

廣東土牛膝



圖 1 廣東土牛膝外觀圖

- A. 廣東土牛膝
- B. 根莖切面圖
- C. 根切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Eupatorii Chinensis Radix et Rhizoma

中文名：廣東土牛膝

漢語拼音：Guangdongtuniuxi

2. 來源

本品為菊科植物華澤蘭 *Eupatorium chinense* L. 的乾燥根及根莖。秋季採挖根及根莖，除去泥土，洗淨，曬乾。

3. 性狀

本品根莖粗大，呈結節疙瘩狀，直徑 9-72 mm，上部具數個殘存的莖基，質硬，不易折斷。根眾多，着生於粗壯的根狀莖上呈細長圓柱形，有的稍彎曲，長 1.4-54 cm，直徑 1-5 mm；表面灰棕色、黃棕色或灰黃色，有細微縱皺及稍疏的鬚根痕，偶見橫裂紋；斷面纖維狀，皮部較薄，皮部與木部較易分離，皮部灰棕色、黃棕色或灰黃色；木部寬廣，黃白色，中央可見細小圓形髓。質硬而脆，易折斷。氣香，味微辛、苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

根：表皮由 1 列細胞組成，細胞木栓化，排列緊密，類方形、長方形或形狀不規則，有的內含棕色物。皮層寬廣，薄壁細胞類圓形、橢圓形或多角形。皮層散有石細胞，多單個散在，偶見 2 個成群，類圓形、類方形、長橢圓形或多角形，細胞壁明顯增厚，木化。皮層內側近內皮層處有分泌道斷續排列成環，單個散在或 2-3 個成群，與維管束相對，直徑 30-91 μm。內皮層明顯，由 1 列細胞組成，呈波浪環狀。維管束外韌型，纖維束位於韌皮部外側；韌皮部窄；木質部木化，導管緊密、不規則排列。髓較小，細胞類圓形或多角形 [圖 2(i)]。

Tamaricis Cacumen 西河柳	大血藤 Sargentodoxae Caulis	紅旱蓮 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	Impatiensis Caulis 鳳仙透骨草	Catharanthi Rosei Herba 長春花
				廣東土牛膝	

根莖：表皮由 1 列細胞組成，木栓化，排列緊密，類方形、長方形或形狀不規則，有的內含棕色物。根跡維管束有時可見。皮層極窄，薄壁細胞類圓形、橢圓形或多角形。皮層內側散有石細胞，單個散在或 2-8 個成群，類圓形、類方形、長橢圓形或多角形，細胞壁明顯增厚，木化。纖維成束，斷續成環，多木化。韌皮部在製片過程中容易受損，皮層與形成層之間可見空隙。形成層明顯。木質部寬廣，由導管與木薄壁細胞組成，木化，導管呈放射狀排列，木射線寬 1-7 列細胞，多徑向延長。髓大，薄壁細胞類圓形或多角形，多破裂或中空 [圖 2 (ii)]。

粉末

灰黃色、黃棕色或深棕色。石細胞多見，單個散在或數個成群，淡黃綠色，呈類圓形、類方形、長條形或形狀不規則，長 36-525 μm ，直徑 21-149 μm ，壁極厚，木化，胞腔較窄，壁厚 7-28 μm ，層紋、孔溝及紋孔明顯；周圍及胞腔中有時可見黑棕色至黑色物質；偏光顯微鏡下呈黃白色。纖維長梭形，單個散在或成束，壁稍厚，木化，具少數單紋孔，孔溝明顯，直徑 11-65 μm ；偏光顯微鏡下呈白色或藍白色。菊糖偶見，扇形或形狀不規則，有時可見於薄壁細胞中，具微細放射狀紋理；偏光顯微鏡下呈淡藍白色。分泌道常破碎，內含黃棕色分泌物，棕色團塊物散在。導管多為具緣紋孔導管，直徑 12-150 μm (圖 3)。

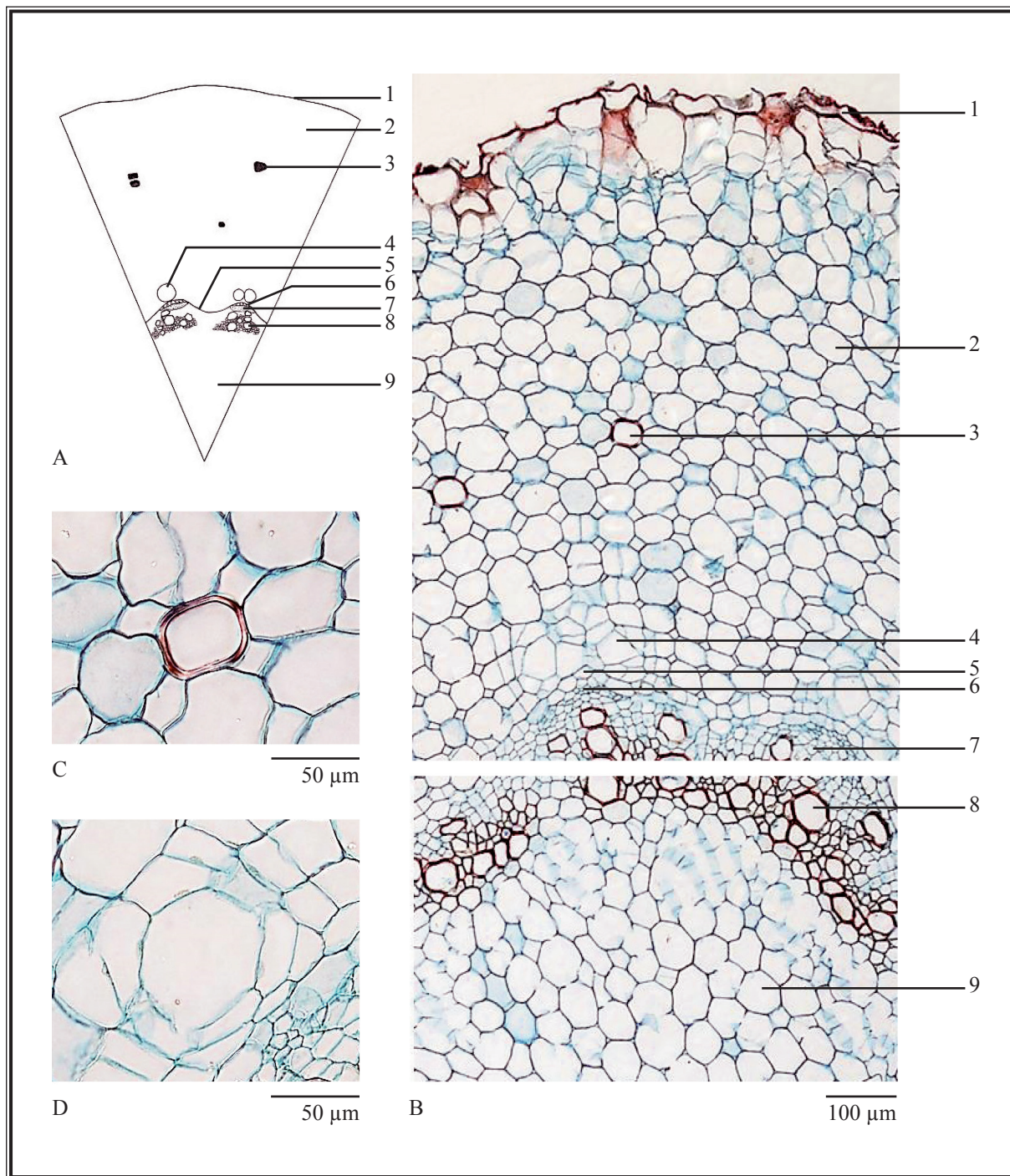


圖 2 (i) 廣東土牛膝根橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞 D. 分泌道

- 1. 表皮 2. 皮層 3. 石細胞 4. 分泌道 5. 內皮層 6. 纖維束
- 7. 韌皮部 8. 木質部 9. 髓

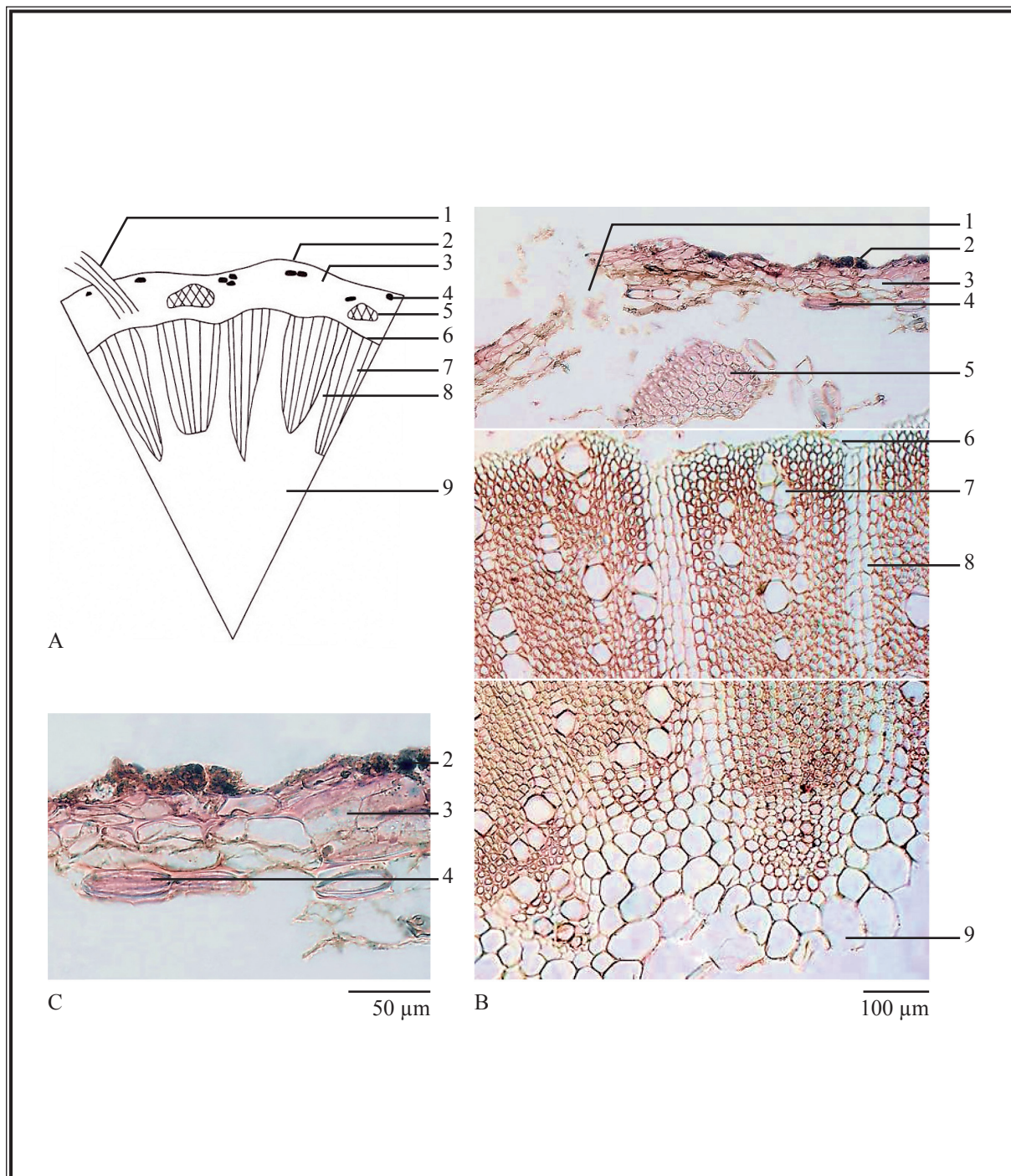


圖 2 (ii) 廣東土牛膝根莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 橫切面放大圖

1. 根跡維管束 2. 表皮 3. 皮層 4. 石細胞
5. 纖維束 6. 形成層 7. 木質部 8. 木射線 9. 髓

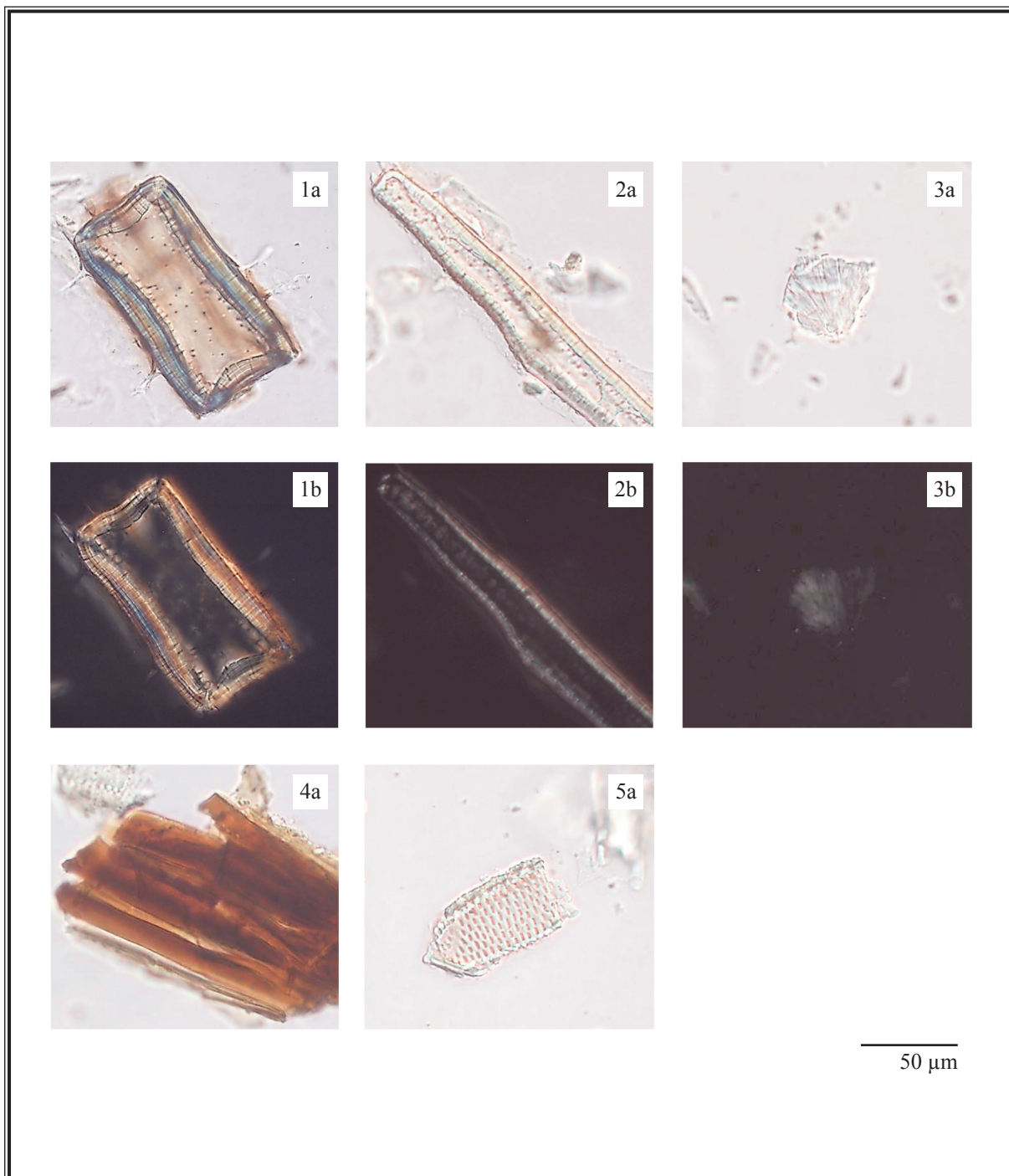


圖 3 廣東土牛膝粉末顯微特徵圖

1. 石細胞
2. 纖維
3. 菊糖
4. 分泌道碎片
5. 具緣紋孔導管

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

澤蘭素對照品溶液

取澤蘭素對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備石油醚(60 - 80°C) – 乙酸乙酯(9.4:0.6, 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，加甲醇 20 mL，超聲 (100 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 1200 × g)，取上清液，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取澤蘭素對照品溶液和供試品溶液各 3 μL，點於同一高效硅膠 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 7 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光(254 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

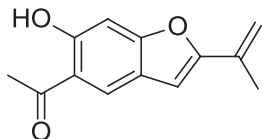


圖 4 澤蘭素化學結構式

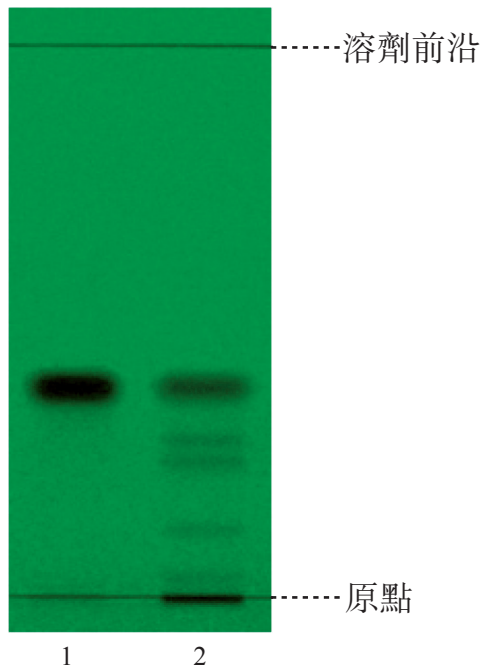


圖 5 廣東土牛膝提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 澤蘭素對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與澤蘭素色澤相同、 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

澤蘭素對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取澤蘭素對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 25 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 $6000 \times g$)，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 240 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm 粒徑，90 Å 孔徑，14.8% 碳載量)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)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	90 → 80	10 → 20	綫性梯度
10 – 20	80 → 60	20 → 40	綫性梯度
20 – 25	60 → 45	40 → 55	綫性梯度
25 – 60	45 → 20	55 → 80	綫性梯度

系統適用性要求

吸取澤蘭素對照品溶液 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：澤蘭素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；澤蘭素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按澤蘭素峰計算應不低於 150000。

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

分別吸取澤蘭素對照品溶液 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 色譜圖中澤蘭素峰的保留時間，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，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中澤蘭素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中澤蘭素峰。二色譜圖中澤蘭素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。

廣東土牛膝提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 廣東土牛膝提取液 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	0.82	± 0.03
3 (指標成份峰, 澤蘭素)	1.00	-

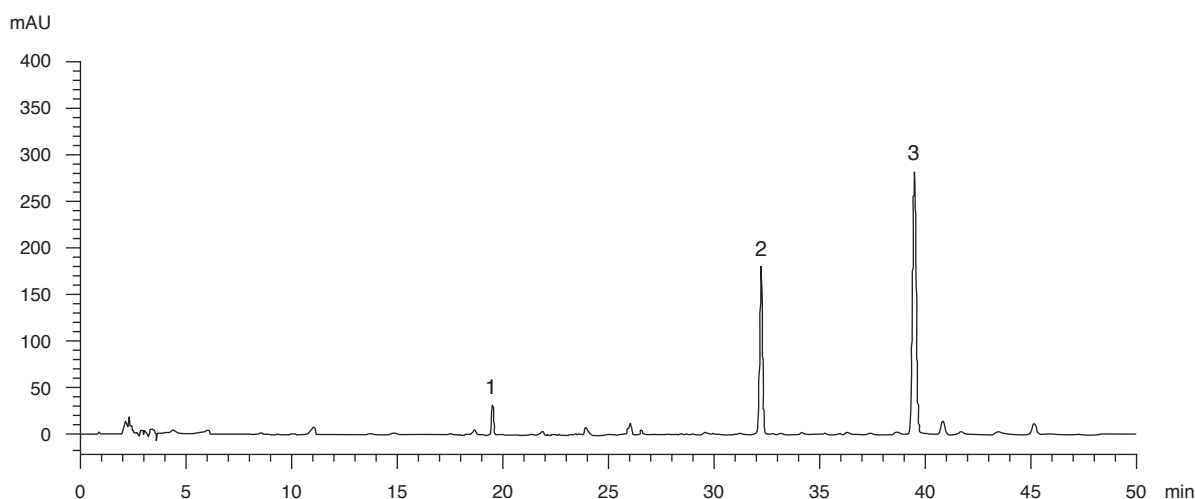


圖 6 廣東土牛膝提取液對照指紋圖譜

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 9.5%。

酸不溶性灰分：不多於 4.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 13.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 17.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 6.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

澤蘭素對照品儲備液 *Std-Stock* (100 mg/L)

精密稱取澤蘭素對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

澤蘭素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取澤蘭素對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含澤蘭素分別為 1、5、10、20、50 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加甲醇 25 mL，於 80°C 的水浴中加熱回流 1 小時，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 25-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 254 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m 粒徑，90 Å 孔徑，14.8% 碳載量)填充柱；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)	乙腈 (%, v/v)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 14	60 → 72	40 → 28	綫性梯度
14 – 24	72	28	等度

系統適用性要求

將澤蘭素對照品溶液 Std-AS (10 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：澤蘭素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；澤蘭素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按澤蘭素峰計算應不低於 25000。

供試品測試中澤蘭素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 7)。

標準曲綫

將澤蘭素系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以澤蘭素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 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與澤蘭素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中澤蘭素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中澤蘭素峰(圖 7)。二色譜圖中澤蘭素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澤蘭素的濃度 (mg/L)，並計算樣品中澤蘭素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含澤蘭素 (C₁₃H₁₂O₃) 不少於 0.21%。

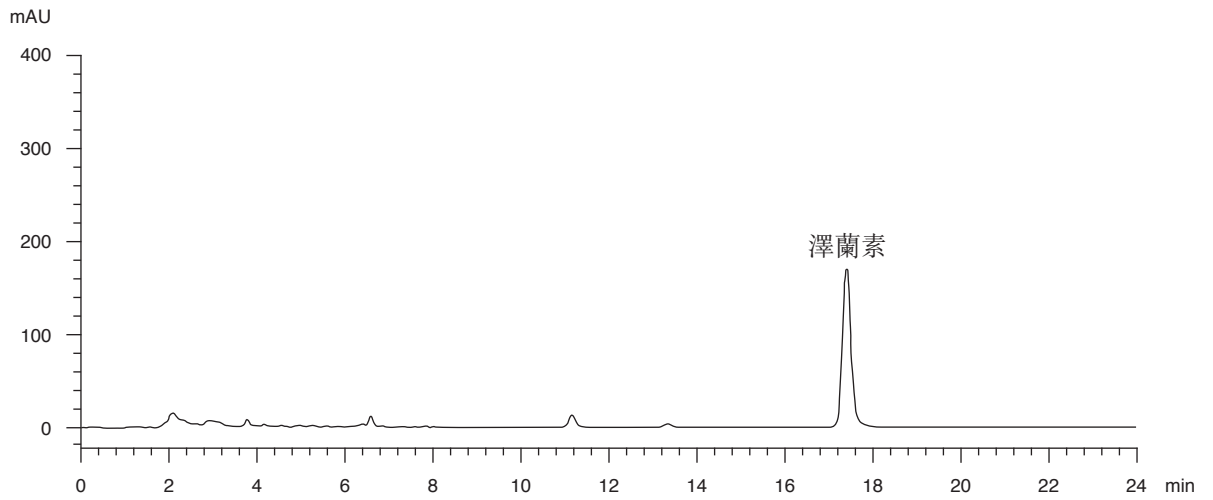


圖 7 廣東土牛膝提取液對照含量測定色譜圖

