

苦參



圖 1 苦參外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Sophorae Flavescentis Radix

中文名：苦參

漢語拼音名：Kushen

2. 來源

本品為豆科植物苦參 *Sophora flavescens* Ait. 的乾燥根。春、秋二季採挖，除去根頭、小支根和泥沙，洗淨，乾燥；或趁鮮切片，立即乾燥。

3. 性狀

本品呈長圓柱形，下部常有分枝，長10-60 cm，直徑5-25 mm。表面灰棕色至棕色，具明顯的縱皺紋及橫長皮孔；外皮薄，多破裂反卷，易剝落。質硬，不易折斷，斷面纖維性。橫切片為圓形或橢圓形，厚2-10 mm，直徑10-60 mm，切面淡黃色，具放射狀紋理及裂隙，有的具異型維管束呈同心性環列或不規則散在。氣微，味極苦(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層有時脫落，由數列細胞組成。皮層狹窄。韌皮部散有纖維束，纖維束周圍薄壁細胞含草酸鈣方晶，形成晶纖維；韌皮射線寬。形成層明顯，斷續成環。木質部自中央向外分叉為2-4束，導管放射狀排列，晶纖維成束，木射線明顯且寬。薄壁細胞含眾多澱粉粒和草酸鈣方晶(圖2)。

粉末

淡棕色。單粒澱粉類球形或長圓形，直徑0.5-35 μm，臍點裂縫狀；複粒由2-5分粒組成，在偏光顯微鏡下呈黑十字狀。纖維眾多，常成束，壁厚，微木化；纖維束周圍的薄壁細胞含草酸鈣方晶，形成晶纖維；草酸鈣方晶類雙錐形、雙菱形或多面形，在偏光顯微鏡下呈多彩狀。導管多為具緣紋孔狀，有時為網狀，直徑4-109 μm。薄壁細胞類圓形或類長方形，壁厚微木化，呈不均勻連珠狀，含澱粉粒。木栓細胞類多角形，表面有不規則細裂紋(圖3)。

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

對照品溶液

苦參鹼對照品溶液

取苦參鹼對照品(圖4) 1.0 mg，溶解於1 mL乙醇中。

氧化苦參鹼對照品溶液

取氧化苦參鹼對照品(圖4) 1.0 mg，溶解於1 mL乙醇中。

槐定鹼對照品溶液

取槐定鹼對照品(圖4) 1.0 mg，溶解於1 mL乙醇中。

展開劑

製備25% (v/v) 氨溶液 - 水 - 乙醇 - 乙酸乙酯(1.5:1:3.5:15, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取碘 1.0 g 和碘化鉀 10.0 g，溶解於 50 mL 水中，加熱，加冰醋酸 2 mL。溶液轉移於 100-mL 量瓶中，加水至刻度。

供試品溶液

取本品粉末 4.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加乙酸乙酯 15 mL 和 25% (v/v) 氨溶液 0.3 mL，超聲(90 W)處理 30 分鐘，濾過，即得。

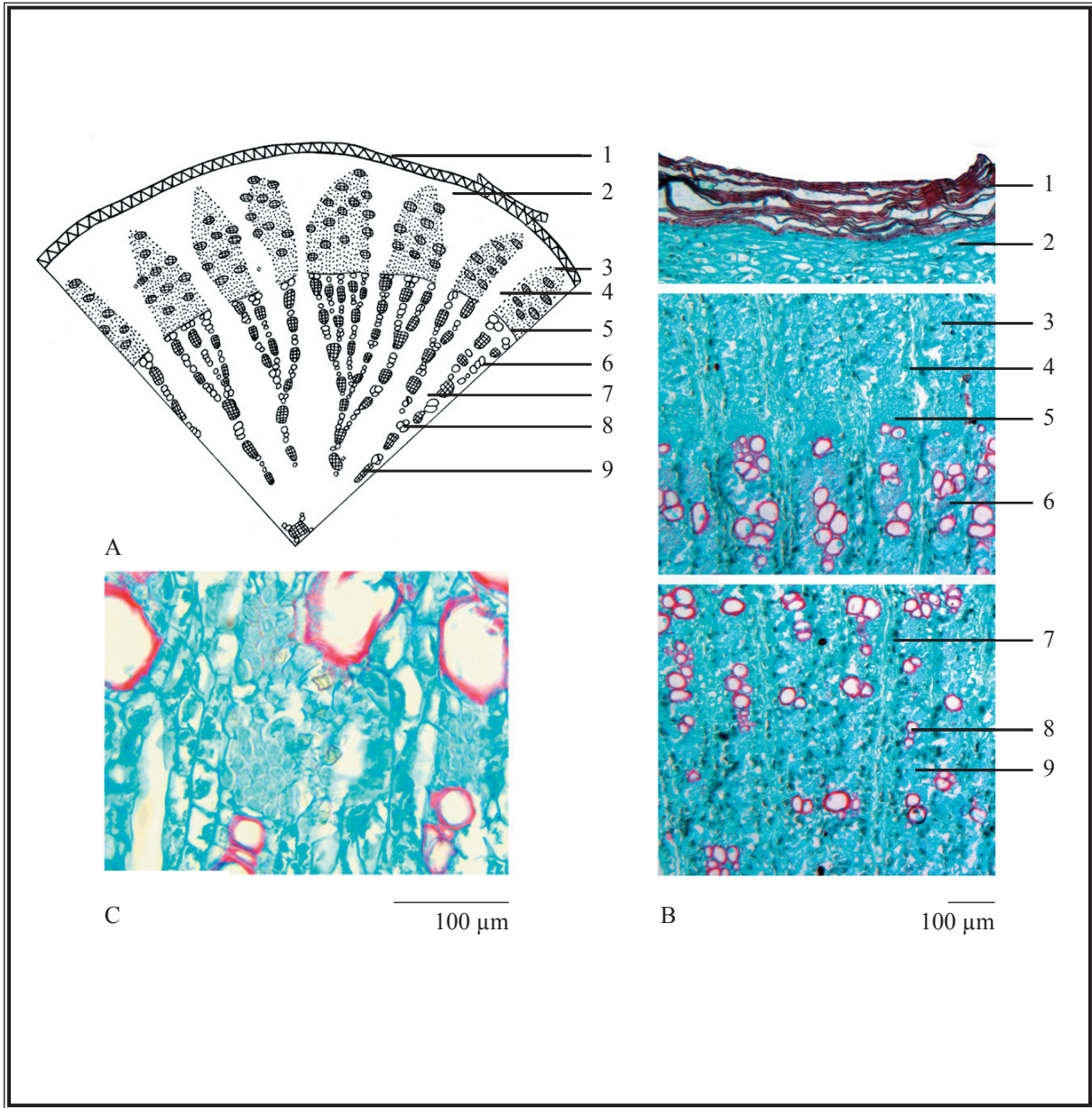


圖 2 苦參橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 晶纖維

- 1. 木栓層 2. 皮層 3. 韌皮部 4. 韌皮射線 5. 形成層 6. 木質部 7. 木射線
- 8. 導管 9. 纖維束

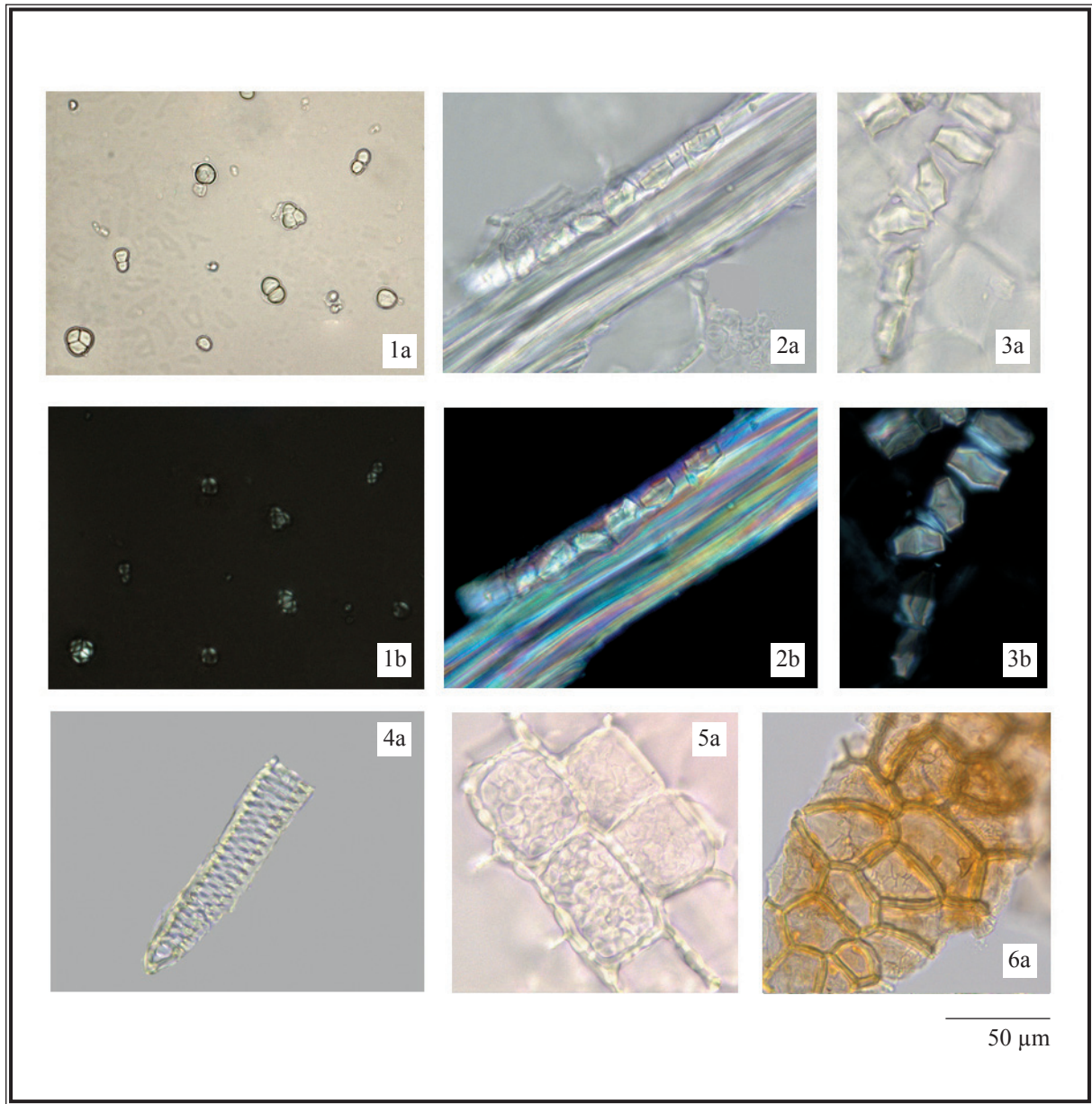


圖3 苦參粉末顯微特徵圖

- 1. 澱粉粒 2. 晶纖維 3. 草酸鈣方晶 4. 具緣紋孔導管
 - 5. 木質化的薄壁細胞 6. 木栓細胞
- a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

操作程序

照薄層色譜法[附錄 IV (A)]進行。分別吸取苦參鹼對照品溶液 1 μL 、氧化苦參鹼對照品溶液 2 μL 、槐定鹼對照品溶液 0.5 μL 和供試品溶液 5 μL ，點於同一高效硅膠 G60 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。均勻噴上顯色劑，晾乾直至斑點或條帶清晰可見。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

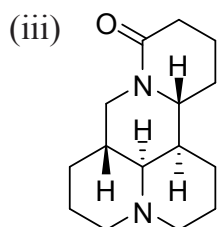
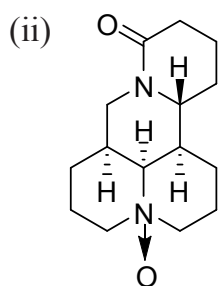
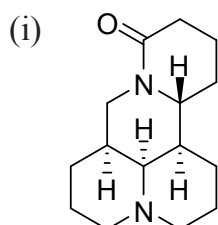


圖 4 化學結構式 (i) 苦參鹼 (ii) 氧化苦參鹼 (iii) 槐定鹼

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

苦參鹼對照品溶液 Std-FP (40 mg/L)

取苦參鹼對照品 0.4 mg，溶解於 10 mL 30% 乙醇中。

氧化苦參鹼對照品溶液 Std-FP (800 mg/L)

取氧化苦參鹼對照品 8.0 mg，溶解於 10 mL 30% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 30% 乙醇 15 mL 和 25% (v/v) 氨溶液 0.5 mL。超聲 (150 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 3000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 2 次，殘渣用適量 30% 乙醇洗滌，合併提取液，加 30% 乙醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 220 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。流動相為乙腈 - 0.3% 磷酸含 0.3% 三乙胺 (4:96, v/v) 的混合溶液；流程約 20 分鐘。

系統適用性要求

吸取苦參鹼對照品溶液 Std-FP 和氧化苦參鹼對照品溶液 Std-FP 各 5 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：苦參鹼和氧化苦參鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；苦參鹼峰和氧化苦參鹼峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按苦參鹼峰和氧化苦參鹼峰計算均應不低於 6500。

供試品測試中 1 號峰和 3 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取苦參鹼、氧化苦參鹼對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中苦參鹼峰和氧化苦參鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 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

色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中苦參鹼峰和氧化苦參鹼峰。二色譜圖中苦參鹼峰和氧化苦參鹼峰的保留時間相差均應不大於2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

苦參提取液3個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表1。

表1 苦參提取液3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 (苦參鹼)	0.57	± 0.03
2 (氧化槐定鹼)	0.94	± 0.03
3 (指標成份峰，氧化苦參鹼)	1.00	-

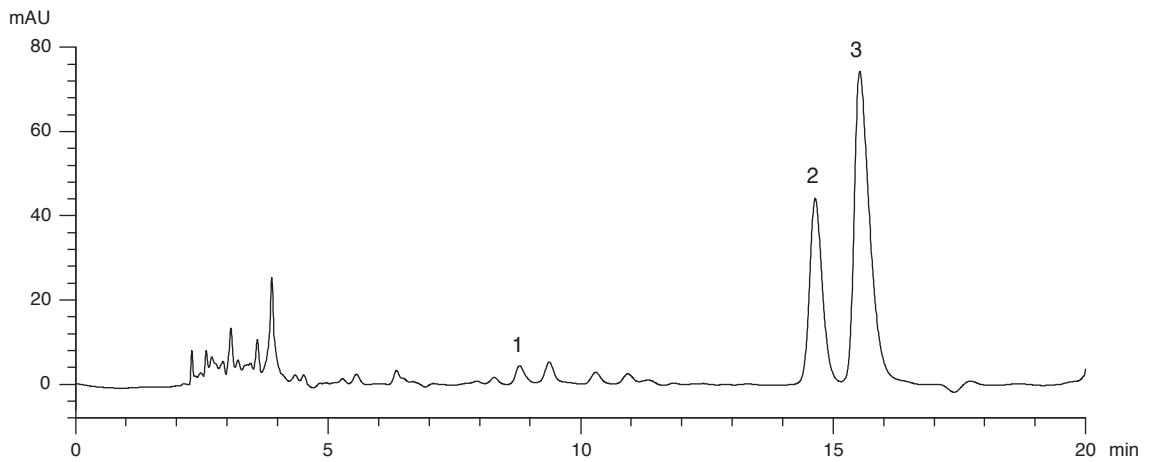


圖5 苦參提取液對照指紋圖譜

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3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4.5%。

酸不溶性灰分：不多於0.5%。

5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法：不多於11.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於24.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於20.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼混合對照品儲備液 *Std-Stock* (苦參鹼40 mg/L、氧化苦參鹼800 mg/L 和槐定鹼80 mg/L)

精密稱取苦參鹼對照品0.2 mg、氧化苦參鹼對照品4.0 mg 和槐定鹼對照品0.4 mg，溶解於5 mL 30%乙醇中。

苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼混合對照品儲備液適量，以30%乙醇稀釋製成含苦參鹼分別為12、16、20、24、32 mg/L；含氧化苦參鹼分別為240、320、400、480、640 mg/L；含槐定鹼分別為3.2、8、16、24、32 mg/L 系列的混合對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末1.0 g，置50-mL離心管中，加30%乙醇15 mL和25% (v/v) 氨溶液0.5 mL，超聲(150 W)處理30分鐘，離心5分鐘(約3000 × g)。取上

白鮮皮

Dictamnii Cortex

枳實

Artemisiae Annuae Herba

青蒿

Scrophulariae Radix

Cinnabaris

朱砂

Arsenolite

砒石

山茱萸

Cornii Fructus

Arctii Fructus

牛蒡子

Aurantii Fructus Immaturus

延胡索

Corydalis Rhizoma

砒霜

Arsenicum

Schizonepetae Spica

荊芥穗

玄參

大青葉

Isatidis Folium

Curcumae Longae Rhizoma

蒼朮

薑黃

湖北貝母

Fritillariae Hupei 苦參 Bulbus

清液轉移於50-mL量瓶中，重複提取2次，殘渣用適量30%乙醇洗滌，合併提取液，加30%乙醇至刻度，用0.45- μ m微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長220 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。流動相為乙腈－0.3%磷酸含0.3%三乙胺(4:96, v/v)的混合溶液；流程約20分鐘。

系統適用性要求

將苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼混合對照品溶液Std-AS(苦參鹼20 mg/L、氧化苦參鹼400 mg/L和槐定鹼16 mg/L)5 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：苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於5.0%；苦參鹼峰、氧化苦參鹼峰和槐定鹼峰的保留時間相對標準偏差均應不大於2.0%；理論塔板數按苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼峰計算分別均應不低於6500。

供試品測試中苦參鹼峰、氧化苦參鹼峰和槐定鹼峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於1.5。

標準曲線

將苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼系列混合對照品溶液Std-AS各5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼的峰面積與相應濃度作圖。從相應5點的標準曲線得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼混合對照品溶液Std-AS色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中苦參鹼峰、氧化苦參鹼峰和槐定鹼峰。二色譜圖中苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼相應峰的保留時間相差均應不大於5.0%。測定峰面積，按附錄IV(B)公式分別計算供試品溶液中苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼的濃度(mg/L)，並計算樣品中苦參鹼、氧化苦參鹼和槐定鹼的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含苦參鹼(C₁₅H₂₄N₂O)、氧化苦參鹼(C₁₅H₂₄N₂O₂)和槐定鹼(C₁₅H₂₄N₂O)的總量不少於1.9%。