

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（出膏率为 27~40%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，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…”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 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℃ 下加热至斑点显色清晰，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 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℃ 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。

【特征图谱】照高效液相色谱法（中国药典 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 0.05% 磷酸溶液为流动相 A，以乙腈为流动相 B，按下表梯度洗脱；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（%）
--------	----------	----------

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

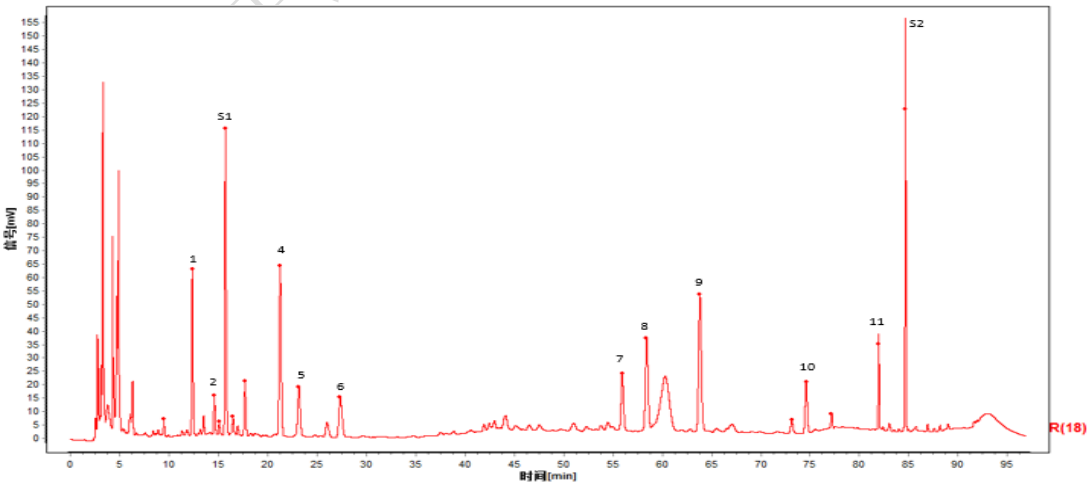
0	95	5
10	89	11
30	87	13
40	82	18
70	76	24
80	65	35
90	50	50
95	95	5

参照物溶液的制备 取续断对照药材 0.4g，加水 50ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 50% 甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 35kHz）30 分钟，放冷，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、马钱苷酸对照品适量，加甲醇制成每 1ml 各含 0.25mg 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 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 25ml，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱图中应呈现与对照药材参照物色谱图中 12 个保留时间相对应的特征峰，峰 3、峰 12 应分别与对照品参照物峰的保留时间相对应。峰 1~2、峰 4~6 与 S1 峰（峰 3）的相对保留时间依次约为：0.79、0.94、1.35、1.47、1.74。峰 7~11 与 S2 峰（峰 12）的相对保留时间依次约为：0.66、0.69、0.75、0.88、0.97。



对照特征图谱

峰 3（S1）：马钱苷酸 峰 12（S2）：川续断皂苷VI

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

江苏省中药配方颗粒质量标准公示稿

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 通则 2201）项下的热浸法测定，以乙醇作溶剂，不得少于 55.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 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-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 同【特征图谱】项下的对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同【特征图谱】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 含川续断皂苷VI（C₄₇H₇₆O₁₈）应为 29~102mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.2g

【贮藏】 密封。