

關黃柏

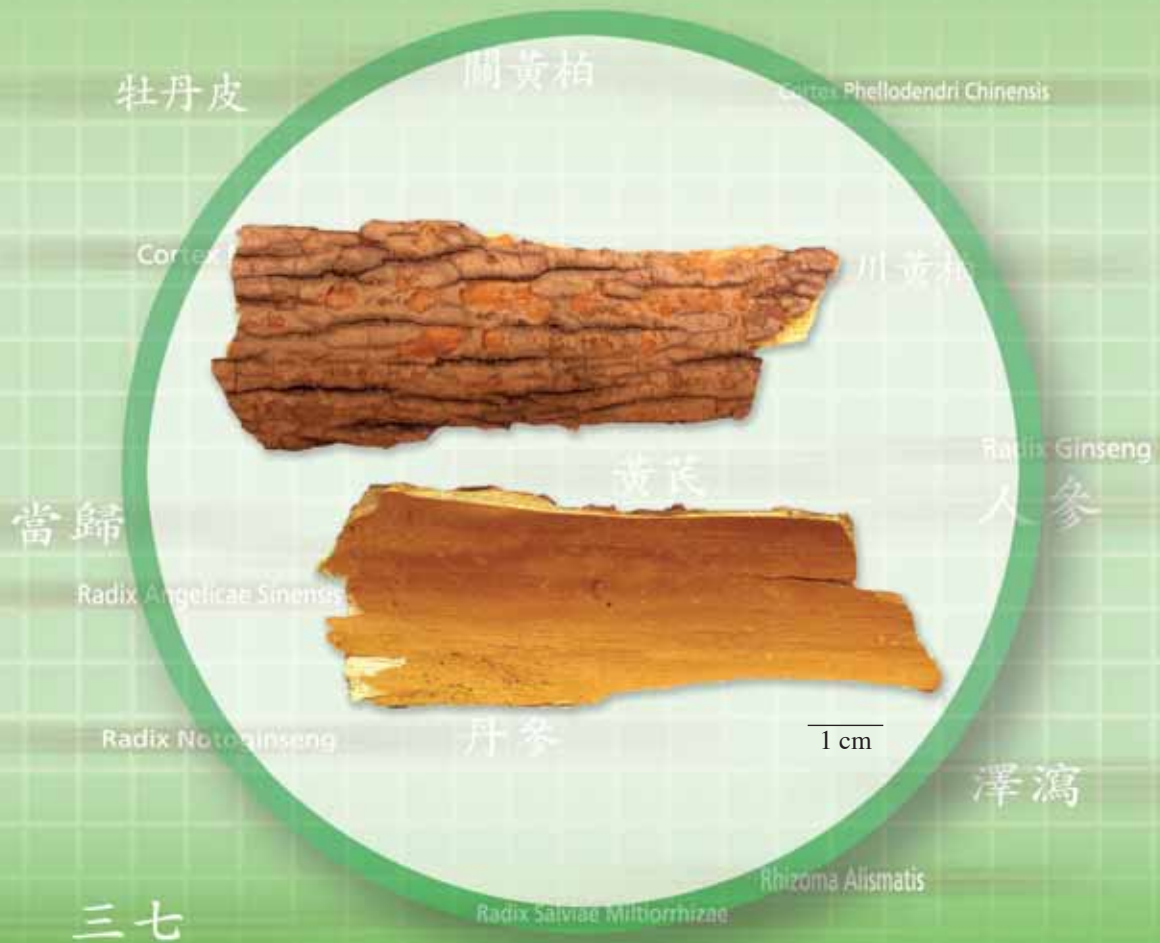


圖5 關黃柏外觀圖

1. 名稱

藥材正名: Cortex Phellodendri Amurensis

中文名: 關黃柏

漢語拼音名: Guanhuangbo

2. 來源

本品為芸香科植物黃檗 *Phellodendron amurense* Rupr. 的乾燥樹皮。於秋季剝取樹皮後，除去粗皮，曬乾。

3. 性狀

樹皮呈板片狀或淺槽狀，長寬不一，厚2－8 mm。外表面較平坦，呈棕黃色或淡棕黃色，偶有殘存的灰褐色粗皮。內表面黃色或黃褐色，具縱稜紋。體輕，質硬，斷面纖維性，黃色、呈裂片狀分層。氣微，味甚苦，嚼之有黏性。(圖5)

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層殘留者為數列木栓細胞。皮層薄壁細胞可至14列。石細胞稀少，散在皮層。韌皮部射綫寬1－5列細胞，稍彎曲。韌皮纖維常成束，斷續排列成若干層帶。粘液細胞類圓形或橢圓形，散在。草酸鈣方晶直徑可達39 μm，多分佈於皮層及韌皮部的薄壁細胞中。(圖6)

粉末

粉末呈黃色或黃棕色。石細胞類圓形，紡錘形或形狀不規則，單個散離或成群，一些呈分枝狀，枝端銳尖，壁厚，層紋較明顯，直徑約11－94 μm，有的長約至260 μm，偏光顯微鏡下呈多彩狀。纖維黃色或淡黃色，常成

束，壁厚，胞腔綫形，周圍的薄壁細胞中含草酸鈣方晶，形成晶纖維，偏光顯微鏡下呈多彩狀。草酸鈣方晶直徑約至 39 μm 。篩管分子端壁傾斜，可見複篩板。(圖 7)

4.2 理化鑒別

試藥

碘化鉍鉀試液

取鹼式硝酸鉍 0.85 g，加醋酸 10 mL 與水 40 mL 溶解後，加 40% (w/v) 碘化鉀溶液 20 mL。

操作程序

取本品粉末 1.0 g，置 100-mL 錐形瓶中，加乙醇 10 mL 與鹽酸 2 滴，超聲處理 30 分鐘。濾過，濾液滴加 10% (w/v) 碳酸鈉溶液，調 pH 約至 7。再濾過，取中性的濾液 1 mL 置試管中，在水浴上蒸乾，放冷至室溫。殘渣溶解於 3% (v/v) 稀鹽酸 2 mL 中。取供試品溶液 0.5 mL 置試管中，加碘化鉍鉀試液 3 – 5 滴，生成橘紅色沉澱。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

鹽酸小檗鹼對照品溶液

取鹽酸小檗鹼 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

鹽酸巴馬汀對照品溶液

取鹽酸巴馬汀 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

展開劑

製備正丁醇 - 水 - 冰醋酸 (4:1:1.5, v/v) 的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 100-mL 錐形瓶中，加甲醇 20 mL，超聲處理 30 分鐘。濾過，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣加 2 mL 甲醇溶解，即得。

關黃柏

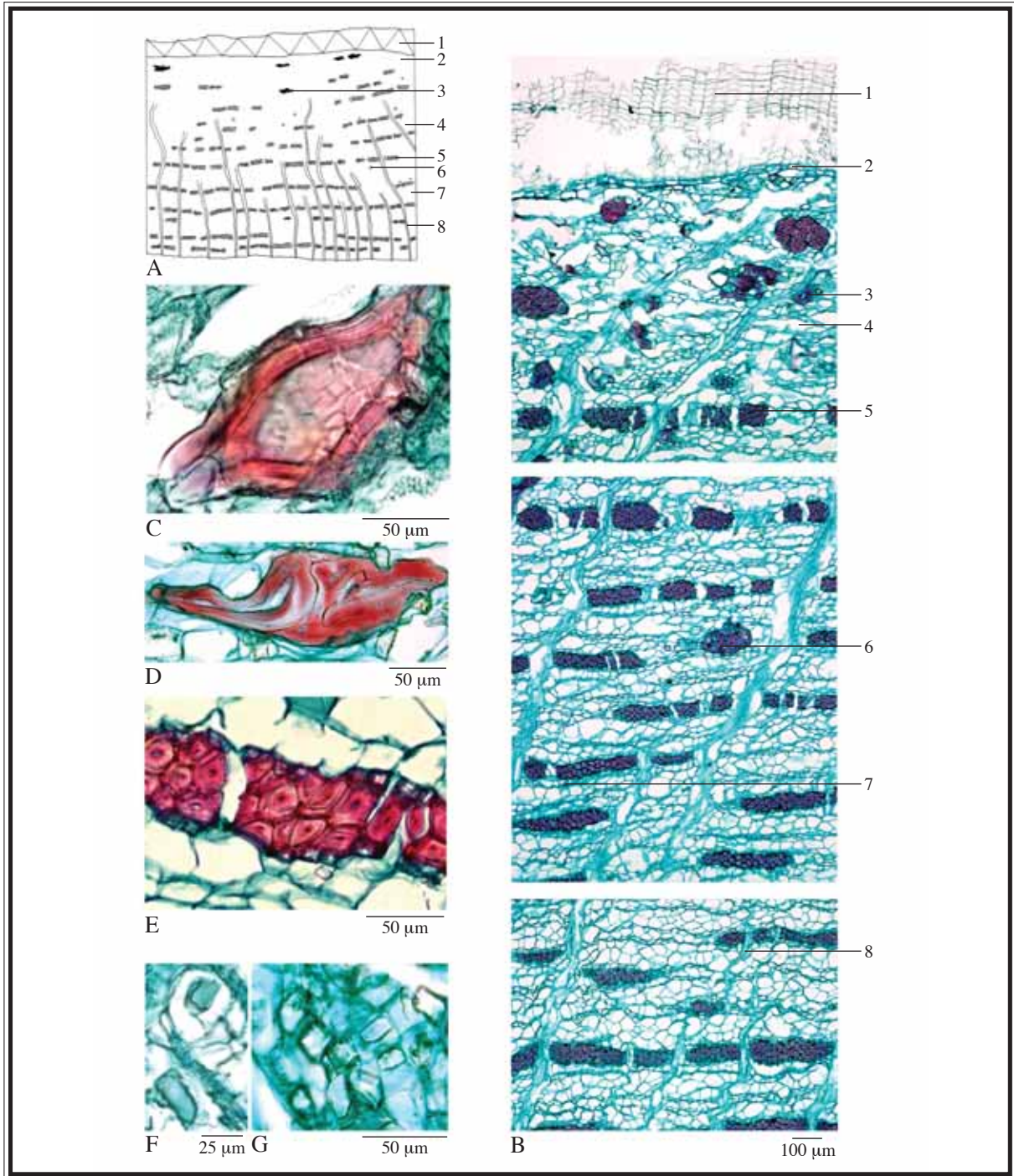


圖6 關黃柏橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 單個石細胞 D. 一組石細胞 E. 韌皮纖維 F. 粘液細胞
G. 草酸鈣方晶

1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 韌皮部 5. 韌皮纖維 6. 粘液細胞
7. 草酸鈣方晶 8. 韌皮射綫

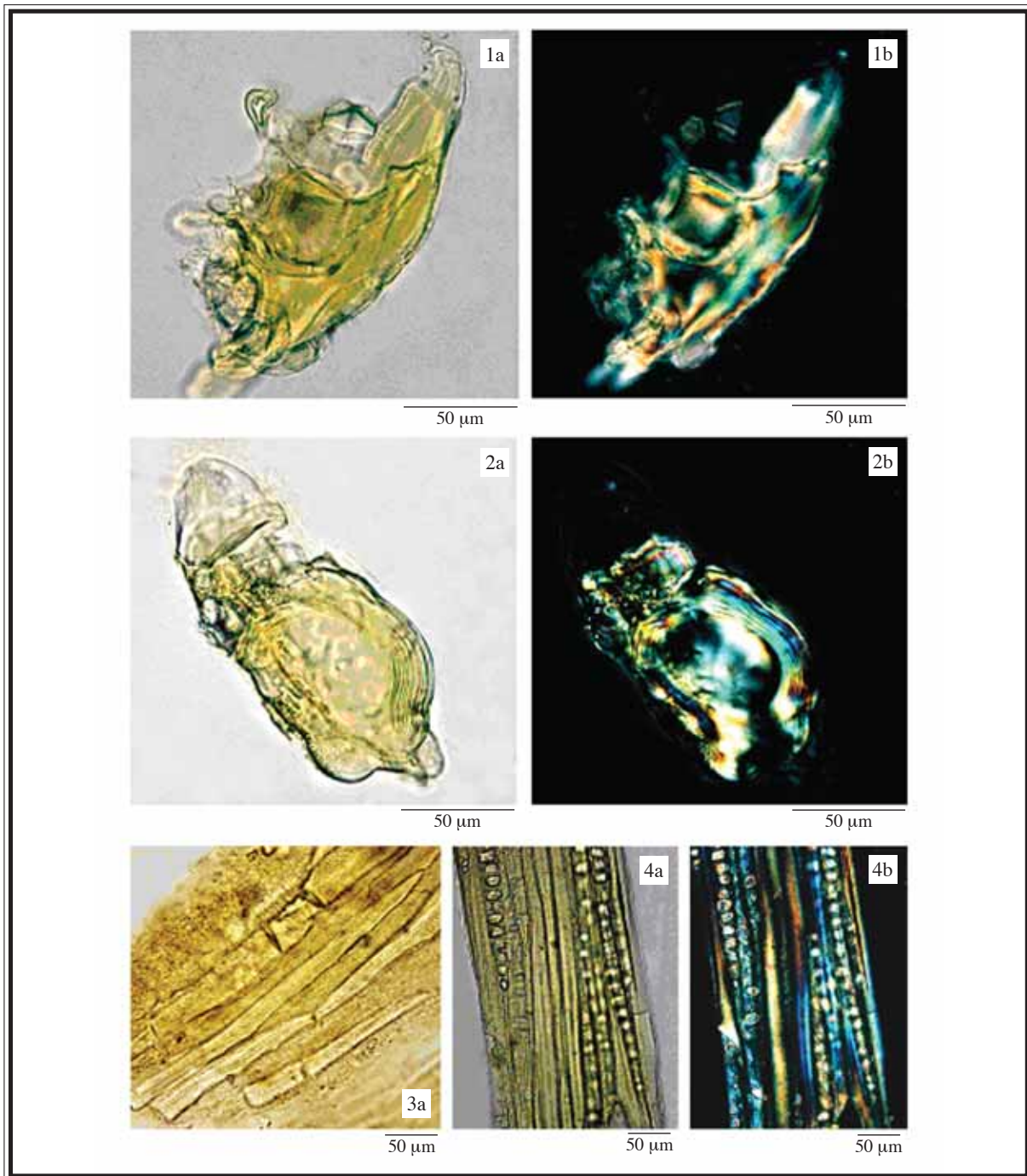


圖 7 關黃柏粉末顯微特徵圖

1. 不規則形狀石細胞 2. 類圓形石細胞 3. 篩管 4. 晶纖維

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

操作程序

照薄層色譜法 [附錄IV(A)] 進行。分別吸取鹽酸小檗鹼、鹽酸巴馬汀對照品溶液和供試品溶液各1 μL ，點於同一高效硅膠F₂₅₄薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光 (365 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

鹽酸小檗鹼對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

取鹽酸小檗鹼 4.0 mg，溶解於 4 mL 甲醇中。

鹽酸小檗鹼對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

吸取鹽酸小檗鹼對照品儲備液 0.5 mL，置 5-mL 量瓶中，加甲醇至刻度。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，精密加甲醇 10 mL，稱定重量。超聲處理 30 分鐘，再稱重，必要時用甲醇補足減失的重量。混勻，離心 5 分鐘 (約 3000 x g)。用 0.45- μm 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 346 nm；3.9 x 300 mm 十八烷基鍵合硅膠 (4 μm) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	0.1% 三氟醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 48	100 → 50	0 → 50	綫性梯度
48 – 55	50 → 0	50 → 100	綫性梯度
55 – 60	0	100	等度

系統適用性要求

吸取鹽酸小檗鹼對照品溶液 *Std-FP* 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：鹽酸小檗鹼峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；鹽酸小檗鹼峰保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按鹽酸小檗鹼峰計算應不低於 50,000。

供試品測試中1號峰與2號峰(圖8)之間的分離度應不低於1.0。

操作程序

分別吸取鹽酸小檗鹼對照品溶液 *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* 色譜圖中鹽酸小檗鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中6個特徵峰(圖8)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中鹽酸小檗鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品色譜圖中鹽酸小檗鹼峰。二色譜圖中鹽酸小檗鹼峰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。

關黃柏提取液的6個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表4。

表4 關黃柏提取液6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	0.46	± 0.03
2	0.47	± 0.03
3	0.57	± 0.03
4 (鹽酸藥根鹼)	0.88	± 0.03
5 (鹽酸巴馬汀)	0.97	± 0.03
6 (指標成份峰，鹽酸小檗鹼)	1.00	-

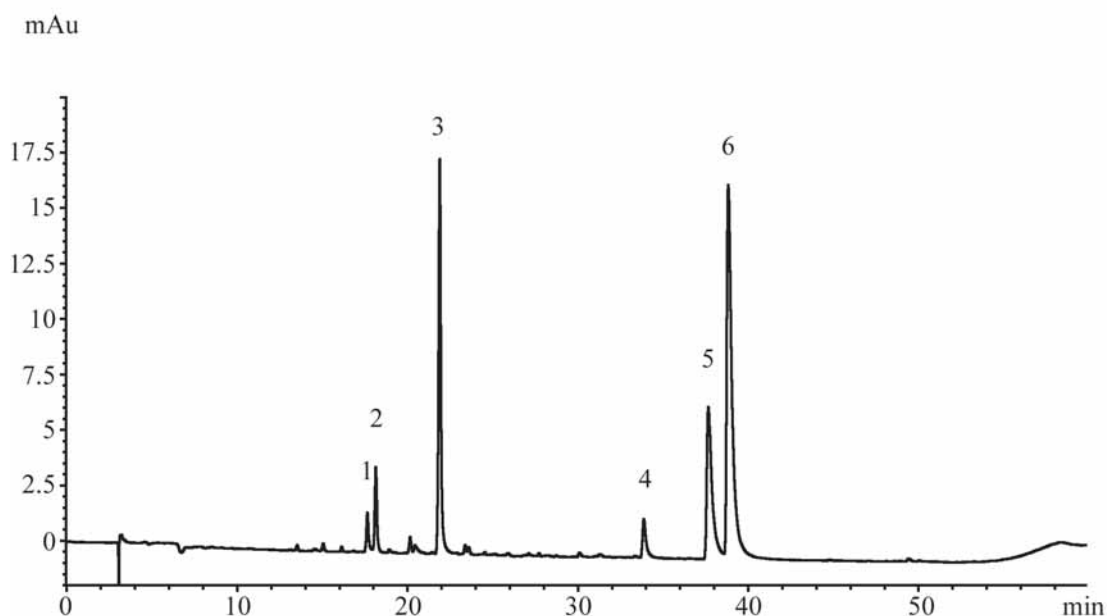


圖8 關黃柏提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜 (圖8) 相對保留時間範圍內一致的6個特徵峰。

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 XIV)：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8.5%。
- 酸不溶性灰分：不多於1.0%。
- 5.7 水分 (附錄 X)：不多於11.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

- 水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於9.0%。
- 醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於12.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B) 進行。

對照品溶液

鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品儲備液 Std-Stock (各1000 mg/L)

精密稱取鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀各10.0 mg，溶解於10 mL 甲醇中。

鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含

鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀對照品各分別為1、10、100、200、400 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，精密加甲醇 10 mL，稱定重量。超聲處理 30 分鐘，再稱重，必要時用甲醇補足減失的重量。混勻，離心 5 分鐘（約 3000 x g）。用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

液相色譜：檢測波長 346 nm；3.9 x 300 mm 十八烷基鍵合硅膠 (4 μ m) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	0.1% 三氟醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 20	90 → 10	10 → 90	綫性梯度

系統適用性要求

將鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品溶液 *Std-AS* (各為 200 mg/L) 5 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：鹽酸小檗鹼與鹽酸巴馬汀峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；鹽酸小檗鹼與鹽酸巴馬汀峰保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按鹽酸小檗鹼與鹽酸巴馬汀峰計算均應不低於 30,000。

供試品測試中鹽酸小檗鹼峰與臨近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀系列混合對照品溶液 *Std-AS* 每次 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品溶液的濃度與相應峰面積作圖，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 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中二成份保留時間比較，鑒定供試品色譜圖中鹽酸小檗鹼與鹽酸巴馬汀峰。二色譜圖中鹽酸小檗鹼與鹽酸巴馬汀相應峰保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV(B) 公式計算供試品溶液中鹽酸小檗鹼與鹽酸巴馬汀的濃度 (mg/L)，並計算樣品中鹽酸小檗鹼與鹽酸巴馬汀的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含小檗鹼[以鹽酸小檗鹼 ($C_{20}H_{18}NO_4Cl$) 計]不少於 0.33%；
 巴馬汀[以鹽酸巴馬汀 ($C_{21}H_{22}NO_4Cl$) 計]不少於 0.18%。