

# 黃精



圖 1 黃精外觀圖

- A. 黃精
- B. 根莖表面放大圖(→莖痕)
- C. 斷面放大圖

## 1. 名稱

藥材正名：Polygonati Rhizoma

中文名：黃精

漢語拼音：Huangjing

## 2. 來源

本品為百合科植物黃精 *Polygonatum sibiricum* Red. 的乾燥根莖。秋季採收，除去雜質及鬚根，洗淨，蒸透或置沸水中略燙，曬乾或烘乾。

## 3. 性狀

本品呈長條形，結節狀，長短不一，長 2.7-15.2 cm，直徑 3-25 mm，常一端漸細，有分枝，可見黃白色突出的莖痕。表面類黃色、灰黃色至黃棕色，具環節，有時不明顯，節間長 1-14 mm。質硬而重，斷面平坦，角質樣，黃白色至黃棕色，略半透明，散有眾多黃白色筋脈點。氣微，味微甜(圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別(附錄 III)

#### 橫切面

表皮由 1 列細胞組成，外被角質層。皮層較窄。中柱寬廣，內皮層不明顯，散有維管束；維管束主要為外韌型，靠外者較細及密集。黏液細胞散於薄壁組織中，有的內含草酸鈣針晶，靠外較密集(圖 2)。

#### 粉末

黃棕色。草酸鈣針晶成束，散在或存在於黏液細胞中，直徑 30-220  $\mu\text{m}$ ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。表皮細胞表面觀類多角形，垂周壁略呈連珠狀，外被黃色角質層。導管主要為梯紋及網紋，直徑 8-70  $\mu\text{m}$ 。薄壁細胞眾多，大，類多角形或類圓形，有的具隱約可見的紋孔(圖 3)。

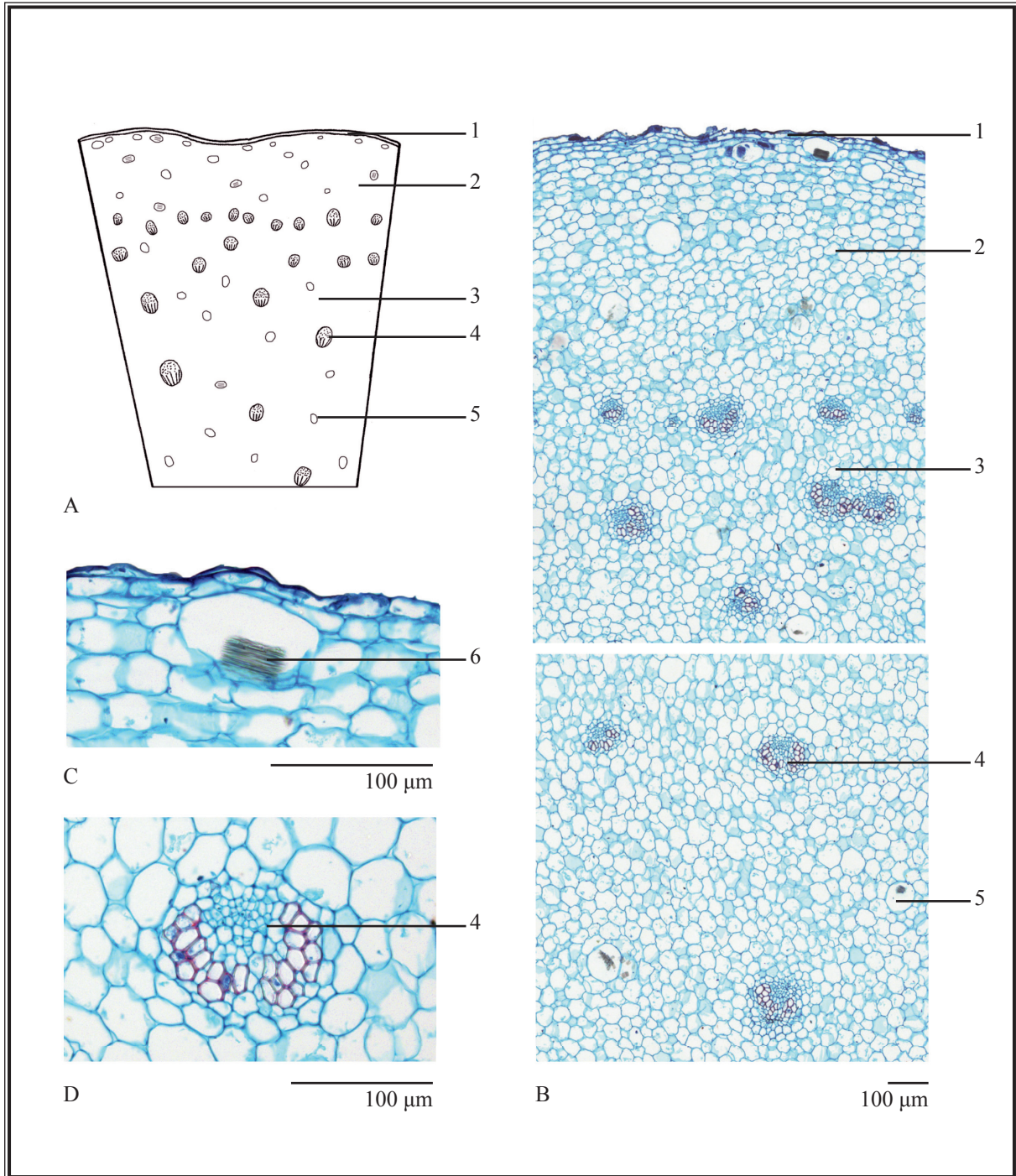


圖 2 黃精橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 黏液細胞 D. 維管束

1. 表皮 2. 皮層 3. 中柱 4. 維管束 5. 黏液細胞 6. 草酸鈣針晶

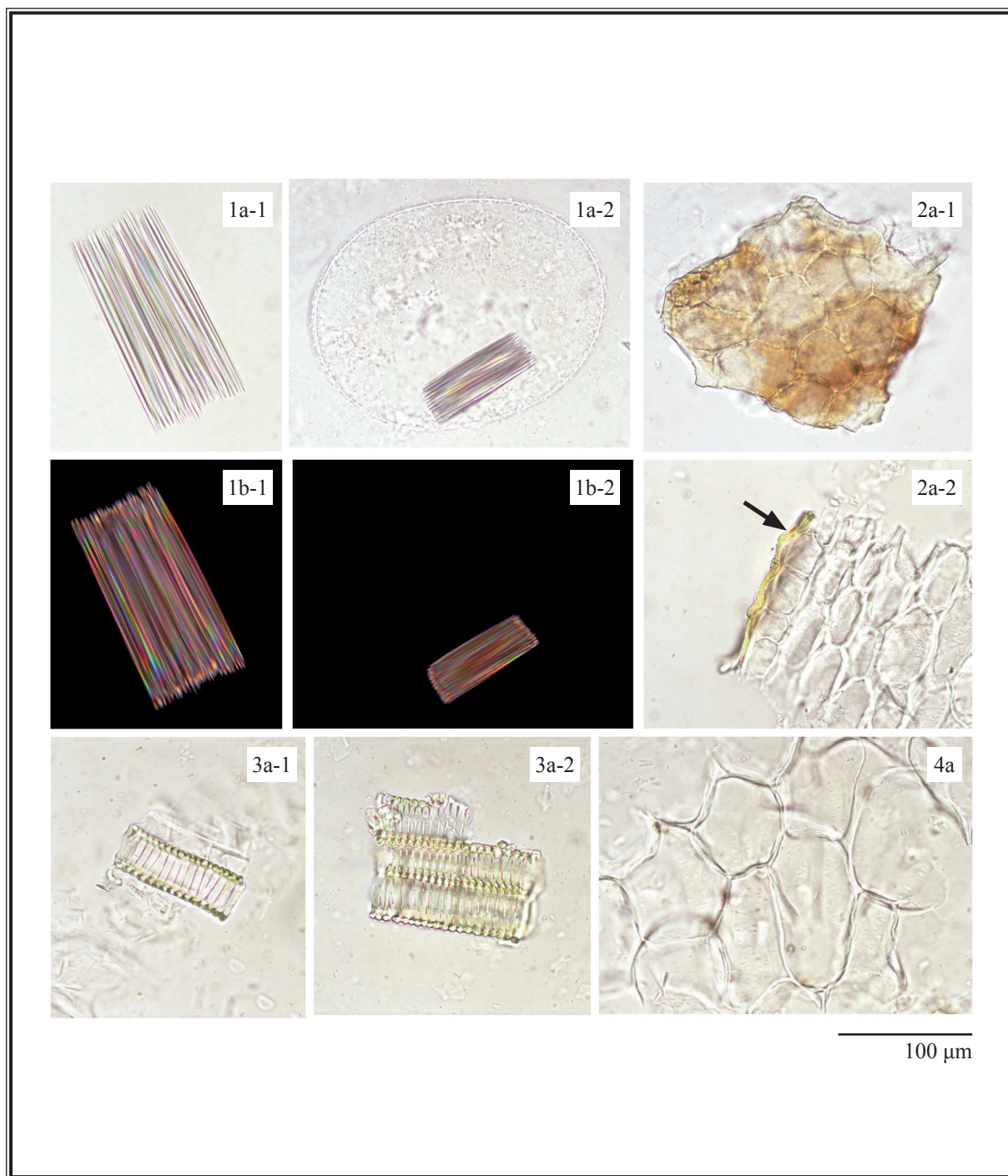


圖 3 黃精粉末顯微特徵圖

1. 草酸鈣針晶(1-1 散在，1-2 在黏液細胞內)
2. 表皮細胞(2-1 表面觀，2-2 側面觀)(角質層→)
3. 導管(3-1 梯紋導管，3-2 網紋導管) 4. 薄壁細胞

## 4.2 薄層色譜鑒別 [ 附錄 IV (A) ]

### 對照品溶液

#### 胡蘆巴鹼對照品溶液

取胡蘆巴鹼對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 50% 乙醇中。

### 展開劑

製備正丁醇－甲酸－乙酸乙酯(8:8:1, v/v)的混合溶液。

### 顯色劑

碘。

### 供試品溶液

取本品粉末 2.0 g (通過 5 號篩)，置 100-mL 圓底燒瓶中，加甲醇含 0.1% 甲酸的混合溶液 50 mL，加熱回流 45 分鐘，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複提取 1 次。合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 50% 乙醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加 50% 乙醇至刻度。用 20 mL 50% 乙醇預處理固相萃取柱(中性氧化鋁，20 mL，5 g)。取 5 mL 提取液載入已預處理的固相萃取柱，加 50 mL 50% 乙醇，收集洗脫液，轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 50% 乙醇，轉移於 5-mL 量瓶中，加 50% 乙醇至刻度。用 0.22- $\mu$ 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。分別吸取胡蘆巴鹼對照品溶液 2  $\mu$ L 和供試品溶液 5  $\mu$ L，點於同一高效矽膠 F<sub>254</sub> 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 4 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。在碘蒸氣中燻約 20 分鐘，直至斑點或條帶清晰可見。置可見光下檢視，並計算 R<sub>f</sub> 值。

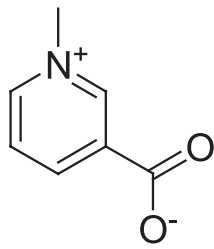


圖 4 胡蘆巴鹼化學結構式

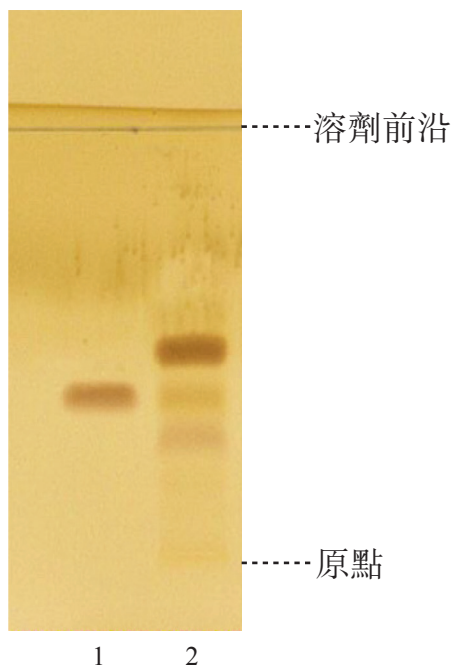


圖 5 黃精提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 胡蘆巴鹼對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與胡蘆巴鹼色澤相同、 $R_f$  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)

#### 試劑

##### 0.2M 醋酸銨溶液

取醋酸銨 7.71 g，溶解於 500 mL 水中。

##### 0.01M 醋酸銨溶液

精密吸取 0.2M 醋酸銨溶液 50 mL，加水至 1000 mL。

##### 0.01M 醋酸銨含 0.2% 醋酸溶液

精密吸取醋酸 2 mL，加至 1000 mL 0.01M 醋酸銨溶液中。

##### 0.2M 醋酸銨含醋酸 - 乙腈混合溶液

精密吸取醋酸 2 mL，加至 50 mL 0.2M 醋酸銨溶液中，再將 0.2M 醋酸銨含醋酸溶液加至 950 mL 乙腈中。

#### 對照品溶液

##### 胡蘆巴鹼對照品溶液 *Std-FP* (25 mg/L)

取胡蘆巴鹼對照品 2.5 mg，溶解於 100 mL 50% 乙醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 2.0 g (通過 5 號篩)，置 100-mL 圓底燒瓶中，加甲醇含 0.1% 甲酸的混合溶液 50 mL，加熱回流 45 分鐘，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次。合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 50% 乙醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加 50% 乙醇至刻度。用 20 mL 50% 乙醇預處理固相萃取柱(中性氧化鋁，20 mL，5 g)。取 5 mL 提取液載入已預處理的固相萃取柱，加 50 mL 50% 乙醇，收集洗脫液，轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 50% 乙醇，轉移於 5-mL 量瓶中，加 50% 乙醇至刻度。用 0.22- $\mu$ m 微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

#### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 265 nm；2.1  $\times$  150 mm Hydrophilic Interaction Chromatography (HILIC) 填充柱(1.7  $\mu$ m 粒徑，130 Å 孔徑，185 m<sup>2</sup>/g 表面積)；柱溫 40°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)	0.2M 醋酸銨含醋 酸 – 乙腈混合溶液 (%, v/v)	0.01M 醋酸銨含 0.2% 醋酸溶液 (%, v/v)	洗脫
0 – 3	100 → 93	0 → 7	綫性梯度
3 – 10	93 → 88	7 → 12	綫性梯度
10 – 15	88	12	等度

### 系統適用性要求

吸取胡蘆巴鹼對照品溶液 Std-FP 1  $\mu\text{L}$ ，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：胡蘆巴鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；胡蘆巴鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按胡蘆巴鹼峰計算應不低於 80000。

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

分別吸取胡蘆巴鹼對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 1  $\mu\text{L}$ ，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 色譜圖中胡蘆巴鹼峰的保留時間，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 色譜圖中胡蘆巴鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中胡蘆巴鹼峰。二色譜圖中胡蘆巴鹼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。

黃精提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 黃精提取液 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	0.35	$\pm 0.03$
2	0.38	$\pm 0.03$
3 (指標成份峰，胡蘆巴鹼)	1.00	-



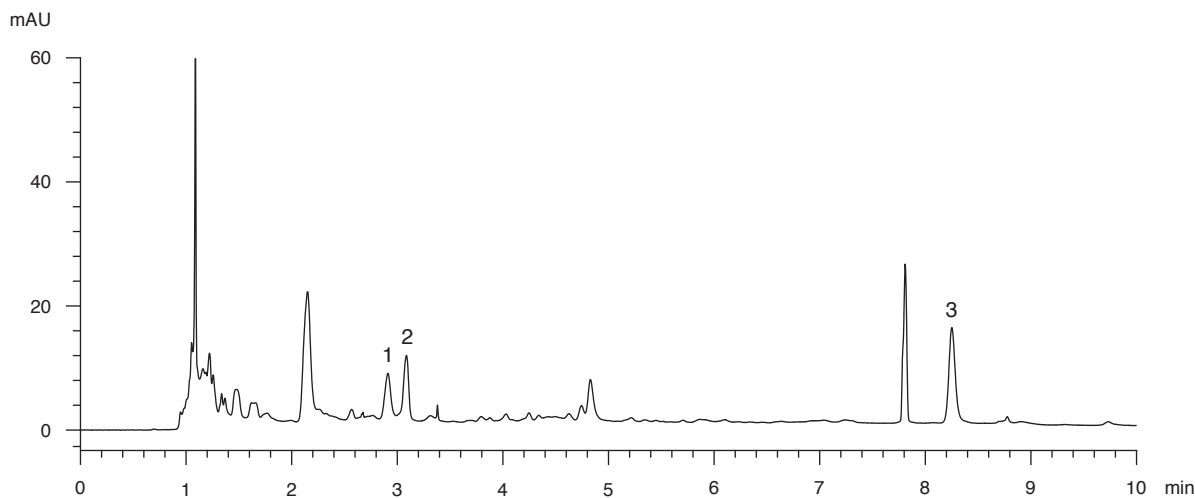


圖 6 黃精提取液對照指紋圖譜

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 3.0%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

甲苯法：不多於 11.0%。

## 6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法): 不少於 63.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法): 不少於 64.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 試劑

#### 0.2M 醋酸銨溶液

取醋酸銨 7.71 g, 溶解於 500 mL 水中。

#### 0.01M 醋酸銨溶液

精密吸取 0.2M 醋酸銨溶液 50 mL, 加水至 1000 mL。

#### 0.01M 醋酸銨含 0.2% 醋酸溶液

精密吸取醋酸 2 mL, 加至 1000 mL 0.01M 醋酸銨溶液中。

#### 0.2M 醋酸銨含醋酸 - 乙腈混合溶液

精密吸取醋酸 2 mL, 加至 50 mL 0.2M 醋酸銨溶液中, 再將 0.2M 醋酸銨含醋酸溶液加至 950 mL 乙腈中。

### 對照品溶液

#### 胡蘆巴鹼對照品儲備液 Std-Stock (100 mg/L)

精密稱取胡蘆巴鹼對照品 1.0 mg, 溶解於 10 mL 50% 乙醇中。

#### 胡蘆巴鹼對照品溶液 Std-AS

精密吸取胡蘆巴鹼對照品儲備液適量, 以 50% 乙醇稀釋製成含胡蘆巴鹼分別為 3、5、10、25、50 mg/L 系列的對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 2.0 g (通過 5 號篩)，置 100-mL 圓底燒瓶中，加甲醇含 0.1% 甲酸的混合溶液 50 mL，加熱回流 45 分鐘，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次。合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 50% 乙醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加 50% 乙醇至刻度。用 20 mL 50% 乙醇預處理固相萃取柱 (中性氧化鋁，20 mL，5 g)。取 5 mL 提取液載入已預處理的固相萃取柱，加 50 mL 50% 乙醇，收集洗脫液，轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 50% 乙醇，轉移於 5-mL 量瓶中，加 50% 乙醇至刻度。用 0.22- $\mu$ m 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 265 nm；2.1  $\times$  150 mm Hydrophilic Interaction Chromatography (HILIC) 填充柱 (1.7  $\mu$ m 粒徑，130 Å 孔徑，185 m<sup>2</sup>/g 表面積)；柱溫 40°C；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)	0.2M 醋酸銨含醋 酸 – 乙腈混合溶液 (%, v/v)	0.01M 醋酸銨含 0.2% 醋酸溶液 (%, v/v)	洗脫
0 – 3	100 → 93	0 → 7	綫性梯度
3 – 10	93 → 88	7 → 12	綫性梯度
10 – 15	88	12	等度

### 系統適用性要求

將胡蘆巴鹼對照品溶液 Std-AS (10 mg/L) 1  $\mu$ 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：胡蘆巴鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；胡蘆巴鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按胡蘆巴鹼峰計算應不低於 80000。

供試品測試中胡蘆巴鹼峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 7)。

### 標準曲綫

將胡蘆巴鹼系列對照品溶液 Std-AS 各 1  $\mu\text{L}$ ，注入超高效液相色譜儀，並記錄色譜圖。以胡蘆巴鹼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  $\mu\text{L}$ ，注入超高效液相色譜儀，並記錄色譜圖。與胡蘆巴鹼對照品溶液 Std-AS 色譜圖中胡蘆巴鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中胡蘆巴鹼峰(圖 7)。二色譜圖中胡蘆巴鹼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胡蘆巴鹼的濃度(mg/L)，並計算樣品中胡蘆巴鹼的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含胡蘆巴鹼( $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$ )不少於 0.0034%。

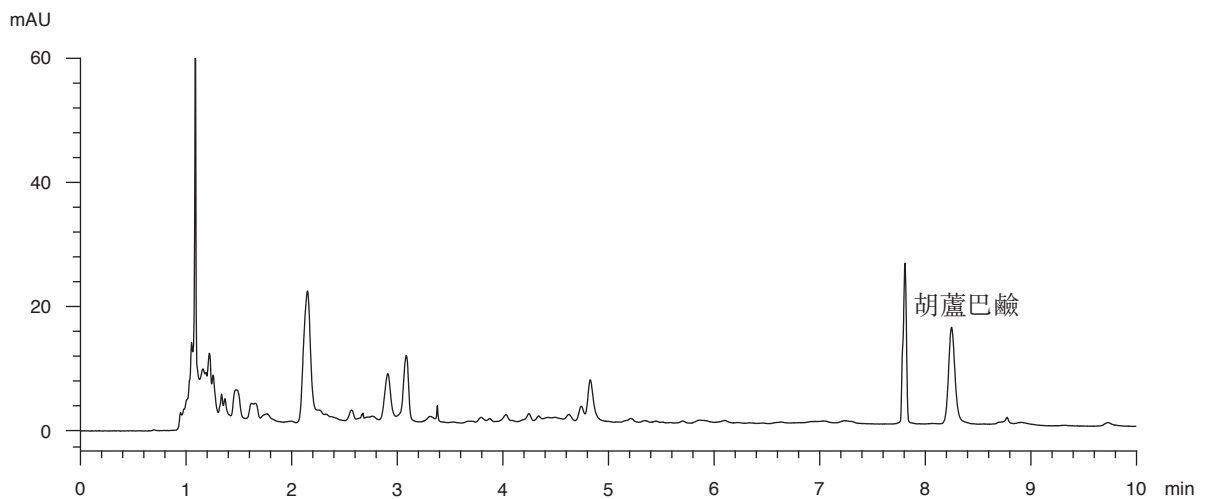


圖 7 黃精提取液對照含量測定色譜圖