

国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-202011

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%~40%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；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 分三次振摇提取（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，吸取上述两种溶液各 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，置紫外光灯（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 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 2 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。

【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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.05%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 0.3ml，柱温为 30℃；检测波长为 220nm。理论板数按川续断皂苷 VI 峰计算应不低于 10000。

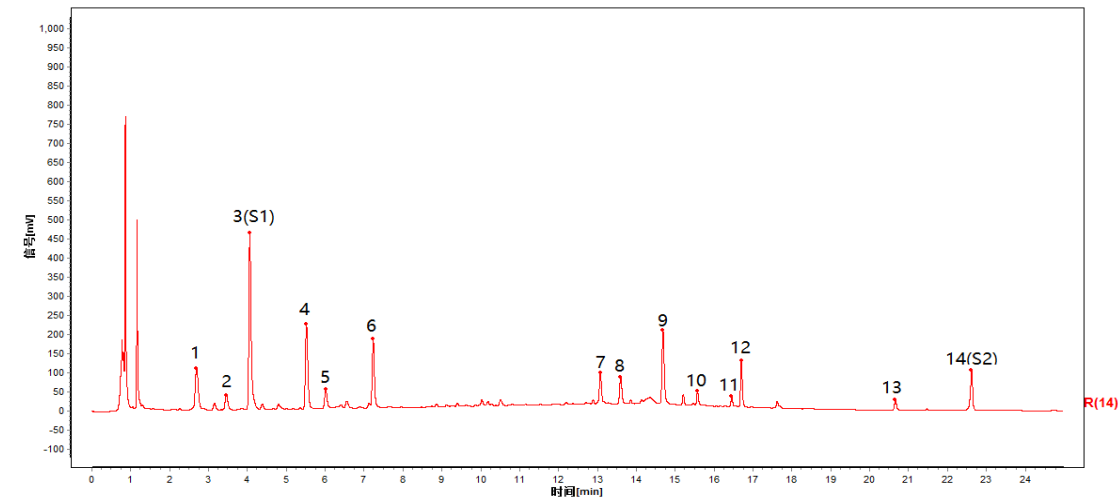
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~22	7→34	93→66
22~25	34	66

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，残渣加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取马钱苷酸对照品、川续断皂苷 VI 对照品适量，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 0.2g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，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 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 14 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 14 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 3、峰 14 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应，与马钱苷酸对照品参照物峰保留时间相应的峰为 S1 峰，计算峰 1~2、峰 4~6 与 S1 峰的相对保留时间；与川续断皂苷 VI 对照品参照物峰保留时间相应的峰为 S2 峰，计算峰 7~13 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间均应在规定值的±10%范围之内，规定值为：0.66（峰 1）、0.85（峰 2）、1.36（峰 4）、1.48（峰 5）、1.78（峰 6）、0.58（峰 7）、0.60（峰 8）、0.65（峰 9）、0.69（峰 10）、0.73（峰 11）、0.74（峰 12）、0.91（峰 13）。计算峰 6 与 S2 峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定值的范围之内，规定值为：不得少于 1.0。



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: 3,4-O-二咖啡酰奎宁酸; 峰 8: 3,5-O-二咖啡酰奎宁酸; 峰 9: 4,5-O-二咖啡酰奎宁酸;
峰 14 (S2): 川续断皂苷 VI

色谱柱: HSS T3 C18, 2.1mm×100mm, 1.8μm

【检查】 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 1 mg/kg; 砷不得过 2mg/kg; 汞不得过 0.2mg/kg; 铜不得过 20mg/kg。

其他 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)。

【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 55.0%。

【含量测定】 川续断皂苷 VI 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 5μm); 以乙腈-水(30:70)为流动相; 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 取本品适量, 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 10μl, 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 38.0mg~92.0mg。

马钱苷酸、绿原酸 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-0.1%醋酸溶液(12:88)为流动相; 柱温为 25℃; 马钱苷酸检测波长为 235nm、绿原酸检测波长为 325nm。理论板数按马钱苷酸、绿原酸峰计算应均不低于 3000。

对照溶液的制备 取绿原酸对照品、马钱苷酸对照品适量, 精密称定, 加甲醇分别制成每 1ml 含绿原酸 0.08mg、马钱苷酸 0.3mg 的混合溶液, 即得。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕川续断皂苷 VI 项。

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 含马钱苷酸（C₁₆H₂₄O₁₀）应为 28.0mg～57.0mg，含绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）应为 4.0mg～9.5mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.2g

【贮藏】 密封。