

# 續斷



圖 1 續斷外觀圖

A. 根 B. 根橫切面

## 1. 名稱

藥材正名：Dipsaci Radix

中文名：續斷

漢語拼音名：Xuduan

## 2. 來源

本品為川續斷科植物川續斷 *Dipsacus asper* Wall. ex Henry 的乾燥根。秋季採挖，除去根頭和鬚根，室溫堆置至內部變綠色時，再於 45-60°C 烘乾。

## 3. 性狀

本品呈圓柱形，略扁，微彎曲，長 5-20 cm，直徑 4-20 mm。表面灰褐色或黃褐色，有稍扭曲或明顯扭曲的縱溝及溝紋，可見橫列的皮孔樣斑痕和少數鬚根痕。質軟，久置後變硬，易折斷，斷面不平坦，皮部墨綠色至棕色，外緣淡棕色至棕色，木部黃棕色至綠棕色，導管束呈放射狀排列。氣微香，味苦，微甜而後澀(圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 橫切面

木栓細胞數列。栓內層窄，大約 6-8 列細胞。韌皮部篩管群稀疏散在。薄壁細胞含草酸鈣簇晶。形成層明顯或不甚明顯。木質部射線寬廣，導管近形成層處分佈較密，向內漸稀少，髓部小，細根大多無髓(圖 2)。

## 粉末

粉末黃棕色。草酸鈣簇晶甚多，直徑 15-50  $\mu\text{m}$ ，散在或存在於皺縮的薄壁細胞中，有時數個排列成條狀，偏光顯微鏡下呈多彩狀。薄壁細胞壁稍厚，有的細胞具斜向交錯的細紋理。具緣紋孔和網紋導管直徑粗細不一，偶至 70  $\mu\text{m}$ 。木栓細胞淡棕色，表面觀類長方形，類方形，多角形或長多角形，壁薄(圖 3)。

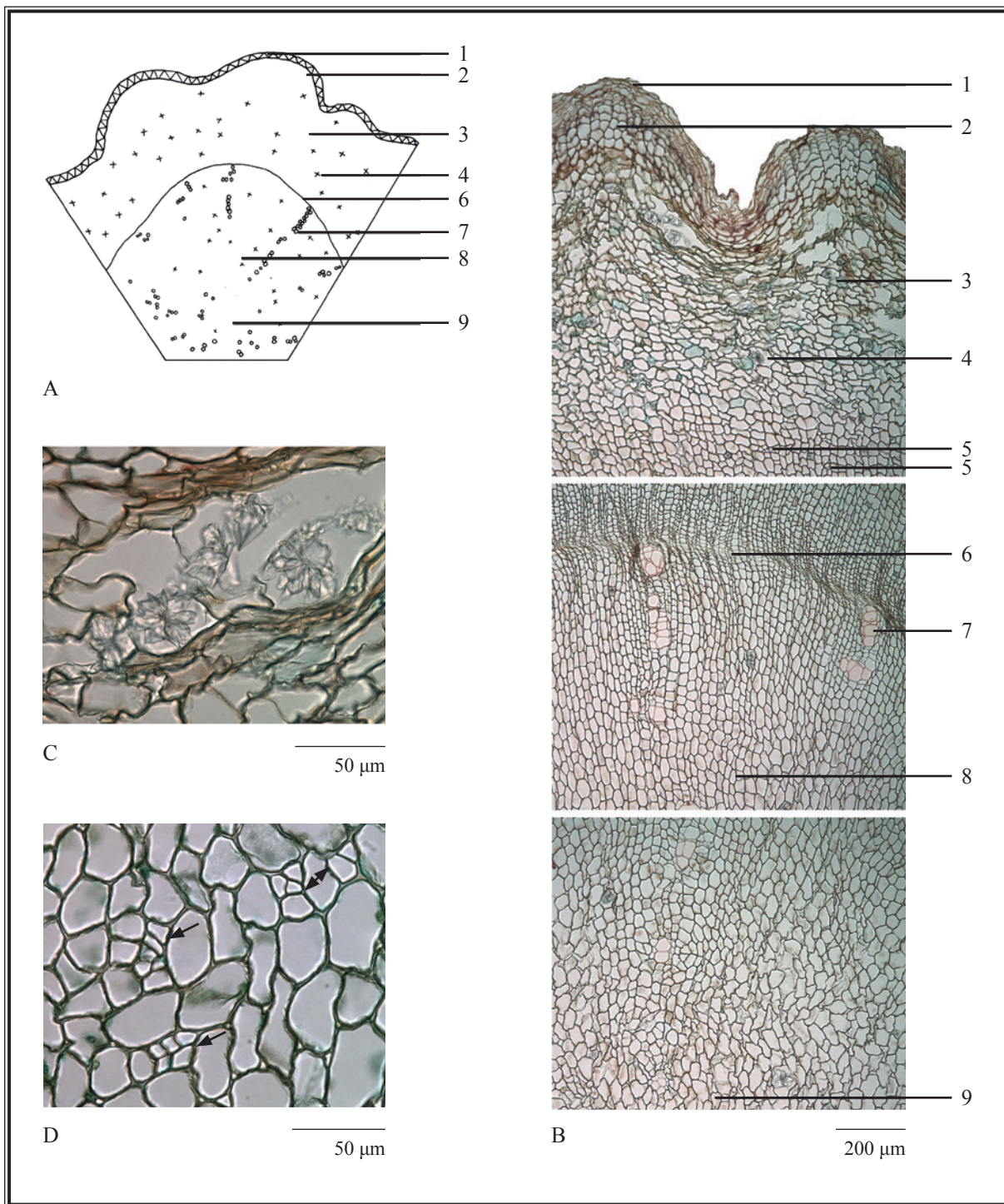


圖 2 續斷橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣簇晶 D. 篩管

1. 木栓層 2. 栓內層 3. 韌皮部 4. 草酸鈣簇晶

5. 篩管 6. 形成層 7. 木質部 8. 木射線 9. 髓



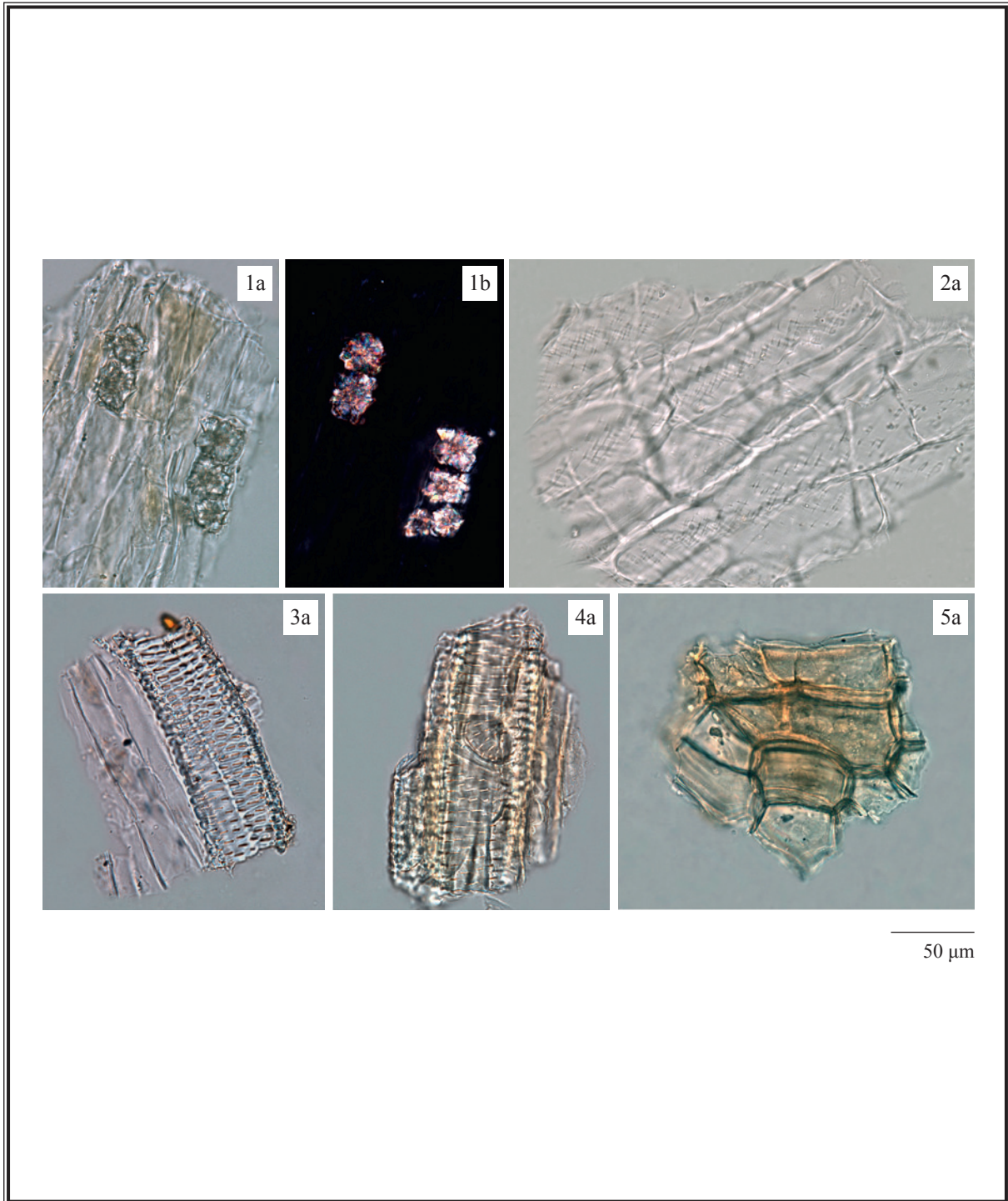


圖 3 續斷粉末顯微特徵圖

1. 草酸鈣簇晶 2. 具有斜向交錯紋理的薄壁細胞 3. 具緣紋孔導管  
4. 網紋導管 5. 木栓細胞

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

## 4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

### 對照品溶液

#### 川續斷皂苷 VI 對照品溶液

取川續斷皂苷 VI 對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 0.5 mL 乙醇中。

### 展開劑

製備水 - 正丁醇 - 醋酸 (5:4:1, v/v) 的混合溶液，取上層溶液備用。

### 顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中。

### 供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 錐形瓶中，加乙醇 8 mL，超聲 (160 W) 處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 乙醇，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取川續斷皂苷 VI 對照品溶液 2  $\mu$ L 和供試品溶液 3  $\mu$ L，點於同一高效硅膠 F<sub>254</sub> 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 4 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 5-10 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R<sub>f</sub> 值。

供試品色譜應顯出與川續斷皂苷 VI 色澤相同、R<sub>f</sub> 值相應的特徵斑點或條帶。

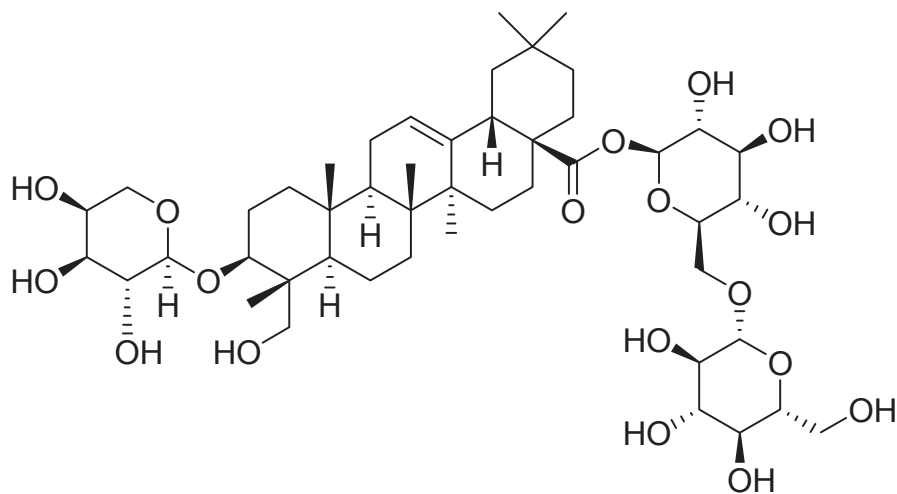


圖 4 川續斷皂苷 VI 化學結構式

### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

#### 對照品溶液

川續斷皂苷 VI 對照品溶液 Std-FP (500 mg/L)

取川續斷皂苷 VI 對照品 5.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 10 mL，超聲 (160 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約  $5000 \times g$ )。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加甲醇至刻度，用  $0.45\text{-}\mu\text{m}$  微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

#### 色譜系統

液相色譜：蒸發光散射檢測器 [ 漂移管溫度： $110^{\circ}\text{C}$ ；霧化氣 ( $\text{N}_2$ ) 流速： $2.0\text{ L/min}$ ]； $4.6 \times 250\text{ mm}$  十八烷基鍵合硅膠 ( $5\text{ }\mu\text{m}$ ) 填充柱；流速約  $1.0\text{ mL/min}$ 。色譜洗脫程序如下 (表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (% , v/v)	乙腈 (% , v/v)	洗脫
0 – 40	90 → 55	10 → 45	綫性梯度
40 – 60	55 → 5	45 → 95	綫性梯度

### 系統適用性要求

吸取川續斷皂苷 VI 對照品溶液 Std-FP 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：川續斷皂苷 VI 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；川續斷皂苷 VI 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按川續斷皂苷 VI 峰計算應不低於 250000。

供試品測試中 4 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

### 操作程序

分別吸取川續斷皂苷 VI 對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中川續斷皂苷 VI 峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 5)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中川續斷皂苷 VI 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中川續斷皂苷 VI 峰。二色譜圖中川續斷皂苷 VI 峰的保留時間相差應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

續斷提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 續斷提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.69	$\pm 0.03$
2	0.74	$\pm 0.03$
3	0.90	$\pm 0.03$
4 (指標成份峰，川續斷皂苷 VI)	1.00	-



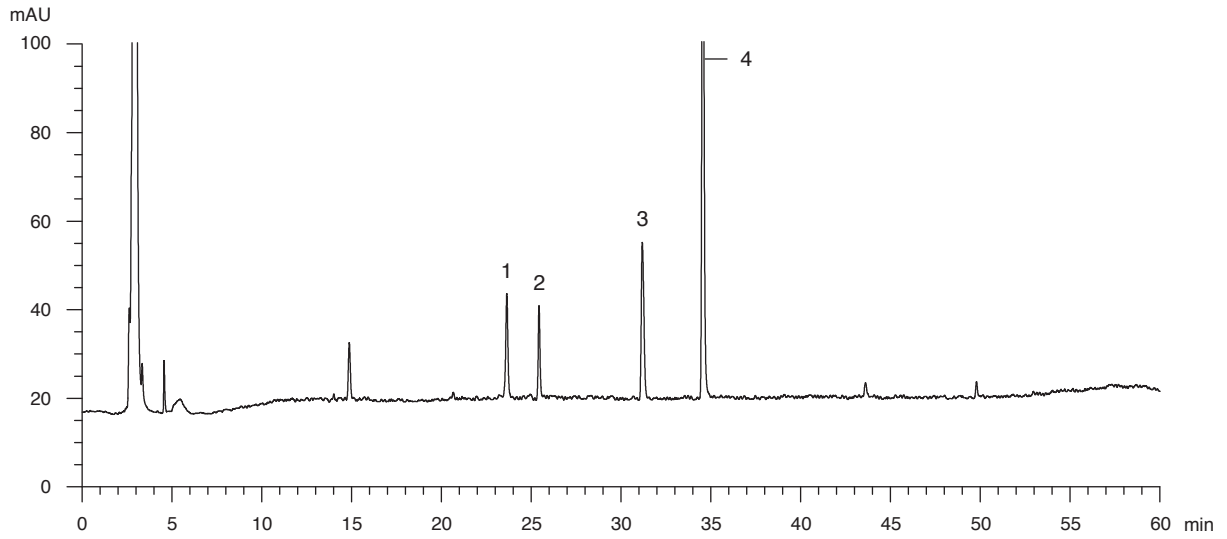


圖 5 續斷提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 4 個特徵峰(圖 5)。

## 5. 檢查

5.1 重金屬(附錄 V)：應符合有關規定。

5.2 農藥殘留(附錄 VI)：應符合有關規定。

5.3 霉菌毒素(附錄 VII)：應符合有關規定。

5.4 二氧化硫殘留(附錄 XVII)：應符合有關規定。

5.5 雜質(附錄 VIII)：不多於 2.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 12.0%。

酸不溶性灰分：不多於 3.0%。

## 5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法：不多於 10.0%。

## 6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 41.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 36.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

川續斷皂苷 VI 對照品儲備液 *Std-Stock* (3000 mg/L)

精密稱取川續斷皂苷 VI 對照品 3.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

川續斷皂苷 VI 對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取川續斷皂苷 VI 對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含川續斷皂苷 VI 分別為 100、200、400、600、1000 mg/L 系列的對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 10 mL，超聲 (160 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 5000 × g)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：蒸發光散射檢測器 [ 漂移管溫度：110°C；霧化氣 (N<sub>2</sub>) 流速：2.0 L/min ]；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 3)：

**表 3 色譜洗脫條件**

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 40	90 → 55	10 → 45	綫性梯度
40 – 60	55 → 5	45 → 95	綫性梯度

### 系統適用性要求

將川續斷皂苷 VI 對照品溶液 Std-AS (400 mg/L) 10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：川續斷皂苷 VI 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；川續斷皂苷 VI 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按川續斷皂苷 VI 峰計算應不低於 250000。

供試品測試中川續斷皂苷 VI 峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

### 標準曲綫

將川續斷皂苷 VI 系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以川續斷皂苷 VI 的峰面積與相應濃度的自然對數值作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

### 操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與川續斷皂苷 VI 對照品溶液 Std-AS 色譜圖中川續斷皂苷 VI 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中川續斷皂苷 VI 峰。二色譜圖中川續斷皂苷 VI 相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按下列公式計算供試品溶液中川續斷皂苷 VI 的濃度 (mg/L)：

$$\text{川續斷皂苷 VI 的濃度 (mg/L)} = e^{[\ln(A) - I]/m}$$

式中 A = 供試品溶液中川續斷皂苷 VI 的峰面積；

I = 川續斷皂苷 VI 5 點標準曲綫的截距；

m = 川續斷皂苷 VI 5 點標準曲綫的斜率。

按附錄 IV (B) 公式計算樣品中川續斷皂苷 VI 的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含川續斷皂苷 VI (C<sub>47</sub>H<sub>76</sub>O<sub>18</sub>) 不少於 2.0%。