

- 圖1 桃兒七外觀圖
- A. 桃兒七 B. 根莖橫切面放大圖
- C. 根横切面放大圖

Rhapontici Rad 漏蘆

竹節参 acis Janonici Rhiz

Lycoridis Radiatae Bulbus

五龙 Amomi Fructus Rotund

桃兒七

委陵菜 石蒜

1. 名稱

藥材正名: Sinopodophylli Radix et Rhizoma

中文名:桃兒七

漢語拼音名: Taoerqi

2. 來源

本品為小檗科植物桃兒七 Sinopodophyllum hexandrum (Royle) Ying 的乾燥根和根莖。春、秋二季採挖,除去泥沙,洗淨,曬乾。

3. 性狀

本品根細而長,呈圓柱形,長 10-25 cm,直徑 2-4 mm,表面棕黃色至棕色, 具縱皺紋及鬚根痕;質脆,易折斷,斷面平坦,類白色或黃白色,粉性,木 部小,淡黃色或黃色。根莖呈橫走結節狀,長 2-8 cm,直徑 8-18 mm;表面 紅棕色、棕色或灰棕色,上端具莖痕或殘留莖基;質硬。氣微(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

横切面

根:表皮由1列類方形至類長方形細胞組成,壁增厚及木質化。下皮細胞由1列類方形或長方形細胞組成,細胞較大,壁薄。皮層寬,由10餘列細胞組成,充滿澱粉粒。內皮層明顯,由1列細胞組成。中柱小,韌皮部束與初生木質部相間排列,四原形或五原形,導管大,多邊形[圖2(i)]。

根**莖横切面**:木栓細胞長方形或類方形,壁略厚,明顯木質化。皮層寬廣,由體積較大的薄壁細胞組成,含澱粉粒。維管束外韌型,韌皮部細胞多皺縮。形成層明顯。木質部由導管與薄壁細胞組成,導管單個散在

或數個成群,呈徑向排列。髓較大,薄壁細胞類圓形[圖 2 (ii)]。

粉末

類白色至黄白色。澱粉粒眾多,單粒類球形或半圓形,直徑 7-15 μm, 臍點點狀、V字形或裂縫狀;偏光顯微鏡下呈黑十字狀;複粒多由 2-4 分粒組成。表皮細胞淡棕黄色,細胞表面觀類長方形至長多邊形,壁不 均匀增厚。導管單個散在或數個成群,多為網紋導管或孔紋導管,少數 為梯紋、螺紋或環紋,直徑 14-45 μm (圖 3)。

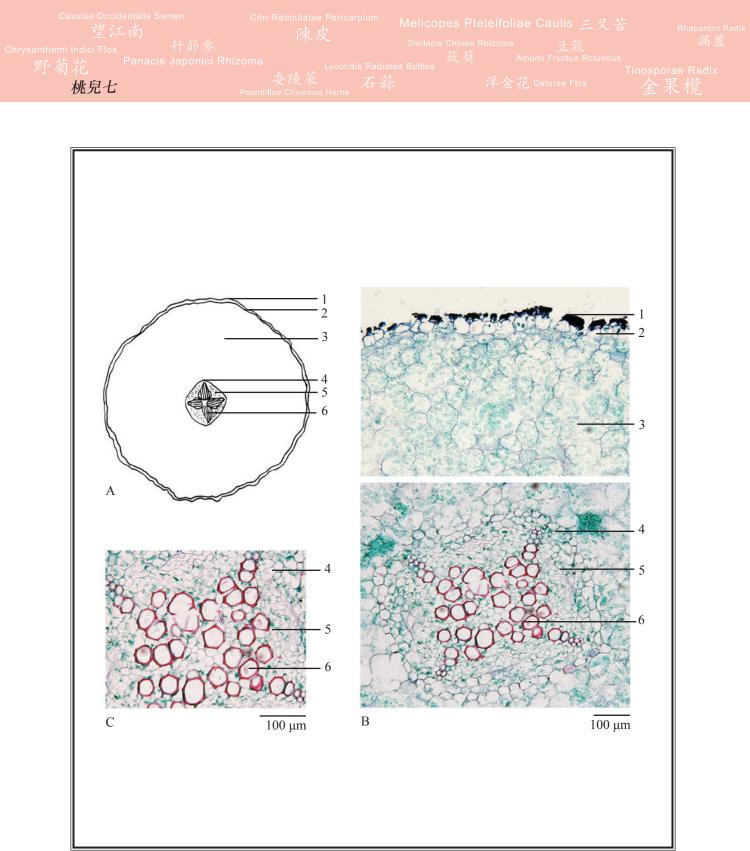


圖 2(i) 桃兒七根橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 横切面圖 C. 中柱

1. 表皮 2. 下皮層 3. 皮層 4. 內皮層 5. 韌皮部 6. 初生木質部

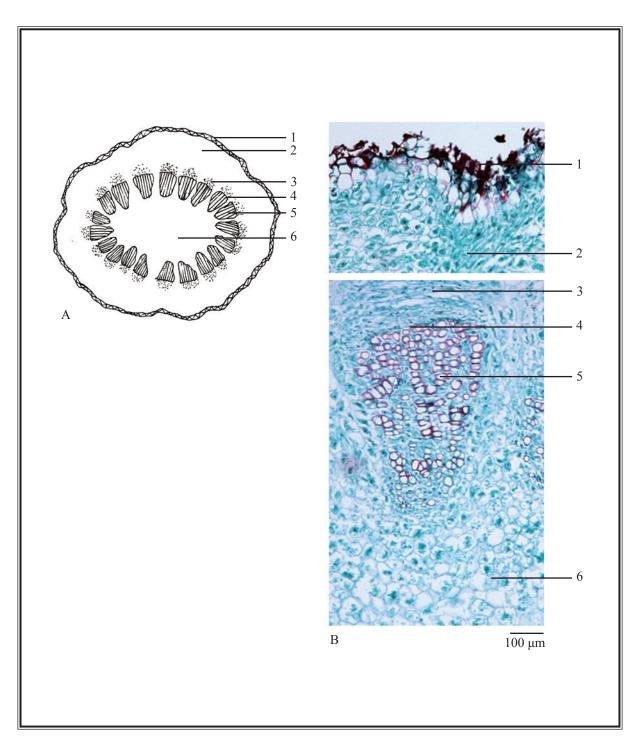


圖 2 (ii) 桃兒七根莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 横切面圖

1. 木栓層 2. 皮層 3. 韌皮部 4. 形成層 5. 木質部 6 髓

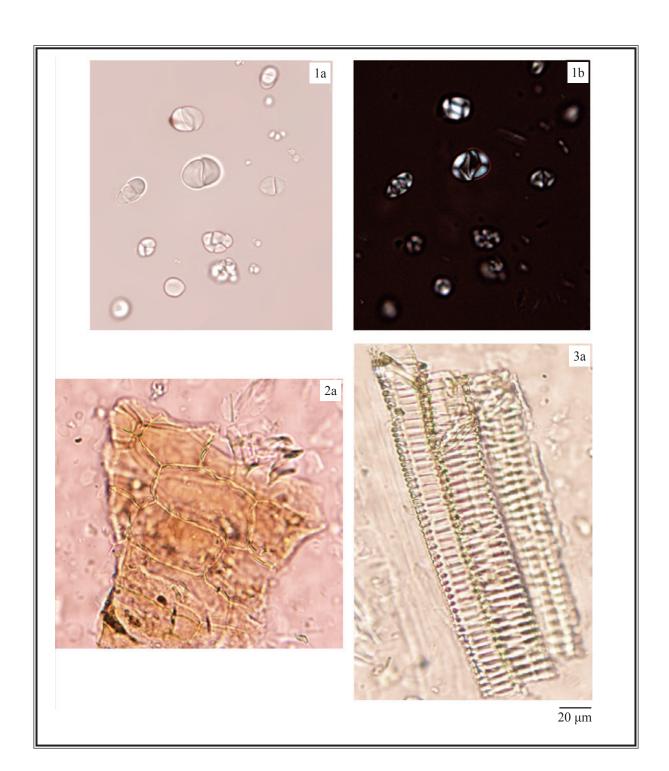


圖3 桃兒七粉末顯微特徵圖

- 1. 澱粉粒 2. 根表皮細胞 3. 網紋導管
- a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

桃兒七

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

去氧鬼臼毒素對照品溶液 取去氧鬼臼毒素對照品(圖 4) 6.0 mg,溶解於 5 mL 甲醇中。 鬼臼毒素對照品溶液 取鬼臼毒素對照品(圖 4) 6.0 mg,溶解於 5 mL 甲醇中。

展開劑

製備環己烷-乙酸乙酯(1:1, v/v)的混合溶液。

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 1.0 g,置 50-mL 錐形瓶中,加甲醇 20 mL,超聲(250 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 2 mL 甲醇,即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取去氧鬼臼毒素對照品溶液、 鬼臼毒素對照品溶液和供試品溶液各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8.5 cm,取出,標記溶劑前沿,晾乾。均匀噴上顯色劑,在約 105°C 加熱, 直至斑點或條帶清晰可見(約10分鐘)。置可見光下檢視,並計算 R_{ι} 值。

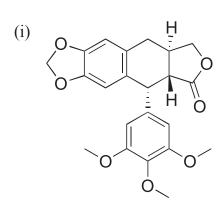
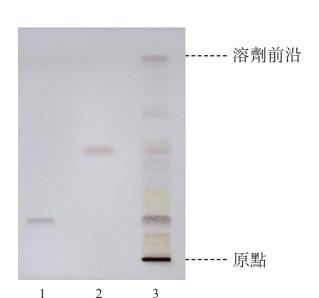


圖 4 化學結構式 (i)去氧鬼臼毒素 (ii)鬼臼毒素



桃兒七提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 鬼臼毒素對照品溶液 2. 去氧鬼臼毒素對照品溶液 3. 供試品溶液 供試品色譜應顯出與去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素色澤相同、 $R_{\rm f}$ 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

去氧鬼臼毒素對照品溶液 Std-FP(20 mg/L)

取去氧鬼臼毒素對照品 5.0 mg,置 50-mL 量瓶中,加甲醇 40 mL,超 聲(500 W)處理 30 分鐘,加甲醇至刻度。精密吸取 0.4 mL 溶液於 2-mL 量瓶中,加 50% 甲醇至刻度。保持於約 4°C。

鬼臼毒素對照品溶液 Std-FP (200 mg/L)

取鬼臼毒素對照品 10.0 mg, 置 10-mL 量瓶中, 加甲醇 8 mL, 超聲 (500 W) 處理 30 分鐘,加甲醇至刻度。精密吸取 0.4 mL 溶液於 2-mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度。保持於約 4°C。

洋金花 Daturae Flos

金果欖

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g,置 50-mL 離心管中,加 50% 甲醇 20 mL,超聲 (500 W) 處理 30 分鐘 (低於 25°C),離心 10 分鐘 (約 $2800 \times g$),取上清液轉移於 50-mL 量瓶中,重複提取 1 次,殘渣用 50% 甲醇洗滌,離心 10 分鐘 (約 $2800 \times g$),合併上清液,加 50% 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 290 nm; 4.6×250 mm 十八 烷基鍵合硅膠($5 \mu m$ 粒徑, 120 Å 孔徑, 17% 碳載量和封端)填充柱;樣品保持於 $4^{\circ}C$;流速約 $1.0 \mu m$ mL/min。色譜洗脱程序如下(表 1):

表1 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	0.5% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 - 甲醇 (5:3, v/v) (%, v/v)	洗脱
0 - 8	$85 \rightarrow 65$	$15 \rightarrow 35$	綫性梯度
8 - 20	$65 \rightarrow 55$	$35 \rightarrow 45$	綫性梯度
20 - 30	55	45	等度
30 - 50	$55 \rightarrow 38$	$45 \rightarrow 62$	綫性梯度

系統適用性要求

吸取去氧鬼臼毒素對照品溶液 Std-FP 和鬼臼毒素對照品溶液 Std-FP 各 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:去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%;去氧鬼臼毒素峰和鬼臼毒素峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%;理論塔板數按去氧鬼臼毒素峰和鬼臼毒素峰計算分別應不低於 100000 和 40000。

供試品測試中2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

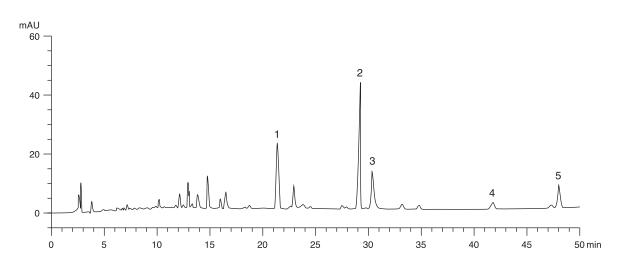
分別吸取去氧鬼臼毒素、鬼臼毒素對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μL,注入液相色譜儀,並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜 圖中去氧鬼臼毒素峰和鬼臼毒素峰的保留時間,及供試品溶液色譜圖中

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 中去氧鬼臼毒素峰和鬼臼毒素峰。二色譜圖中去氧鬼臼毒素峰和鬼臼毒 素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。

桃兒七提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

桃兒七提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍 表 2

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.73	± 0.03
2(指標成份峰,鬼臼毒素)	1.00	-
3	1.04	± 0.03
4	1.42	$\pm~0.03$
5 (去氧鬼臼毒素)	1.65	± 0.03



桃兒七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)。

洋全花 Daturae Flos

inosporae Radix 全果欖

桃兒七

安陵米 石泉 Potentillae Chinensis Herba

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 黃曲霉毒素** (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 4.0%。
- 5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分:不多於 7.0%。

酸不溶性灰分:不多於 2.5%。

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(熱浸法):不少於 38.0%。 醇溶性浸出物(熱浸法):不少於 28.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液

去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素混合對照品儲備液 Std-Stock (去氧鬼臼毒素 50 mg/L) 和鬼臼毒素 500 mg/L)

精密稱取去氧鬼臼毒素對照品 1.0 mg 和鬼臼毒素對照品 10.0 mg,置 10-mL 量瓶中,加甲醇 6 mL,超聲 (500 W) 處理 30 分鐘,加甲醇至刻度。精密吸取 1 mL 溶液於 2-mL 量瓶中,加 50% 甲醇至刻度,保持於約 4°C 。

去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素混合對照品儲備液適量,以50%甲醇稀 釋製成含去氧鬼臼毒素分別為 2.5、5、10、20、40 mg/L 和含鬼臼毒素分別 為 25、50、100、200、400 mg/L 系列的混合對照品溶液。保持於約 4°C。

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% 甲醇 20 mL,超聲 (500 W) 處理 30 分鐘(低於 25°C), 離心 10 分鐘(約 2800 × g), 取上清液轉 移於 50-mL 量瓶中,重複提取一次,殘渣用 50% 甲醇洗滌,離心 10 分鐘(約 $2800 \times g$),合併上清液,加 50% 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 290 nm; 4.6×250 mm 十八烷基 鍵合硅膠(5 μm 粒徑, 120Å 孔徑, 17% 碳載量和封端)填充柱;樣品保持於 4°C; 流速約 1.0 mL/min。色譜洗脱程序如下(表 3):

表 3 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	0.5% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 - 甲醇 (5:3, v/v) (%, v/v)	洗脱
0 - 8	$85 \rightarrow 65$	$15 \rightarrow 35$	綫性梯度
8 - 20	$65 \rightarrow 55$	$35 \rightarrow 45$	綫性梯度
20 - 30	55	45	等度
30 - 50	$55 \rightarrow 38$	45 → 62	綫性梯度

系統適用性要求

將去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素混合對照品溶液 Std-AS (去氧鬼臼毒素 10 mg/L 和鬼臼毒素 100 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:去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素的峰面積相對標準偏差均應不 大於 5.0%; 去氧鬼臼毒素峰和鬼臼毒素峰的保留時間相對標準偏差均應不 大於 2.0%; 理論塔板數按去氧鬼臼毒素峰和鬼臼毒素峰計算分別應不低於 100000 和 40000。

供試品測試中去氧鬼臼毒素峰和鬼臼毒素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

將去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10 μL, 注入液相 色譜儀,並記錄色譜圖。分別以去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素的峰面積與相應濃 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 10 μL, 注入液相色譜儀, 並記錄色譜圖。與去氧鬼臼毒素和 鬼臼毒素混合對照品溶液 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去氧鬼臼毒素峰和鬼臼毒素峰。二色譜圖中去氧鬼臼 毒素和鬼臼毒素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去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素的濃度 (mg/L),並計算樣品中去氧鬼臼毒素和鬼臼毒素的百分含量。

限度

按乾燥品計算,本品含去氧鬼臼毒素(C,,H,,O,)和鬼臼毒素(C,,H,,O,)的總量 不少於 2.0%。

8. 警告

此為烈性/毒性藥材,應按照由註冊中醫開出的處方使用。

Sinopodophylli Radix et Rhizoma(桃兒七)

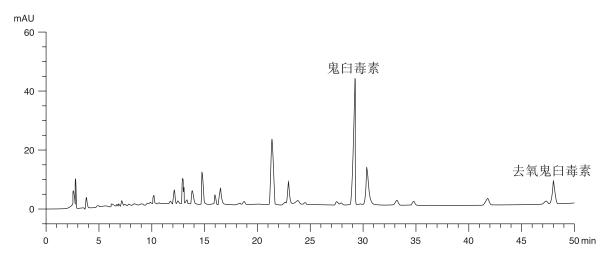


圖1 桃兒七提取液對照含量測定色譜圖