

京大戟



圖 1 京大戟外觀圖

- A. 京大戟
- B. 根斷面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Euphorbiae Pekinensis Radix

中文名：京大戟

漢語拼音：Jingdaji

2. 來源

本品為大戟科植物大戟 *Euphorbia pekinensis* Rupr. 的乾燥根。秋、冬二季採挖，洗淨，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品呈不規則長圓錐形，稍彎曲，常分支，長 4.5-25.6 cm，直徑 2-25 mm；根頂端略膨大，有多數莖基及芽痕。表面灰黃色至灰棕色，粗糙，疏鬆，有縱皺紋和橫向皮孔狀突起；側根少而扭曲。質堅硬，不易破碎，斷面灰白色至黃棕色，纖維性。氣微，味微苦澀(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

木栓層由數列矩形扁平細胞組成，外層常破碎。皮層狹窄。韌皮部富含乳汁管。形成層明顯，排列成環。木質部較寬；導管單個散在或成束，呈放射狀排列。射線寬。草酸鈣簇晶呈玫瑰狀散於薄壁組織中(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
京大戟

粉末

黃棕色。澱粉粒單粒近球形或卵形，直徑 3-22 μm ，臍點狀或狹縫狀；複粒由 2-4 分粒組成；偏光顯微鏡下呈明顯的黑十字狀。草酸鈣方晶直徑 4-28 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。草酸鈣簇晶直徑 5-45 μm ，呈玫瑰狀；偏光顯微鏡下呈多彩狀。纖維單個散在或成束，壁厚，非木化，直徑 6-50 μm 。導管多為具緣紋孔或網紋導管，常斷裂，直徑 6-92 μm 。乳汁管無節，常斷裂，含類黃色細顆粒狀內含物。木栓細胞呈多角形(圖 3)。

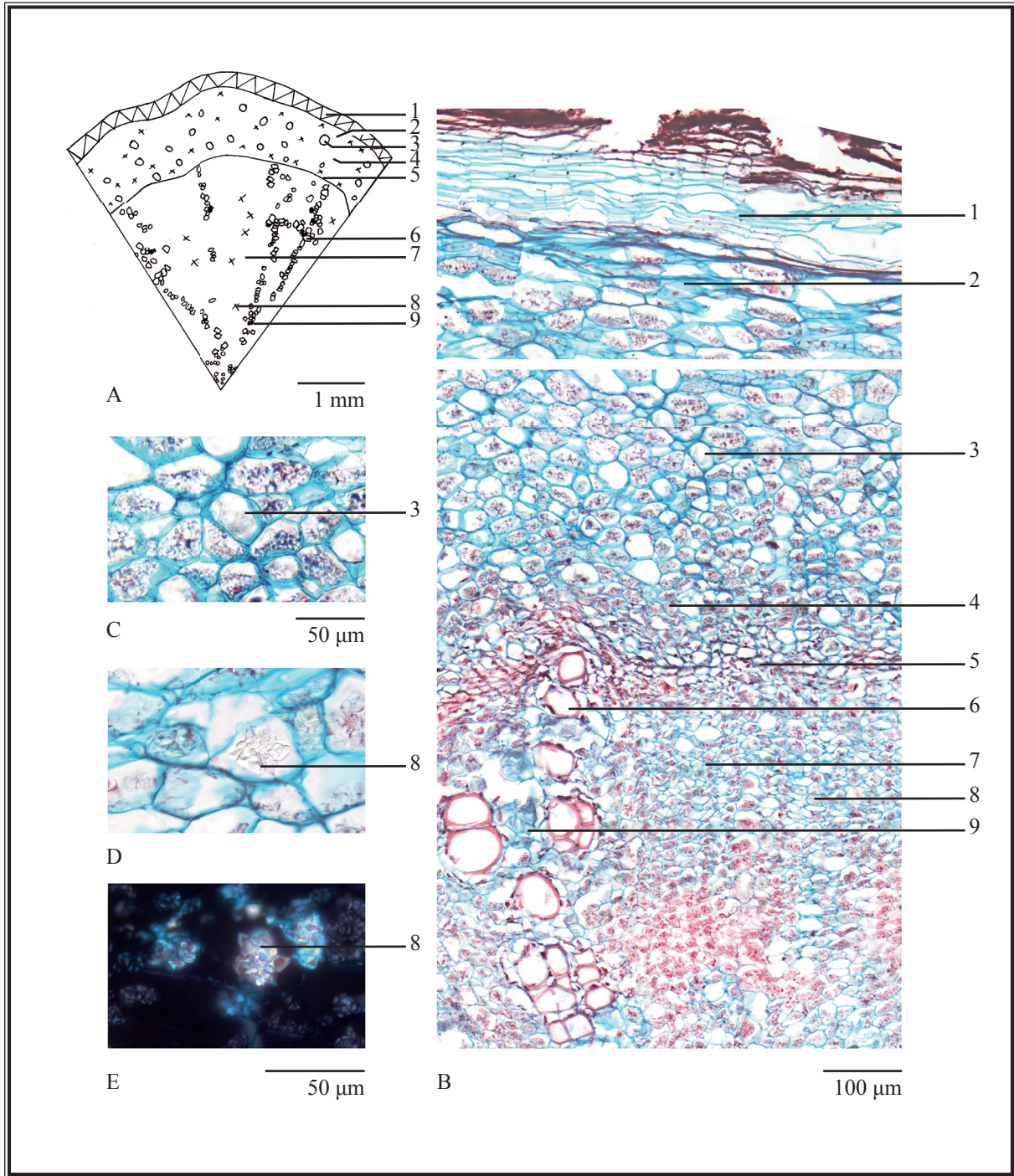


圖 2 京大戟橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 橫切面放大圖

D. 草酸鈣簇晶(光學顯微鏡下)

E. 草酸鈣簇晶(偏光顯微鏡下)

1. 木栓層 2. 皮層 3. 乳汁管 4. 韌皮部 5. 形成層 6. 木質部

7. 射線 8. 草酸鈣簇晶 9. 纖維

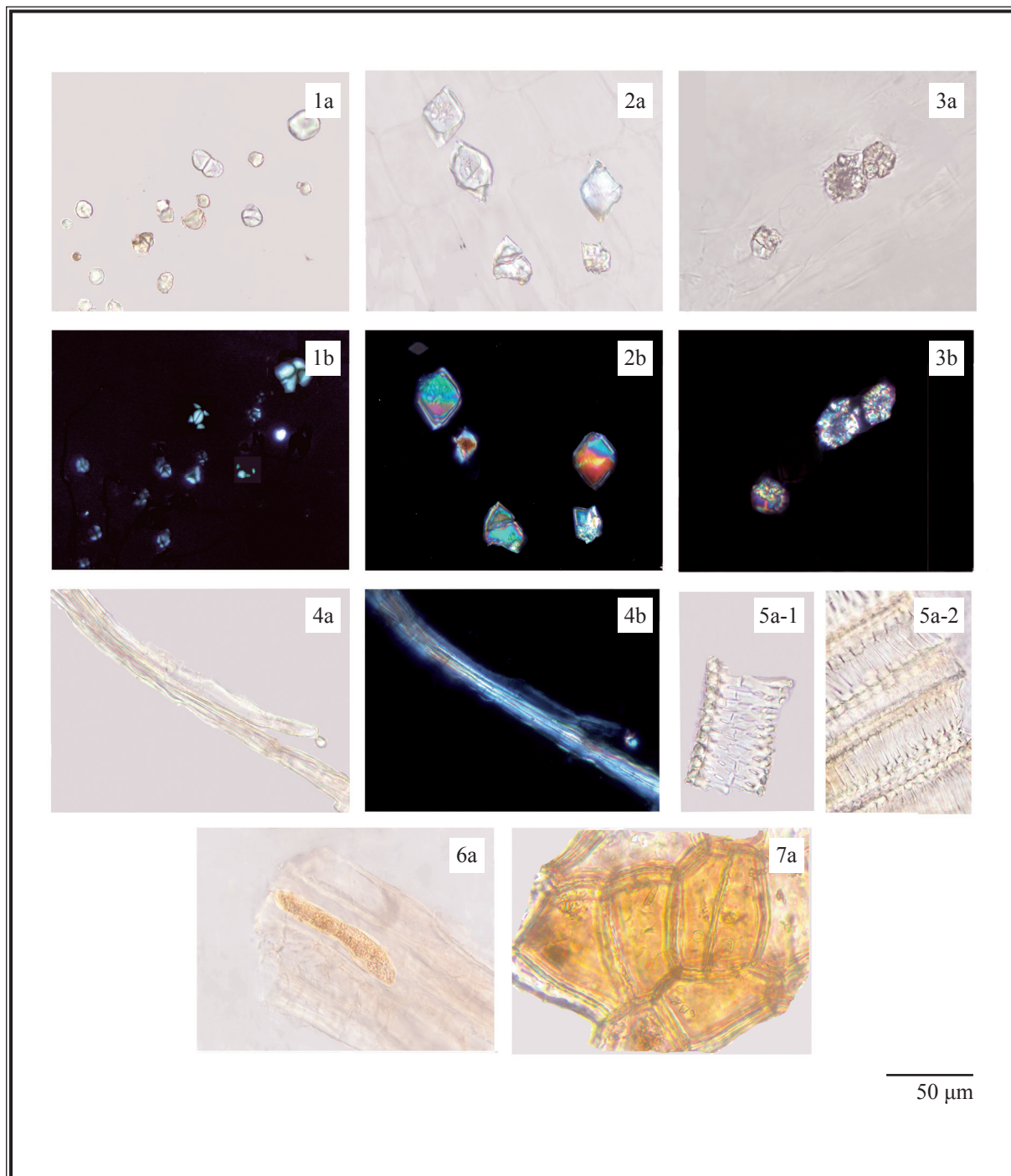


圖 3 京大戟粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 草酸鈣方晶 3. 草酸鈣簇晶
4. 纖維 5. 導管(5-1 具緣紋孔導管, 5-2 網紋導管)
6. 乳汁管 7. 木栓細胞

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

大戟二烯醇對照品溶液

取大戟二烯醇對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

展開劑

製備石油醚(60-80°C)—乙酸乙酯(10:1.5, 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 0.3 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲(400 W)處理 10 分鐘，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取大戟二烯醇對照品溶液和供試品溶液各 2 μ L，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 110°C 加熱(約 5 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

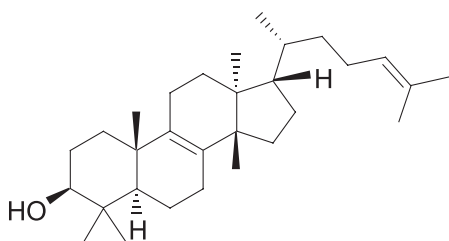


圖 4 大戟二烯醇化學結構式

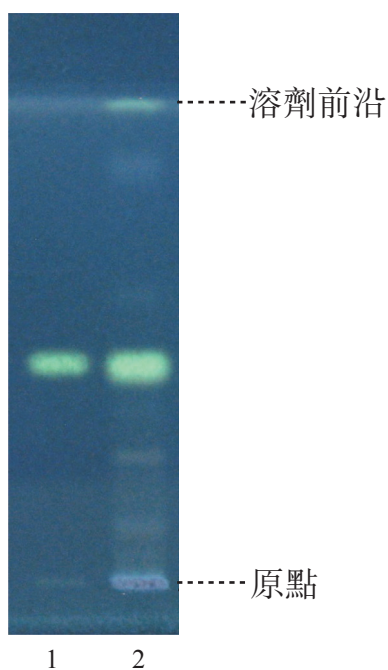


圖 5 京大戟提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 大戟二烯醇對照品溶液
2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與大戟二烯醇色澤相同、 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

大戟二烯醇對照品溶液 *Std-FP* (90 mg/L)

取大戟二烯醇對照品 4.5 mg，溶解於 50 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.3 g，置 50-mL 圓底燒瓶中，加甲醇 10 mL，加熱回流 1 小時，冷卻至室溫。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 203 nm；4.6 × 150 mm 八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 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) | 乙腈 (%, v/v) | 0.1% 磷酸 (%, v/v) | 洗脫 |
|------------|----------------|---------------------|------|
| 0 – 10 | 60 → 70 | 40 → 30 | 綫性梯度 |
| 10 – 30 | 70 → 85 | 30 → 15 | 綫性梯度 |
| 30 – 40 | 85 → 95 | 15 → 5 | 綫性梯度 |
| 40 – 60 | 95 → 99 | 5 → 1 | 綫性梯度 |

系統適用性要求

吸取大戟二烯醇對照品溶液 *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：大戟二烯醇的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；大戟二烯醇峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按大戟二烯醇峰計算應不低於 100000。

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

分別吸取大戟二烯醇對照品溶液 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 色譜圖中大戟二烯醇峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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 色譜圖中大戟二烯醇峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中大戟二烯醇峰。二色譜圖中大戟二烯醇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。

京大戟提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 京大戟提取液 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 | 0.31 | ± 0.03 |
| 2 | 0.98 | ± 0.03 |
| 3 (指標成份峰，大戟二烯醇) | 1.00 | - |
| 4 | 1.04 | ± 0.03 |

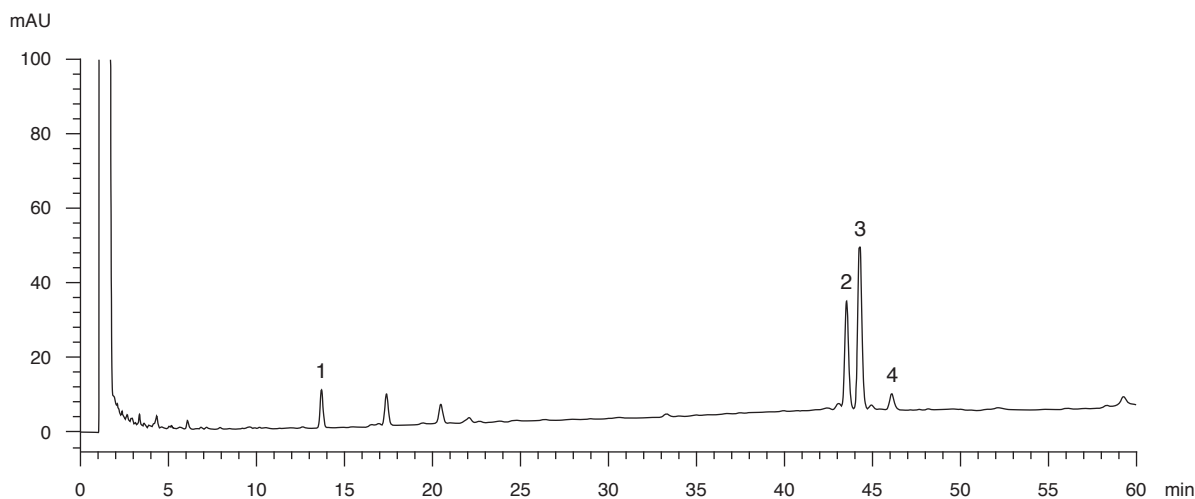


圖 6 京大戟提取液對照指紋圖譜

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 4 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 8.5%。

酸不溶性灰分：不多於 2.0%。

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 16.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 14.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

大戟二烯醇對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取大戟二烯醇對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

大戟二烯醇對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取大戟二烯醇對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含大戟二烯醇分別為 5、20、40、80、120 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 圓底燒瓶中，加甲醇 10 mL，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，重複提取 1 次，合併濾液，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 203 nm；4.6 × 150 mm 八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 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) | 0.1% 磷酸 (%, v/v) | 洗脫 |
|------------|----------------|---------------------|------|
| 0 – 30 | 90 → 95 | 10 → 5 | 綫性梯度 |

系統適用性要求

將大戟二烯醇對照品溶液 *Std-AS* (40 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：大戟二烯醇的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；大戟二烯醇峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按大戟二烯醇峰計算應不低於 12000。

供試品測試中大戟二烯醇峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 7)。

標準曲綫

將大戟二烯醇系列對照品溶液 *Std-AS* 各 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以大戟二烯醇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。與大戟二烯醇對照品溶液 Std-AS 色譜圖中大戟二烯醇峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中大戟二烯醇峰(圖 7)。二色譜圖中大戟二烯醇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大戟二烯醇的濃度 (mg/L)，並計算樣品中大戟二烯醇的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含大戟二烯醇 ($\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$) 不少於 0.36%。

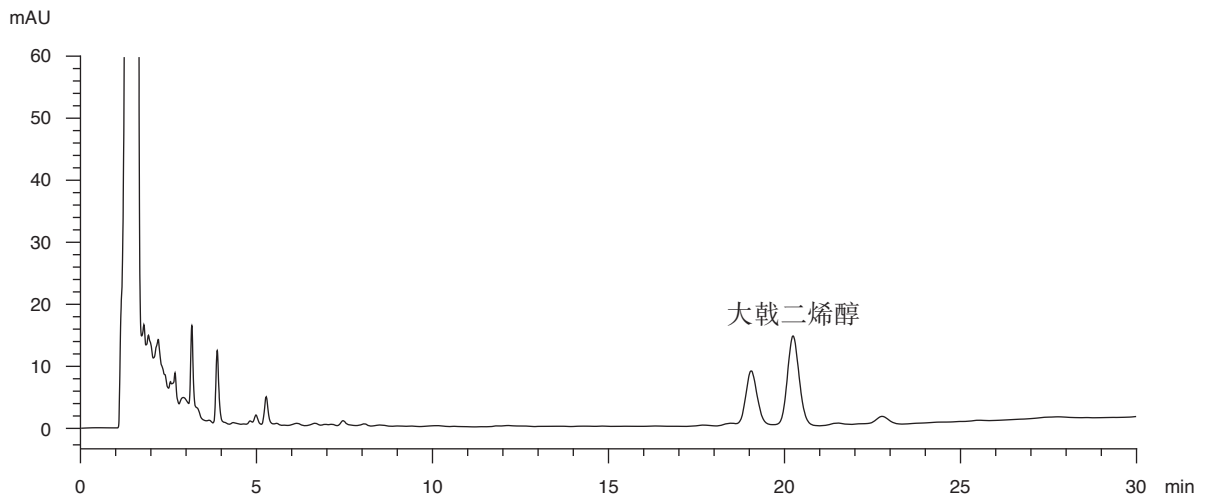


圖 7 京大戟提取液對照含量測定色譜圖