

紫萁貫眾



圖 1 紫萁貫眾外觀圖

- A. 紫萁貫眾
- B. 紫萁貫眾切面(1 根莖，2 葉柄殘基)
- C. 葉柄殘基側面觀
- D. 葉柄殘基切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Osmundae Rhizoma

中文名：紫萁貫眾

漢語拼音：Ziqiguanzhong

2. 來源

本品為紫萁科植物紫萁 *Osmunda japonica* Thunb. 的乾燥根莖和葉柄殘基。春、秋二季採挖，洗淨，除去鬚根，曬乾。

3. 性狀

本品略呈圓錐形，近紡錘形或圓柱形，稍彎曲，先端鈍，偶具分枝，下端較尖，長 5-19cm，直徑 25-93mm。根莖橫生或斜生，無鱗片，下側有時著生黑而硬的鬚根，上側密生葉柄殘基。斷面呈棕色，葉柄殘基環狀排列於外，中央有淺棕色而稍寬的根莖。葉柄基部呈扁圓形，斜向上，長 2.9-9.2cm，直徑 2.1-9.3mm，表面棕色或棕黑色，背面稍隆起，邊緣鈍圓，耳狀翅易剝落，多已不存或呈撕裂狀。切面呈扁圓形或新月形，多中空，U 字形中柱常與外側組織分開。質硬，不易折斷。氣微，味甘、微澀（圖 1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

葉柄基部：表皮多破碎脫落，由 1 列細胞組成，棕黃色；下方為 2-18 列類圓形薄壁細胞。下皮約佔基部 3/7，由 8-23 列類圓形或多角形、棕色、木化厚壁細胞組成環帶，壁極厚；有些帶有油狀物；於左右兩側的厚壁細胞壁更厚且更顯暗棕色。薄壁組織約佔基部 3/7；薄壁細胞類圓或多角形，含眾多澱粉粒。內皮層窄而明顯。中柱約佔基部 1/7，

周韌型，呈 U 字形。木質部成 U 字形，由 1-5 列多角形管胞組成，壁較厚。韌皮部為一薄層包圍木質部，散布黃棕色分泌細胞。分泌細胞散布於韌皮部，多角形或類圓形，染色前為黃棕色。厚壁組織由 1-10 列厚壁細胞組成，呈類圓形或多角形，位於 U 字形中柱的凹入處，左右兩側的細胞壁厚且更顯深棕色。下皮薄壁細胞含極多澱粉粒 [圖 2 (i)]。

根莖：厚壁組織由 3-7 列厚壁細胞組成，類長方形或長圓形，緊密排列。皮層薄壁組織位於厚壁組織下方，由 1-2 列薄壁細胞組成，多角形或類圓形；薄壁組織位於根莖中央，由 3-12 列薄壁細胞組成，多角形或形狀不規則，中央常破碎。中柱約佔根莖 4/5，由 7-13 組類圓形或 U 字形中柱緊密排列成環，周韌型，被內皮層包圍。韌皮部位於中柱中，狹窄，由 1 列細胞細成。木質部佔中柱全部，發達，排列緊密而明顯，細胞呈多角形而壁較厚 [圖 2 (ii)]。

粉末

深棕色。厚壁細胞眾多，橙棕色至暗棕色，類纖維狀，單個散在或成群；細胞類圓形或多角形，壁極厚，難見胞腔。管胞梯紋，透明至淺黃色，直徑 13-51 μm ，2-11 個成群。薄壁細胞大量，分兩種：一種六角形，另一種類長方或類多角形；壁透明至類黃色，壁薄至略增厚；充滿澱粉粒；偏光顯微鏡下呈黑色十字狀。纖維橙棕色至棕色，直徑 12-53 μm ；偏光顯微鏡下呈亮橙色。分泌細胞偶見，黃棕色，類圓形至圓形，含棕色分泌物。木質部細胞呈黃色，六角形至多角形，壁較厚。澱粉粒眾多，澱粉粒團由 10-230 個分粒組成；澱粉粒單粒類圓形或類長圓形，直徑 4-15 μm ；偏光顯微鏡下呈黑色十字狀 (圖 3)。

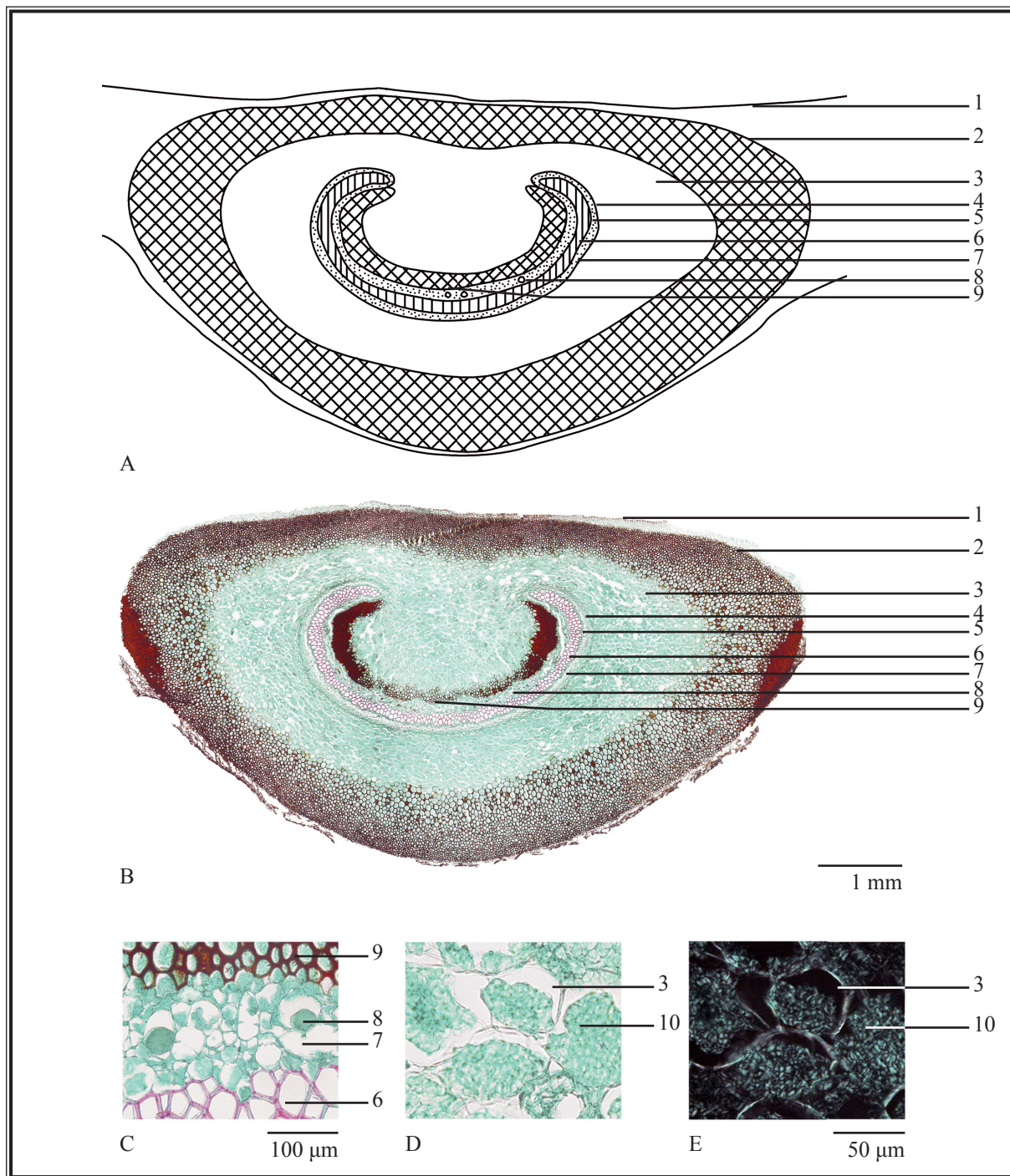


圖 2(i) 紫萁貫眾葉柄基部橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 橫切面放大圖

D. 薄壁組織中的澱粉粒(光學顯微鏡下)

E. 薄壁組織中的澱粉粒(偏光顯微鏡下)

- 1. 表皮 2. 下皮 3. 皮層薄壁組織 4. 內皮層 5. 中柱 6. 木質部
- 7. 韌皮部 8. 分泌細胞 9. 厚壁組織 10. 澱粉粒

紫萁貫眾

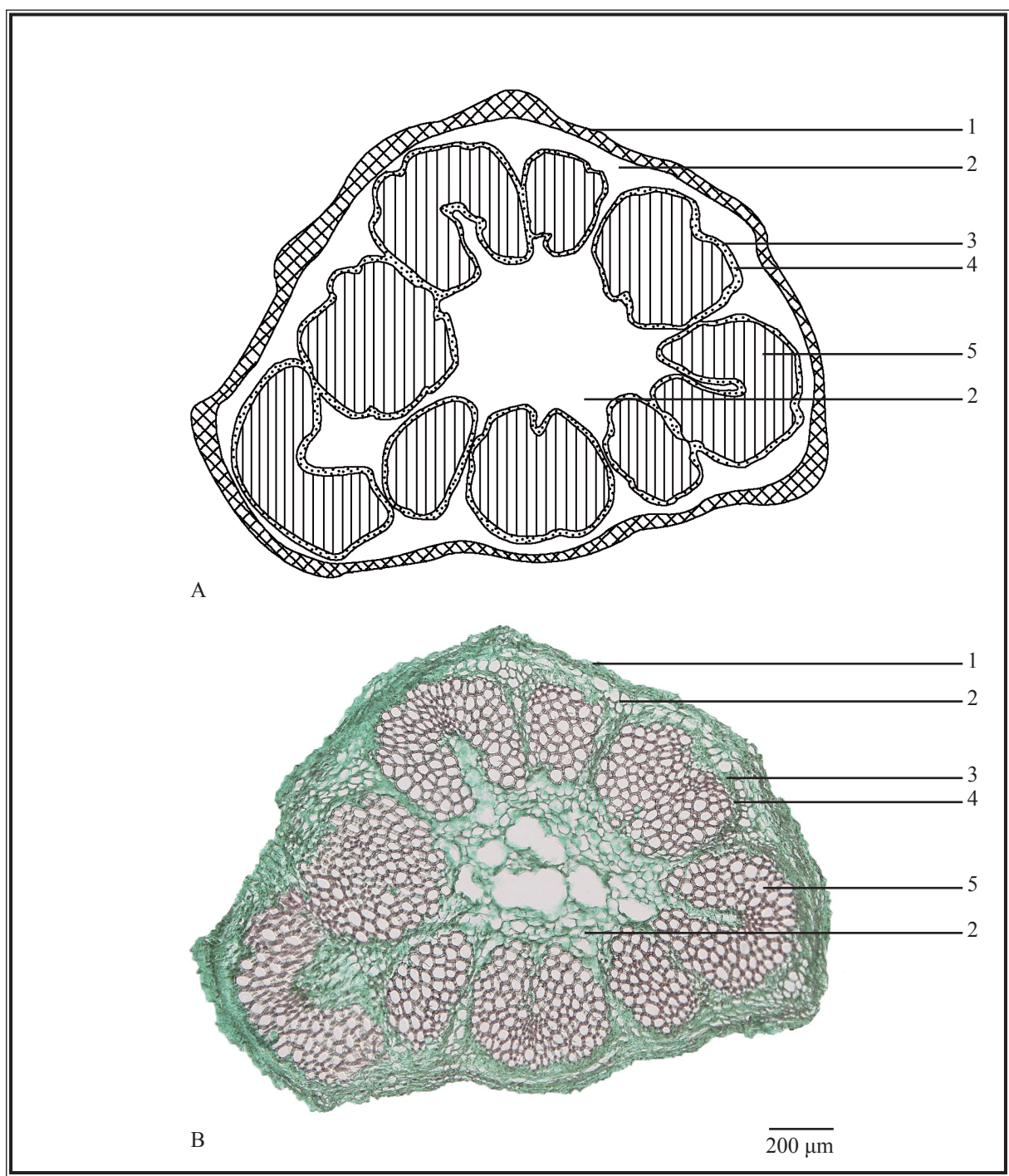


圖 2(ii) 紫萁貫眾根莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖

1. 厚壁組織 2. 皮層薄壁組織 3. 中柱 4. 韌皮部 5. 木質部

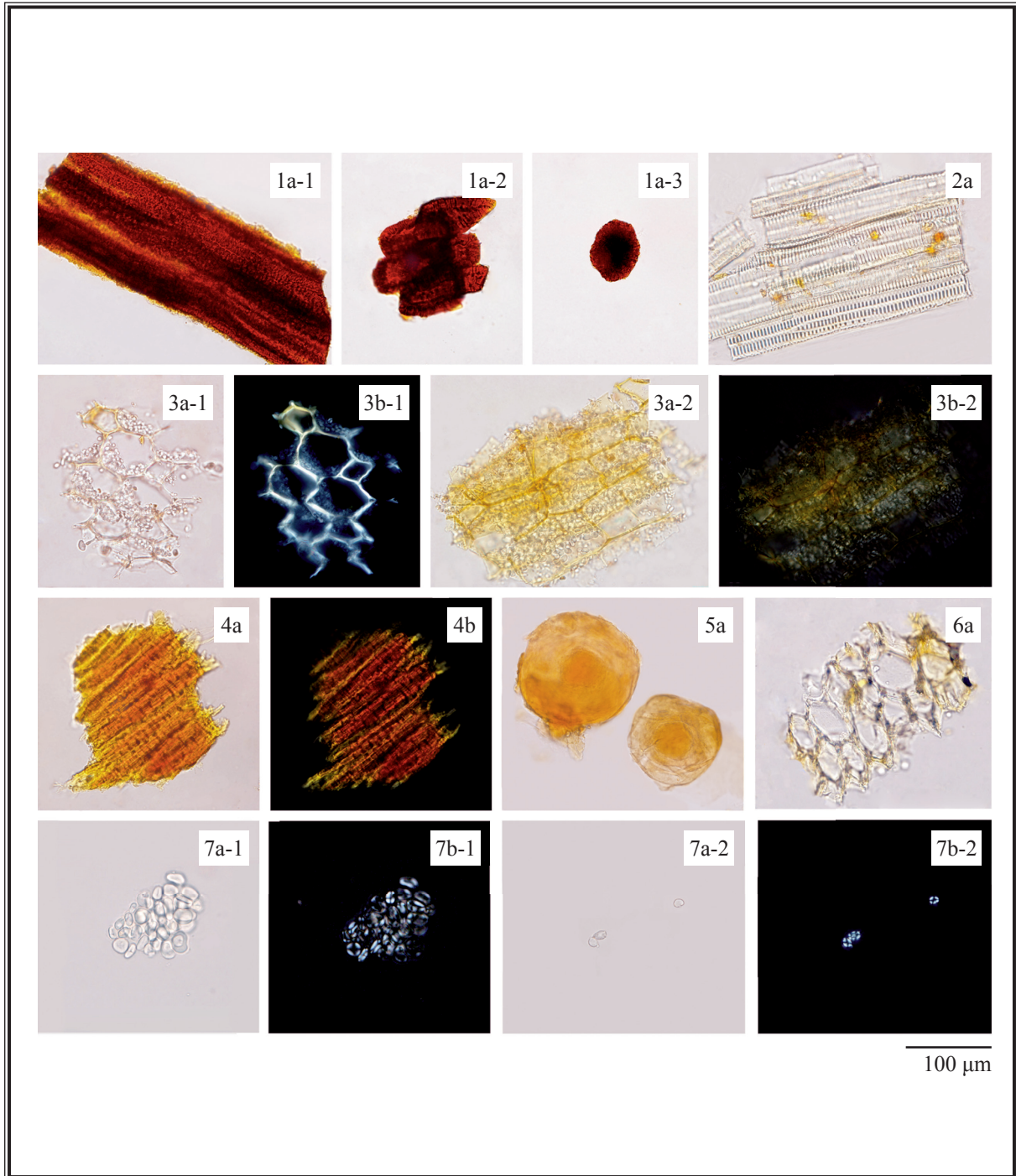


圖 3 紫萁貫眾粉末顯微特徵圖

1. 厚壁細胞(1-1 類纖維狀，1-2 成群，1-3 單個散在)
2. 梯紋管胞 3. 薄壁細胞(3-1 六角形，3-2 類長方形)
4. 纖維 5. 分泌細胞 6. 木質部細胞
7. 澱粉粒(7-1 團狀，7-2 單粒)

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

原兒茶酸對照品溶液

取原兒茶酸對照品(圖 4) 2.5 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

原兒茶醛對照品溶液

取原兒茶醛對照品(圖 4) 2.5 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

展開劑

製備石油醚(60-80°C) – 乙酸乙酯 – 甲酸(5:5:0.1, v/v)的混合溶液。

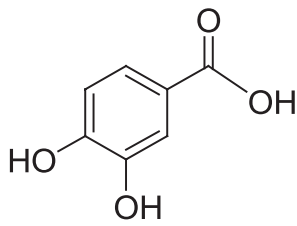
供試品溶液

取本品粉末 20.0 g，置 250-mL 圓底燒瓶中，加 60% 乙醇 150 mL 和鹽酸 1.5 mL，加熱回流 1 小時，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 30 mL 水，轉移於 250-mL 分液漏斗中，用乙酸乙酯振搖提取 2 次，每次 30 mL，合併乙酸乙酯提取液。用水調 pH 值至 7.0，轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 5 mL 乙酸乙酯和加 0.5 g 硅膠，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 5 mL 乙酸乙酯。取提取液載入硅膠固相萃取柱(50 μ m 粒徑，20 mL，5 g)，加乙酸乙酯 20 mL，收集洗脫液，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 甲醇和 10 μ L 冰醋酸的混合溶液，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取原兒茶酸對照品溶液 2 μ L、原兒茶醛對照品溶液 4 μ L 和供試品溶液 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。置紫外光(254 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

(i)



(ii)

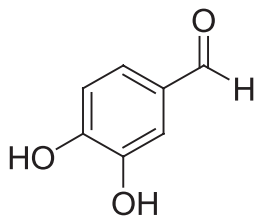


圖 4 化學結構式 (i) 原兒茶酸 (ii) 原兒茶醛

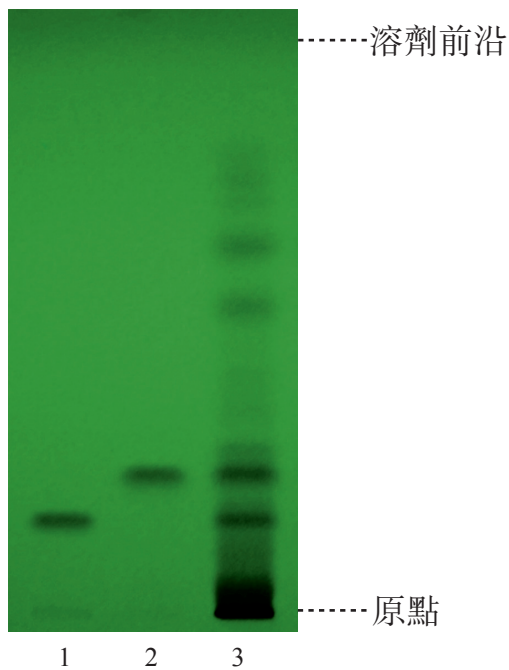


圖 5 紫萁貫眾提取液對照高效薄層色譜圖 (在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 原兒茶酸對照品溶液
2. 原兒茶醛對照品溶液
3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與原兒茶酸和原兒茶醛色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶 (圖 5)。

4.3 超高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

原兒茶酸對照品溶液 Std-FP (20 mg/L)

取原兒茶酸對照品 0.2 mg，溶解於 10 mL 0.1% 甲酸中。

原兒茶醛對照品溶液 Std-FP (20 mg/L)

取原兒茶醛對照品 0.2 mg，溶解於 10 mL 0.1% 甲酸中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加水 20 mL，超聲處理(180 W) 30 分鐘，離心 15 分鐘(約 2330 × g)，轉移於 100-mL 分液漏斗中，用乙酸乙酯振搖提取 3 次，每次 20 mL，合併乙酸乙酯提取液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 1 mL 0.1% 甲酸中，用 0.2- 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 290 nm；2.1 × 50 mm 十八烷基鍵合硅膠(1.7 μ m) 填充柱；柱溫 25°C；流速約 0.4 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 甲酸 (%, v/v)	甲酸:乙腈 (0.1:99.9, v/v) (%, v/v)	洗脫
0-8	100	0	等度
8-10	100 → 98	0 → 2	綫性梯度
10-30	98 → 90	2 → 10	綫性梯度

系統適用性要求

吸取原兒茶酸對照品溶液 Std-FP 和原兒茶醛對照品溶液 Std-FP 各 2 μ L，注入超高效液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：原兒茶酸和原兒茶醛的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；原兒茶酸峰和原兒茶醛峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按原兒茶酸峰和原兒茶醛峰計算分別應不低於 2000 和 3000。

供試品測試中 1 號峰和 3 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取原兒茶酸、原兒茶醛對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 2 μ L，注入超高效液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中原兒茶酸峰和原兒茶醛峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 7 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 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中原兒茶酸峰和原兒茶醛峰。二色譜圖中原兒茶酸峰和原兒茶醛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。

紫萁貫眾提取液 7 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 紫萁貫眾提取液 7 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 (原兒茶酸)	0.51	± 0.03
2	0.66	± 0.04
3 (指標成份峰，原兒茶醛)	1.00	-
4	1.70	± 0.03
5	2.11	± 0.08
6	2.63	± 0.10
7	3.23	± 0.12

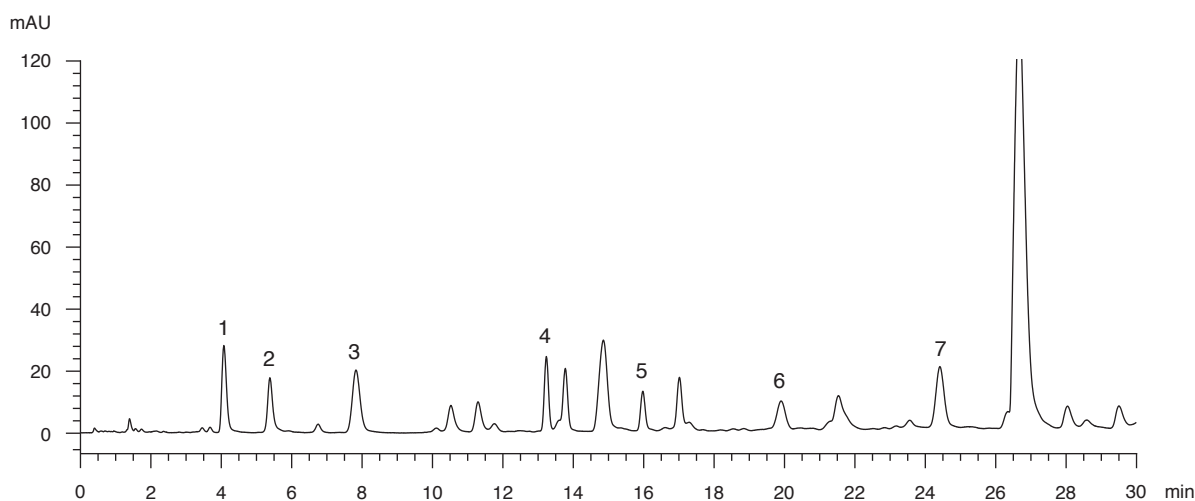


圖 6 紫萁貫眾提取液對照指紋圖譜

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 7 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 4.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 5.5%。

酸不溶性灰分：不多於 3.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 10.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 4.0%。

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

原兒茶酸和原兒茶醛混合對照品儲備液 *Std-Stock* (原兒茶酸 20 mg/L 和原兒茶醛 40 mg/L)

精密稱取原兒茶酸對照品 0.2 mg 和原兒茶醛對照品 0.4 mg，溶解於 10 mL 60% 乙醇中。

原兒茶酸和原兒茶醛混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取原兒茶酸和原兒茶醛混合對照品儲備液適量，以 60% 乙醇稀釋製成含原兒茶酸分別為 0.1、0.5、1、2、5 mg/L 和含原兒茶醛分別為 1、2、4、8、10 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 0.5 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加 60% 乙醇 45 mL 和鹽酸 4.5 mL，加熱回流 1 小時，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 100-mL 量瓶中，殘渣用 3 mL 60% 乙醇洗滌。重複提取 1 次。合併提取液，加 60% 乙醇至刻度，用 0.2- 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 260 nm；2.1 \times 50 mm 十八烷基鍵合硅膠 (1.7 μ m) 填充柱；流速約 0.4 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 甲酸 (%, v/v)	甲酸:乙腈 (0.1:99.9, v/v) (%, v/v)	洗脫
0-8	100	0	等度
8-10	100 \rightarrow 98	0 \rightarrow 2	綫性梯度

系統適用性要求

將原兒茶酸和原兒茶醛混合對照品溶液 *Std-AS* (原兒茶酸 1 mg/L 和原兒茶醛 4 mg/L) 1 μ L，注入超高效液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：原兒茶酸和原兒茶醛的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；原兒茶酸峰和原兒茶醛峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按原兒茶酸峰和原兒茶醛峰計算分別應不低於 1500 和 2000。

供試品測試中原兒茶酸峰和原兒茶醛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

將原兒茶酸和原兒茶醛系列混合對照品溶液 Std-AS 各 1 μL ，注入超高效液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以原兒茶酸和原兒茶醛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 1 μL ，注入超高效液相色譜儀，並記錄色譜圖。與原兒茶酸和原兒茶醛混合對照品溶液 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原兒茶酸峰和原兒茶醛峰(圖 7)。二色譜圖中原兒茶酸和原兒茶醛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原兒茶酸和原兒茶醛的濃度(mg/L)，並計算樣品中原兒茶酸和原兒茶醛的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含原兒茶酸($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_4$)和原兒茶醛($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$)的總量不少於 0.060%。

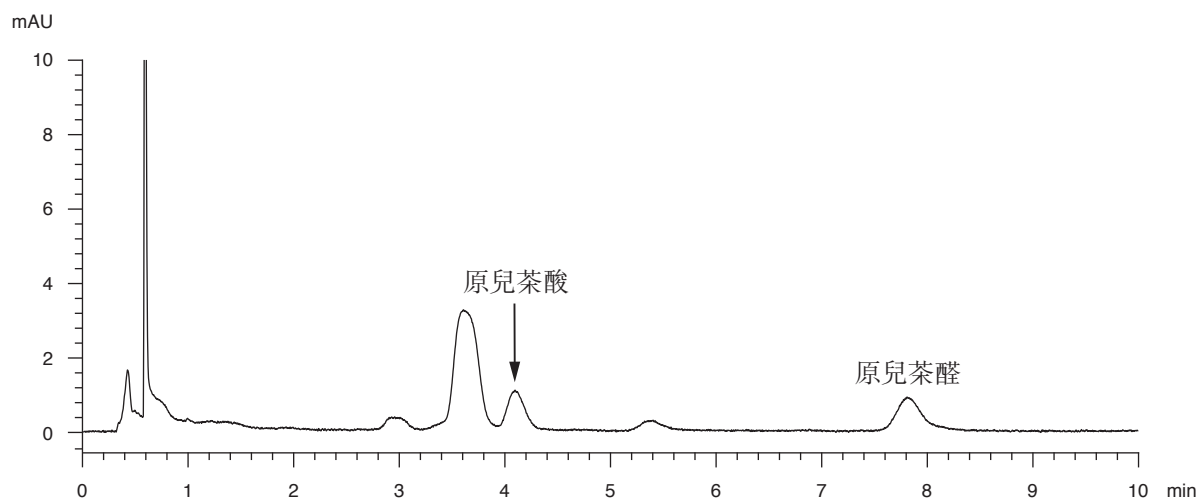


圖 7 紫萁貫眾提取液對照含量測定色譜圖

