

廣東王不留行



圖 1 廣東王不留行外觀圖

- A. 廣東王不留行縱切片(長橢圓形槽狀)
- B. 廣東王不留行縱切片(倒卵狀圓錐形瓢狀)

1. 名稱

藥材正名：Fici Pumilae Receptaculum

中文名：廣東王不留行

漢語拼音：Guangdongwangbuliuxing

2. 來源

本品為桑科植物薜荔 *Ficus pumila* L. 的乾燥花序托。於秋季採收尚未變成深棕色及開裂的隱頭花序托，剪去柄，縱剖成 2-4 瓣，除去瘦果，曬乾。

3. 性狀

本品呈倒卵狀圓錐形、長橢圓形、瓢狀或槽狀，長 1.9-6.8 cm，寬 1.3-4.5 cm，厚 1-14 mm。外表面灰黃色、黃棕色、黃綠色或深棕色，具皺縮紋。內表面灰黃色、黃棕色、紅棕色或深棕色，常殘留未除淨的枯萎的花或細小長圓球狀果實。頂端截形，中央有一圓形突起，正中有一小孔，孔內充塞膜質小苞片，孔外常有細密的黃棕色絨毛。下端稍細小或呈柄狀，常連有短的花梗或花梗殘基。質硬而脆，易折斷。氣微，味淡、微澀（圖 1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

外表皮細胞 1 列，類方形、類長方形或類圓形，排列整齊，壁薄，外壁稍增厚呈波浪狀，略角質。外表皮下方為 1-3 列厚角細胞，排列整齊，類方形，有的含草酸鈣方晶或類白色團塊物。厚角組織排列緊密，細胞角隅處略增厚。分泌細胞散在，含紅棕色團塊狀物。外韌型維管束散在，韌皮部薄壁細胞排列緊密；木質部導管呈放射狀排列。中部海綿組織寬廣，排列疏鬆，壁稍增厚。內表皮細胞長方形，紅棕色，可見非腺毛。常見果實殘留（圖 2）。

Tamaricis Cacumen
西河柳
Geranii Caroliniani Herba
野老鸛草

大血藤
Sargentodoxae Caulis
Polygonati Rhizoma
黃精

紅旱蓮
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
Catharanthi Rosei Herba

廣東王不留行

粉末

黃棕色至紅棕色。厚角細胞呈類圓形至類方形，壁厚；角隅加厚處於偏光顯微鏡下呈亮白色。分泌細胞眾多，類圓形或長圓形，內含黃棕色分泌物。草酸鈣方晶類方形，存在於厚角細胞內，直徑 2-20 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。導管細小，多成束，以螺紋導管為主，也有梯紋導管和網紋導管，直徑 4-32 μm 。海綿細胞形狀不規則，常破碎，壁稍增厚。非腺毛單細胞或多細胞，基部較粗，先端急尖，長 72-1014 μm ，直徑 7-40 μm (圖 3)。

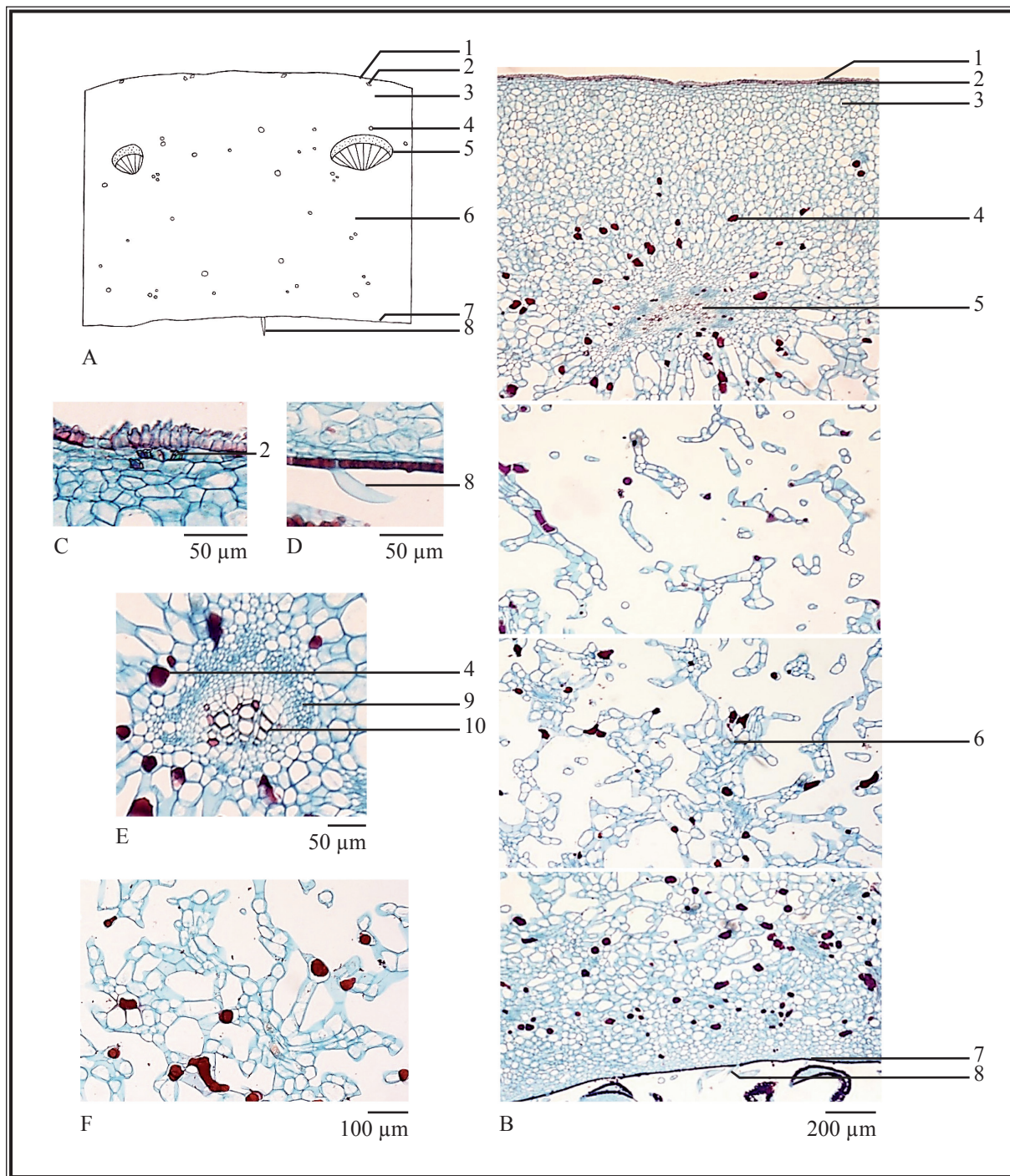


圖 2 廣東王不留行橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣方晶
D. 非腺毛 E. 維管束 F. 海綿組織

1. 外表皮 2. 草酸鈣方晶 3. 厚角組織
4. 分泌細胞 5. 維管束 6. 海綿組織 7. 內表皮
8. 非腺毛 9. 韌皮部 10. 木質部

廣東王不留行

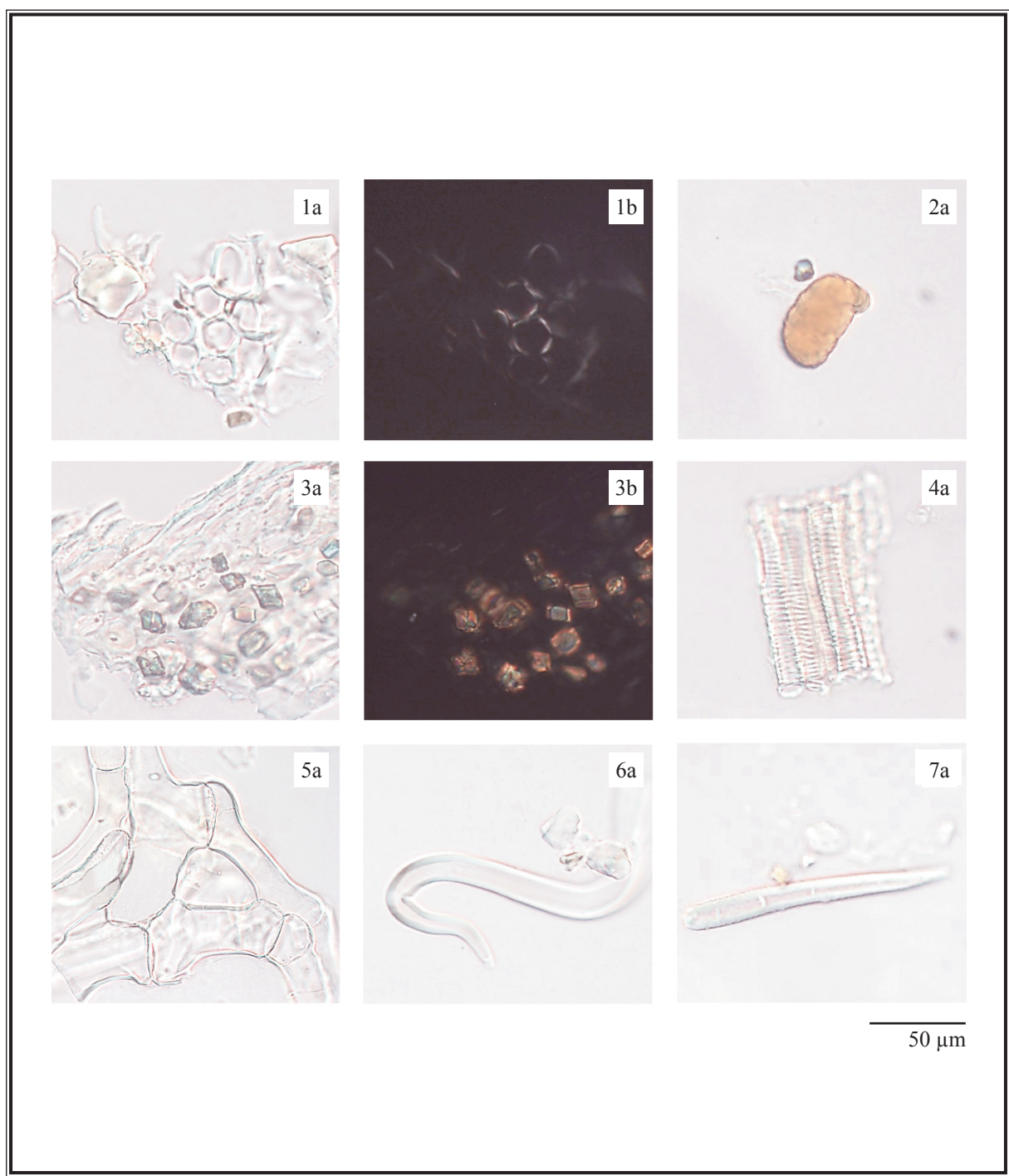


圖 3 廣東王不留行粉末顯微特徵圖

- 1. 厚角細胞 2. 分泌細胞 3. 草酸鈣方晶
- 4. 螺紋導管 5. 海綿細胞 6. 單細胞非腺毛
- 7. 多細胞非腺毛

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

綠原酸對照品溶液

取綠原酸對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

蘆丁對照品溶液

取蘆丁對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯 - 丙酮 - 水 - 甲酸 (20:3:3:1.5, v/v) 的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 2.0 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇 20 mL，超聲 (240 W) 處理 1 小時，離心 10 分鐘 (約 $6000 \times g$)。取上清液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 50% 甲醇，轉移於 5-mL 量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45- μm 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取綠原酸對照品溶液 2 μL 、蘆丁對照品溶液 2 μL 和供試品溶液 6 μL ，點於同一高效硅膠 F_{254} 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。

Tamaricis Cacumen
西河柳
Geranii Caroliniani Herba
野老鸛草

大血藤
Sargentodoxae Caulis
Polygonati Rhizoma
黃精

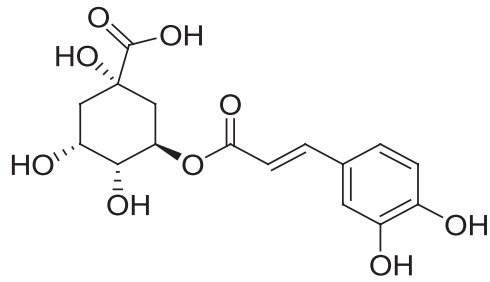
紅早蓮
Hyperici Ascyri Herba
巴豆(生)
Crotonis Fructus (unprocessed)

Deinagkistrodon (Agkistrodon)
蕺蛇
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
Catharanthi Rosei Herba
廣東王不留行

(i)



(ii)

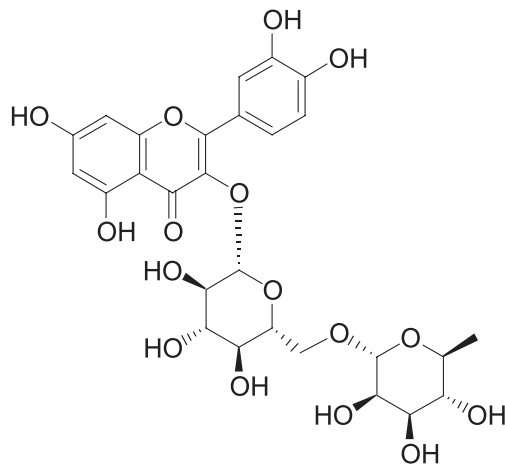


圖 4 化學結構式 (i) 綠原酸 (ii) 蘆丁

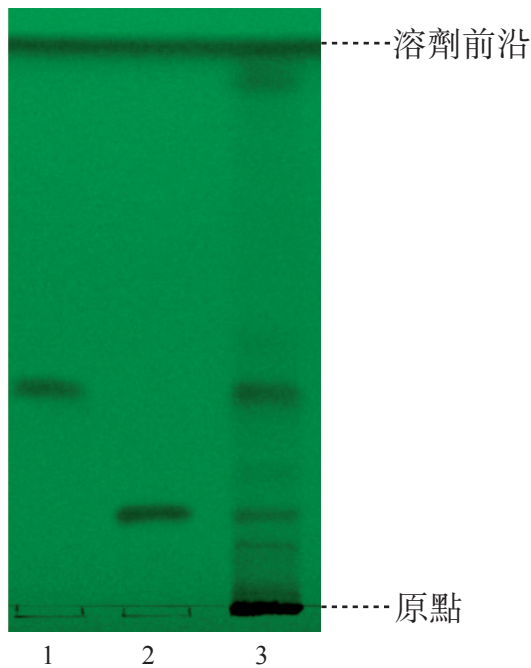


圖 5 廣東王不留行提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 綠原酸對照品溶液
2. 蘆丁對照品溶液
3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與綠原酸和蘆丁色澤相同、 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

綠原酸對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取綠原酸對照品 0.1 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

蘆丁對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取蘆丁對照品 0.1 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

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(240 W)處理 1 小時，離心 10 分鐘(約 6000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 5-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，120 Å 孔徑，11% 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)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	98 → 95	2 → 5	綫性梯度
10 – 20	95 → 90	5 → 10	綫性梯度
20 – 40	90 → 87	10 → 13	綫性梯度
40 – 55	87 → 80	13 → 20	綫性梯度
55 – 60	80 → 70	20 → 30	綫性梯度

系統適用性要求

吸取綠原酸對照品溶液 Std-FP 和蘆丁對照品溶液 Std-FP 各 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：綠原酸和蘆丁的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；綠原酸峰和蘆丁峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰和蘆丁峰計算分別應不低於 30000 和 140000。

供試品測試中 3 號峰和 4 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.0 (圖 6)。

操作程序

分別吸取綠原酸、蘆丁對照品溶液 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 色譜圖中綠原酸峰和蘆丁峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 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 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中綠原酸峰和蘆丁峰。二色譜圖中綠原酸峰和蘆丁峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

廣東王不留行提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 廣東王不留行提取液 5 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	0.57	± 0.03
2	0.81	± 0.03
3 (指標成份峰，綠原酸)	1.00	-
4 (蘆丁)	2.10	± 0.06
5	2.14	± 0.06

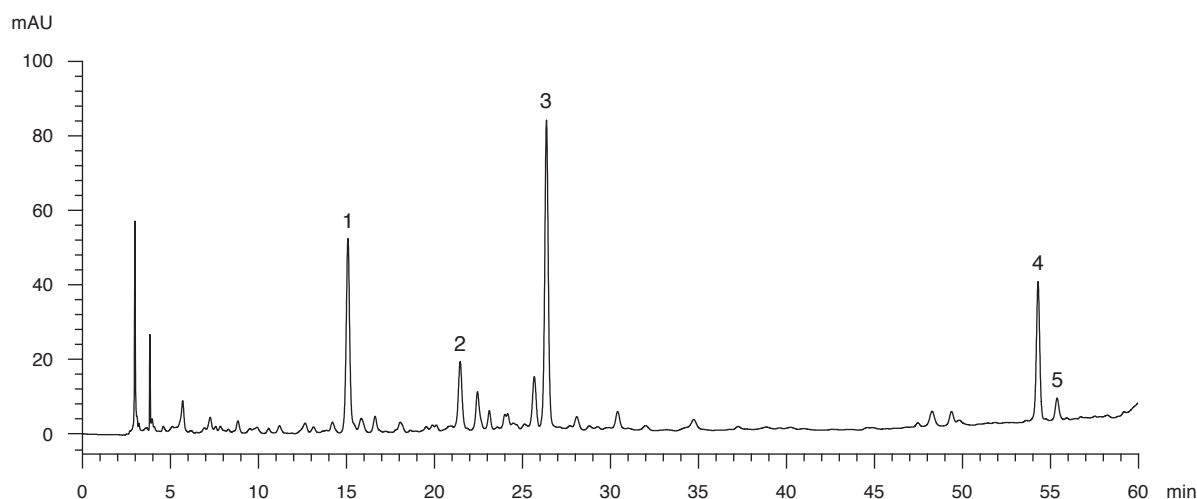


圖 6 廣東王不留行提取液對照指紋圖譜

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 5 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 7.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 14.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 15.0%。

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

綠原酸和蘆丁混合對照品儲備液 *Std-Stock* (綠原酸 100 mg/L 和蘆丁 20 mg/L)

精密稱取綠原酸對照品 1.0 mg 和蘆丁對照品 0.2 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

綠原酸和蘆丁混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取綠原酸和蘆丁混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含綠原酸分別為 0.2、1、10、20、80 mg/L 和含蘆丁分別為 0.2、1、2、10、20 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 0.25 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇 10 mL，超聲(240 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 5000 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 2 次，每次用 50% 甲醇 5 mL。合併上清液，加 50% 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 340 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m 粒徑，100 Å 孔徑，15.5% 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)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	90 → 89	10 → 11	綫性梯度
5 – 13	89 → 87	11 → 13	綫性梯度
13 – 17	87 → 80	13 → 20	綫性梯度
17 – 30	80 → 65	20 → 35	綫性梯度

系統適用性要求

將綠原酸和蘆丁混合對照品溶液 Std-AS (綠原酸 10 mg/L 和蘆丁 2 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：綠原酸和蘆丁的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；綠原酸峰和蘆丁峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰和蘆丁峰計算分別應不低於 4000 和 70000。

供試品測試中綠原酸峰和蘆丁峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 7)。

標準曲綫

將綠原酸和蘆丁系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以綠原酸和蘆丁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。

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

Impatientis Caulis
鳳仙透骨草

Catharanthi Rosei Herba
長春花

廣東王不留行

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。與綠原酸和蘆丁混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中綠原酸峰和蘆丁峰(圖 7)。二色譜圖中綠原酸和蘆丁相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B)公式分別計算供試品溶液中綠原酸和蘆丁的濃度(mg/L)，並計算樣品中綠原酸和蘆丁的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含綠原酸($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_9$)不少於 0.11% 和蘆丁($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}$)不少於 0.022%。

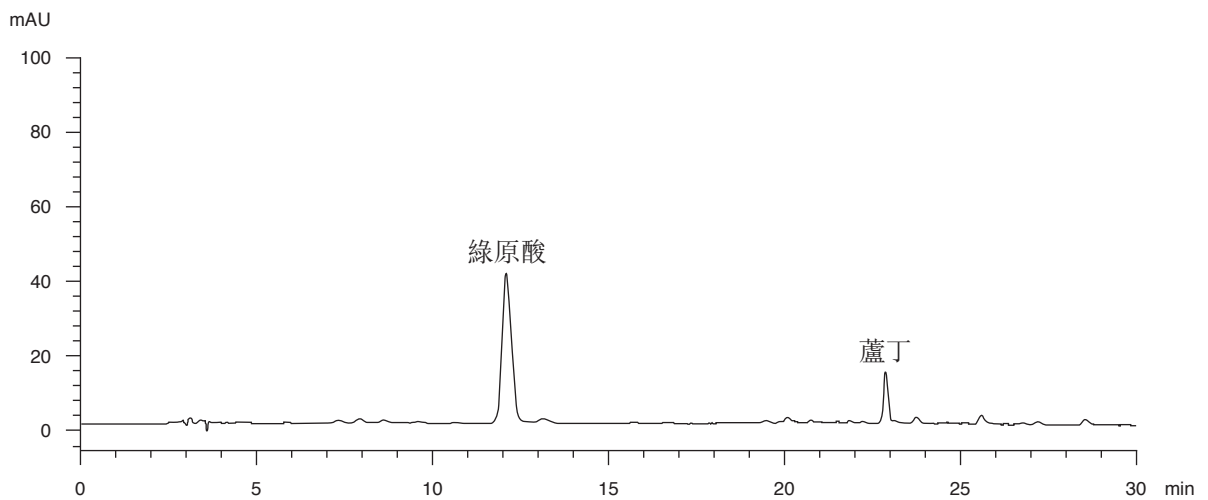


圖 7 廣東王不留行提取液對照含量測定色譜圖

