

金果欖

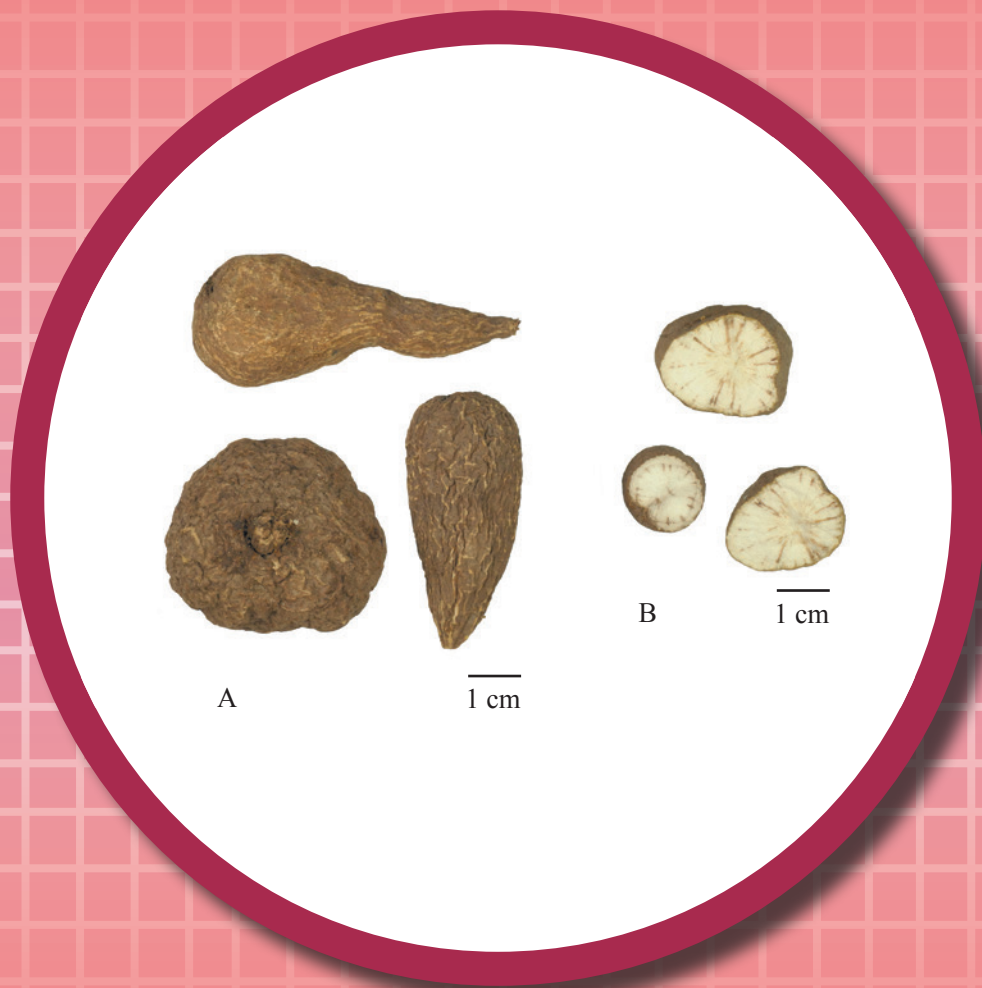


圖 1 金果欖外觀圖

A. 金果欖外觀 B. 塊根橫切面圖

1. 名稱

藥材正名：Tinosporae Radix

中文名：金果欖

漢語拼音名：Jinguolan

2. 來源

本品為防己科植物青牛膽 *Tinospora sagittata* (Oliv.) Gagnep. 的乾燥塊根。秋、冬兩季採挖，除去鬚根，洗淨，曬乾或以 45-50°C 烘乾。

3. 性狀

本品為不規則塊根，長 2.5-8.5 cm，直徑 13-45 mm。表面呈黃棕色、棕色至灰棕色，粗糙不平，常具淺或深的皺紋。質硬，不易擊碎，斷面呈黃白色，可見顏色較深之放射狀條紋。氣微，味苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層由 3-14 列細胞組成。皮層窄。中柱鞘由 2-4 列石細胞環帶組成，胞腔內含草酸鈣方晶。韌皮部窄；形成層成環；木質部窄長，約佔塊根半徑的 5/6，由數個導管圍繞木纖維，呈斷續放射狀排列。薄壁組織充滿澱粉粒(圖 2)。

粉末

黃白色至黃棕色。石細胞單個散在或 2-8 個成群，呈類圓形或橢圓形，直徑 21-57 μm ；偏光顯微鏡下呈亮白色至黃色；胞腔內含 1-8 個草酸鈣方晶，直徑 5-22 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。木栓細胞呈碎片狀，淡黃棕色至黃棕色，多角形或類方形。澱粉粒眾多，主為單粒，呈類圓形、半圓形、盔帽狀或不規則圓形，直徑 8-31 μm ；層紋多不明顯；偏光顯微鏡下呈黑十字狀。導管多為具緣紋孔導管，直徑 15-47 μm 。纖維具厚壁，紋孔口明顯；偏光顯微鏡下呈亮白色(圖 3)。

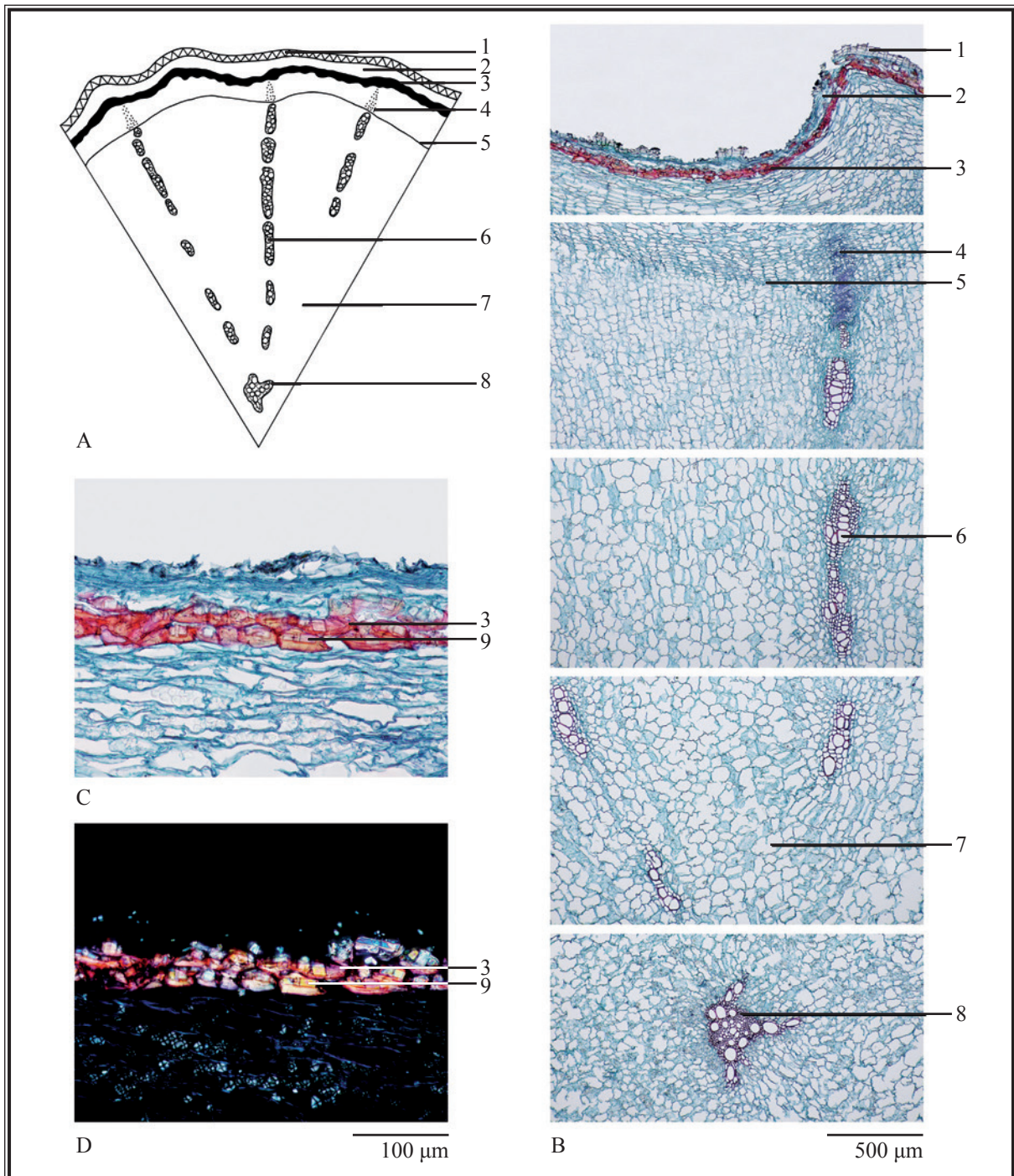


圖 2 金果欖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 中柱鞘(於光學顯微鏡下)
D. 中柱鞘(於偏光顯微鏡下)

1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 韌皮部 5. 形成層 6. 木質部
7. 薄壁組織 8. 纖維 9. 草酸鈣方晶

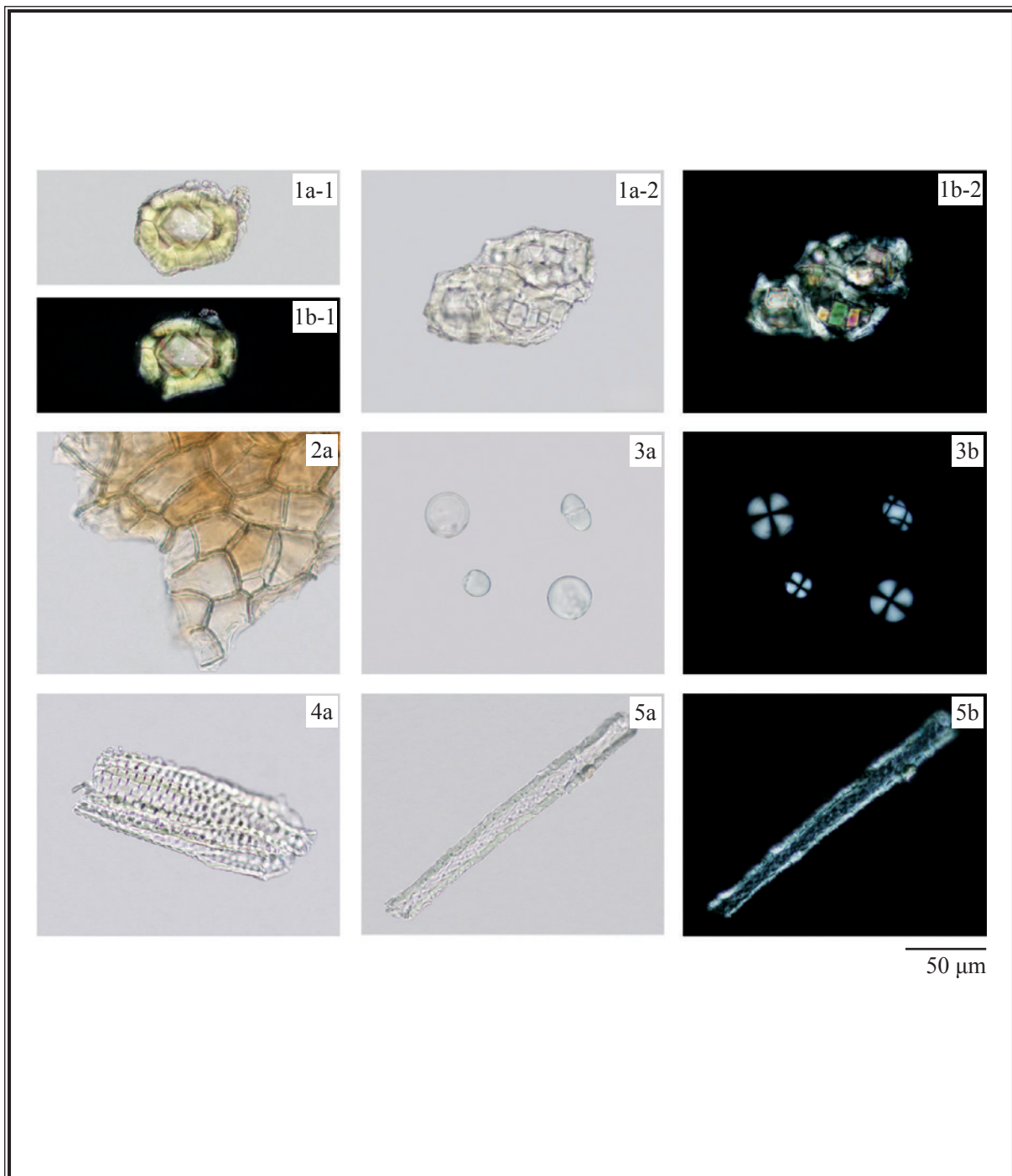


圖 3 金果欖粉末顯微特徵圖

1. 石細胞內含草酸鈣方晶(1-1 內含單個草酸鈣方晶，1-2 內含多個草酸鈣方晶)

2. 木栓細胞 3. 澱粉粒 4. 導管 5. 纖維

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

古倫賓對照品溶液

取古倫賓對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備 28% (v/v) 氨溶液 - 甲醇 - 乙酸乙酯 - 正己烷 (1:6:9:10, 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 10 mL，超聲(400 W)處理 30 分鐘，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。分別吸取古倫賓對照品溶液和供試品溶液各 2 μL ，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(約 2 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

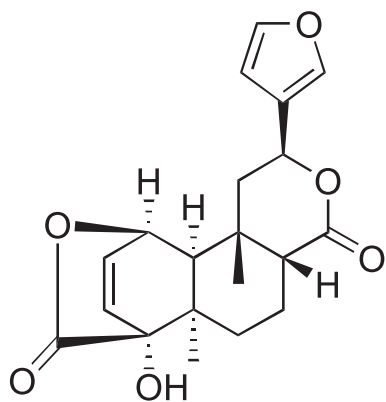


圖 4 古倫賓化學結構式



圖5 金果欖提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 古倫賓對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與古倫賓色澤相同、 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

古倫賓對照品溶液 *Std-FP* (32 mg/L)

取古倫賓對照品 0.32 mg，溶解於 10 mL 75% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 75% 甲醇 20 mL，超聲(400 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 $3000 \times g$)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併上清液，加 75% 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 210 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(3.5 μm)填充柱；柱溫 30°C；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.05% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 35	85 → 57	15 → 43	綫性梯度
35 – 40	57 → 44	43 → 56	綫性梯度

系統適用性要求

吸取古倫賓對照品溶液 Std-FP 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：古倫賓的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；古倫賓峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按古倫賓峰計算應不低於 100000。

供試品測試中 5 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取古倫賓對照品溶液 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 色譜圖中古倫賓峰的保留時間，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 色譜圖中古倫賓峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中古倫賓峰。二色譜圖中古倫賓峰的保留時間相差應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

金果欖提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 金果欖提取液 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	0.30	± 0.03
2	0.43	± 0.03
3	0.77	± 0.03
4	0.98	± 0.03
5 (指標成份峰，古倫賓)	1.00	-

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
Menispermii Rhizoma

山銀花

Bruceae Fructus 鴉膽子

Plumbaginis Zeylanicae Radix

金果欖

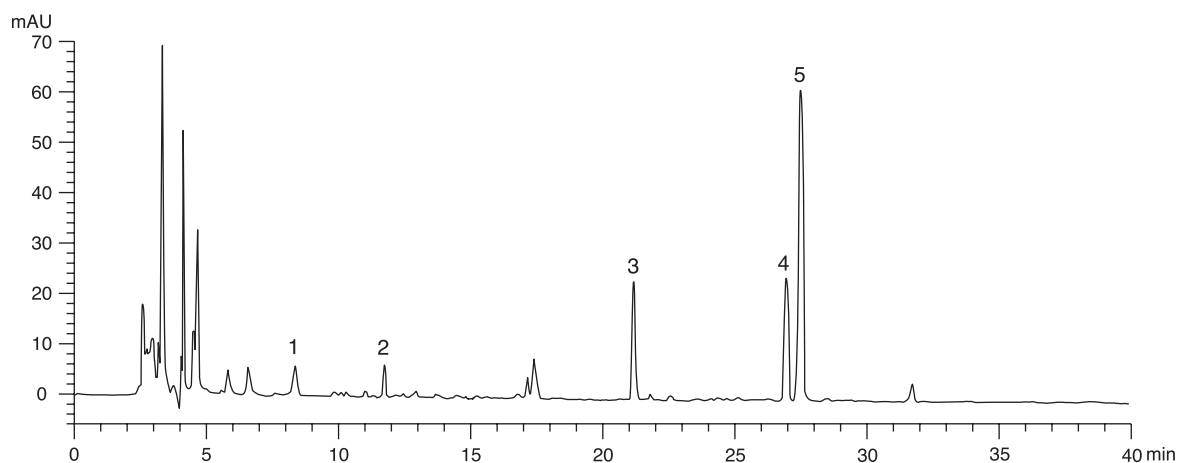


圖 6 金果欖提取液對照指紋圖譜

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 4.0%。

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 15.0%。
 醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 9.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

古倫賓對照品儲備液 *Std-Stock* (250 mg/L)

精密稱取古倫賓對照品 2.5 mg，溶解於 10 mL 75% 甲醇中。

古倫賓對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取古倫賓對照品儲備液適量，以 75% 甲醇稀釋製成含古倫賓分別為 8、16、32、64、128 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 75% 甲醇 20 mL，超聲(400 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 3000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併上清液，加 75% 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 210 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(3.5 μ m) 填充柱；柱溫 30°C；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.05% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 35	85 → 57	15 → 43	綫性梯度
35 – 40	57 → 44	43 → 56	綫性梯度

系統適用性要求

將古倫賓對照品溶液 Std-AS (32 mg/L) 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：古倫賓的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；古倫賓峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按古倫賓峰計算應不低於 100000。

供試品測試中古倫賓峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲線

將古倫賓系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以古倫賓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 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與古倫賓對照品溶液 Std-AS 色譜圖中古倫賓峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中古倫賓峰。二色譜圖中古倫賓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古倫賓的濃度 (mg/L)，並計算樣品中古倫賓的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含古倫賓 (C₂₀H₂₂O₆) 不少於 1.0%。