

# 天山雪蓮

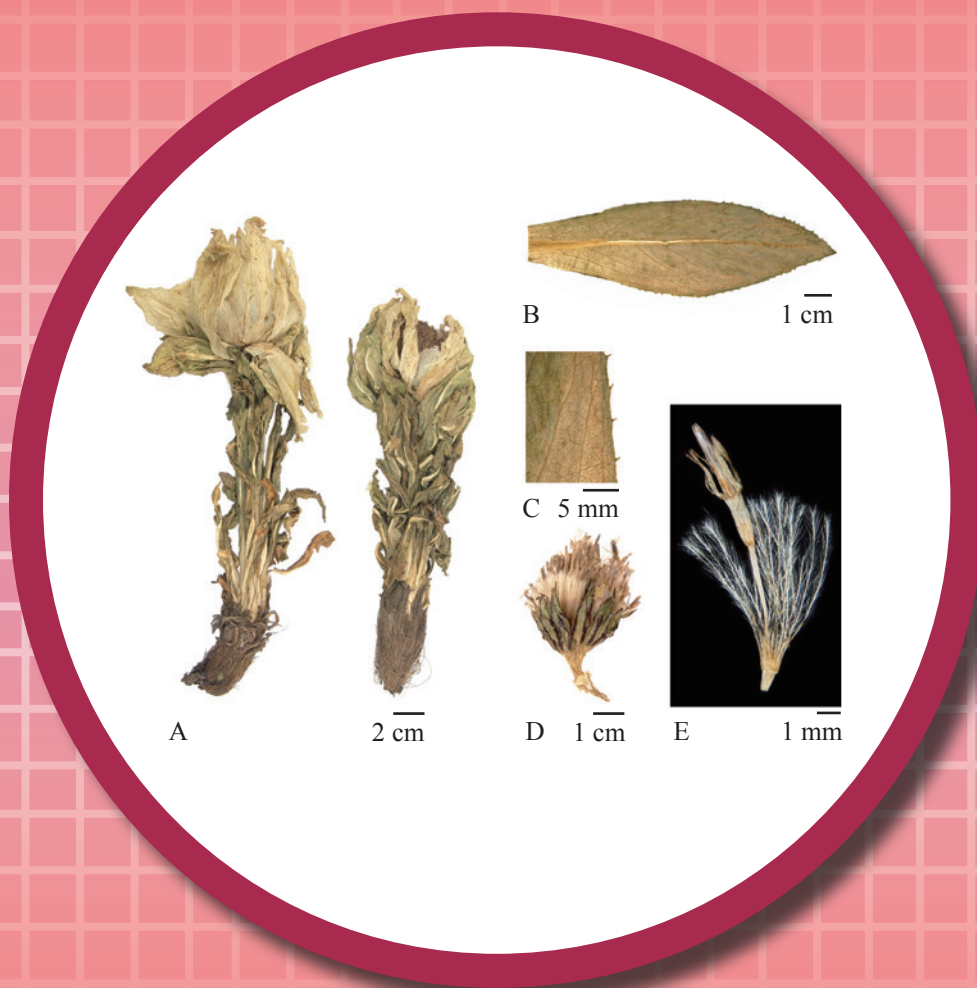


圖 1 天山雪蓮外觀圖

- A. 天山雪蓮 B. 葉放大圖
- C. 葉緣放大圖
- D. 頭狀花序放大圖
- E. 帶冠毛管狀花放大圖

## 1. 名稱

藥材正名：Saussureae Involucratae Herba

中文名：天山雪蓮

漢語拼音名：Tianshanxuelian

## 2. 來源

本品為菊科植物天山雪蓮 *Saussurea involucrata* (Kar. et Kir.) Sch.-Bip. 的乾燥地上部分。夏季花開時採收，除去雜質，陰乾。

## 3. 性狀

本品為帶花地上部分，長 12-46 cm。莖直徑 4-28 mm，表面具縱稜，中空，基部有眾多纖維狀棕色葉殘基。葉無柄，密集，黃綠色至綠色，紙質，完整者呈卵狀長圓形、倒披針形或橢圓形，邊緣具細鋸齒，兩面均被柔毛，主脈明顯，黃白色。頭狀花序頂生，10-20 個密集成球狀，外為 2 層苞葉，直徑 23-121 mm；苞葉膜質，淡黃色，寬卵形，邊緣具尖齒；總苞片 3-7 層，邊緣常呈暗紫色，披針形，先端急尖，被柔毛；花管狀，黃棕色，裂片綫形，花藥聚合成筒狀，外側具黃白色羽狀冠毛。氣微香，味微苦(圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 橫切面

莖：表皮由 1 列細胞組成，被角質層，有時可見腺毛。皮層由薄壁細胞組成。十數個維管束排列斷續成環，大小不一，外韌型，束中形成層明顯，維管束上下側均有纖維束。髓由薄壁細胞組成，中空 [圖 2 (i)]。

**葉：**表皮由 1 列細胞組成，有時可見腺毛。葉肉組織排列疏鬆，柵欄組織和海綿組織分化不明顯。維管束數個排列成行，外韌型，上下側有厚壁組織。下表皮細胞 1 列，較細，散有腺毛 [ 圖 2 (ii) ]。

### 粉末

黃綠色。花粉粒眾多，三角球形或類球形，直徑 20-59  $\mu\text{m}$ ，具 3 個萌發孔，外壁顆粒狀，具齒狀突起。腺毛大，多破碎，頭部和柄均由 2 列細胞組成，完整者長 65-664  $\mu\text{m}$ ，頭部細胞 6-21 個，直徑 30-93  $\mu\text{m}$ ，有的可見內含黃棕色分泌物，柄細胞 2-16 個。冠毛無色或淡黃色，多列分枝狀，多破碎，頂端碎片多細長，直徑 8-35  $\mu\text{m}$ 。葉下表皮細胞表面觀形狀不規則，垂周壁深波狀彎曲，有時壁略連珠狀增厚，氣孔多，不定式。葉上表皮細胞表面觀形狀不規則，垂周壁波狀彎曲，壁略連珠狀增厚，氣孔較少。苞葉表皮細胞表面觀形狀不規則或類多角形，垂周壁較葉表皮細胞平直，有的壁略連珠狀增厚，氣孔不定式。花冠表皮細胞黃棕色，表面觀呈長條形，壁波狀彎曲，表面具明顯角質紋理。莖表皮細胞表面觀呈類長方形或長條形，表面具角質紋理。纖維多成束，直徑 3-32  $\mu\text{m}$ ，壁稍厚或薄，具稀疏紋孔及孔溝。導管主要為螺紋及網紋，直徑 4-49  $\mu\text{m}$  (圖 3)。

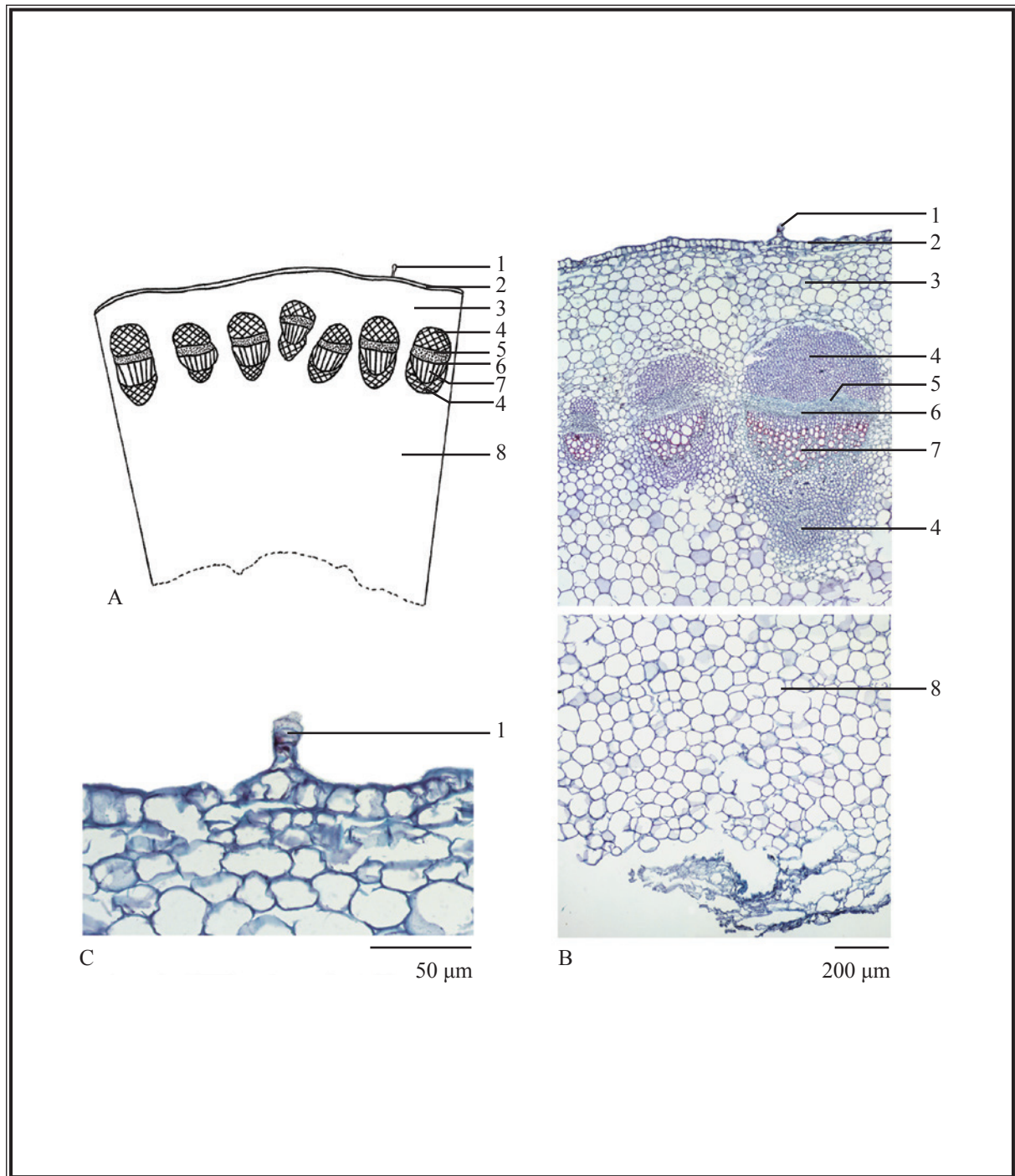


圖 2(i) 天山雪蓮莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 橫切面放大圖

1. 腺毛 2. 表皮 3. 皮層 4. 纖維束 5. 韌皮部  
 6. 束中形成層 7. 木質部 8. 髓

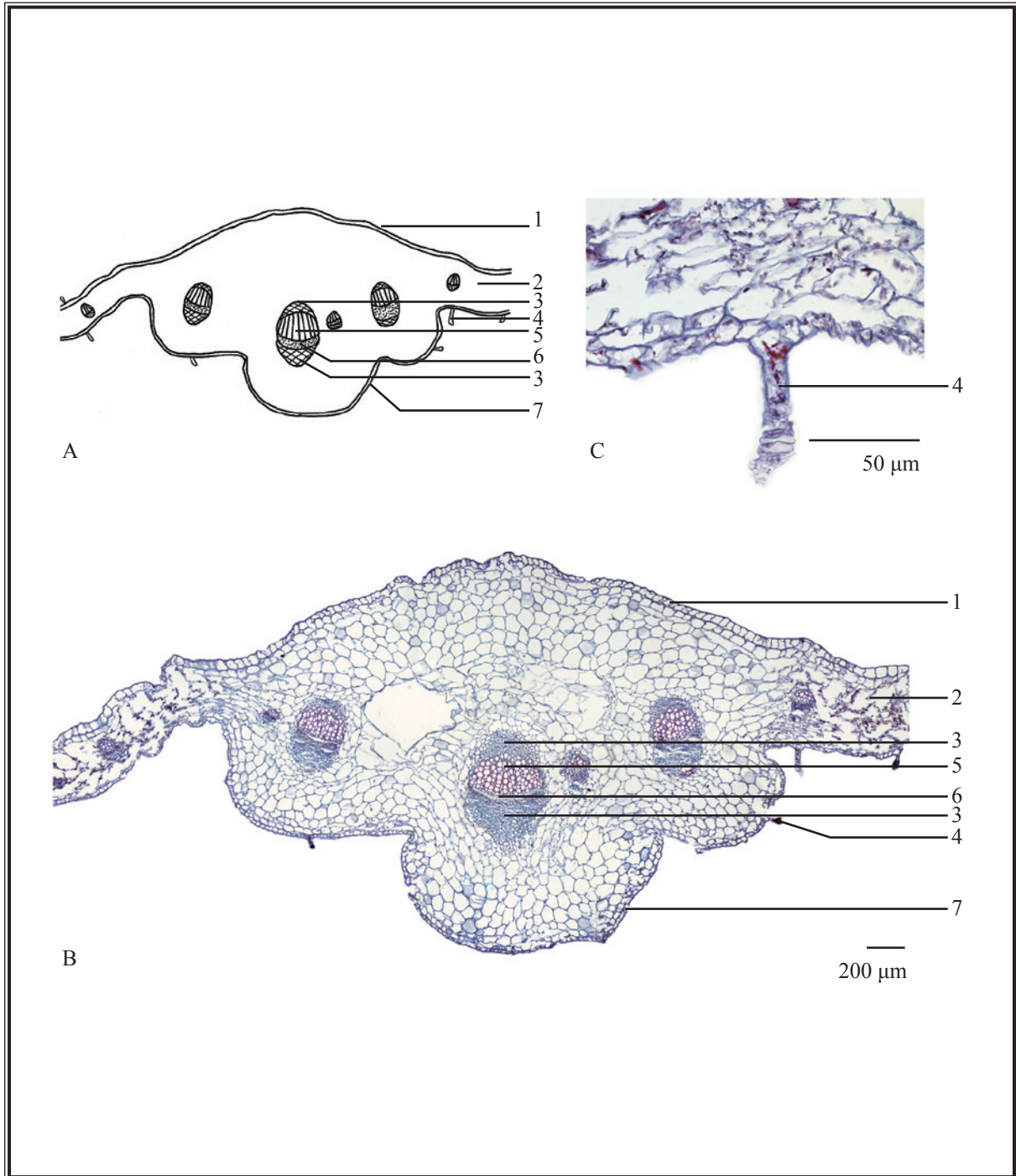


圖 2(ii) 天山雪蓮葉橫切面顯微特徵圖

A. 葉中脈簡圖 B. 葉中脈橫切面圖 C. 橫切面放大圖

- 1. 上表皮 2. 葉肉 3. 纖維束 4. 腺毛 5. 木質部
- 6. 韌皮部 7. 下表皮

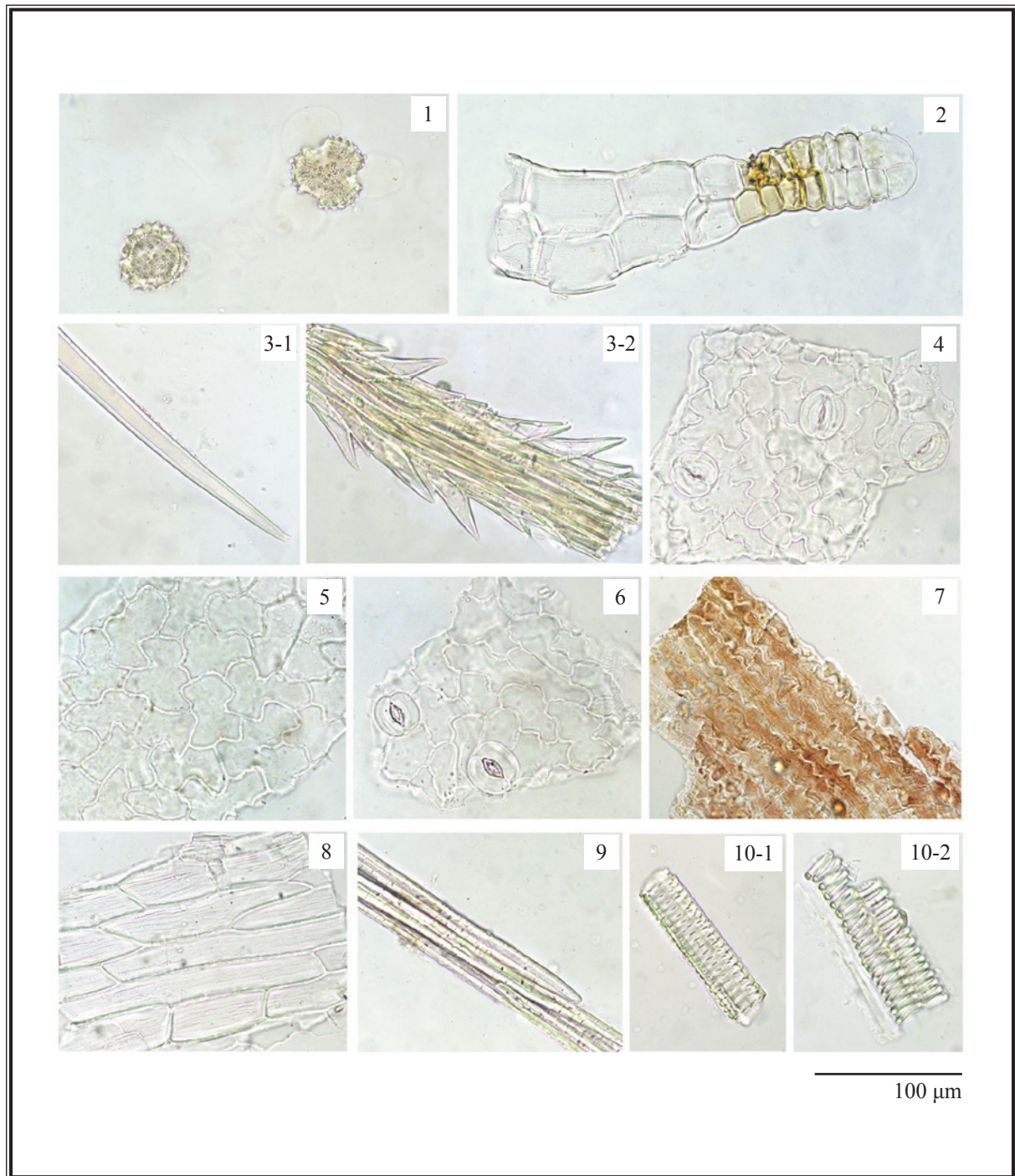


圖 3 天山雪蓮粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

1. 花粉粒 2. 腺毛 3. 冠毛(3-1 頂端碎片, 3-2 基部碎片)
4. 葉下表皮細胞 5. 葉上表皮細胞 6. 苞葉表皮細胞 7. 花冠表皮細胞
8. 莖表皮細胞 9. 纖維 10. 導管(10-1 網紋導管, 10-2 螺紋導管)

## 4.2 薄層色譜鑒別 [ 附錄 IV (A) ]

### 對照品溶液

#### 綠原酸對照品溶液

取綠原酸對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

#### 蘆丁對照品溶液

取蘆丁對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

### 展開劑

製備乙酸乙酯 - 甲醇 - 甲酸 - 水(10:1:1:1, v/v)的混合溶液。

### 顯色劑

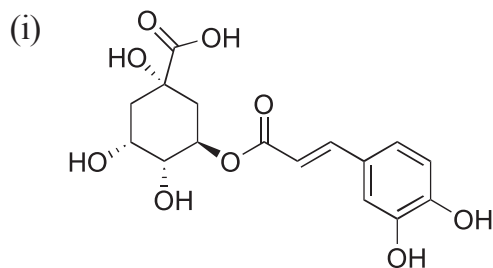
取三氯化鐵 1 g，溶解於 100 mL 乙醇中。

### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約  $2800 \times g$ )。取上清液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 4 mL 甲醇，用 0.45- $\mu\text{m}$  微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [ 附錄 IV (A) ] 進行。分別吸取綠原酸對照品溶液 2  $\mu\text{L}$ 、蘆丁對照品溶液 4  $\mu\text{L}$  和供試品溶液 10  $\mu\text{L}$ ，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。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 3-5 分鐘)。置可見光下檢視，並計算  $R_f$  值。







### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

#### 對照品溶液

綠原酸對照品溶液 *Std-FP* (30 mg/L)

取綠原酸對照品 0.3 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

蘆丁對照品溶液 *Std-FP* (30 mg/L)

取蘆丁對照品 3.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。精密吸取 1 mL 溶液置 10-mL 量瓶中，加 50% 甲醇至刻度。

#### 供試品溶液

取本品粉末 0.25 g，置 15-mL 離心管中，加 50% 甲醇 10 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 3500 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 50% 甲醇洗滌，離心 10 分鐘 (約 3500 × g)。合併上清液，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ 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 320 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；柱溫 30°C；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)	0.4% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 6	85	15	等度
6 – 25	85 → 70	15 → 30	綫性梯度
25 – 35	70 → 60	30 → 40	綫性梯度

#### 系統適用性要求

吸取綠原酸對照品溶液 *Std-FP* 和蘆丁對照品溶液 *Std-FP* 各 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：綠原酸和蘆丁的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；綠原酸峰和蘆丁峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰和蘆丁峰計算均應不低於 10000。

供試品測試中 1 號峰和 2 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

分別吸取綠原酸、蘆丁對照品溶液 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 色譜圖中綠原酸峰和蘆丁峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 6)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綠原酸峰和蘆丁峰。二色譜圖中綠原酸峰和蘆丁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。

天山雪蓮提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 天山雪蓮提取液 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 (綠原酸)	0.40	± 0.03
2 (指標成份峰，蘆丁)	1.00	-
3	1.22	± 0.03
4	1.34	± 0.03

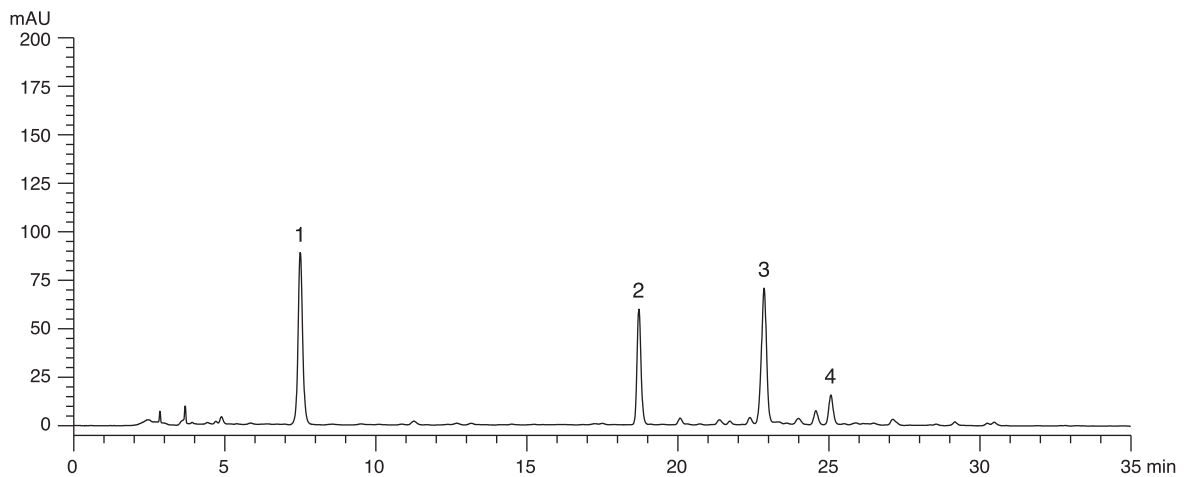


圖 6 天山雪蓮提取液對照指紋圖譜

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 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 1.0%。

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 12.0%。

## 6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 22.0%。

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

綠原酸和蘆丁混合對照品儲備液 *Std-Stock* (各 500 mg/L)

精密稱取綠原酸對照品和蘆丁對照品各 5.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

綠原酸和蘆丁混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取綠原酸和蘆丁混合對照品儲備液適量，以 50% 甲醇稀釋製成含綠原酸和蘆丁分別為 1、10、40、80、100 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 0.25 g，置 15-mL 離心管中，加 50% 甲醇 10 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 3500 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 50% 甲醇洗滌，離心 10 分鐘 (約 3500 × g)。合併上清液，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ 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 340 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；柱溫 30°C；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)	0.4% 磷酸 (% , v/v)	乙腈 (% , v/v)	洗脫
0 – 6	85	15	等度
6 – 25	85 → 70	15 → 30	綫性梯度
25 – 35	70 → 60	30 → 40	綫性梯度

### 系統適用性要求

將綠原酸和蘆丁混合對照品溶液 Std-AS (各 40 mg/L) 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：綠原酸和蘆丁的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；綠原酸峰和蘆丁峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰和蘆丁峰計算均應不低於 10000。

供試品測試中綠原酸峰和蘆丁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

將綠原酸和蘆丁系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以綠原酸和蘆丁的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關係數。

### 操作程序

將供試品溶液 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與綠原酸和蘆丁混合對照品溶液 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綠原酸峰和蘆丁峰。二色譜圖中綠原酸和蘆丁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綠原酸和蘆丁的濃度 (mg/L)，並計算樣品中綠原酸和蘆丁的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含綠原酸(C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>)不少於 0.35% 和蘆丁(C<sub>27</sub>H<sub>30</sub>O<sub>16</sub>)不少於 0.49%。