

黃藥子



圖 1 黃藥子外觀圖

- A. 黃藥子
- B. 切面放大圖(可見斷面顆粒狀)
- C. 切面放大圖(可見橙黃色麻點)

1. 名稱

藥材正名：Dioscoreae Bulbiferae Rhizoma

中文名：黃藥子

漢語拼音：Huangyaozi

2. 來源

本品為薯蕷科植物黃獨 *Dioscorea bulbifera* L. 的塊莖。秋季採收，除去鬚根及殘留莖葉，洗淨，趁鮮切片，曬乾。

3. 性狀

本品多為橫切厚片，圓形或近圓形，直徑 14-143 mm，厚 0.1-1.9 cm。栓皮易剝落，表面棕黑色，皺縮，有眾多白色、點狀突起的鬚根痕，偶見彎曲殘留的鬚根。切面黃白色至黃棕色，平坦或凹凸不平。質堅脆，斷面顆粒狀，並散有橙黃色麻點。氣微，味苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

木栓層由數列細胞組成，排列緊密，壁較厚，微木化。石細胞斷續排列成環。近外方的基本組織有分泌道。基本組織薄壁細胞排列疏鬆，含有大量澱粉粒。黏液細胞眾多，含草酸鈣針晶。維管束少量，外韌型，散在(圖 2)。

Tamaricis Cacumen
西河柳

大血藤
Sargentodoxae Caulis

紅早蓮
Hyperici Ascyri Herba

Deinagkistrodon (Agkistrodon)
蕘蛇

Fici Pumilae Receptaculum
廣東王不留行

紫萁貫眾
Osmundae Rhizoma

野老鸛草
Geranii Caroliniani Herba

Polygonati Rhizoma
黃精

巴豆(生)
Crotonis Fructus (unprocessed)

Valerianae Radix et Rhizoma
纈草

Impatientis Caulis
鳳仙透骨草

Catharanthi Rosei Herba
長春花

黃藥子

粉末

棕黃色或灰黃色。澱粉粒眾多，單個散在或成群，多為單粒，長圓形，卵圓形、不規則三角形，直徑 6-82 μm ，臍點狀或星狀，位於較小一端，多數不明顯；偏光顯微鏡下呈黑十字狀。草酸鈣針晶常存在於黏液細胞中，長 14-122 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。石細胞淡黃色至棕黃色，單個散在或 2-5 個成群，長卵圓形、卵圓形、近梭形或形狀不規則，層紋可見，孔溝明顯；偏光顯微鏡下呈黃白色。導管主要為網紋導管和螺紋導管，直徑 8-40 μm 。木栓細胞偶見，類多角形或類矩形，壁微增厚。分泌道多破碎，含紅棕色分泌物(圖 3)。

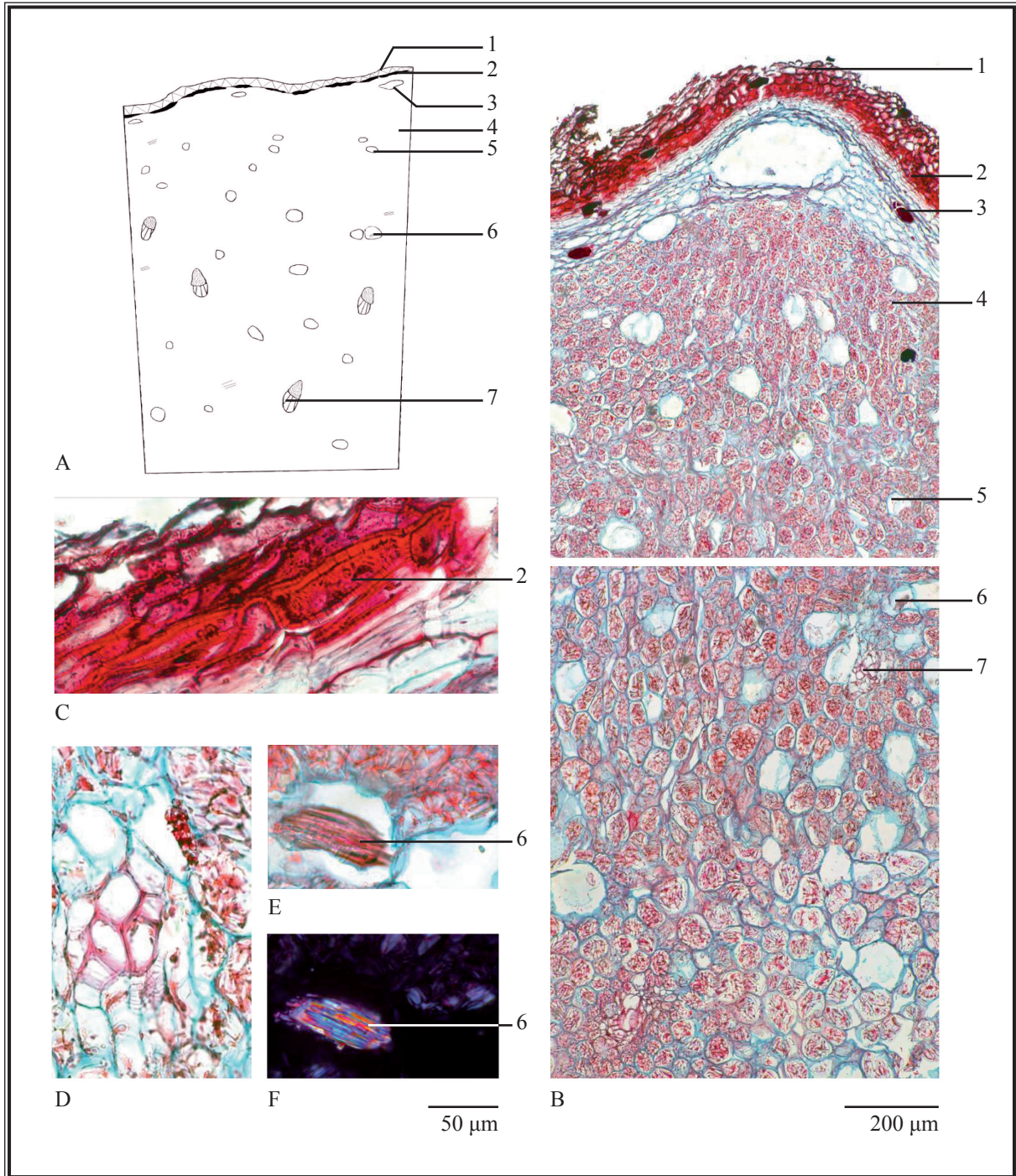


圖 2 黃藥子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞 D. 維管束
E. 草酸鈣針晶(光學顯微鏡下) F. 草酸鈣針晶(偏光顯微鏡下)

1. 木栓層 2. 石細胞 3. 分泌道 4. 基本組織 5. 黏液細胞
6. 草酸鈣針晶 7. 維管束

Tamaricis Cacumen
西河柳
Geranii Caroliniani Herba
野老鸛草

大血藤
Sargentodoxae Caulis
Polygonati Rhizoma
黃精

紅早蓮
Hyperici Ascyri Herba

巴豆(生)
Crotonis Fructus (unprocessed)

Deinagkistrodon (Agkistrodon)
蕘蛇

Valerianae Radix et Rhizoma
纈草

Fici Pumilae Receptaculum
廣東王不留行

Impatientis Caulis
鳳仙透骨草

紫萁貫眾
Osmundae Rhizoma
長春花
黃藥子
Catharanthi Rosei Herba

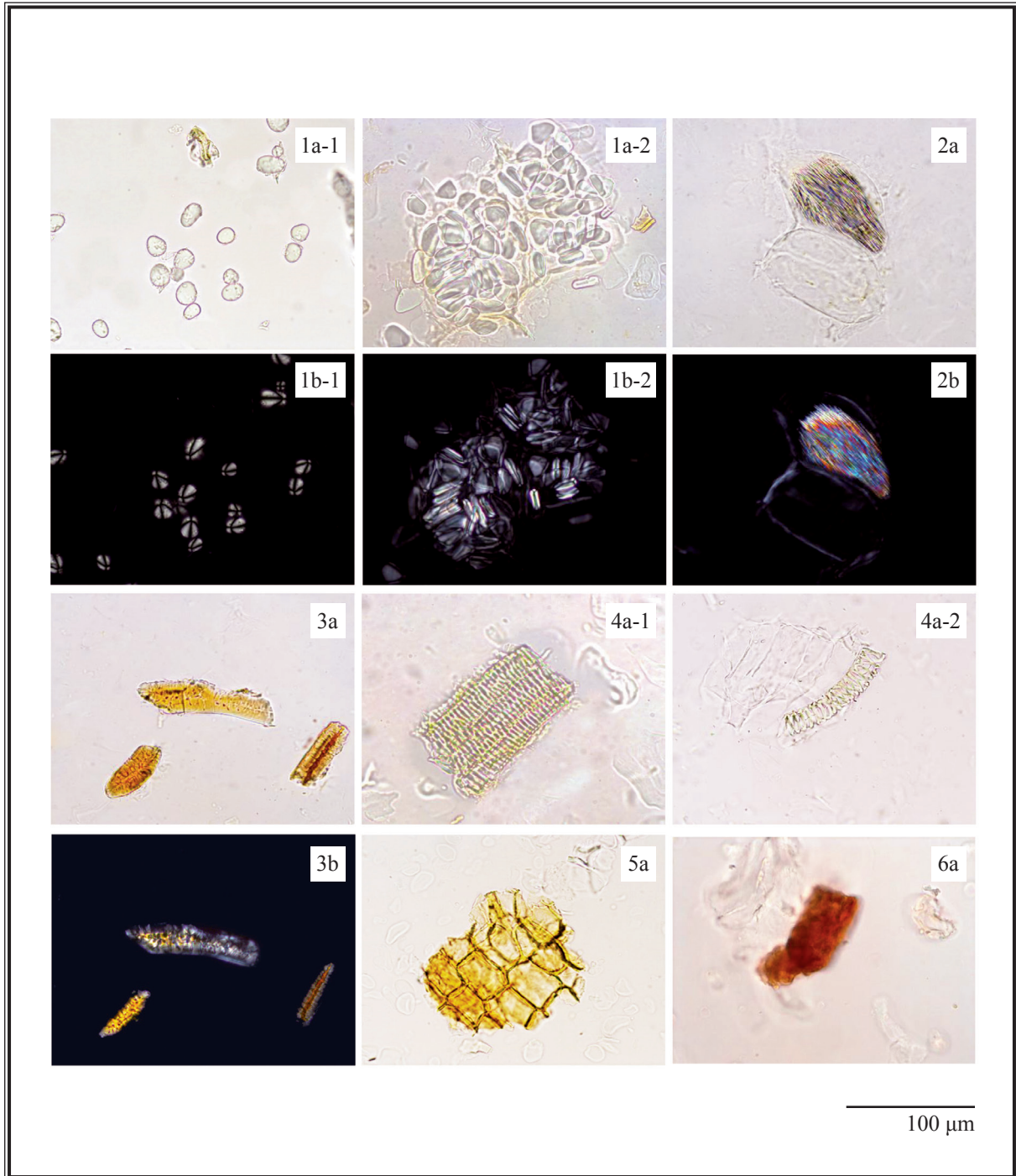


圖 3 黃藥子粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒(1-1 單個散在，1-2 成群) 2. 黏液細胞含草酸鈣針晶
 3. 石細胞 4. 導管(4-1 網紋導管，4-2 螺紋導管) 5. 木栓細胞 6. 分泌道
- 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

黃藥子素 B 對照品溶液

取黃藥子素 B 對照品 (圖 4) 0.5 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯 — 甲醇 (10:0.5, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中，溶解香草醛 10 g。

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 (300 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 1 mL 甲醇，用 0.45- μ m 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。分別吸取黃藥子素 B 對照品溶液 3 μ L 和供試品溶液 2 μ L，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 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 3 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

Tamaricis Cacumen
西河柳

大血藤
Sargentodoxae Caulis

紅早蓮
Hyperici Ascyri Herba

Deinagkistrodon (Agkistrodon)
蕲蛇

Fici Pumilae Receptaculum
廣東王不留行

紫萁貫眾
Osmundae Rhizoma

野老鸛草
Geranii Caroliniani Herba

Polygonati Rhizoma
黃精

巴豆(生)
Crotonis Fructus (unprocessed)

Valerianae Radix et Rhizoma
纈草

Impatientis Caulis
鳳仙透骨草

Catharanthi Rosei Herba
長春花

黃藥子

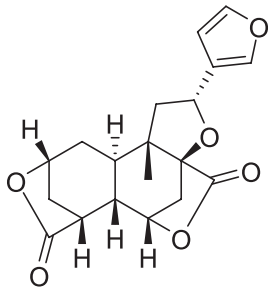


圖 4 黃藥子素 B 化學結構式

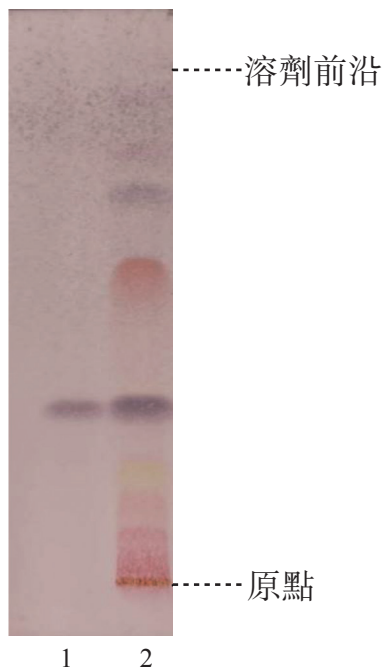


圖 5 黃藥子提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 黃藥子素 B 對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與黃藥子素 B 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

黃藥子素 B 對照品溶液 Std-FP (100 mg/L)

取黃藥子素 B 對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

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(300 W)處理 1 小時。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，重複提取 1 次，合併濾液。殘渣用適量甲醇洗滌，合併提取液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 20-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，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(5 μ m)填充柱；柱溫 30°C；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)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 25	95 → 80	5 → 20	綫性梯度
25 – 40	80 → 50	20 → 50	綫性梯度
40 – 50	50	50	等度

系統適用性要求

吸取黃藥子素 B 對照品溶液 Std-FP 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：黃藥子素 B 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；黃藥子素 B 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按黃藥子素 B 峰計算應不低於 380000。

供試品測試中 3 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5(圖 6)。

操作程序

分別吸取黃藥子素 B 對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中黃藥子素 B 峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 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 色譜圖中黃藥子素 B 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中黃藥子素 B 峰。二色譜圖中黃藥子素 B 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。

黃藥子提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 黃藥子提取液 3 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	0.50	± 0.03
2	0.57	± 0.03
3 (指標成份峰，黃藥子素 B)	1.00	-

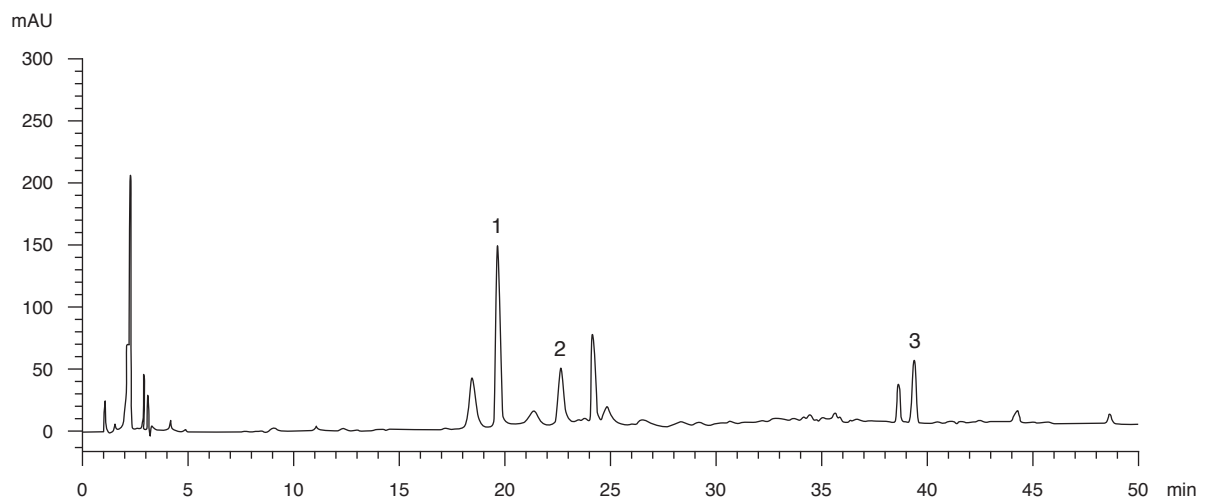


圖 6 黃藥子提取液對照指紋圖譜

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 3 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 4.5%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 15.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 8.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 5.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

黃藥子素 B 對照品儲備液 *Std-Stock* (400 mg/L)

精密稱取黃藥子素 B 對照品 4.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

黃藥子素 B 對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取黃藥子素 B 對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含黃藥子素 B 分別為 3、25、100、200、300 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 20 mL，超聲(300 W)處理 1 小時。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，重複提取 1 次，合併濾液。殘渣用適量甲醇洗滌，合併提取液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 20-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，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(5 μ m)填充柱；柱溫 30°C；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 25	95 → 80	5 → 20	綫性梯度
25 – 40	80 → 50	20 → 50	綫性梯度
40 – 50	50	50	等度

系統適用性要求

將黃藥子素 B 對照品溶液 *Std-AS* (100 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：黃藥子素 B 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；黃藥子素 B 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按黃藥子素 B 峰計算應不低於 380000。

供試品測試中黃藥子素 B 峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 7)。

標準曲綫

將黃藥子素 B 系列對照品溶液 Std-AS 各 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以黃藥子素 B 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 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與黃藥子素 B 對照品溶液 Std-AS 色譜圖中黃藥子素 B 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中黃藥子素 B 峰(圖 7)。二色譜圖中黃藥子素 B 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黃藥子素 B 的濃度(mg/L)，並計算樣品中黃藥子素 B 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含黃藥子素 B ($\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{O}_6$) 不少於 0.082%。

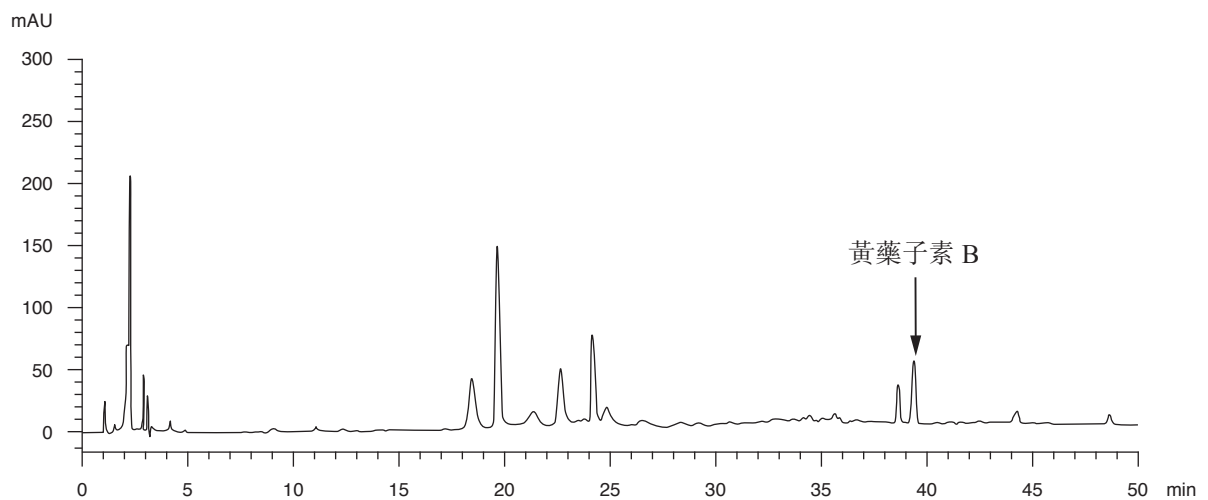


圖 7 黃藥子提取液對照含量測定色譜圖