

国家药品监督管理局

国家药品标准

YBZ-PFKL-2021139

盐续断配方颗粒

Yanxuduan 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】 取盐续断饮片 2500g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 24%~40%),干燥(或干燥,粉碎),加辅料适量,混匀,制粒,制成 1000g,即得。

【性状】 本品为浅灰黄色至黄棕色的颗粒;气微,味苦、微咸。

【鉴别】 取本品 0.1g,研细,加甲醇 20ml,超声处理 20 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取续断(川续断)对照药材 0.2g,加甲醇 20ml,同法制成对照药材溶液。再取川续断皂苷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,吸取上述三种溶液各 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 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱和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 $^{\circ}$ C;检测波长为 220nm。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 (%)
0~22	7 \rightarrow 40	93 \rightarrow 60
22~29	40 \rightarrow 7	60 \rightarrow 93

参照物溶液的制备 取续断(川续断)对照药材 0.5g,置具塞锥形瓶中,加水 25ml,加热回流 30 分钟,放冷,滤过,取续滤液,作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、川续断皂苷VI对照品适量,精密称定,分别加甲醇制成每 1ml 含绿原酸 0.2mg、川续断皂苷VI 0.3mg 的溶液,作为对照品

国家药品监督管理局

发布

国家药典委员会

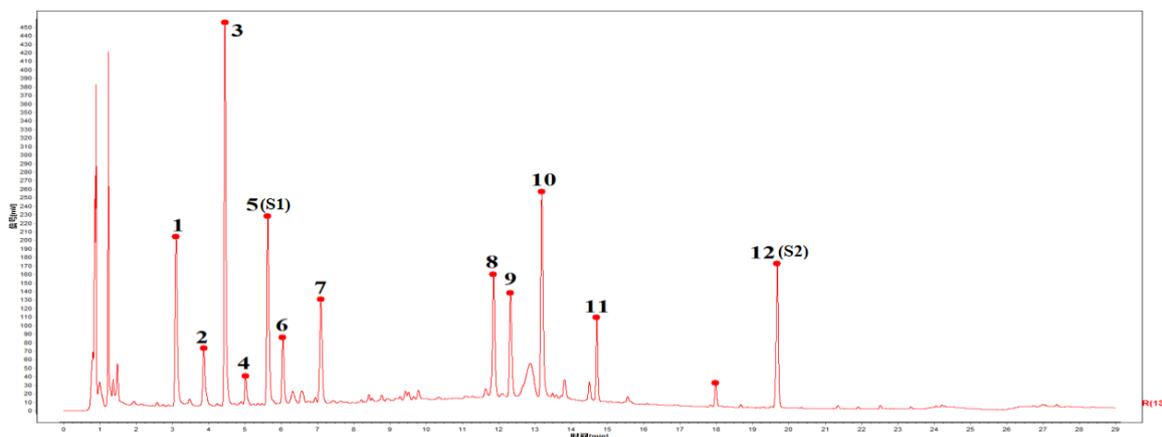
审定

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 30% 甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用 30% 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 5 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，并与对照药材参照物色谱中 12 个特征峰保留时间相对应，其中峰 5、峰 12 保留时间应分别与绿原酸对照品、川续断皂苷 VI 对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸参照物相应的峰为 S1 峰，计算峰 1、峰 2、峰 3、峰 4、峰 6、峰 7 与 S1 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为：0.55（峰 1）、0.69（峰 2）、0.79（峰 3）、0.90（峰 4）、1.07（峰 6）、1.24（峰 7）；与川续断皂苷 VI 参照物峰相应的峰为 S2 峰，计算峰 8、峰 9、峰 10、峰 11 与 S2 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内，规定值为 0.60（峰 8）、0.63（峰 9）、0.67（峰 10）、0.75（峰 11）。



对照特征图谱

峰 2：新绿原酸；峰 3：马钱苷酸；峰 5（S1）：绿原酸；峰 6：隐绿原酸 峰 7：马钱苷

峰 8：3,4-*O*-二咖啡酰奎宁酸峰 9：3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸；峰 10：4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸；峰 12（S2）：川续断皂苷 VI

色谱柱：HSS T3 C18，2.1mm \times 100mm，1.8 μ m

【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）。

【浸出物】 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，用乙醇作溶剂，不得少于 44.0%。

【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 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 2.2 μ m）；以乙腈-水（30：70）为流动相；流速为每分钟 0.4ml；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，加流动相制成每 1ml 含 0.18mg 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 75% 甲醇 50ml，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 75% 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 2 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含川续断皂苷 VI（ $C_{47}H_{76}O_{18}$ ）应为 54.0mg~134.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g

【贮藏】 密封。