

# 當歸



圖13 當歸外觀圖

## 1. 名稱

藥材正名: Radix Angelicae Sinensis

中文名: 當歸

漢語拼音名: Danggui

## 2. 來源

本品為傘形科植物當歸 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 的乾燥根。一般生長 2 年後於秋末採挖，除去莖、葉鞘、鬚根及泥沙，待水分稍蒸發後，捆成小把，上棚，用煙火慢慢燙乾。

## 3. 性狀

根略呈圓柱形，外皮黃棕色至棕褐色，有縱皺紋及橫長皮孔。根上端稱 "歸頭"，主根稱 "歸身"，支根稱 "歸尾"，全體稱 "全歸"。根頭(歸頭)直徑 15 – 40 mm，具環紋，上端圓鈍，有紫色或黃綠色的莖及葉鞘的殘基。主根粗短；下部有多條支根，上粗下細，多扭曲，有少數鬚根痕。質柔韌，斷面黃白色或淡黃棕色。皮部厚，有棕色油點。木質部色較淡，具放射狀紋理。形成層呈黃棕色環狀。根頭的中心通常有髓和空腔。香氣濃郁，味甘、辛、微苦。(圖13)

## 4. 鑑別

### 4.1 顯微鑑別 (附錄 III)

#### 橫切面

木栓層為 5 – 16 層細胞。皮層 4 – 10 層細胞，有少數油室散在。韌皮部寬廣，多裂隙；油室類圓形，直徑 16 – 460  $\mu\text{m}$ ，外側較大，向內漸小，周圍分泌細胞 5 – 22 個；韌皮射線寬 5 – 10 列細胞。形成層成環。木質部多裂隙；射線寬 3 – 10 列細胞；導管單個散在或 2 – 5 個相聚，成放射狀排列。(圖14)

## 粉末

淡黃棕色。木栓細胞淡黃色，表面觀呈類多角形，大小不一。油室多為碎片，淡黃色，直徑16–460  $\mu\text{m}$ ，有時內含油滴或油塊狀物。導管主為環紋，梯紋及網紋導管。韌皮薄壁細胞紡錘形，壁略厚，表面有極細微的斜向交錯紋理，有時可見菲薄的橫隔。澱粉粒多單粒，類球形，偏光顯微鏡下呈黑十字狀。(圖15)

## 4.2 理化鑑別

### 操作程序

取本品粉末0.2 g，置試管中，加70% 乙醇2 mL。超聲處理60分鐘，靜置。用毛細管將上清液點於濾紙上，置紫外光(254 nm)下檢視，顯藍色螢光斑點。

## 4.3 薄層色譜鑑別 [附錄 IV(A)]

### 4.3.1 脂溶性成分薄層色譜鑑別

#### 對照品溶液

##### Z-藁本內酯對照品溶液

取Z-藁本內酯1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

#### 展開劑

製備正己烷 - 醋酸乙酯(5:1, 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離心管中，加乙醚10 mL，密塞。放2小時，間中振搖。離心10分鐘(約1200  $\times g$ )。取上清液轉移於另一試管中，在低於50 °C的溫水浴上蒸乾。殘渣溶解於1 mL醋酸乙酯中，即得。

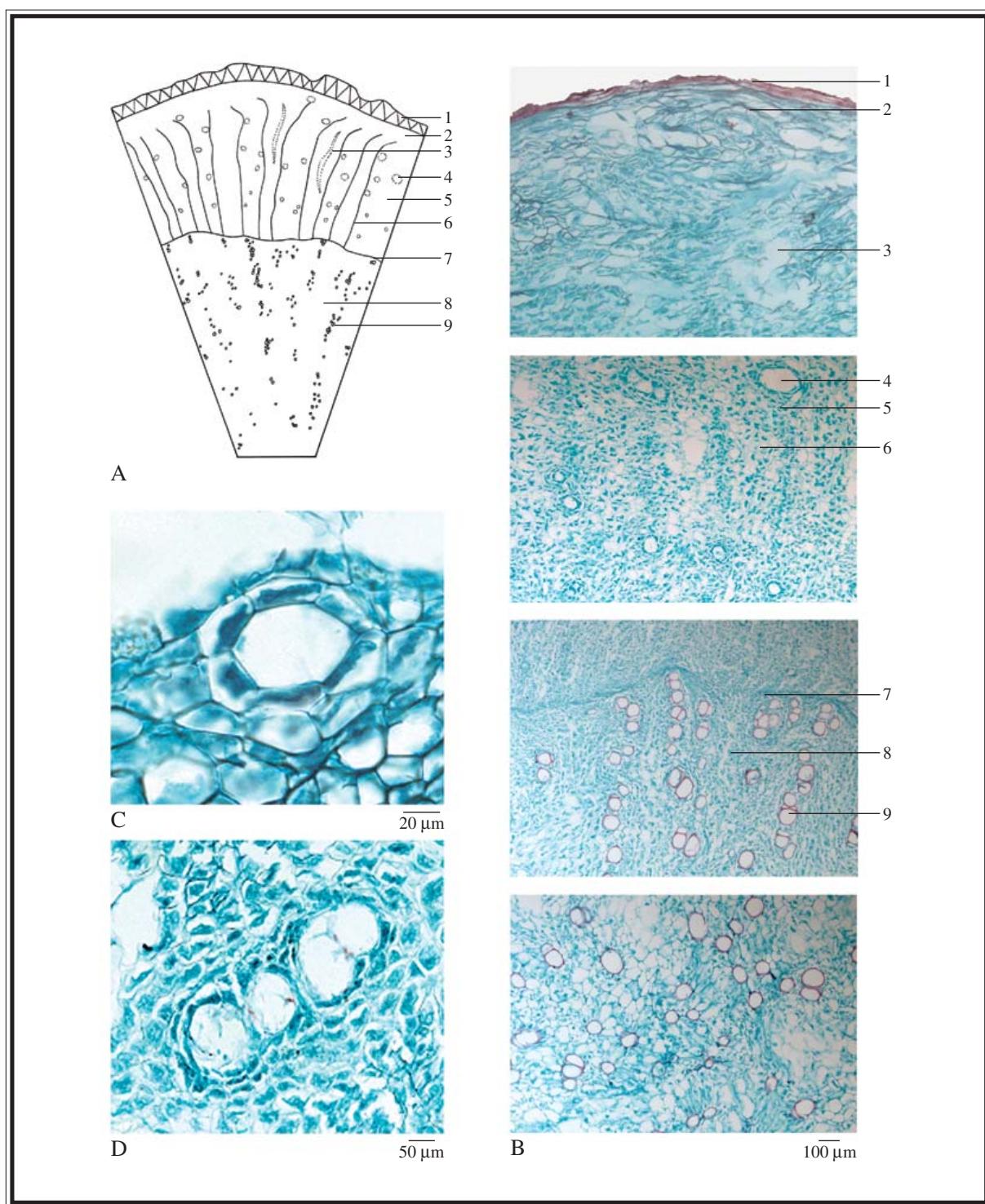


圖 14 當歸橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 單個油室 D. 一組油室

1. 木栓層
2. 皮層
3. 裂隙
4. 油室
5. 韌皮部
6. 韌皮射線
7. 形成層
8. 木質部射線
9. 木質部

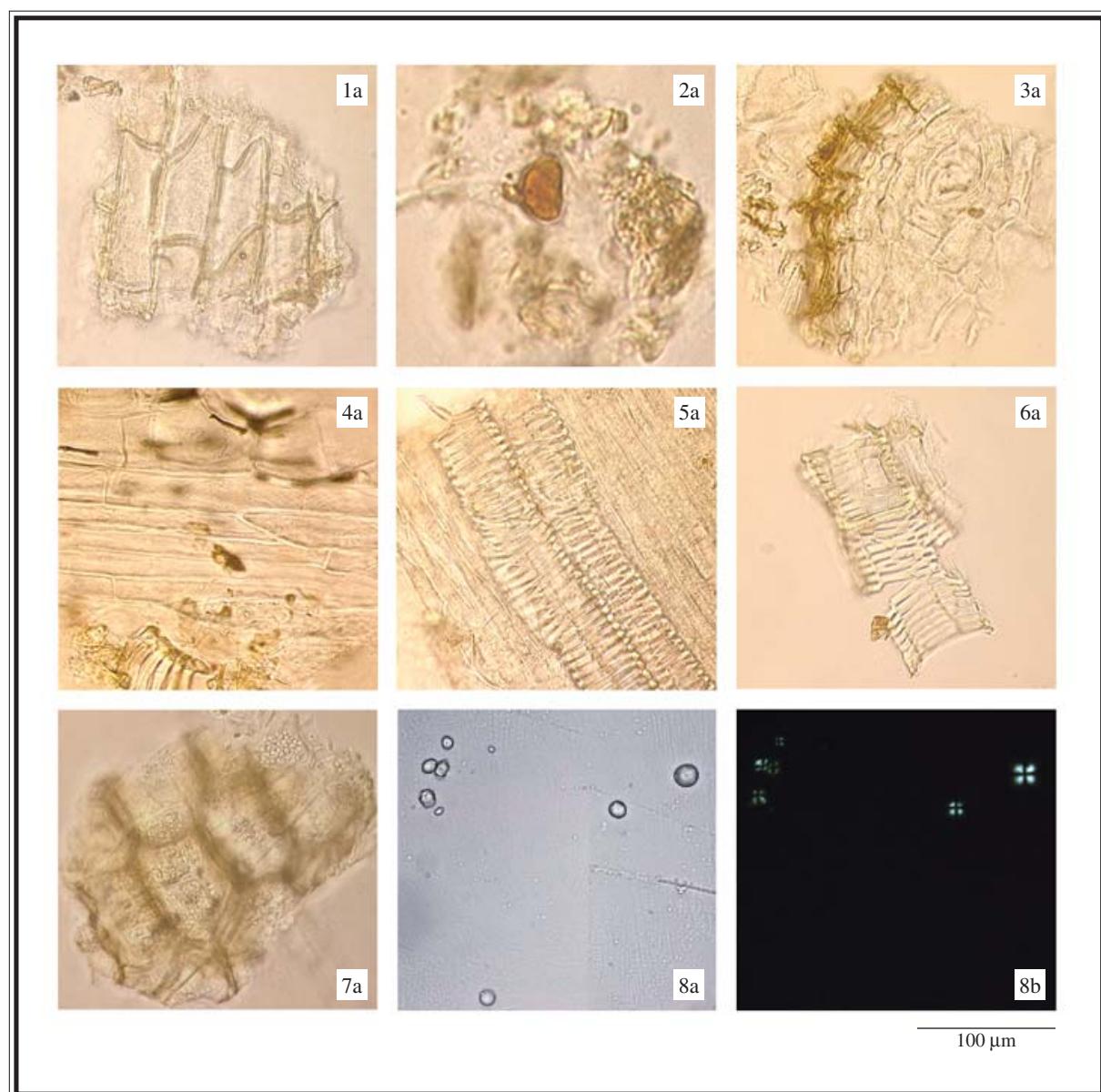


圖15 當歸粉末顯微特徵圖

1. 木栓細胞
2. 油室分泌物
3. 油室
4. 韌皮薄壁細胞
5. 一束網紋導管
6. 單個梯紋導管
7. 薄壁細胞中的澱粉粒
- 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Z-藁本內酯對照品溶液和供試品溶液各4  $\mu$ L，點於同一高效硅膠F<sub>254</sub> 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 8 cm。取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約110 °C加熱約10分鐘，置紫外光(366 nm)下檢視，並計算  $R_f$  值。

供試品色譜應顯出與Z-藁本內酯色澤相同、 $R_f$ 值相應的特徵斑點或條帶。

#### 4.3.2 水溶性成分薄層色譜鑑別

##### 對照品溶液

###### 阿魏酸對照品溶液

取阿魏酸 0.5 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

##### 展開劑

製備氯仿 - 醋酸乙酯 - 甲酸 (10:5:0.5, 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 2.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，混合。超聲處理 30 分鐘。離心 10 分鐘(約 1200  $\times g$ )。取上清液轉移於圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣加水 20 mL，水溶液以正己烷提取 2 次，每次 20 mL，棄去正己烷層。水層加 2 M 鹽酸調 pH 值至 2，加乙醚提取 3 次，每次 10 mL。合併乙醚提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣加醋酸乙酯 0.5 mL 溶解，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄IV(A)] 進行。分別吸取阿魏酸對照品溶液和供試品溶液各4  $\mu$ L，點於同一高效硅膠F<sub>254</sub> 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 8.5 cm。取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約110 °C加熱約10分鐘。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算  $R_f$  值。

供試品色譜應顯出與阿魏酸色澤相同、 $R_f$  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

Z-藁本內酯對照品溶液 *Std-FP* (400 mg/L)

取 Z-藁本內酯 10.0 mg，溶解於 25 mL 乙腈中。置於約 -10 °C 處，避光儲存。

##### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，精密加甲醇 - 甲酸混合溶劑 (95:5, v/v) 25 mL，稱定重量。超聲處理 100 分鐘，再稱重，必要時用上述混合溶劑補足減失的重量。混勻，離心 5 分鐘 (約 540 x g)。用 0.2-μm 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

##### 色譜系統

液相色譜：檢測波長 280 nm；4.6 x 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 填充柱；柱溫 30 °C；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	水 - 醋酸(99:1, v/v) (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 18	81	19	等度
18 - 60	81 → 0	19 → 100	綫性梯度

##### 系統適用性要求

吸取 Z-藁本內酯對照品溶液 *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：Z-藁本內酯峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；Z-藁本內酯峰保留時間相對標準偏差應不大於 3.0%；理論塔板數按 Z-藁本內酯峰計算應不低於 300,000。

供試品測試中 Z-藁本內酯峰與相鄰 3 號峰 (圖 16) 之間的分離度應不低於 2.0。

##### 操作程序

分別吸取 Z-藁本內酯對照品溶液 *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 Z-藁本內酯

牡丹皮

Cortex Moutan

當歸

關黃柏

Cortex Phellodendri Amurensis

川黃柏

當歸

Radix Angelicae Sinensis

Radix As

峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰（圖 16）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 Z-藁本內酯峰的保留時間比較，鑒定供試品色譜圖中 Z-藁本內酯峰。二色譜圖中 Z-藁本內酯峰保留時間相差應不大於 3.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

當歸提取液的 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 6。

表 6 當歸提取液 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 (阿魏酸)	0.32	± 0.03
2	0.86	± 0.03
3	0.97	± 0.03
4 (指標成份峰，Z-藁本內酯)	1.00	-

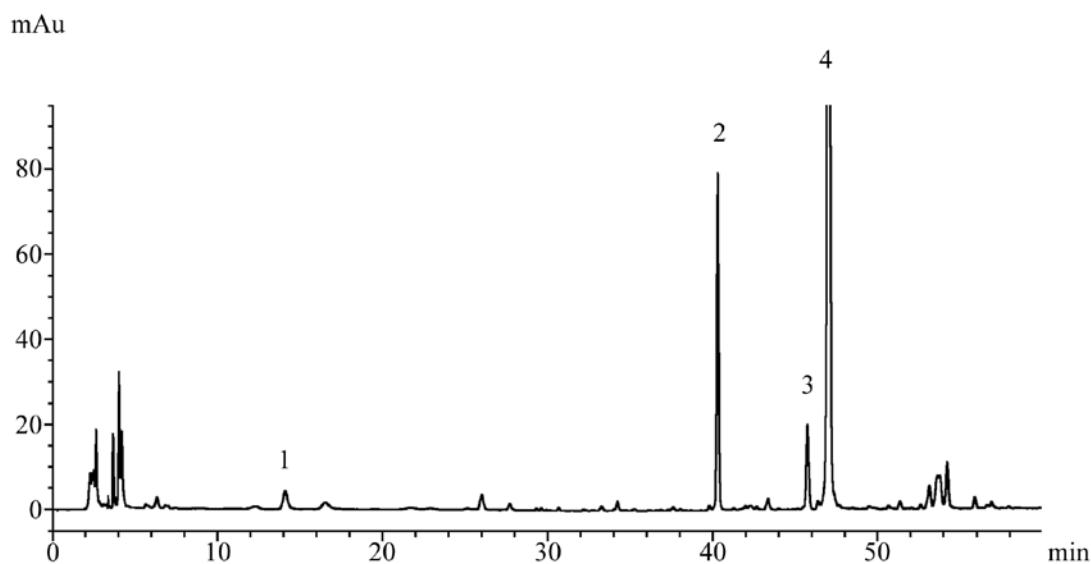


圖 16 當歸提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜（圖 16）相對保留時間範圍內一致的 4 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 6.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

- 5.7 水分 (附錄 X)：不多於 13.0%。

## 6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 48.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 55.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV(B) 進行。

### 對照品溶液

Z-藁本內酯對照品儲備液 *Std-Stock* ( $1000 \text{ mg/L}$ )

精密稱取 Z-藁本內酯  $25.0 \text{ mg}$ ，溶解於  $25 \text{ mL}$  乙腈中。置於約  $-10^\circ\text{C}$  處，避光儲存。

Z-藁本內酯對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取 Z-藁本內酯對照品儲備液適量，以乙腈稀釋製成含 Z-藁本內酯分別為  $10$ 、 $150$ 、 $250$ 、 $350$ 、 $500 \text{ mg/L}$  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，精密加甲醇 25 mL，稱定重量。超聲處理 100 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 540 × g）。用 0.2-μm 微孔濾膜（PTFE）濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：檢測波長 350 nm；4.6 × 150 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；流速約 1.0 mL/min；流動相為乙腈 - 水 (6:4, v/v) 的混合溶液。

### 系統適用性要求

將 Z-藁本內酯對照品溶液 *Std-AS* (250 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：Z-藁本內酯峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；Z-藁本內酯峰保留時間相對標準偏差應不大於 3.0%；理論塔板數按 Z-藁本內酯峰計算應不低於 5,000。

供試品測試中 Z-藁本內酯峰與臨近峰之間的分離度應不低於 1.5。

### 標準曲線

將 Z-藁本內酯系列對照品溶液 *Std-AS* 每次 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以 Z-藁本內酯對照品溶液濃度與相應峰面積作圖，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 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與 Z-藁本內酯對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 Z-藁本內酯峰。二色譜圖中 Z-藁本內酯相應峰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 Z-藁本內酯的濃度 (mg/L)，並計算樣品中 Z-藁本內酯的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含 Z-藁本內酯 ( $C_{12}H_{14}O_2$ ) 不少於 0.60%。