

墨旱蓮



圖 1 墨旱蓮外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Ecliptae Herba

中文名：墨旱蓮

漢語拼音名：Mohanlian

2. 來源

本品為菊科植物鱧腸 *Eclipta prostrata* L. 的乾燥地上部份。花開時採割，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品全體被有白色茸毛。莖呈圓柱形，有縱稜，直徑1-5 mm；表面綠棕色至墨綠色。單葉對生，近無柄，葉片皺縮卷曲或破碎，完整者展平後呈長披針形，先端急尖，基部狹楔形，全緣或具淺齒，墨綠色。頭狀花序直徑2-8 mm。瘦果橢圓形而扁，長2-3 mm，棕色或淺褐色。氣微，味微苦鹹(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

莖：表皮細胞1列，壁稍厚，可見非腺毛。厚角細胞2-4列。皮層薄壁細胞排列疏鬆，胞腔內含有色素塊。纖維束在維管束外側，維管束外韌型，12-20個，韌皮部較窄，形成層斷續成環。髓部大(圖 2)。

葉：上下表皮細胞具氣孔、非腺毛，偶見腺毛。其上下表皮內側均有厚角細胞1-3列。柵欄組織為1列長柱形薄壁細胞，海綿組織為4-6列類圓形薄壁細胞。主脈維管束外韌型3-5個(圖 2)。

粉末

綠棕色。非腺毛，常由3個細胞組成，壁厚，具有明顯的疣狀突起，長260-800 μm 。花粉粒類球形，直徑15-20 μm ，表面具有刺狀突起。色素塊散在，偏光下呈多彩狀。螺紋、網紋導管多見，直徑13-100 μm 。表皮細胞垂周壁波狀彎曲，氣孔為不定式，副衛細胞3-4個（圖3）。

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

對照品溶液

蟛蜞菊內酯對照品溶液

取蟛蜞菊內酯對照品（圖4）1.0 mg，溶解於10 mL 甲醇中。

展開劑

製備正己烷－乙酸乙酯－甲酸（10:7:1, v/v）的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置50-mL 錐形瓶中，加甲醇10 mL，超聲（240 W）處理30分鐘，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法[附錄IV(A)]進行。分別吸取蟛蜞菊內酯對照品溶液1.5 μL 和供試品溶液3 μL ，點於同一高效硅膠 F_{254} 薄層板上。將薄層板置雙槽層析缸一槽中，加上述新製備的展開劑於另一槽內，預先飽和15分鐘，再將展開劑小心傾入置薄層板的槽中，展開約8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光（366 nm）下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與蟛蜞菊內酯色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

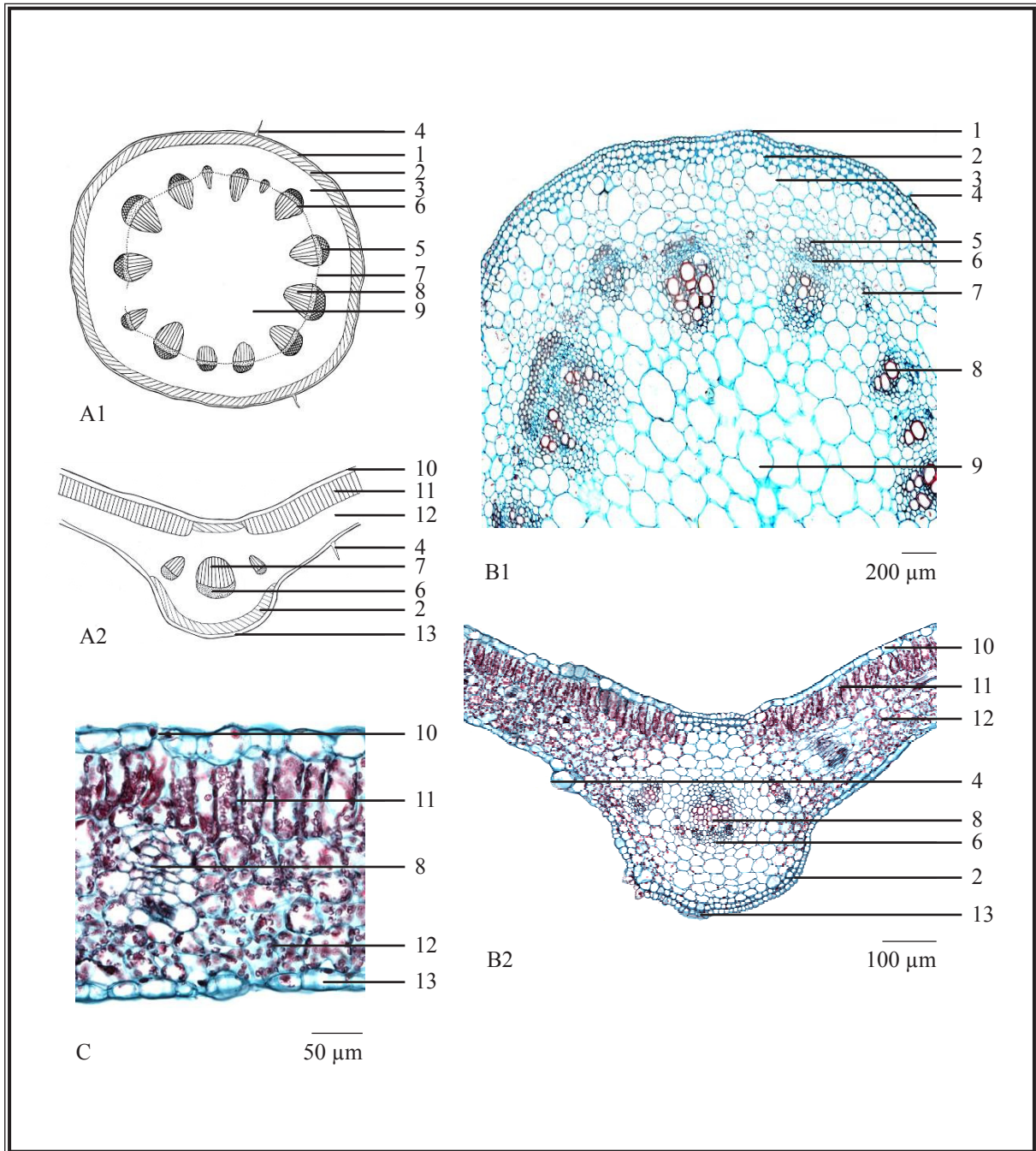


圖 2 墨旱蓮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 (A1 : 莖, A2 : 葉) B. 橫切面圖 (B1 : 莖, B2 : 葉) C. 葉肉組織

- 1. 表皮 2. 厚角組織 3. 皮層 4. 非腺毛 5. 纖維束 6. 韌皮部 7. 束間形成層
- 8. 木質部 9. 髓 10. 上表皮 11. 柵欄組織 12. 海綿組織 13. 下表皮

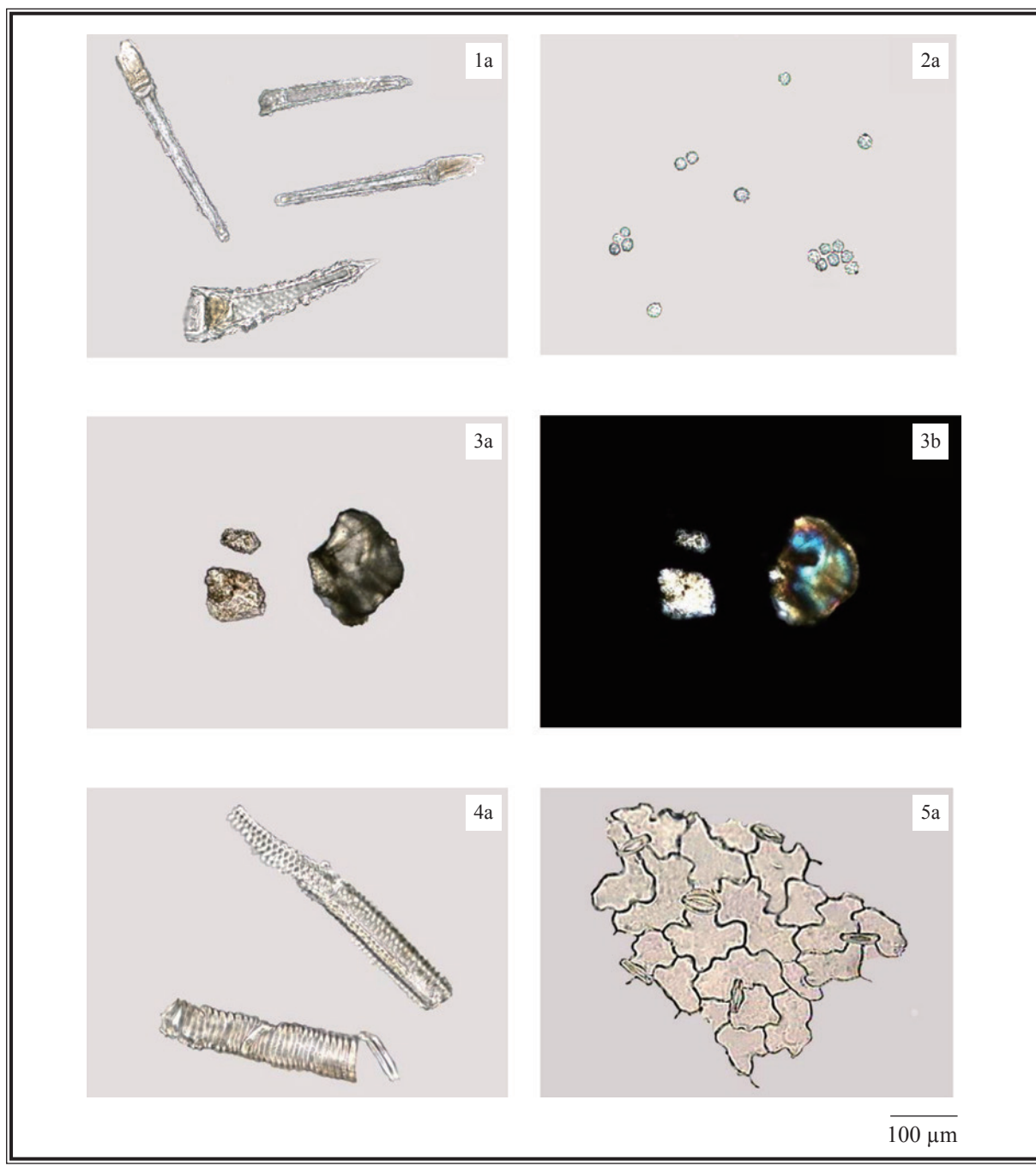


圖3 墨旱蓮粉末顯微特徵圖

1. 非腺毛 2. 花粉粒 3. 色素塊 4. 螺紋及網紋導管 5. 不定式氣孔

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

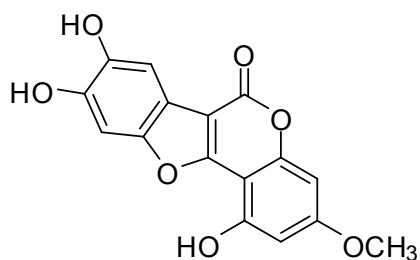


圖4 蟛蜞菊內酯化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

蟛蜞菊內酯對照品溶液 Std-FP (16 mg/L)

取蟛蜞菊內酯對照品 0.4 mg，溶解於 25 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 50% 甲醇 25 mL，超聲 (240 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 $3000 \times g$)。取上清液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複提取 1 次，合併上清液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 25-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- μm 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 330 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

| 時間 (分鐘) | 0.5% 乙酸 (%, v/v) | 乙腈 (%, v/v) | 洗脫 |
|------------|---------------------|---------------------|------|
| 0 – 15 | 85 \rightarrow 80 | 15 \rightarrow 20 | 綫性梯度 |
| 15 – 40 | 80 \rightarrow 70 | 20 \rightarrow 30 | 綫性梯度 |
| 40 – 60 | 70 \rightarrow 60 | 30 \rightarrow 40 | 綫性梯度 |

系統適用性要求

吸取蟛蜞菊內酯對照品溶液 Std-FP 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：蟛蜞菊內酯的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；蟛蜞菊內酯峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按蟛蜞菊內酯峰計算應不低於100000。

供試品測試中4號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.0（圖5）。

操作程序

分別吸取蟛蜞菊內酯對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中蟛蜞菊內酯峰的保留時間，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 色譜圖中蟛蜞菊內酯峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蟛蜞菊內酯峰。二色譜圖中蟛蜞菊內酯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。

墨旱蓮提取液4個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 墨旱蓮提取液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 | 0.45 | ± 0.04 |
| 2 | 0.52 | ± 0.03 |
| 3 | 0.57 | ± 0.03 |
| 4 (指標成份峰，蟛蜞菊內酯) | 1.00 | - |

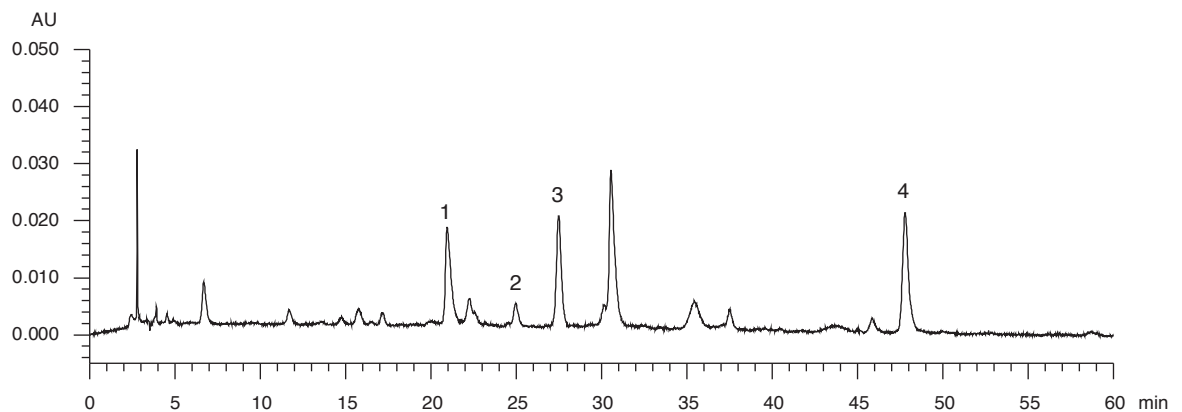


圖5 墨旱蓮提取液對照指紋圖譜

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 XVIII) : 應符合有關規定。

5.5 雜質 (附錄 VIII) : 不多於1.0%。

5.6 灰分 (附錄 IX)

總灰分 : 不多於18.0%。

酸不溶性灰分 : 不多於7.0%。

5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法 : 不多於13.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法) : 不少於11.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法) : 不少於2.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

蟛蜞菊內酯對照品儲備液 *Std-Stock* (200 mg/L)

精密稱取蟛蜞菊內酯對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

蟛蜞菊內酯對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取蟛蜞菊內酯對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含蟛蜞菊內酯分別為 4、8、16、24、32 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 250-mL 圓底燒瓶中，加甲醇 25 mL，加熱回流 3 小時(約 65°C)，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 25-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 351 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為 0.5% 乙酸 - 乙腈 (70:30, v/v) 的混合溶液；流程約 30 分鐘。

系統適用性要求

將蟛蜞菊內酯對照品溶液 *Std-AS* (16 mg/L) 10 μ 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：蟛蜞菊內酯的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；蟛蜞菊內酯峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按蟛蜞菊內酯峰計算應不低於 10000。

供試品測試中蟛蜞菊內酯峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將蟛蜞菊內酯系列對照品溶液 *Std-AS* 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以蟛蜞菊內酯的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

白鮮皮

Dictamnii Cortex

枳實

Artemisiae Annuae Herba

青蒿

Scrophulariae Radix

Cinnabaris

朱砂

Arsenolite

砒石

山茱萸

Corni Fructus

Arctii Fructus

牛蒡子

Aurantii Fructus Immaturus

延胡索

Corydalis Rhizoma

砒霜

Arsenicum

玄參

Schizonepetae Spica

荊芥穗

大青葉

Isatidis Folium

Atractylodis Rhizoma

Curcumae Longae Rhizoma

蒼朮

薑黃

湖北貝母

Fritillariae Hupehensis

墨旱蓮

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。與蟛蜞菊內酯對照品溶液 Std-AS 色譜圖中蟛蜞菊內酯峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蟛蜞菊內酯峰。二色譜圖中蟛蜞菊內酯相應峰的保留時間相差應不大於 2.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中蟛蜞菊內酯的濃度 (mg/L)，並計算樣品中蟛蜞菊內酯的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含蟛蜞菊內酯 (C₁₆H₁₀O₇) 不少於 0.043%。