

## 续断配方颗粒

### Xudian 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 25%~40%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦。

**【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，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 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 5 $\mu$ 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 2015 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 $\mu$ 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 5000。

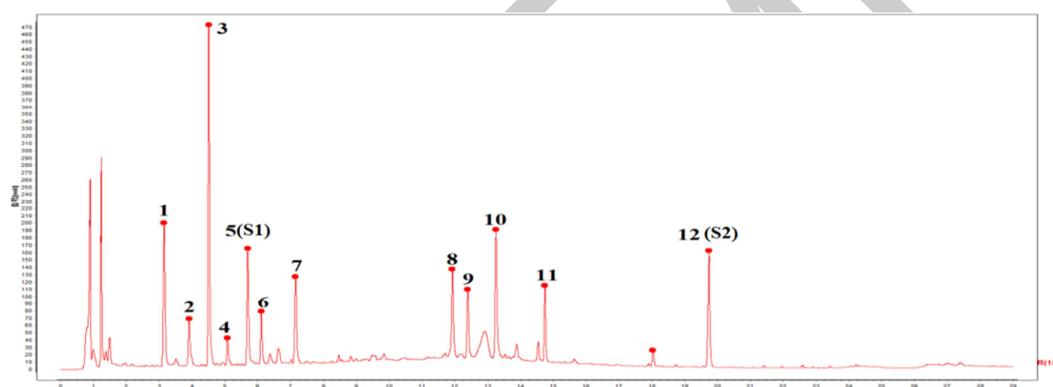
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~22	7→40	93→60
22~29	40→7	60→93

**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 $\mu$ 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，应与对照药材参照物色谱中 12 个特征峰保留时间相对应，与绿原酸参照物对应的峰为 S1 峰，计算峰 1、2、3、4、6、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、9、10、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 $\mu$ m

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版 通则 0104）。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2015 年版 通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 45.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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 $\mu$ 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，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，取出，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 $\mu$ 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 50.0mg~127.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g。

**【贮藏】** 密封。