

菝葜

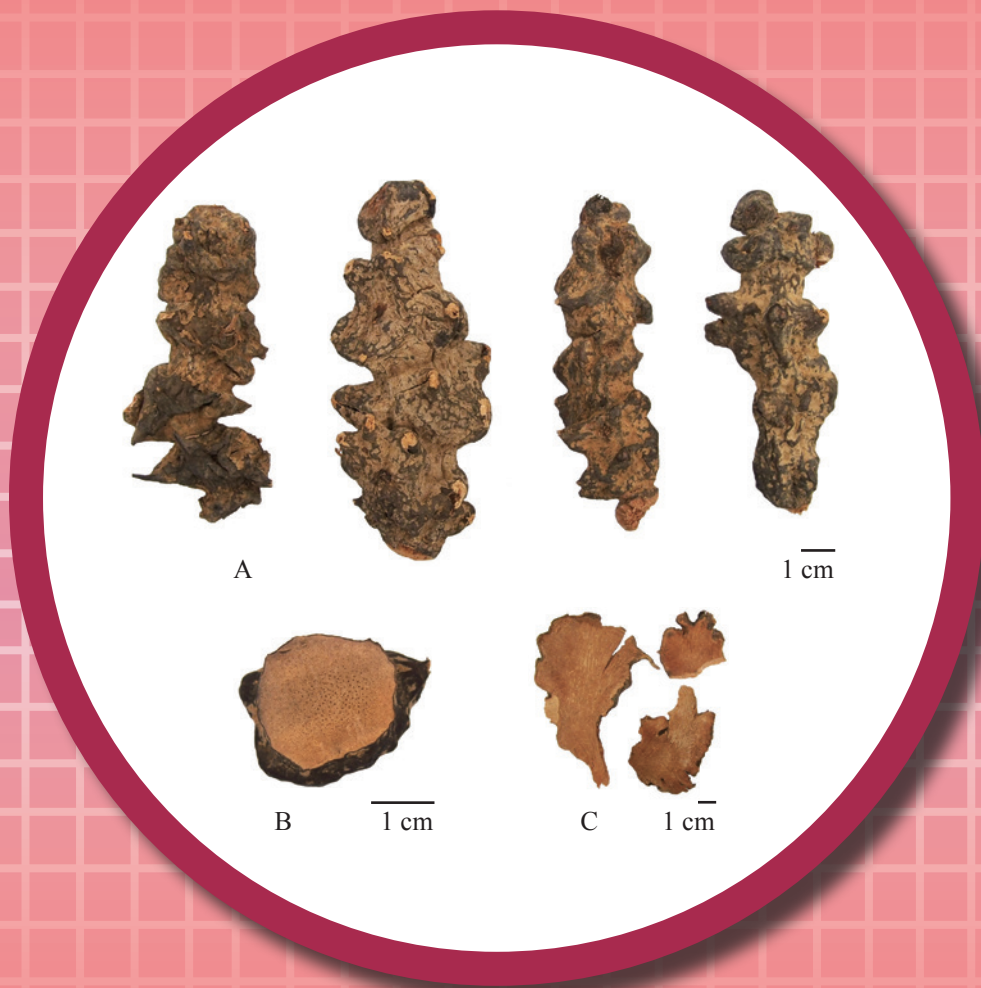


圖 1 菝葜外觀圖

- A. 菝葜 B. 根莖橫切面放大圖
C. 根莖縱切片放大圖

1. 名稱

藥材正名：Smilacis Chinae Rhizoma

中文名：菝葜

漢語拼音名：Baqia

2. 來源

本品為百合科植物菝葜 *Smilax china* L. 的乾燥根莖。秋末至次年春采挖，除去鬚根，洗淨，曬乾或趁鮮切片，曬乾。

3. 性狀

本品為不規則塊狀或略呈彎曲的扁圓柱狀，長 1.7-14.7 cm，直徑 4-51 mm。表面黃棕色至紫棕色，凹凸不平，結節膨大處有圓錐狀突起的莖痕，及堅硬的刺狀鬚根殘基或鬚根。重、質堅硬，不易折斷；切面呈棕黃色至紅棕色，纖維性；橫切面可見點狀維管束，縱切面可見筋脈紋。氣微，味微苦、澀(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

下皮層由數層木化薄壁細胞及兩層石細胞組成；外層石細胞以外的下皮層細胞常脫落。薄壁細胞含澱粉粒，微木化，有的充滿分泌物。黏液細胞散在於薄壁組織外側，內含草酸鈣針晶。維管束外韌型，密集分布在薄壁組織的內側，纖維束圍繞在維管束周圍(圖 2)。

粉末

棕色。澱粉粒衆多，單粒類圓形或橢圓形，直徑 4-36 μm ；複粒由 2-9 分粒組成；臍點狀或裂縫狀，層紋不明顯；偏光顯微鏡下呈黑十字狀。草酸鈣針晶成束或散在，有的存於黏液細胞中，長 24-140 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀或黃白色。石細胞淡黃色或紅棕色，單個散在或數個成群，類方形、長橢圓形或形狀不規則，長 31-445 μm ，直徑 17-164 μm ，分枝狀孔溝明顯，壁厚，胞腔小，壁厚 4-60 μm ，紋孔明顯；偏光顯微鏡下呈亮紅棕色或略呈多彩狀。纖維單個散在或成束，淡黃色或紅棕色，直徑 9-50 μm ；偏光顯微鏡下呈黃白色。導管主要為梯紋導管。木化薄壁細胞多見，胞腔內常充滿澱粉粒，部分充滿黃棕色物；偏光顯微鏡下呈黃白色(圖 3)。

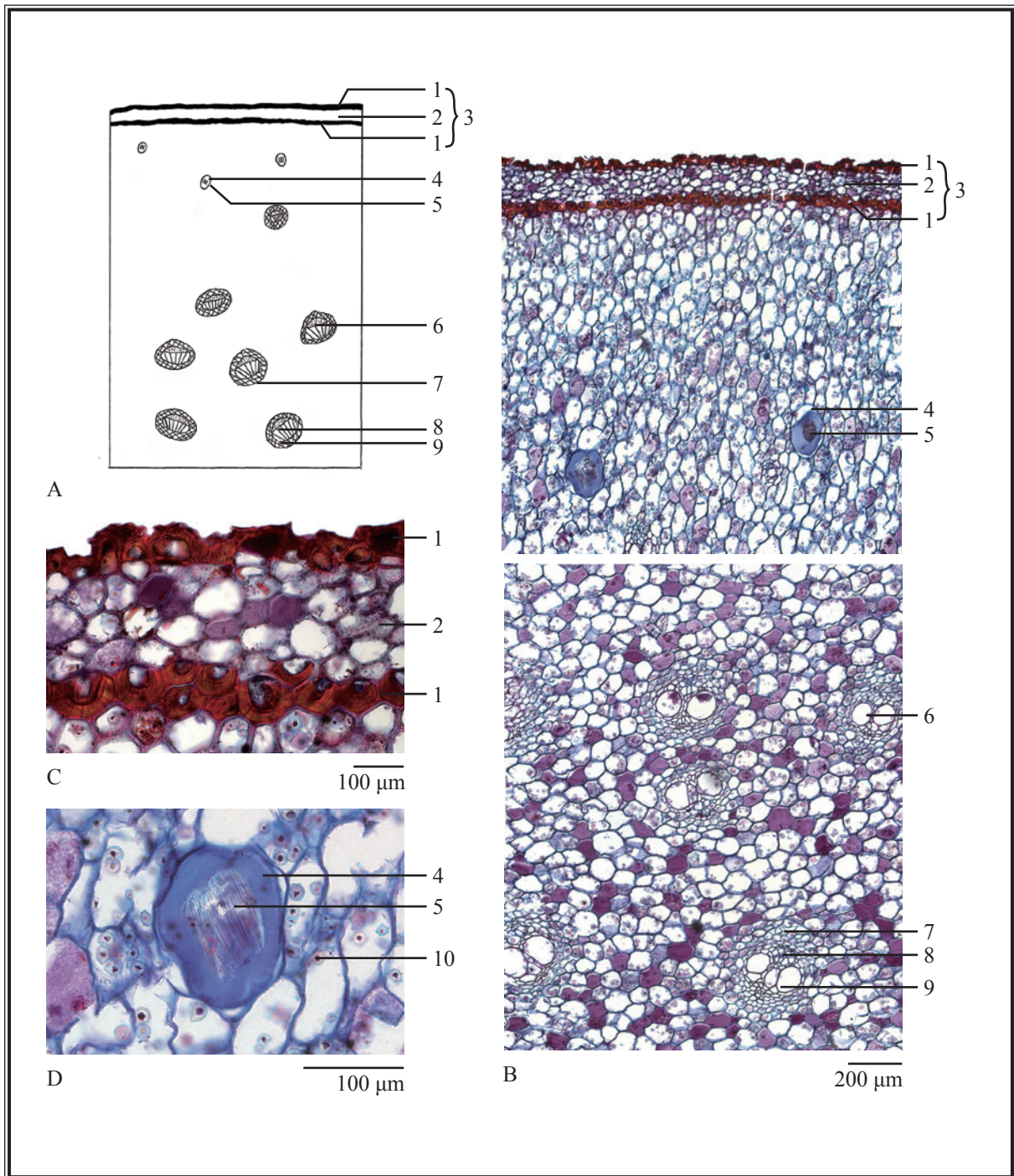


圖 2 菝葜橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 下皮層放大圖 D. 草酸鈣針晶及澱粉粒放大圖

- 1. 石細胞 2. 木化薄壁細胞 3. 下皮層 4. 黏液細胞 5. 草酸鈣針晶
- 6. 外韌型維管束 7. 纖維 8. 韌皮部 9. 木質部 10. 澱粉粒

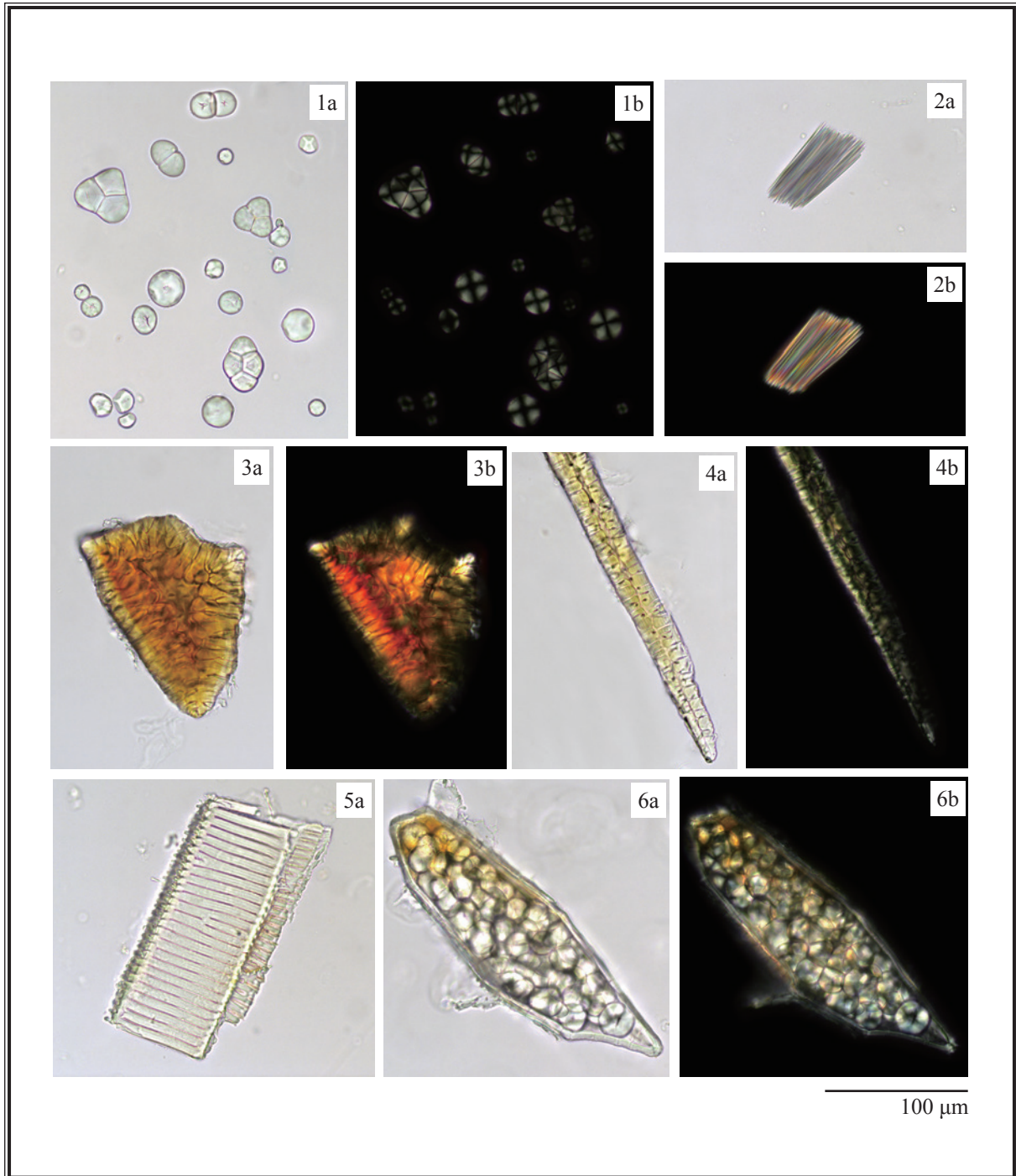


圖 3 菝葜粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 草酸鈣針晶 3. 石細胞 4. 纖維 5. 梯紋導管 6. 木化薄壁細胞

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

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 70% 甲醇中。

白藜蘆醇對照品溶液

取白藜蘆醇對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 70% 甲醇中。

展開劑

製備乙酸正丁酯－甲醇－甲酸－水(16:3:1:1, v/v)的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 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 10 mL 水，轉移於 50-mL 離心管中，加正丁醇 10 mL，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 70% 甲醇，用 0.45- μm 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 3 μL 、白藜蘆醇對照品溶液 1 μL 和供試品溶液 10 μL ，點於同一高效矽膠 F₂₅₄ 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。

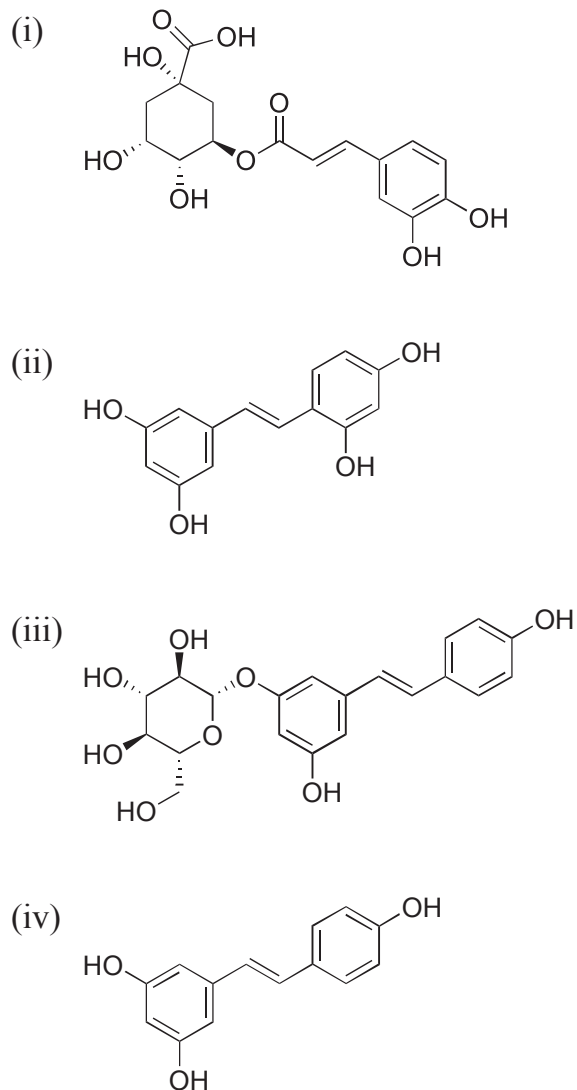


圖 4 化學結構式 (i) 綠原酸 (ii) 氧化白藜蘆醇 (iii) 虎杖苷 (iv) 白藜蘆醇

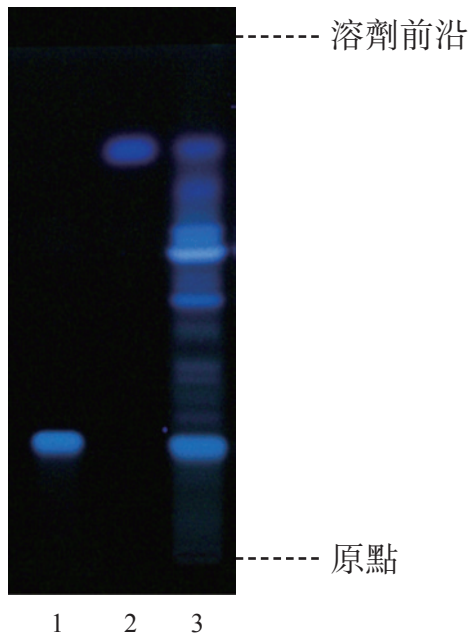


圖 5 菝葜提取液對照高效薄層色譜圖 (在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 綠原酸對照品溶液 2. 白藜蘆醇對照品溶液 3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與綠原酸和白藜蘆醇色澤相同、 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

綠原酸對照品溶液 *Std-FP* (50 mg/L)

取綠原酸對照品 0.5 mg，溶解於 10 mL 70% 甲醇中。

氧化白藜蘆醇對照品溶液 *Std-FP* (50 mg/L)

取氧化白藜蘆醇對照品 (圖 4) 0.5 mg，溶解於 10 mL 70% 甲醇中。

虎杖苷對照品溶液 *Std-FP* (50 mg/L)

取虎杖苷對照品 (圖 4) 0.5 mg，溶解於 10 mL 70% 甲醇中。

白藜蘆醇對照品溶液 *Std-FP* (50 mg/L)

取白藜蘆醇對照品 0.5 mg，溶解於 10 mL 70% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 2.0 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 甲醇 25 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 2800 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，加 70% 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 327 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。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) | 甲醇 (%, v/v) | 洗脫 |
|------------|---------------------|----------------|------|
| 0 – 6 | 75 | 25 | 等度 |
| 6 – 30 | 75 → 65 | 25 → 35 | 綫性梯度 |
| 30 – 45 | 65 → 60 | 35 → 40 | 綫性梯度 |
| 45 – 60 | 60 → 40 | 40 → 60 | 綫性梯度 |

系統適用性要求

吸取綠原酸對照品溶液 Std-FP、氧化白藜蘆醇對照品溶液 Std-FP、虎杖苷對照品溶液 Std-FP 和白藜蘆醇對照品溶液 Std-FP 各 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：綠原酸、氧化白藜蘆醇、虎杖苷和白藜蘆醇的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；綠原酸峰、氧化白藜蘆醇峰、虎杖苷峰和白藜蘆醇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、氧化白藜蘆醇峰、虎杖苷峰和白藜蘆醇峰計算分別應不低於 10000、10000、10000 和 50000。

供試品測試中 2 號峰、3 號峰、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 1.0(圖 6)。

操作程序

分別吸取綠原酸、氧化白藜蘆醇、虎杖苷、白藜蘆醇對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中綠原酸峰、氧化白藜蘆醇峰、虎杖苷峰和白藜蘆醇峰的保留時間，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，與相對照品溶液 Std-FP 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綠原酸峰、氧化白藜蘆醇峰、

虎杖苷峰和白藜蘆醇峰。二色譜圖中綠原酸峰、氧化白藜蘆醇峰、虎杖苷峰和白藜蘆醇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。

菝葜提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 菝葜提取液 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 | 0.82 (相對於 2 號峰) | ± 0.03 |
| 2 (指標成份峰, 綠原酸) | 1.00 | - |
| 3 (虎杖苷) | 2.19 (相對於 2 號峰) | ± 0.03 |
| 4 (氧化白藜蘆醇) | 2.67 (相對於 2 號峰) | ± 0.03 |
| 5 (指標成份峰, 白藜蘆醇) | 1.00 | - |

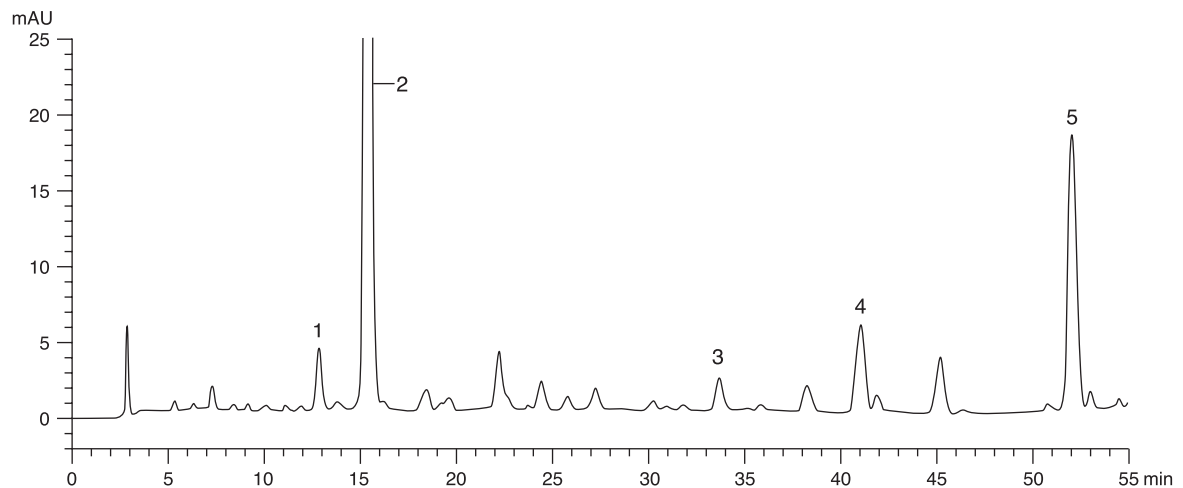


圖 6 菝葜提取液對照指紋圖譜

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 1.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 2.5%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 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 11.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

綠原酸對照品儲備液 *Std-Stock* (400 mg/L)

精密稱取綠原酸對照品 4.0 mg，溶解於 10 mL 70% 甲醇中。

綠原酸對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取綠原酸對照品儲備液適量，以 70% 甲醇稀釋製成含綠原酸分別為 6、12、24、50、100 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 50-mL 離心管中，加 70% 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 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 70% 甲醇洗滌，離心 10 分鐘 (約 $2800 \times g$)。合併上清液，加 70% 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 327 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。流動相為 0.4% 磷酸 - 甲醇 (73:27, v/v) 的混合溶液；流程約 25 分鐘。

系統適用性要求

將綠原酸對照品溶液 Std-AS (24 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：綠原酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；綠原酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰計算應不低於 3000。

供試品測試中綠原酸峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將綠原酸系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以綠原酸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。與綠原酸對照品溶液 Std-AS 色譜圖中綠原酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中綠原酸峰。二色譜圖中綠原酸相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中綠原酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中綠原酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含綠原酸 ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_9$) 不少於 0.14%。