

酒续断配方颗粒

Jiuxudian 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%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，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 $^{\circ}$ C 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 $^{\circ}$ C 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。

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

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典 2020 年版通则

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 5mg/kg; 镉不得过 1mg/kg; 砷不得过 2mg/kg; 汞不得过 0.2mg/kg; 铜不得过 20mg/kg。

【特征图谱】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(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 $^{\circ}$ C;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。

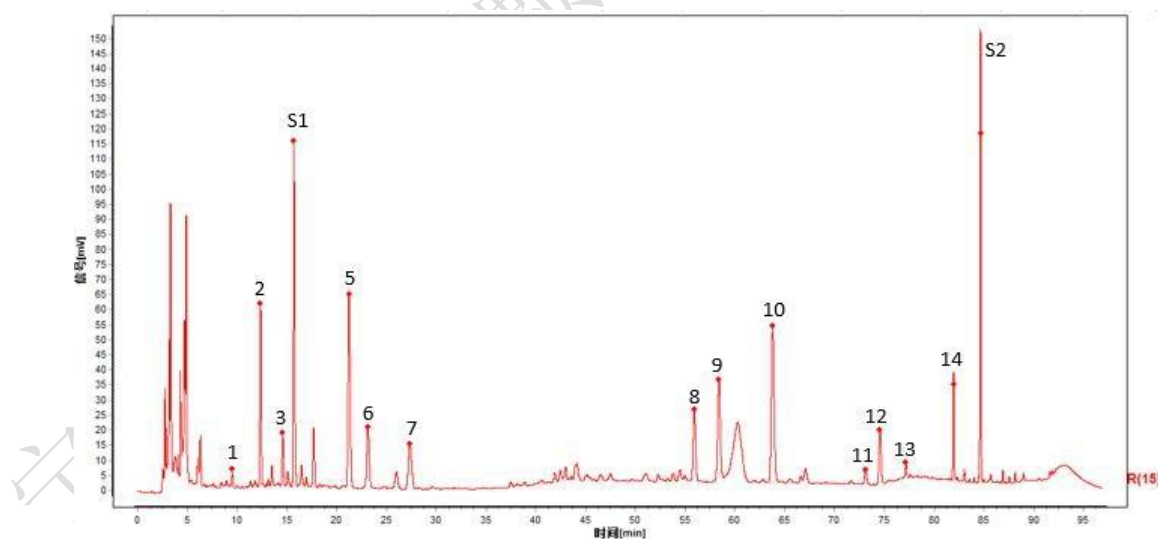
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~10	95→89	5→11
10~30	89→87	11→13
30~40	87→82	13→18
40~70	82→76	18→24
70~80	76→65	24→35
80~90	65→50	35→50
90~95	50→95	50→5

参照物溶液的制备 取续断对照药材粉末 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, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250W, 频率 35kHz) 30 分钟, 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, 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。

供试品溶液的制备 取本品研细, 取 0.2g, 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, 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 15 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 15 个特征峰相对应, 其中 4、15 号峰的保留时间应分别与马钱苷酸、川续断皂苷 VI 参照物峰的保留时间相对应。



对照特征图谱

峰 4 (S1): 马钱苷酸; 峰 5: 绿原酸; 峰 15 (S2): 川续断皂苷 VI

色谱柱: Agilent 5 TC-C18

【浸出物】 取本品, 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，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，研细，取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10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

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

【规格】每1g配方颗粒相当于饮片2.2g。

【贮藏】密封。