱、乙氧基白屈菜红碱、毛两面针素、穿心莲内酯或脱水穿心莲内酯的鉴别测试方法:

a、制剂中鸡血藤药材、芒柄花素的薄层色谱鉴别方法:

取各制剂适量, 加乙醇或甲醇提取, 滤过, 滤液挥干, 残渣用甲醇或乙醇溶解, 拌入硅胶, 挥干, 置硅胶柱内, 依次用 60 ~ 90℃ 的石油醚或 30 ~ 60℃ 石油醚、三氯甲烷或醋酸乙酯或甲醇或乙醇洗脱, 洗脱液蒸干, 残渣加三氯甲烷或醋酸乙酯溶解, 作为供试品溶液; 按处方比例称取其它药味及辅料, 同法制成阴性对照溶液; 另取鸡血藤对照药材, 同法制成对照药材溶液; 再取芒柄花素对照品, 加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液; 采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验, 吸取上述四种溶液各 1 ~ 30 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板, 以三氯甲烷-甲醇或乙醇 1 ~ 90 : 0.2 ~ 10 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, 在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上, 应显相同颜色斑点;

b、制剂中功劳木药材、盐酸小檗碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、黄连碱的薄层色谱鉴别方法:

取各制剂适量, 加甲醇或乙醇提取, 滤过, 滤液挥干, 残渣加盐酸溶液溶解后调节 pH 值至 7 ~ 11, 用氯仿或醋酸乙酯提取, 提取液挥干, 残渣用甲醇或乙醇溶解, 作为供试品溶液; 按处方比例称取其它药味及辅料, 同法制成阴性对照溶液; 另取功劳木对照药材, 同法制成对照药材溶液; 再取盐酸小檗碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、黄连碱对照品, 分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液; 采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验, 吸取上述七种溶液各 1 ~ 30 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸或甲酸-水 1 ~ 20 : 0.1 ~ 5 : 0.2 ~ 10 或苯或甲苯-醋酸乙酯或甲酸乙酯-甲醇或乙醇-异丙醇-浓氨试液 1 ~ 20 : 0.5 ~ 10 : 0.1 ~ 10 : 0.1 ~ 10 : 0.05 ~ 5 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外灯 365nm 下检视或氨气熏蒸后置紫外灯 365nm 下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上, 应显相同颜色斑点;

c、制剂中金樱根药材的薄层色谱鉴别:

取各制剂适量, 加乙醇或甲醇提取, 滤过, 滤液挥干, 残渣加氢氧化钠溶液溶解后用乙醚或 60 ~ 90℃ 的石油醚或 30 ~ 60℃ 的石油醚提取, 弃去乙醚或石油醚或石油醚液, 水层用醋酸乙酯或正丁醇提取, 醋酸乙酯或正丁醇提取液挥干, 残渣用甲醇或乙醇

溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取金樱根对照药材，同法制成对照药材溶液；采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各 1 ~ 30 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板，以三氯甲烷 - 甲醇或乙醇 1 ~ 90 : 0.2 ~ 10 为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1 ~ 30% 硫酸乙醇溶液，90 ~ 150℃ 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，应显相同颜色斑点；

d、金鸡制剂中两面针药材、两面针碱、乙氧基白屈菜红碱的薄层色谱鉴别：

取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取两面对照药材，同法制成对照药材溶液；再取乙氧基白屈菜红碱、氯化两面针碱、毛两面针素对照品，分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述六种溶液各 1 ~ 30 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板，以苯或甲苯或 60 ~ 90℃ 的石油醚或 30 ~ 60℃ 的石油醚 - 醋酸乙酯或三氯甲烷 - 甲醇或乙醇 0.5 ~ 60 : 0.5 ~ 50 : 0.02 ~ 10 或苯或甲苯 - 醋酸乙酯或甲酸乙酯 - 甲醇或乙醇 - 异丙醇 - 浓氨试液 5 ~ 40 : 0.5 ~ 15 : 0.2 ~ 10 : 0.1 ~ 3 : 0.02 ~ 3 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 365nm 下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

e、金鸡制剂中穿心莲药材、穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的薄层色谱鉴别：

取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇或乙醇溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取穿心莲对照药材，同法制成对照药材溶液；再取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品，分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各 1 ~ 30 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷 - 醋酸乙酯 - 甲醇或乙醇 0.5 ~ 15 : 0.5 ~ 60 : 0.5 ~ 50 或三氯甲烷 - 甲醇或乙醇 1 ~ 30 : 0.05 ~ 5 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 254nm 下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点，喷以 0.2 ~ 10% 3, 5 二硝基苯甲酸乙醇溶液 - 0.05 ~ 5mol/L 氢氧化钾或 0.05 ~ 5mol/L 氢氧化钠溶液的等量混合溶液在临用前混合，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点。

f、金鸡制剂中盐酸小檗碱的液相色谱鉴别：

取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或 1 : 100 的盐酸 - 甲醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以盐酸小檗碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，0.005 ~ 0.2mol/L 磷酸二氢钠或 0.005 ~ 0.2mol/L 磷酸二氢钾或水 - 乙腈或甲醇 10% ~ 90% : 90% ~ 10% 为流动相，检测波长为 200 ~ 410nm 中的一个或几个，柱温 20 ~ 50℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰；

g、金鸡制剂中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的液相色谱鉴别：

取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤

液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-0.2%~5%冰醋酸或0.2%~5%甲酸或0.02%~3%磷酸水溶液10%~90%：90%~10%为流动相，检测波长为200~410nm中的一个或几个，柱温20~50℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰；

h、金鸡制剂中芒柄花素的液相色谱鉴别：

取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以芒柄花素对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-水或0.2%~5%冰醋酸或0.2%~5%甲酸或0.02%~3%磷酸水溶液为流动相，梯度洗脱，检测波长为200~410nm中的一个或几个，柱温20~50℃；；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰；

(2) 制剂中芒柄花素、盐酸小檗碱、盐酸巴马汀、盐酸药根碱、黄连碱、两面针碱、乙氧基白屈菜红碱、毛两面针素、穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯、总黄酮或总多糖的含量测试方法：

a、金鸡制剂中盐酸小檗碱的含量测定：

取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或1：100的盐酸-甲醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以盐酸小檗碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，0.005~0.2mol/L磷酸二氢钠或0.005~0.2mol/L磷酸二氢钾或水-乙腈或甲醇10%~90%：90%~10%为流动相，检测波长为200~410nm中的一个或几个，柱温20~50℃；以外标法或标准曲线法进行计算；

b、金鸡制剂中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的含量测定：

取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-0.2%~5%冰醋酸或0.2%~5%甲酸或0.02%~3%磷酸水溶液10%~90%：90%~10%为流动相，检测波长为200~410nm中的一个或几个，柱温20~50℃；以外标法或标准曲线法进行计算；

c、金鸡制剂中两面针碱的含量测定：

取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以氯化两面针碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各1~30μl，分别点于同一硅胶G薄层板或硅胶H薄层板，以苯或甲苯-醋酸乙酯或甲酸乙酯-甲醇或乙醇-异丙醇-浓氨试液5~40：0.5~15：0.2~

10 : 0.1 ~ 3 : 0.02 ~ 3 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外灯 365nm 下检视, 照薄层色谱法进行扫描, 波长: $\lambda_s = 300\text{nm}$, $\lambda_R = 210\text{nm}$, 计算, 即得。

d、金鸡制剂中芒柄花素的含量测定:

取各制剂适量, 置量瓶中, 加甲醇或乙醇提取, 摇匀, 用微孔滤膜滤过, 取续滤液作为供试品溶液; 按处方比例称取其它药味及辅料, 同法制成阴性对照溶液; 以芒柄花素对照品的甲醇或乙醇溶液为对照, 采用液相色谱法, 色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 甲醇或乙腈-水或 0.2%~5% 冰醋酸或 0.2%~5% 甲酸或 0.02%~3% 磷酸水溶液为流动相, 梯度洗脱, 检测波长为 200 ~ 410nm 中的一个或几个, 柱温 20 ~ 50℃; 以外标法或标准曲线法进行计算。

治疗妇科疾病的金鸡制剂的检测方法

[0001] 技术领域：本发明是一种妇科疾病的金鸡制剂及制备方法和质量控制方法，属于中药的技术领域。

[0002] 技术背景：妇科疾病如盆腔炎、子宫内膜炎、宫颈炎等均是当今世界上威胁妇女身心健康的常见疾病，给广大妇女带来了极大的痛苦，传统的治疗方法多为抗生素或理疗，长期使用抗生素，可使患者发生耐药且易造成双重感染，理疗则使多数患者不能长期坚持而中断治疗。为了达到防治目的，许多发明人及药品企业做了大量的研究，也提供了一些治疗的产品；如：金鸡胶囊、金鸡片、金鸡颗粒这三种产品均为治疗此类疾病而开发，但是，这三种产品中工艺处方未公开，所以不能直接用于生产的指导；而且现有的金鸡制剂的提取工艺和质量控制方法过于简单粗糙，不能最大限度的富集有效成分，也不能全面考察和控制产品的质量；所以鉴于这些情况，寻找更理想的制备工艺，更稳定的质量控制方法依然是我们目前急需解决的事情。

[0003] 发明内容：本发明的目的在于：提供一种妇科疾病的金鸡制剂及其它的制备方法以及制剂的质量控制方法；本发明针对现有技术存在的问题，提供了一种疗效好、适应面广、制备方法科学合理的工艺方法以及质量控制方法，能有效的控制和提高产品质量。

[0004] 本发明是这样构成的：按照重量组分计算，它主要是由金樱根 9～20 份、鸡血藤 18～40 份、千斤拔 9～20 份、功劳木 9～20 份、两面针 4～8 份、穿心莲 3～7 份或相应重量份它们的提取物制作而成的；所述的制剂包括：注射剂：直接用于注射给药的注射液、需稀释后用于静脉滴注的注射用浓溶液、直接供静脉滴注的葡萄糖静脉输液和氯化钠静脉输液以及用冷冻干燥法或喷雾干燥法制得的注射用无菌粉末和无菌块状物；口服制剂，包括：片剂、分散片、泡腾片、胶囊剂、软胶囊剂、微囊剂、颗粒剂、丸剂、微丸、散剂、滴丸剂、缓释制剂、控释制剂、胃或肠定位释放制剂、凝胶剂、栓剂、口服液体制剂、煎膏剂、浸膏剂和膜剂药剂学上所有可以接受的剂型。准确的说：所述的制剂是微丸、片剂、分散片、胶囊剂、软胶囊剂、颗粒剂、口服液或滴丸，处方中的穿心莲还可以用等量药材提取得到的穿心莲内酯替代，用于治疗附件炎、子宫内膜炎、盆腔炎等妇科疾病。

[0005] 本发明所述的治疗妇科疾病的金鸡制剂的制备方法：取金樱根、鸡血藤、千斤拔、功劳木、两面针、穿心莲，加水或乙醇提取，提取液浓缩，用乙醇沉淀法、有机溶剂萃取法、柱层析法中的一种或几种混合使用进行纯化，得到的提取物加不同辅料制成相应制剂。

[0006] 本发明所述的治疗妇科疾病的金鸡制剂的制备方法：取穿心莲粉碎成粗粉，加入 5～15 倍量 40～80%乙醇回流提取 1～5 次，每次 0.5～2.5 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃相对密度为 1.15～1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加 5～15 倍水煮 1～4 次，每次煎煮 0.5～2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 40～60%，第二次使含醇量为 70～90%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入穿心莲

药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入不同辅料制成相应制剂。

[0007] 准确的说：取穿心莲粉碎成粗粉，加入 10 倍量 70%乙醇回流提取 3 次，每次 1 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 50%，第二次使含醇量为 70%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入不同辅料制成相应制剂。

[0008] 本发明所述的治疗妇科疾病的金鸡制剂的制备方法：取穿心莲粉碎成粗粉，加入 10 ~ 30 倍量 50 ~ 80%乙醇浸泡 2 ~ 24 小时，然后渗漉提取，合并提取液，减压回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮 1 ~ 5 次，每次加 5 ~ 15 倍水煎煮 0.5 ~ 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入 1 ~ 4 倍体积正丁醇萃取 1 ~ 6 次，合并正丁醇液，减压回收正丁醇，浓缩至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入不同辅料制成相应制剂。

[0009] 准确的说：取穿心莲粉碎成粗粉，加入 20 倍量 70%乙醇浸泡 12 小时，然后渗漉提取，合并提取液，减压回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入等体积正丁醇萃取 4 次，合并正丁醇液，减压回收正丁醇，浓缩至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入不同辅料制成相应制剂。

[0010] 本发明所述的治疗妇科疾病的金鸡制剂的制备方法：取穿心莲粉碎成粗粉，加入 5 ~ 15 倍量 40 ~ 80%乙醇回流提取 1 ~ 5 次，每次 0.5 ~ 2.5 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入 1 ~ 4 倍量乙醇溶解，过滤，滤液拌入大孔树脂，水浴干燥，干法上树脂柱，先用 1 ~ 10 倍树脂体积水和 1 ~ 6 倍树脂体积 5 ~ 15%乙醇洗脱，再用 1 ~ 10 倍树脂体积 40 ~ 80%乙醇解吸，收集解吸液，减压回收乙醇浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加 5 ~ 15 倍水煮 1 ~ 4 次，每次煎煮 0.5 ~ 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 40 ~ 60%，第二次使含醇量为 70 ~ 90%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入不同辅料制成相应制剂。

[0011] 准确的说：取穿心莲粉碎成粗粉，加入 10 倍量 70%乙醇回流提取 3 次，每次 1 小时，合并提取液，减压回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入 2 倍量乙醇溶解，过滤，滤液拌入 D-101 大孔树脂，水浴干燥，干法上树脂柱，先用 6 倍树脂体积水和 4 倍树脂体积 10%乙醇洗脱，再用 6 倍树脂体积 50%乙醇解吸，收集解吸液，减压回收乙醇浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~

1.20() 的清膏, 加入乙醇沉淀两次, 第一次使含醇量为 50%, 第二次使含醇量为 70%, 滤过, 滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20() 的清膏, 加入穿心莲药膏, 混匀, 60~70℃、-0.08MPa 真空干燥, 将干膏粉碎成细粉, 加入不同辅料制成相应制剂。

[0012] 本发明所述的治疗妇科疾病的金鸡制剂的制备方法: 穿心莲、鸡血藤、功劳木、当归和两面针, 加入 5 ~ 15 倍量 40 ~ 80% 乙醇回流提取 1 ~ 5 次, 每次 0.5 ~ 2.5 小时, 合并提取液, 减压回收乙醇至 60℃相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏, 其余金樱根、千斤拔、党参三味药材, 加 5 ~ 15 倍水煮 1 ~ 4 次, 每次煎煮 0.5 ~ 2.5 小时, 滤过, 合并滤液, 滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏, 加入乙醇沉淀两次, 第一次使含醇量为 40 ~ 60%, 第二次使含醇量为 70 ~ 90%, 滤过, 滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏, 真空干燥, 将干膏粉碎成细粉, 加入不同辅料制成相应制剂。

[0013] 准确的说: 穿心莲、鸡血藤、功劳木、当归和两面针, 加入 8 倍量的 70% 乙醇, 回流提取三次, 每次 2 小时, 滤过, 合并滤液, 回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏; 其余金樱根、千斤拔、党参三味药材, 加入 8 倍量水, 煎煮二次, 每次 2 小时, 合并煎液, 滤过, 滤液浓缩, 与上述浓缩液合并, 加入乙醇沉淀两次, 第一次使含醇量为 60%, 第二次使含醇量为 80%, 滤过, 滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏, 真空干燥, 将干膏粉碎成细粉, 加入不同辅料制成相应制剂。

[0014] 本发明所述的治疗妇科疾病的金鸡制剂的制备方法还可以这样: 取组方量 15~25% 的穿心莲粉碎成细粉。将剩余穿心莲与其余五味药材置锅内, 加水煮二次, 每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时, 滤过, 合并煎液, 滤液浓缩成稠膏状, 加入穿心莲粉, 混匀, 真空干燥 (60~70℃、-0.08MPa), 将干膏粉碎成细粉, 加入适量不同辅料制成相应制剂。

[0015] 本发明所述的由金樱根、鸡血藤、千斤拔、功劳木、两面针、穿心莲制成的治疗妇科疾病的金鸡制剂的质量控制方法: 该方法包括以下全部或部分内容:

[0016] (1) 金鸡制剂中金樱根药材、鸡血藤药材、千斤拔药材、功劳木药材、两面针药材、穿心莲药材、芒柄花素、盐酸小檗碱、盐酸巴马汀、盐酸药根碱、黄连碱、两面针碱、乙氧基白屈菜红碱、毛两面针素、穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯等中全部或部分成分的鉴别测试方法;

[0017] (2) 金鸡制剂中芒柄花素、盐酸小檗碱、盐酸巴马汀、盐酸药根碱、黄连碱、两面针碱、乙氧基白屈菜红碱、毛两面针素、穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯、总黄酮、总多糖等中全部或部分成分的含量测试方法;

[0018] 准确的说: 所述制剂的鉴别方法是以下全部或部分内容:

[0019] a、金鸡制剂中鸡血藤药材、芒柄花素的薄层色谱鉴别方法:

[0020] 取各制剂适量, 加乙醇或甲醇提取, 滤过, 滤液挥干, 残渣用甲醇或乙醇溶解, 拌入硅胶, 挥干, 置硅胶柱内, 依次用石油醚 (60 ~ 90℃) 或石油醚 (30 ~ 60℃)、三氯甲烷或醋酸乙酯或甲醇或乙醇洗脱, 洗脱液蒸干, 残渣加三氯甲烷或醋酸乙酯溶解, 作为供试品溶液; 按处方比例称取其它药味及辅料, 同法制成阴性对照溶液; 另取鸡血藤对照药材, 同法制成对照药材溶液; 再取芒柄花素对照品, 加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液; 采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验, 吸取上述四种溶液各 1 ~ 30 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板, 以三氯甲烷-甲醇或乙醇 1 ~ 90 : 0.2 ~ 10 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，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

[0021] b、金鸡制剂中功劳木药材、盐酸小檗碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、黄连碱的薄层色谱鉴别方法：

[0022] 取各制剂适量，加甲醇或乙醇提取，滤过，滤液挥干，残渣加盐酸溶液溶解后调节 pH 值至 7 ~ 11，用氯仿或醋酸乙酯提取，提取液挥干，残渣用甲醇或乙醇溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取功劳木对照药材，同法制成对照药材溶液；再取盐酸小檗碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、黄连碱对照品，分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述七种溶液各 1 ~ 30 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以正丁醇 - 冰醋酸或甲酸 - 水 1 ~ 20 : 0.1 ~ 5 : 0.2 ~ 10 或苯或甲苯 - 醋酸乙酯或甲酸乙酯 - 甲醇或乙醇 - 异丙醇 - 浓氨试液 1 ~ 20 : 0.5 ~ 10 : 0.1 ~ 10 : 0.1 ~ 10 : 0.05 ~ 5 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 365nm 下检视或氨气熏蒸后置紫外灯 365nm 下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

[0023] c、金鸡制剂中金樱根药材的薄层色谱鉴别：

[0024] 取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液挥干，残渣加氢氧化钠溶液溶解后用乙醚或石油醚 (60 ~ 90℃) 或石油醚 (30 ~ 60℃) 提取，弃去乙醚或石油醚 (60 ~ 90℃) 或石油醚 (30 ~ 60℃) 液，水层用醋酸乙酯或正丁醇提取，醋酸乙酯或正丁醇提取液挥干，残渣用甲醇或乙醇溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取金樱根对照药材，同法制成对照药材溶液；采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各 1 ~ 30 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板，以三氯甲烷 - 甲醇或乙醇 1 ~ 90 : 0.2 ~ 10 为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1 ~ 30% 硫酸乙醇溶液，90 ~ 150℃ 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，应显相同颜色斑点；

[0025] d、金鸡制剂中两面针药材、两面针碱、乙氧基白屈菜红碱的薄层色谱鉴别：

[0026] 取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取两面对照药材，同法制成对照药材溶液；再取乙氧基白屈菜红碱、氯化两面针碱、毛两面针素对照品，分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述六种溶液各 1 ~ 30 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板，以苯或甲苯或石油醚 (60 ~ 90℃) 或石油醚 (30 ~ 60℃) - 醋酸乙酯或三氯甲烷 - 甲醇或乙醇 0.5 ~ 60 : 0.5 ~ 50 : 0.02 ~ 10 或苯或甲苯 - 醋酸乙酯或甲酸乙酯 - 甲醇或乙醇 - 异丙醇 - 浓氨试液 5 ~ 40 : 0.5 ~ 15 : 0.2 ~ 10 : 0.1 ~ 3 : 0.02 ~ 3 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 365nm 下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

[0027] e、金鸡制剂中穿心莲药材、穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的薄层色谱鉴别：

[0028] 取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇或乙醇溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取穿心莲对照药材，同法制成对照药材溶液；再取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品，

分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各 1～30 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷-醋酸乙酯-甲醇或乙醇 0.5～15：0.5～60：0.5～50 或三氯甲烷-甲醇或乙醇 1～30：0.05～5 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 254nm 下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点，喷以 0.2～10% 3, 5 二硝基苯甲酸乙醇溶液-0.05～5mol/L 氢氧化钾或 0.05～5mol/L 氢氧化钠溶液的等量混合溶液（临用前混合），供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点。

[0029] f、金鸡制剂中盐酸小檗碱的液相色谱鉴别：

[0030] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或盐酸-甲醇（1：100）提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以盐酸小檗碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，0.005～0.2mol/L 磷酸二氢钠或 0.005～0.2mol/L 磷酸二氢钾或水-乙腈或甲醇 10%～90%：90%～10% 为流动相，检测波长为 200～410nm 中的一个或几个，柱温 20～50℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰；

[0031] g、金鸡制剂中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的液相色谱鉴别：

[0032] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-0.2%～5% 冰醋酸或 0.2%～5% 甲酸或 0.02%～3% 磷酸水溶液 10%～90%：90%～10% 为流动相，检测波长为 200～410nm 中的一个或几个，柱温 20～50℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰；

[0033] h、金鸡制剂中芒柄花素的液相色谱鉴别：

[0034] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以芒柄花素对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-水或 0.2%～5% 冰醋酸或 0.2%～5% 甲酸或 0.02%～3% 磷酸水溶液为流动相，梯度洗脱，检测波长为 200～410nm 中的一个或几个，柱温 20～50℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰；

[0035] 本发明所述制剂含量的测试方法是以下全部或部分内容：

[0036] a、金鸡制剂中盐酸小檗碱的含量测定：

[0037] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或盐酸-甲醇（1：100）提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以盐酸小檗碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，0.005～0.2mol/L 磷酸二氢钠或 0.005～0.2mol/L 磷酸二氢钾或水-乙腈或甲醇 10%～

90%：90%～10%为流动相，检测波长为200～410nm中的一个或几个，柱温20～50℃；以外标法或标准曲线法进行计算；

[0038] b、金鸡制剂中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的含量测定：

[0039] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-0.2%～5%冰醋酸或0.2%～5%甲酸或0.02%～3%磷酸水溶液10%～90%：90%～10%为流动相，检测波长为200～410nm中的一个或几个，柱温20～50℃；以外标法或标准曲线法进行计算；

[0040] c、金鸡制剂中两面针碱的含量测定：

[0041] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以氯化两面针碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各1～30μl，分别点于同一硅胶G薄层板或硅胶H薄层板，以苯或甲苯-醋酸乙酯或甲酸乙酯-甲醇或乙醇-异丙醇-浓氨试液5～40：0.5～15：0.2～10：0.1～3：0.02～3为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯365nm下检视，照薄层色谱法进行扫描，波长： $\lambda_s = 300\text{nm}$ ， $\lambda_R = 210\text{nm}$ ，计算，即得。

[0042] d、金鸡制剂中芒柄花素的含量测定：

[0043] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以芒柄花素对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-水或0.2%～5%冰醋酸或0.2%～5%甲酸或0.02%～3%磷酸水溶液为流动相，梯度洗脱，检测波长为200～410nm中的一个或几个，柱温20～50℃；以外标法或标准曲线法进行计算；

[0044] 本发明中，金樱根清热化湿止带为君药，千斤拔清热利湿、解毒，鸡血藤补血行血，功劳木清热凉血，共为君药；穿心莲清热解毒，两面针活血解毒、消肿止痛共为佐药，诸药相合，共奏祛湿止痛、调经止痛之效。

[0045] 本发明的关键在于：本申请人进行了一系列实验来选择本发明提供的药物制剂的制备工艺和质量控制方法；保证其科学、合理、可行；保证得到的制剂具有有效的治疗效果，生产企业可以根据本发明直接生产、制备效果显著的药物制剂，而不再需要进行新的摸索、研究；实际上对于制剂技术来讲其关键就在于生产工艺条件的选择；如果选择不当，要么制备不出有效的产品、有时甚至危害健康，要么制剂品种的成本高昂、又不符合市场要求；本发明的选择解决了这些问题；同时，向市场又提供了新的品种，使医患双方有更多的选择余地。申请人进行了一系列实验，以选择本发明提供的药物制剂的制备工艺、使用的辅料种类及用量、比例等；保证其科学、合理、可行；得到的制剂具有有效的治疗效果。

[0046] 实验例：抗炎作用药理研究

[0047] 工艺1：取穿心莲叶160g粉碎，过100目筛。将剩余穿心莲同其余五味药材

置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2 小时，合并煎液，滤过，浓缩至相对密度为 1.20(80℃) 的稠膏，真空干燥(60 ~ 70℃、-0.08MPa)，得干膏约 720 ~ 760g，将干膏粉碎成细粉。

[0048] 工艺 2：取穿心莲粉碎成粗粉，加入 20 倍量 70%乙醇浸泡 12 小时，然后渗漉提取，合并提取液，减压回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入等体积正丁醇萃取 4 次，合并正丁醇液，减压回收正丁醇，浓缩至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉。

[0049] 工艺 3：取穿心莲粉碎成粗粉，加入 10 倍量 70%乙醇回流提取 3 次，每次 1 小时，合并提取液，减压回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入 2 倍量乙醇溶解，过滤，滤液拌入 D-101 大孔树脂，水浴干燥，干法上树脂柱，先用 6 倍树脂体积水和 4 倍树脂体积 10%乙醇洗脱，再用 6 倍树脂体积 50%乙醇解吸，收集解吸液，减压回收乙醇浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 50%，第二次使含醇量为 70%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉。

[0050] 工艺 4：穿心莲、鸡血藤、功劳木、当归和两面针，加入 8 倍量的 70%乙醇，回流提取三次，每次 2 小时，滤过，合并滤液，回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；其余金樱根、千斤拔、党参三味药材，加入 8 倍量水，煎煮二次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩，与上述浓缩液合并，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 60%，第二次使含醇量为 80%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，真空干燥，将干膏粉碎成细粉。

[0051] 工艺 5：取穿心莲粉碎成粗粉，加入 10 倍量 70%乙醇回流提取 3 次，每次 1 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 50%，第二次使含醇量为 70%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉。

[0052] 1.1 对二甲苯所致小鼠耳廓肿胀的影响

[0053] 实验方法 临用前将各工艺制得的浸膏粉用 0.5%羟甲基纤维素钠(CMC-Na)配制成 0.10g/ml 混悬液备用，动物用健康昆明种小鼠，体重 20 克。将小鼠随机分组(对照组用生理盐水)，灌胃体积为 20ml/kg，连续灌胃二周，每日一次，末次给药 30 分钟后用微量注射器将 0.05ml/只，二甲苯涂于小鼠右耳，15 分钟后处死小鼠，沿耳廓基线剪下两耳，用 8mm 直径钢冲分别在左右耳廓相同部位打下圆耳片，扭力天平称两耳片湿重，以两耳片重量差值作为肿胀程度指标。肿胀抑制率等于对照组平均肿胀度与给药组平均肿胀度的差除以对照组平均肿胀度再乘 100%。

[0054] 组别 剂量(g/kg) 动物(只) 平均肿胀度(mg) 抑制率(%)

[0055]	对照组	20ml/kg	8	24.21±4.60	
[0056]	氢化可的松组	0.04	8	7.25±2.03	69.10
[0057]	工艺 1 组	2.0	8	16.16±0.11	30.10
[0058]	工艺 2 组	2.0	8	14.35±2.23	34.11
[0059]	工艺 3 组	2.0	8	14.56±1.35	33.43
[0060]	工艺 4 组	2.0	8	14.31±4.24	32.29
[0061]	工艺 5 组	2.0	8	14.37±0.82	33.51

[0062] 1.2 对大鼠子宫炎症的影响

[0063] 实验方法：动物选用 SD 种雌性大白鼠，体重约 200 克。动物分组，各组动物在乙醚麻醉下，剪去下腹部毛，消毒后于腹正中切 2cm 长口，暴露子宫，沿子宫左侧角上 1cm 处作一切口，将一塑料环（管径 12mm，长 0.5cm，酒精消毒）放置于子宫内，与子宫切口缝合固定，术后 2 小时开始给药，每日一次，给药体积为 20ml/kg 体重，7 天后处死动物，取出两侧子宫，除去脂肪，分析天平称重，每鼠子宫左侧与右侧的差即为炎症肿胀程度，计算出给药组的肿胀率和抑制率。肿胀率等于致炎子宫平均重量与未致炎子宫平均重量的差除以未致炎子宫平均重量乘以 100%，抑制率等于对照组子宫平均肿胀率与给药组子宫平均肿胀率的差除以对照组子宫平均肿胀率乘以 100%。

[0064] 组别 剂量 (g/kg) 动物 (只) 肿胀率 (%) 抑制率 (%)

[0065]	对照组	20ml/kg	10	210.40	
[0066]	氢化可的松组	0.04	10	6.72	96.57
[0067]	工艺 1 组	2.0	10	17.89	91.21
[0068]	工艺 2 组	2.0	10	15.23	92.34
[0069]	工艺 3 组	2.0	10	15.41	92.15
[0070]	工艺 4 组	2.0	10	15.56	92.13
[0071]	工艺 5 组	2.0	10	15.39	92.39

[0072] 结果表明，本发明提供的工艺合理可行，疗效优良。

[0073] 具体的实施方式：份为重量份，如：公斤、克等

[0074] 本发明的实施例 1：金樱根 9 份、鸡血藤 18 份、千斤拔 9 份、功劳木 9 份、两面针 4 份、穿心莲 3 份，取穿心莲粉碎成粗粉，加入 10 倍量 70% 乙醇回流提取 3 次，每次 1 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃ 相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃ 为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 50%，第二次使含醇量为 70%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃ 为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入大豆油，制丸，即得软胶囊，口服，一日 3 次，一次 3 粒

[0075] 本发明的实施例 2：金樱根 20 份、鸡血藤 40 份、千斤拔 20 份、功劳木 20 份、两面针 8 份、穿心莲 7 份，取穿心莲粉碎成粗粉，加入 15 倍量 80% 乙醇回流提取 5 次，每次 2.5 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃ 相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加 15 倍水煮 4 次，每次煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃ 为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 60%，第

二次使含醇量为 90%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，制丸，即得丸剂。

[0076] 本发明的实施例 3：金樱根 20 份、鸡血藤 40 份、千斤拔 20 份、功劳木 20 份、两面针 8 份、穿心莲 7 份，取穿心莲粉碎成粗粉，加入 5 倍量 40%乙醇回流提取 0.5 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃相对密度为 1.15～1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加 5 倍水煮 0.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 40%，第二次使含醇量为 70%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，挤出-滚圆法制丸，即得微丸剂。

[0077] 本发明的实施例 4：金樱根 20 份、鸡血藤 40 份、千斤拔 20 份、功劳木 20 份、两面针 8 份、穿心莲 7 份，取穿心莲粉碎成粗粉，加入 20 倍量 70%乙醇浸泡 12 小时，然后渗漉提取，合并提取液，减压回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入等体积正丁醇萃取 4 次，合并正丁醇液，减压回收正丁醇，浓缩至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入卡拉胶，冷却，即得凝胶剂。

[0078] 本发明的实施例 5：金樱根 9 份、鸡血藤 18 份、千斤拔 9 份、功劳木 9 份、两面针 4 份、穿心莲 3 份，取穿心莲粉碎成粗粉，加入 10 倍量 50%乙醇浸泡 2 小时，然后渗漉提取，合并提取液，减压回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加 5 倍水煎煮 0.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入 1 倍体积正丁醇萃取 1 次，收集正丁醇液，减压回收正丁醇，浓缩至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入 5%交联聚乙烯吡咯烷酮、30%微晶纤维素，混匀，加入浓度为 50%乙醇，过 24 目筛制粒，60℃干燥 2 小时后过 24 目筛整粒，再与 0.3%硬脂酸镁混匀，得压片物料，压片，即得分散片。

[0079] 本发明的实施例 6：金樱根 20 份、鸡血藤 40 份、千斤拔 20 份、功劳木 20 份、两面针 8 份、穿心莲 7 份，取穿心莲粉碎成粗粉，加入 30 倍量 80%乙醇浸泡 24 小时，然后渗漉提取，合并提取液，减压回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮 5 次，每次加 15 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入 1～4 倍体积正丁醇萃取 6 次，合并正丁醇液，减压回收正丁醇，浓缩至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，滴入 PEG4000 中，即得滴丸剂。

[0080] 本发明的实施例 7：金樱根 20 份、鸡血藤 40 份、千斤拔 20 份、功劳木 20 份、两面针 8 份、穿心莲 7 份，取穿心莲粉碎成粗粉，加入 10 倍量 70%乙醇回流提取 3 次，每次 1 小时，合并提取液，减压回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15～1.20 的清膏，加入 2 倍量乙醇溶解，过滤，滤液拌入 D-101 大孔树脂，水浴干燥，干法上树脂柱，先用 6 倍树脂体积水和 4 倍树脂体积 10%乙醇洗脱，再用 6 倍树脂体积 50%乙醇解吸，收集解吸

液，减压回收乙醇浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 50%，第二次使含醇量为 70%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，制粒，即得颗粒剂。

[0081] 本发明的实施例 8：金樱根 20 份、鸡血藤 40 份、千斤拔 20 份、功劳木 20 份、两面针 8 份、穿心莲 7 份，取穿心莲粉碎成粗粉，加入 15 倍量 80%乙醇回流提取 5 次，每次 2.5 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入 4 倍量乙醇溶解，过滤，滤液拌入大孔树脂，水浴干燥，干法上树脂柱，先用 10 倍树脂体积水和 6 倍树脂体积 15%乙醇洗脱，再用 10 倍树脂体积 80%乙醇解吸，收集解吸液，减压回收乙醇浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加 15 倍水煮 4 次，每次煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 60%，第二次使含醇量为 90%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，制粒，装胶囊，即得胶囊剂。

[0082] 本发明的实施例 9：金樱根 9 份、鸡血藤 18 份、千斤拔 9 份、功劳木 9 份、两面针 4 份、穿心莲 3 份，取穿心莲粉碎成粗粉，加入 5 倍量 40%乙醇回流提取 0.5 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入 1 倍量乙醇溶解，过滤，滤液拌入大孔树脂，水浴干燥，干法上树脂柱，先用 1 倍树脂体积水和 1 倍树脂体积 5%乙醇洗脱，再用 1 倍树脂体积 40%乙醇解吸，收集解吸液，减压回收乙醇浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；将其余五味药材置锅内，加 5 倍水煎煮 0.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 40%，第二次使含醇量为 70%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入穿心莲药膏，混匀，60-70℃、-0.08MPa 真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入蒸馏水，即得口服液。

[0083] 本发明的实施例 10：金樱根 9 份、鸡血藤 18 份、千斤拔 9 份、功劳木 9 份、两面针 4 份、穿心莲 3 份，穿心莲、鸡血藤、功劳木、当归和两面针，加入 8 倍量的 70%乙醇，回流提取三次，每次 2 小时，滤过，合并滤液，回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；其余金樱根、千斤拔、党参三味药材，加入 8 倍量水，煎煮二次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩，与上述浓缩液合并，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 60%，第二次使含醇量为 80%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，真空干燥，将干膏粉碎成细粉，加入糖浆，即得糖浆剂。

[0084] 本发明的实施例 11：金樱根 9 份、鸡血藤 18 份、千斤拔 9 份、功劳木 9 份、两面针 4 份、穿心莲 3 份，穿心莲、鸡血藤、功劳木、当归和两面针，加入 8 倍量的 70%乙醇，回流提取三次，每次 2 小时，滤过，合并滤液，回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏；其余金樱根、千斤拔、党参三味药材，加入 8 倍量水，煎煮二次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩，与上述浓缩液合并，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 60%，第二次使含醇量为 80%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃为 1.15 ~ 1.20 的清膏，真空干燥，将干膏粉碎成细粉，制丸，即得丸剂。

[0085] 本发明的实施例 12：金樱根 9 份、鸡血藤 18 份、千斤拔 9 份、功劳木 9 份、两面针 4 份、穿心莲 3 份，穿心莲、鸡血藤、功劳木、当归和两面针，加入 5 倍量 40% 乙醇回流提取 0.5 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃ 相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏，其余金樱根、千斤拔、党参三味药材，加 5 倍水煮 0.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃ 为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 40%，第二次使含醇量为 70%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃ 为 1.15 ~ 1.20 的清膏，真空干燥，将干膏粉碎成细粉，制粒，即得颗粒剂。

[0086] 本发明的实施例 13：金樱根 20 份、鸡血藤 40 份、千斤拔 20 份、功劳木 20 份、两面针 8 份、穿心莲 7 份，穿心莲、鸡血藤、功劳木、当归和两面针，加入 15 倍量 80% 乙醇回流提取 5 次，每次 2.5 小时，合并提取液，减压回收乙醇至 60℃ 相对密度为 1.15 ~ 1.20 的清膏，其余金樱根、千斤拔、党参三味药材，加 15 倍水煮 4 次，每次煎煮 2.5 小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩成相对密度 60℃ 为 1.15 ~ 1.20 的清膏，加入乙醇沉淀两次，第一次使含醇量为 60%，第二次使含醇量为 90%，滤过，滤液回收乙醇至相对密度 60℃ 为 1.15 ~ 1.20 的清膏，真空干燥，将干膏粉碎成细粉，制粒，装胶囊，即得胶囊剂。

[0087] 本发明的实施例 14：称取金樱根 9 ~ 20 份、鸡血藤 18 ~ 40 份、千斤拔 9 ~ 20 份、功劳木 9 ~ 20 份、两面针 4 ~ 8 份、穿心莲 3 ~ 7 份；取给定范围的组方量 15-25% 的穿心莲粉碎成细粉，将剩余穿心莲与其余五味药材置锅内，加水煮二次，每次加 6 倍水煎煮 2.5 小时，滤过，合并煎液，滤液浓缩成稠膏状，加入穿心莲粉，混匀，在 60-70℃、-0.08Mpa 的条件下真空干燥，将干膏粉碎成细粉，再加入适量不同的辅料就可以制成相应的制剂剂型。

[0088] 在上述实施例中：穿心莲可以用等量药材提取得到的穿心莲内酯替代。

[0089] 本发明的实施例 15：所述制剂的鉴别方法是以下全部或部分内容：

[0090] a、金鸡制剂中鸡血藤药材、芒柄花素的薄层色谱鉴别方法：

[0091] 取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液挥干，残渣用甲醇或乙醇溶解，拌入硅胶，挥干，置硅胶柱内，依次用石油醚 (60 ~ 90℃) 或石油醚 (30 ~ 60℃)、三氯甲烷或醋酸乙酯或甲醇或乙醇洗脱，洗脱液蒸干，残渣加三氯甲烷或醋酸乙酯溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取鸡血藤对照药材，同法制成对照药材溶液；再取芒柄花素对照品，加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述四种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板，以三氯甲烷-甲醇或乙醇 1 : 0.2 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，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

[0092] b、金鸡制剂中功劳木药材、盐酸小檗碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、黄连碱的薄层色谱鉴别方法：

[0093] 取各制剂适量，加甲醇或乙醇提取，滤过，滤液挥干，残渣加盐酸溶液溶解后调节 pH 值至 7 ~ 11，用氯仿或醋酸乙酯提取，提取液挥干，残渣用甲醇或乙醇溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取功劳木对照药材，同法制成对照药材溶液；再取盐酸小檗碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、黄连

碱对照品，分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述七种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸或甲酸-水 1 : 0.1 : 0.2 或苯或甲苯-醋酸乙酯或甲酸乙酯-甲醇或乙醇-异丙醇-浓氨试液 1 : 0.5 : 0.1 : 0.1 : 0.05 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 365nm 下检视或氨气熏蒸后置紫外灯 365nm 下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

[0094] c、金鸡制剂中金樱根药材的薄层色谱鉴别：

[0095] 取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液挥干，残渣加氢氧化钠溶液溶解后用乙醚或石油醚（60 ~ 90℃）或石油醚（30 ~ 60℃）提取，弃去乙醚或石油醚（60 ~ 90℃）或石油醚（30 ~ 60℃）液，水层用醋酸乙酯或正丁醇提取，醋酸乙酯或正丁醇提取液挥干，残渣用甲醇或乙醇溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取金樱根对照药材，同法制成对照药材溶液；采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板，以三氯甲烷-甲醇或乙醇 1 : 0.2 为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1% 硫酸乙醇溶液，90 ~ 150℃ 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，应显相同颜色斑点；

[0096] d、金鸡制剂中两面针药材、两面针碱、乙氧基白屈菜红碱的薄层色谱鉴别：

[0097] 取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取两面对照药材，同法制成对照药材溶液；再取乙氧基白屈菜红碱、氯化两面针碱、毛两面针素对照品，分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述六种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板，以苯或甲苯或石油醚（60 ~ 90℃）或石油醚（30 ~ 60℃）- 醋酸乙酯或三氯甲烷-甲醇或乙醇 0.5 : 0.5 : 0.02 或苯或甲苯-醋酸乙酯或甲酸乙酯-甲醇或乙醇-异丙醇-浓氨试液 5 : 0.5 : 0.2 : 0.1 : 0.02 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 365nm 下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

[0098] e、金鸡制剂中穿心莲药材、穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的薄层色谱鉴别：

[0099] 取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇或乙醇溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取穿心莲对照药材，同法制成对照药材溶液；再取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品，分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以三氯甲烷-醋酸乙酯-甲醇或乙醇 0.5 : 0.5 : 0.5 或三氯甲烷-甲醇或乙醇 1 : 0.05 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 254nm 下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点，喷以 0.2% 3, 5 二硝基苯甲酸乙醇溶液-0.05mol/L 氢氧化钾或 0.05mol/L 氢氧化钠溶液的等量混合溶液（临用前混合），供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

[0100] f、金鸡制剂中盐酸小檗碱的液相色谱鉴别：

[0101] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或盐酸-甲醇（1：100）提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以盐酸小檗碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，0.005mol/L 磷酸二氢钠或 0.005mol/L 磷酸二氢钾或水-乙腈或甲醇 10%：90%为流动相，检测波长为 200nm 中的一个或几个，柱温 20℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰；

[0102] g、金鸡制剂中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的液相色谱鉴别：

[0103] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-0.2%冰醋酸或 0.2%甲酸或 0.02%磷酸水溶液 10%：90%为流动相，检测波长为 200nm 中的一个或几个，柱温 20℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰；

[0104] h、金鸡制剂中芒柄花素的液相色谱鉴别：

[0105] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以芒柄花素对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-水或 0.2%冰醋酸或 0.2%甲酸或 0.02%磷酸水溶液为流动相，梯度洗脱，检测波长为 200nm 中的一个或几个，柱温 20℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰。

[0106] 本发明的实施例 16：所述制剂含量的测试方法是以下全部或部分内容：

[0107] a、金鸡制剂中盐酸小檗碱的含量测定：

[0108] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或盐酸-甲醇（1：100）提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以盐酸小檗碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，0.2mol/L 磷酸二氢钠或 0.2mol/L 磷酸二氢钾或水-乙腈或甲醇 90%：910%为流动相，检测波长为 410nm 中的一个或几个，柱温 50℃；以外标法或标准曲线法进行计算；

[0109] b、金鸡制剂中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的含量测定：

[0110] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-0.2%冰醋酸或 0.2%甲酸或 0.02%磷酸水溶液 10%：90%为流动相，检测波长为 200nm 中的一个或几个，柱温 20℃；以外标法或标准曲线法进行计算；

[0111] c、金鸡制剂中两面针碱的含量测定：

[0112] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以氯化两面针碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各 $1\mu\text{l}$ ，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板，以苯或甲苯-醋酸乙酯或甲酸乙酯-甲醇或乙醇-异丙醇-浓氨试液 5 : 0.5 : 0.2 : 0.1 : 0.02 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 365nm 下检视，照薄层色谱法进行扫描，波长： $\lambda_{\text{s}} = 300\text{nm}$ ， $\lambda_{\text{R}} = 210\text{nm}$ ，计算，即得；

[0113] d、金鸡制剂中芒柄花素的含量测定：

[0114] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以芒柄花素对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-水或 0.2% 冰醋酸或 0.2% 甲酸或 0.02% 磷酸水溶液为流动相，梯度洗脱，检测波长为 200nm 中的一个或几个，柱温 20°C ；以外标法或标准曲线法进行计算。

[0115] 本发明的实施例 17：所述制剂的鉴别方法是以下全部或部分内容：

[0116] a、金鸡制剂中鸡血藤药材、芒柄花素的薄层色谱鉴别方法：

[0117] 取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液挥干，残渣用甲醇或乙醇溶解，拌入硅胶，挥干，置硅胶柱内，依次用石油醚 ($60 \sim 90^{\circ}\text{C}$) 或石油醚 ($30 \sim 60^{\circ}\text{C}$)、三氯甲烷或醋酸乙酯或甲醇或乙醇洗脱，洗脱液蒸干，残渣加三氯甲烷或醋酸乙酯溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取鸡血藤对照药材，同法制成对照药材溶液；再取芒柄花素对照品，加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述四种溶液各 $30\mu\text{l}$ ，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF_{254} 薄层板，以三氯甲烷-甲醇或乙醇 90 : 10 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，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

[0118] b、金鸡制剂中功劳木药材、盐酸小檗碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、黄连碱的薄层色谱鉴别方法：

[0119] 取各制剂适量，加甲醇或乙醇提取，滤过，滤液挥干，残渣加盐酸溶液溶解后调节 pH 值至 7 ~ 11，用氯仿或醋酸乙酯提取，提取液挥干，残渣用甲醇或乙醇溶解，作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；另取功劳木对照药材，同法制成对照药材溶液；再取盐酸小檗碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、黄连碱对照品，分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液；采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述七种溶液各 $30\mu\text{l}$ ，分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF_{254} 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸或甲酸-水 20 : 5 : 10 或苯或甲苯-醋酸乙酯或甲酸乙酯-甲醇或乙醇-异丙醇-浓氨试液 20 : 10 : 10 : 10 : 5 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯 365nm 下检视或氨气熏蒸后置紫外灯 365nm 下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色斑点；

[0120] c、金鸡制剂中金樱根药材的薄层色谱鉴别：

[0121] 取各制剂适量，加乙醇或甲醇提取，滤过，滤液挥干，残渣加氢氧化钠溶液溶

解后用乙醚或石油醚 (60 ~ 90℃) 或石油醚 (30 ~ 60℃) 提取, 弃去乙醚或石油醚 (60 ~ 90℃) 或石油醚 (30 ~ 60℃) 液, 水层用醋酸乙酯或正丁醇提取, 醋酸乙酯或正丁醇提取液挥干, 残渣用甲醇或乙醇溶解, 作为供试品溶液; 按处方比例称取其它药味及辅料, 同法制成阴性对照溶液; 另取金樱根对照药材, 同法制成对照药材溶液; 采用中国药典附录公开的薄层色谱法试验, 吸取上述三种溶液各 30 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板, 以三氯甲烷-甲醇或乙醇 90 : 10 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 30% 硫酸乙醇溶液, 150℃ 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, 应显相同颜色斑点;

[0122] d、金鸡制剂中两面针药材、两面针碱、乙氧基白屈菜红碱的薄层色谱鉴别:

[0123] 取各制剂适量, 加乙醇或甲醇提取, 滤过, 滤液作为供试品溶液; 按处方比例称取其它药味及辅料, 同法制成阴性对照溶液; 另取两面针对照药材, 同法制成对照药材溶液; 再取乙氧基白屈菜红碱、氯化两面针碱、毛两面针素对照品, 分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液; 用中国药典附录公开的薄层色谱法试验, 吸取上述六种溶液各 30 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板, 以苯或甲苯或石油醚 (60 ~ 90℃) 或石油醚 (30 ~ 60℃)-醋酸乙酯或三氯甲烷-甲醇或乙醇 60 : 50 : 10 或苯或甲苯-醋酸乙酯或甲酸乙酯-甲醇或乙醇-异丙醇-浓氨试液 40 : 15 : 10 : 3 : 3 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外灯 365nm 下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上, 应显相同颜色斑点;

[0124] e、金鸡制剂中穿心莲药材、穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的薄层色谱鉴别:

[0125] 取各制剂适量, 加乙醇或甲醇提取, 滤过, 滤液挥干, 残渣加甲醇或乙醇溶解, 作为供试品溶液; 按处方比例称取其它药味及辅料, 同法制成阴性对照溶液; 另取穿心莲对照药材, 同法制成对照药材溶液; 再取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品, 分别加甲醇或乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液; 用中国药典附录公开的薄层色谱法试验, 吸取上述三种溶液各 30 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板或硅胶 H 薄层板或硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以三氯甲烷-醋酸乙酯-甲醇或乙醇 15 : 60 : 50 或三氯甲烷-甲醇或乙醇 1 ~ 30 : 0.05 ~ 5 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外灯 254nm 下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上, 应显相同颜色斑点, 喷以 10% 3, 5 二硝基苯甲酸乙醇溶液-5mol/L 氢氧化钾或 5mol/L 氢氧化钠溶液的等量混合溶液 (临用前混合), 供试品色谱中, 在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上, 应显相同颜色斑点;

[0126] f、金鸡制剂中盐酸小檗碱的液相色谱鉴别:

[0127] 取各制剂适量, 置量瓶中, 加甲醇或盐酸-甲醇 (1 : 100) 提取, 摇匀, 用微孔滤膜滤过, 取续滤液作为供试品溶液; 按处方比例称取其它药味及辅料, 同法制成阴性对照溶液; 以盐酸小檗碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照, 采用液相色谱法, 色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 0.2mol/L 磷酸二氢钠或 0.2mol/L 磷酸二氢钾或水-乙腈或甲醇 90% : 10% 为流动相, 检测波长为 410nm 中的一个或几个, 柱温 50℃; 供试品色谱中, 具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰, 阴性无干扰;

[0128] g、金鸡制剂中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的液相色谱鉴别:

[0129] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-5%冰醋酸或5%甲酸或3%磷酸水溶液90%：10%为流动相，检测波长为410nm中的一个或几个，柱温50℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰；

[0130] h、金鸡制剂中芒柄花素的液相色谱鉴别：

[0131] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以芒柄花素对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-水或5%冰醋酸或5%甲酸或3%磷酸水溶液为流动相，梯度洗脱，检测波长为410nm中的一个或几个，柱温50℃；供试品色谱中，具与对照品色谱有保留时间一致的色谱峰，阴性无干扰。

[0132] 本发明的实施例18：所述制剂含量的测试方法是以下全部或部分内容：

[0133] a、金鸡制剂中盐酸小檗碱的含量测定：

[0134] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或盐酸-甲醇(1：100)提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以盐酸小檗碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，0.2mol/L磷酸二氢钠或0.2mol/L磷酸二氢钾或水-乙腈或甲醇90%：10%为流动相，检测波长为410nm中的一个或几个，柱温50℃；以外标法或标准曲线法进行计算；

[0135] b、金鸡制剂中穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯的含量测定：

[0136] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈-5%冰醋酸或5%甲酸或3%磷酸水溶液90%：10%为流动相，检测波长为410nm中的一个或几个，柱温50℃；以外标法或标准曲线法进行计算；

[0137] c、金鸡制剂中两面针碱的含量测定：

[0138] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以氯化两面针碱对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，用中国药典附录公开的薄层色谱法试验，吸取上述三种溶液各30μl，分别点于同一硅胶G薄层板或硅胶H薄层板，以苯或甲苯-醋酸乙酯或甲酸乙酯-甲醇或乙醇-异丙醇-浓氨试液40：15：10：3：3为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外灯365nm下检视，照薄层色谱法进行扫描，波长： $\lambda_s = 300\text{nm}$ ， $\lambda_R = 210\text{nm}$ ，计算，即得；

[0139] d、金鸡制剂中芒柄花素的含量测定：

[0140] 取各制剂适量，置量瓶中，加甲醇或乙醇提取，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液；按处方比例称取其它药味及辅料，同法制成阴性对照溶液；以芒柄花素对照品的甲醇或乙醇溶液为对照，采用液相色谱法，色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶或二烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇或乙腈－水或5%冰醋酸或5%甲酸或3%磷酸水溶液为流动相，梯度洗脱，检测波长为410nm中的一个或几个，柱温50℃；以外标法或标准曲线法进行计算。