

北豆根



圖 1 北豆根外觀圖

A. 北豆根 B. 根莖橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Menispermi Rhizoma

中文名：北豆根

漢語拼音名：Beidougen

2. 來源

本品為防己科植物蝙蝠葛 *Menispermum dauricum* DC. 的乾燥根莖。春、秋二季採挖，除去泥沙，曬乾。

3. 性狀

本品呈細長圓柱形，彎曲，有分枝，長 12-120 cm，直徑 1-12 mm。外表黃棕色至暗棕色。多有彎曲鬚根，具有突起的細根痕及縱皺紋，外皮易剝落。質韌，難折斷，斷面不整齊，呈纖維性，木部類黃色，呈放射狀排列，有髓。氣微，味苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

表皮由 1 列細胞組成，部分細胞木栓化。皮部較寬。維管束外韌型。中柱鞘纖維排列成新月形，位於維管束外側。韌皮部狹窄。形成層明顯。木質部木化。髓部較大，薄壁細胞排列鬆散。石細胞少，單個散在於皮部和髓部(圖 2)。

粉末

淺黃棕色。中柱鞘纖維淡黃色，長紡錘形，直徑 11-43 μm ，頂端尖，基部鈍，有時可見隔膜和紋孔。木纖維較長，直徑長 8-32 μm ，壁略增厚、木質化，具有斜裂狀或十字狀紋孔。導管多為具緣紋孔，直徑 18-99 μm 。木栓細胞無色至黃棕色，表面觀為長方形，類方形或多角形。石細胞單個散在，淺黃色至黃色，長方形或類圓形，直徑 19-263 μm ，在偏光顯微鏡下呈黃白色(圖 3)。

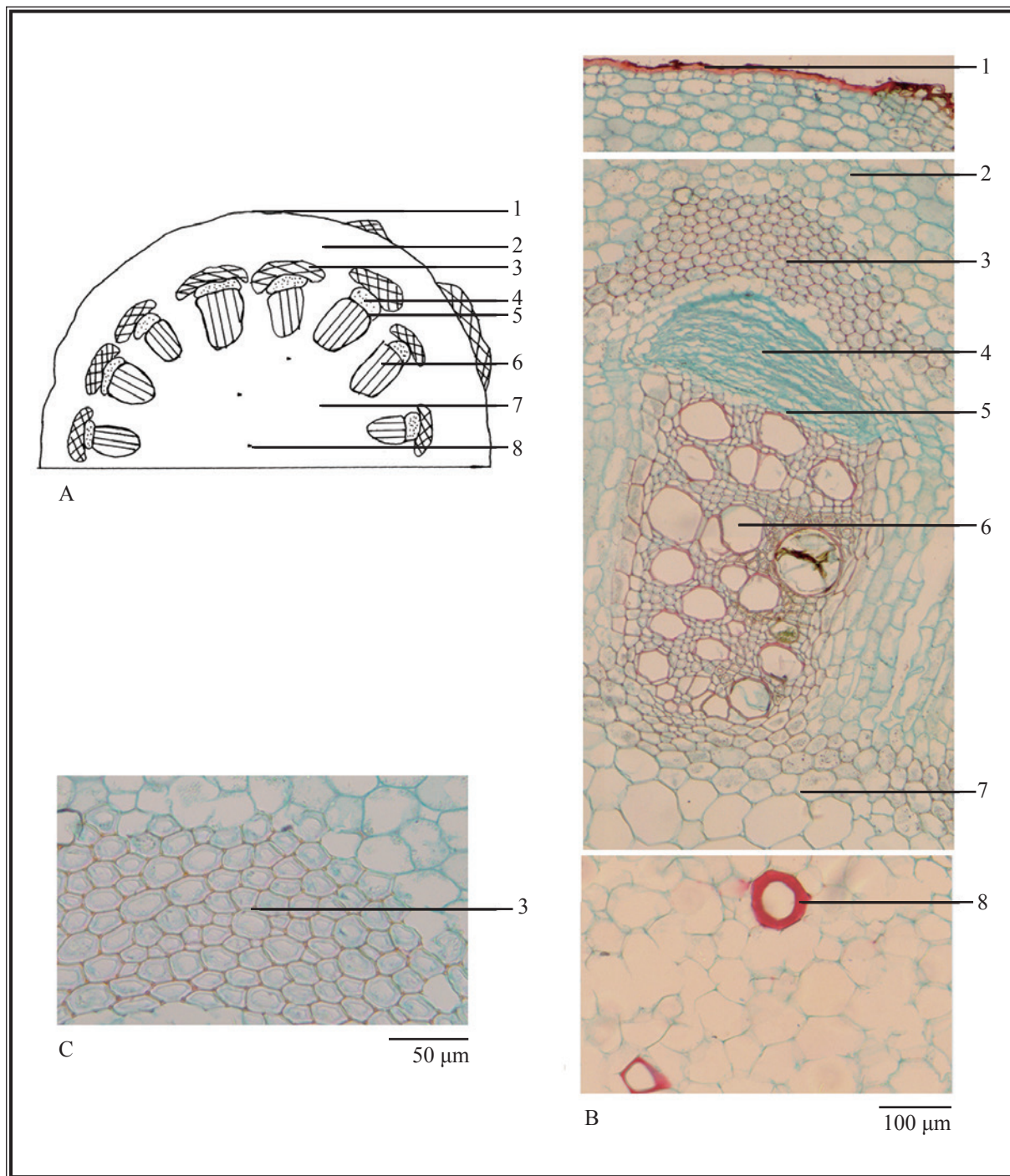


圖 2 北豆根橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B 橫切面圖 C. 中柱鞘纖維

1. 表皮
2. 皮層
3. 中柱鞘纖維
4. 韌皮部
5. 形成層
6. 木質部
7. 髓
8. 石細胞

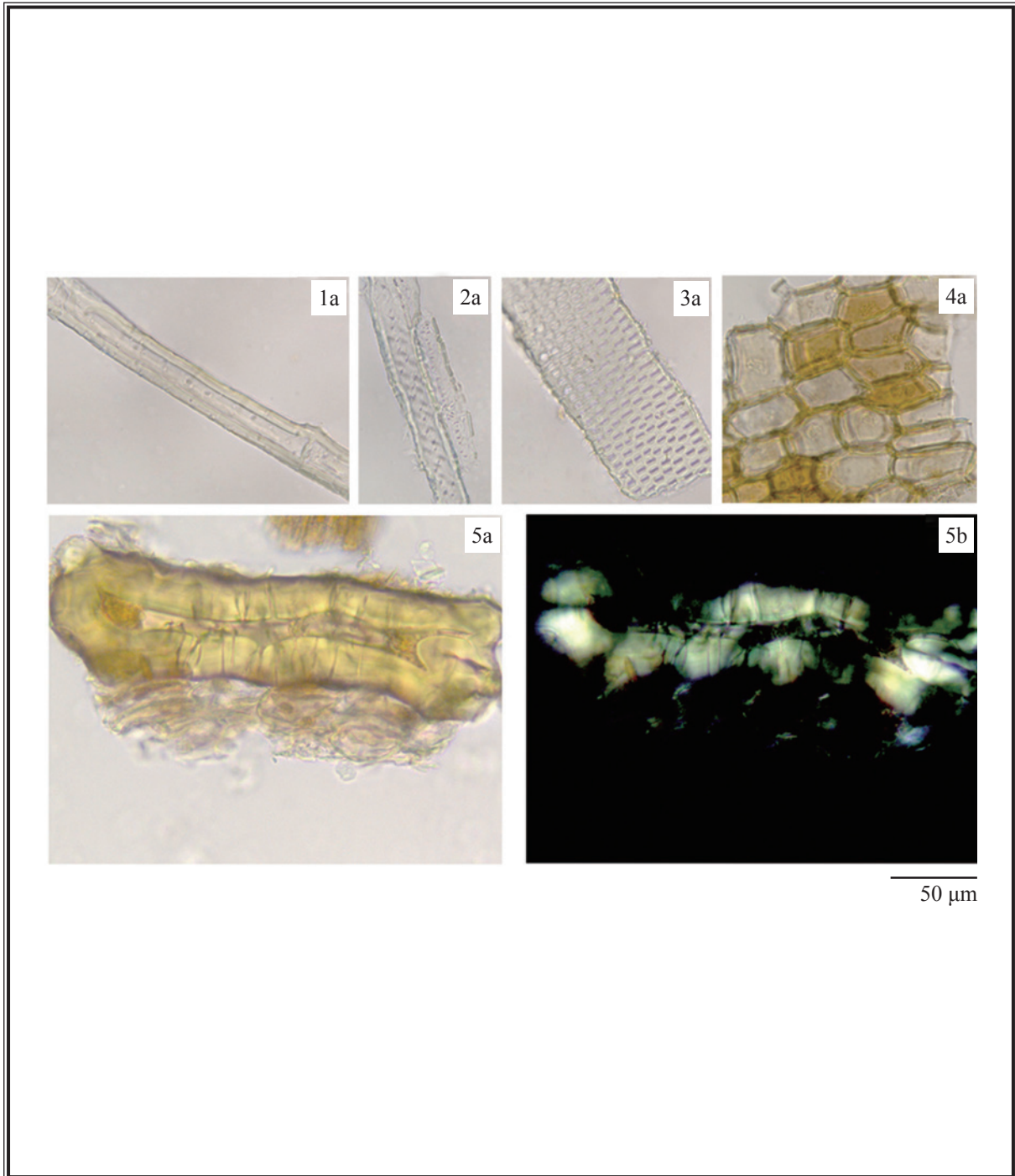


圖 3 北豆根粉末顯微特徵圖

1. 中柱鞘纖維 2. 木纖維 3. 具緣紋孔導管 4. 木栓細胞 5. 石細胞

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

蝙蝠葛鹼對照品溶液

取蝙蝠葛鹼對照品(圖 4) 1.0 mg，置 1-mL 棕色量瓶中，加乙醇至刻度。

蝙蝠葛蘇林鹼對照品溶液

取蝙蝠葛蘇林鹼對照品(圖 4) 1.0 mg，置 1-mL 棕色量瓶中，加乙醇至刻度。

展開劑

製備 25% (v/v) 氨溶液 - 甲醇 - 二氯甲烷(0.1:1:8, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

碘。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 以鋁箔包裹的錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲(150 W)處理 1 小時，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取蝙蝠葛鹼對照品溶液 1 μ L、蝙蝠葛蘇林鹼對照品溶液 1 μ L 和供試品溶液 5 μ L，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 薄層板上。將薄層板置雙槽層析缸一槽中，加上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。在碘蒸氣中燻約 10 分鐘，直至斑點或條帶清晰可見。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

山豆根

Saururi Herba 三白草

牡荊葉

車前草

蓮鬚

Saussureae Involucratae Herba

Polygoni Perfoliati Herba

Lonicerae Flos

Plantaginis Herba

天山雪蓮

白花丹

杠板歸

北豆根

山銀花

Bruceae Fructus 鴉膽子

Plumbaginis Zeylanicae Radix

Menispermii Rhizoma

北豆根

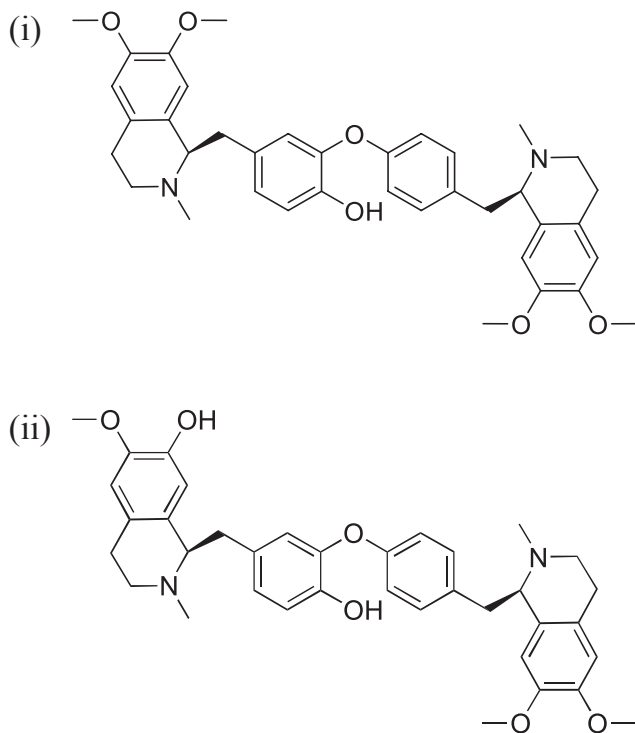


圖 4 化學結構式 (i) 蝙蝠葛鹼 (ii) 蝙蝠葛蘇林鹼

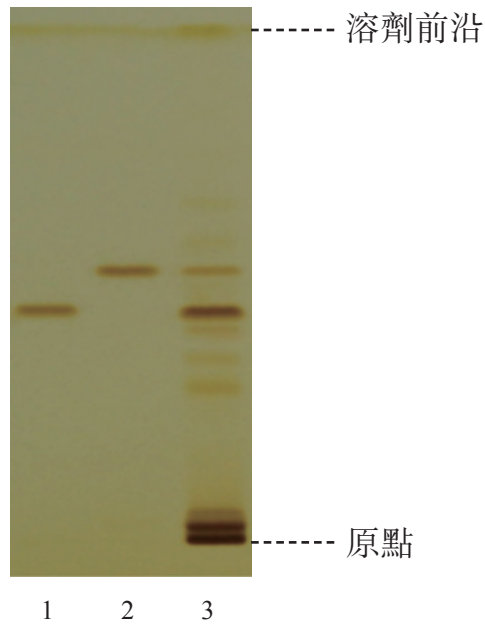


圖 5 北豆根提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 蝙蝠葛蘇林鹼對照品溶液 2. 蝙蝠葛鹼對照品溶液 3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖 5)。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

蝙蝠葛鹼對照品溶液 Std-FP (40 mg/L)

取蝙蝠葛鹼對照品 0.4 mg，置 10-mL 棕色量瓶中，加 50% 乙醇至刻度。

蝙蝠葛蘇林鹼對照品溶液 Std-FP (90 mg/L)

取蝙蝠葛蘇林鹼對照品 0.9 mg，置 10-mL 棕色量瓶中，加 50% 乙醇至刻度。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 乙醇 10 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 $4000 \times g$)。取上清液轉移於 25-mL 棕色量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 50% 乙醇洗滌，合併提取液，加 50% 乙醇至刻度，用 0.45- μm 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

山豆根

Saururi Herba 三白草

牡荊葉

車前草

蓮鬚

Saussureae Involucratae Herba

Polygoni Perfoliati Herba

北豆根

Lonicerae Flos

Plantaginis Herba

Bruceae Fructus 鴉膽子

天山雪蓮

白花丹

杠板歸

Menispermii Rhizoma

山銀花

北豆根

Plumbaginis Zeylanicae Radix

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 282 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm 粒徑，190 Å 孔徑和 12% 碳載量)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)	0.07% 三氟乙酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 30	95 → 83	5 → 17	綫性梯度
30 – 60	83 → 75	17 → 25	綫性梯度

系統適用性要求

吸取蝙蝠葛鹼對照品溶液 Std-FP 和蝙蝠葛蘇林鹼對照品溶液 Std-FP 各 5 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：蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；蝙蝠葛鹼峰和蝙蝠葛蘇林鹼峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按蝙蝠葛鹼峰和蝙蝠葛蘇林鹼峰計算均應不低於 200000。

供試品測試中 4 號峰和 5 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取蝙蝠葛鹼、蝙蝠葛蘇林鹼對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中蝙蝠葛鹼峰和蝙蝠葛蘇林鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相應對照品溶液 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蝙蝠葛鹼峰和蝙蝠葛蘇林鹼峰。二色譜圖中蝙蝠葛鹼峰和蝙蝠葛蘇林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。

北豆根提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 北豆根提取液 5 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	0.66	± 0.03
2	0.73	± 0.03
3	0.84	± 0.03
4 (指標成份峰, 蝙蝠葛蘇林鹼)	1.00	-
5 (蝙蝠葛鹼)	1.07	± 0.03

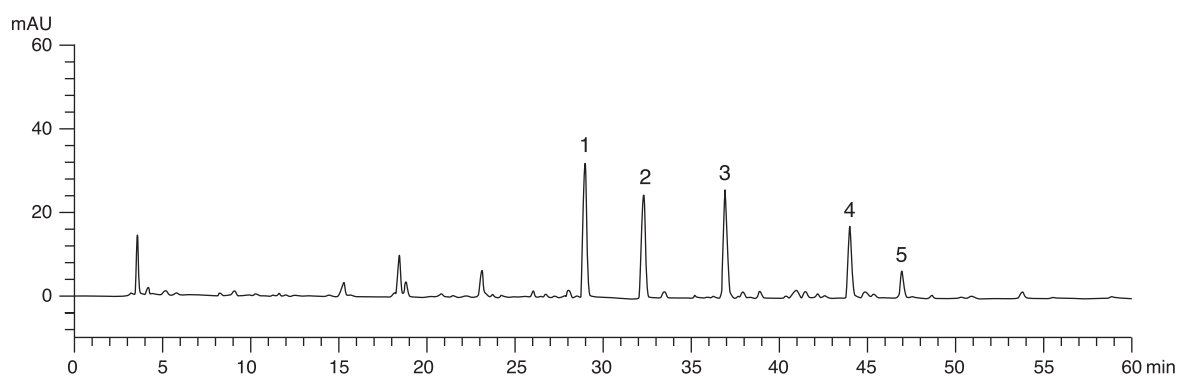


圖 6 北豆根提取液對照指紋圖譜

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 5 個特徵峰(圖 6)。

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 XVI)：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 6.0%。

酸不溶性灰分：不多於 2.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 12.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 13.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 13.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼混合對照品儲備液 *Std-Stock* (蝙蝠葛鹼 400 mg/L 和蝙蝠葛蘇林鹼 1000 mg/L)

精密稱取蝙蝠葛鹼對照品 4.0 mg 和蝙蝠葛蘇林鹼對照品 10.0 mg，置 10-mL 棕色量瓶中，加 50% 乙醇至刻度。

蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼混合對照品儲備液適量，以 50% 乙醇稀釋製成含蝙蝠葛鹼分別為 2、6、24、36、60 mg/L 和含蝙蝠葛蘇林鹼分別為 15、30、60、120、150 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 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 乙醇 10 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × g)。取上清液轉移於 25-mL 棕色量瓶中，重複提取 1 次，用適量 50% 乙醇洗滌，合併提取液，加 50% 乙醇至刻度，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 282 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm 粒徑，190 Å 孔徑和 12% 碳載量)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)	0.07% 三氟乙酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 30	95 → 83	5 → 17	綫性梯度
30 – 60	83 → 75	17 → 25	綫性梯度

系統適用性要求

將蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼混合對照品溶液 Std-AS (蝙蝠葛鹼 24 mg/L 和蝙蝠葛蘇林鹼 60 mg/L) 5 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：蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；蝙蝠葛鹼峰和蝙蝠葛蘇林鹼峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按蝙蝠葛鹼峰和蝙蝠葛蘇林鹼峰計算均應不低於 200000。

供試品測試中蝙蝠葛鹼峰和蝙蝠葛蘇林鹼峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

標準曲綫

將蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼系列混合對照品溶液 Std-AS 各 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼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。

操作程序

將供試品溶液 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼混合對照品溶液 Std-AS 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蝙蝠葛鹼峰和蝙蝠葛蘇林鹼峰。二色譜圖中蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林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蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼的濃度 (mg/L)，並計算樣品中蝙蝠葛鹼和蝙蝠葛蘇林鹼的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含蝙蝠葛鹼(C₃₈H₄₄N₂O₆)和蝙蝠葛蘇林鹼(C₃₇H₄₂N₂O₆)的總量不少於 1.0%。