

## 炒续断配方颗粒

## Chaoxuduan 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】取炒续断饮片 2500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 22.7%~40.0%），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】本品为浅褐色至灰褐色的颗粒；气微，味苦。

【鉴别】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 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取续断对照药材 0.3g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 15ml”起，同法制成对照药材溶液。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，吸取上述三种溶液各 2 $\mu$ 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 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；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；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（%）
0~33	7→25	93→75
33~50	25→40	75→60

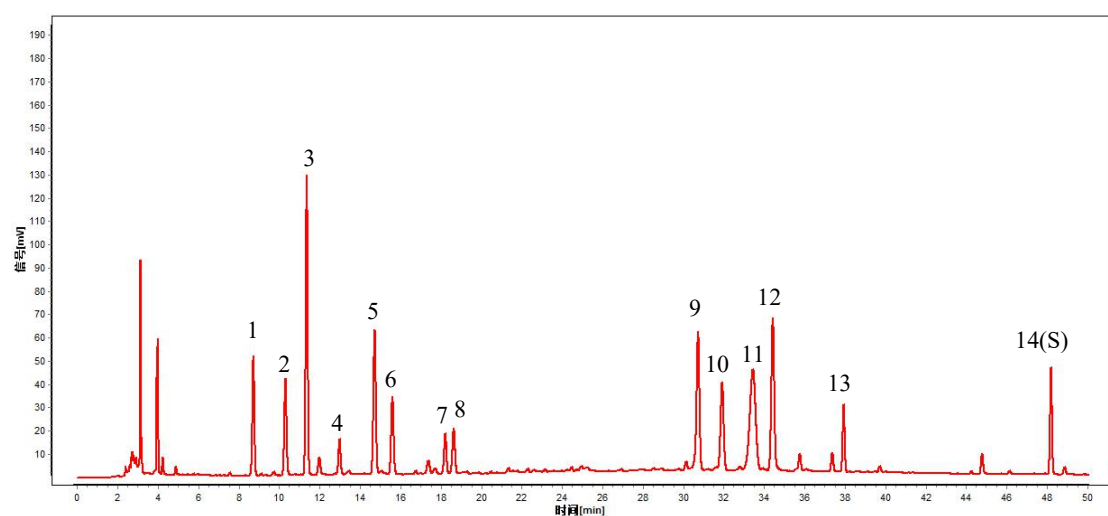
参照物溶液的制备 取川续断对照药材 0.5g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，上清液减压浓缩至近干，残渣加 70%甲醇 25ml 使溶解，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取绿原酸对照品、川续断皂苷VI对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含绿原酸 50 $\mu$ g、川续断皂苷VI 750 $\mu$ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）15分钟，放冷，

再称定重量，用70%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14个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的14个特征峰保留时间相对应，其中峰5、峰14应分别与绿原酸、川续断皂苷VI对照品参照物峰保留时间相对应。与川续断皂苷VI参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1~峰4、峰6~峰13与S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：0.18（峰1）、0.21（峰2）、0.24（峰3）、0.27（峰4）、0.32（峰6）、0.38（峰7）、0.39（峰8）、0.64（峰9）、0.66（峰10）、0.69（峰11）、0.71（峰12）、0.79（峰13）。



对照特征图谱

峰 2：新绿原酸 峰 3：马钱苷酸 峰 5：绿原酸 峰 6：隐绿原酸 峰 7：马钱苷

峰 9：3,4-O-二咖啡酰奎宁酸 峰 10：3,5-O-二咖啡酰奎宁酸

峰 12：4,5-O-二咖啡酰奎宁酸 峰 14（S）：川续断皂苷VI

**【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】**取本品适量，研细，取约 3g，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 50.0%。

**【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；以乙腈-0.1%磷酸溶液（33：67）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5000。

**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70%甲醇制成每1ml含0.2mg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70%甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率1130W，频率37kHz）15分钟，放冷，再称定重量，用70%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5 $\mu$ 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 60.0mg～180.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 2.5g。

**【贮藏】** 密封。