

酒续断配方颗粒

Jiuxuduan Peifangkeli

【来源】 本品为川续断科植物川续断 *Dipsacus asper* Wall. ex Henry 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取酒续断饮片 2200g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 27.0%~40.0%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味微苦涩。

【鉴别】 （1）取本品 5g，研细，加水 30ml 使溶解，用浓氨试液调节 pH 值至 10，用三氯甲烷 50ml 分三次提取（20ml、20ml、10ml），合并提取液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取续断对照药材 1g，加水 30ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液自“用浓氨试液调节 pH 值至 10”起同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 0502）试验，吸取上述供试品溶液 2 μ l，对照药材溶液 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（11：4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃下加热至斑点显色，置紫外光（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 0.3g，研细，加甲醇 15ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取川续断皂苷 VI 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（中国药典 2020 年版四部通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 1.5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-醋酸-水（4：1：5）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃下加热至斑点清晰。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。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版四部通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过 6mg/kg；镉不得过 0.3mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 22mg/kg。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版四部通则 0104）。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 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（柱长为 250mm，内

径为 4.6mm，粒径为 5 μ m)；以 0.05%磷酸水溶液为流动相 A，以乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1ml；柱温为 25℃；检测波长为 212nm。理论板数按川续断皂苷VI峰计算应不低于 5000。

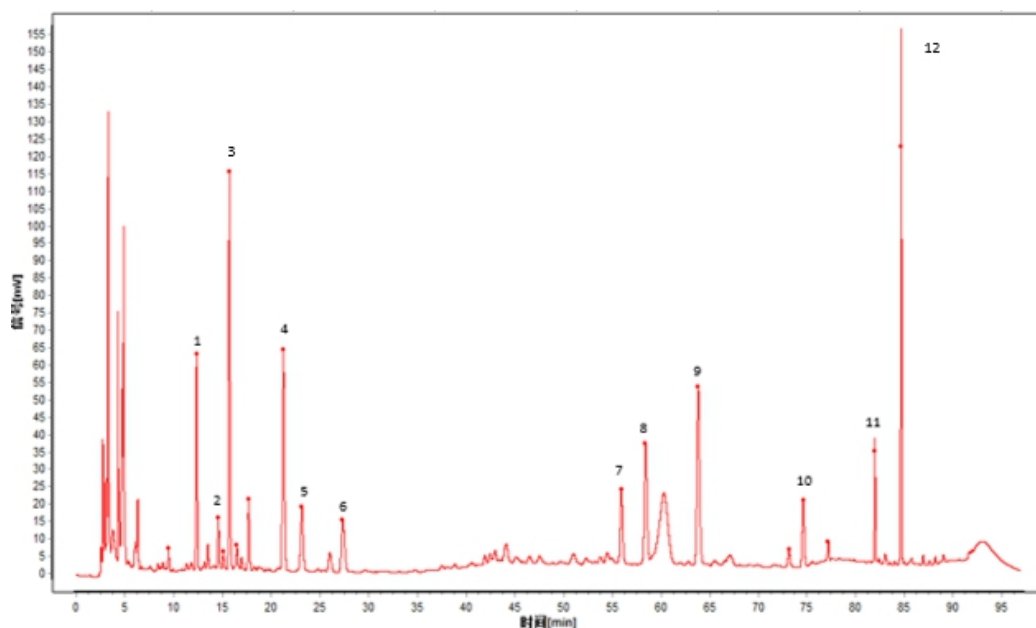
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	95→89	5→11
10~30	89→87	11→13
30~40	87→82	13→18
40~70	82→76	18→24
70~80	76→65	24→35
80~90	65→50	35→50
90~95	50→95	50→5

参照物溶液的制备 取续断对照药材 0.4g，置具塞锥形瓶中，加水 50ml，加热回流 60 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，加入 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 35kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取川续断皂苷VI对照品、马钱苷酸、马钱苷对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 12 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰相对应，其中峰 3、峰 6、峰 12 应分别与对照品参照物峰的保留时间相一致。



对照特征图谱

峰 2: 新绿原酸 峰 3 (S1): 马钱苷酸 峰 4: 绿原酸 峰 5: 隐绿原酸 峰 6: 马钱苷

峰 7: 异绿原酸 B 峰 8: 异绿原酸 A 峰 9: 异绿原酸 C 峰 12 (S2): 川续断皂苷 VI

色谱柱: Agilent 5 TC-C18(2) (4.6mm×250mm, 5μm)

【浸出物】 取本品适量，研细，取约 2g，精密称定，精密加入乙醇 100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版四部通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 35.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版四部通则 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（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5μm）；以乙腈-水（30：70）为流动相；流速为每分钟 1.0ml；检测波长为 212nm。理论板数按川续断皂苷 VI 峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取川续断皂苷 VI 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.25mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含川续断皂苷 VI (C₄₇H₇₆O₁₈) 为 29.0mg~102.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.2g

【贮藏】 密封。

甘肃省配方颗粒公示稿