

西河柳

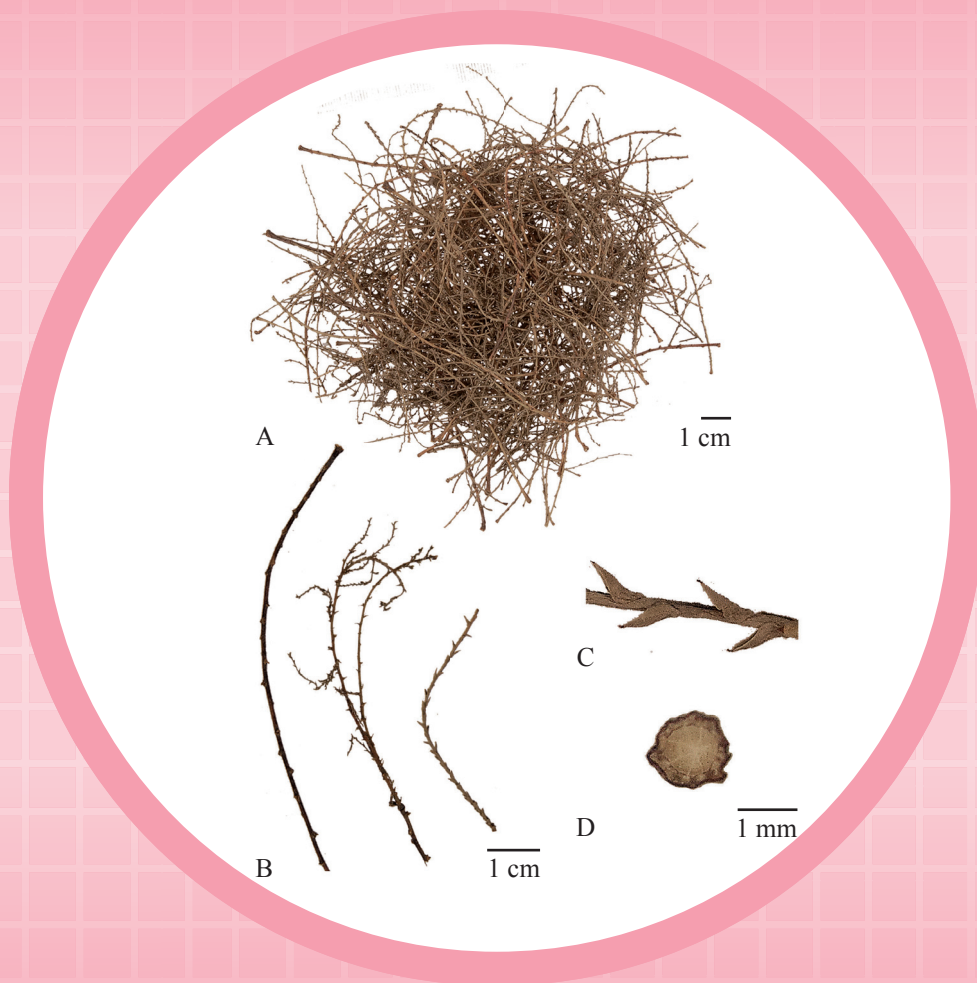


圖 1 西河柳外觀圖

- A. 西河柳
- B. 西河柳放大圖
- C. 互生葉放大圖
- D. 枝條橫斷面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Tamaricis Cacumen

中文名：西河柳

漢語拼音：Xiheliu

2. 來源

本品為檉柳科植物檉柳 *Tamarix chinensis* Lour. 的乾燥細嫩枝葉。夏季開花前採收，曬乾。

3. 性狀

本品上段枝條成纖細圓柱狀，直徑0.3-1.3 mm，表面灰綠色至黃綠色；質脆，易折斷，斷面平坦，黃白色，呈放射狀，射線明顯，中央有髓。下段枝條直徑0.7-2.5 mm，表面黃棕色至紅棕色。葉互生，鱗片狀，卵狀三角形，先端尖，基部抱莖。葉片常脫落，可見殘留突起的葉基。氣微，味淡(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

木栓層含紅棕色物，上斷枝條由1列扁平細胞組成，下斷枝條由4-7列扁平細胞組成，外側細胞壁木化。皮層相對寬廣，含有多列排列不規則薄壁細胞，類方形或形狀不規則。中柱鞘纖維斷續排列成環，纖維壁明顯增厚且木化，周圍的細胞含硫酸鈣結晶，有時夾石細胞群。韌皮部薄。形成層不明顯。木質部含纖維和導管，射線2-3列細胞寬，木化。髓部相對較小，由類圓形薄壁細胞組成[圖2(i)及2(ii)]。

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
Impatiens Caulis
鳳仙透骨草

紫萁貫眾
Osmundae Rhizoma
Catharanthi Rosei Herba
長春花
西河柳

粉末

紅棕色、棕綠色至黃綠色。硫酸鈣結晶極多，直徑 5-28 μm ，有的稜角明顯；偏光顯微鏡下呈多彩狀。石細胞多個成群，類圓形或橢圓形。葉基纖維束細長，壁稍厚且表面有刺狀突起。纖維多成束，直徑 4-16 μm ，壁稍厚，木化。葉表皮細胞表面觀類方形、類多邊形或長方形，外壁稍增厚，有的可見半月形角質突起；氣孔下陷，副衛細胞 4-6 個，上下表皮皆可見。導管以網紋及螺紋導管為主，直徑分別為 6-19 μm 及 3-14 μm (圖 3)。

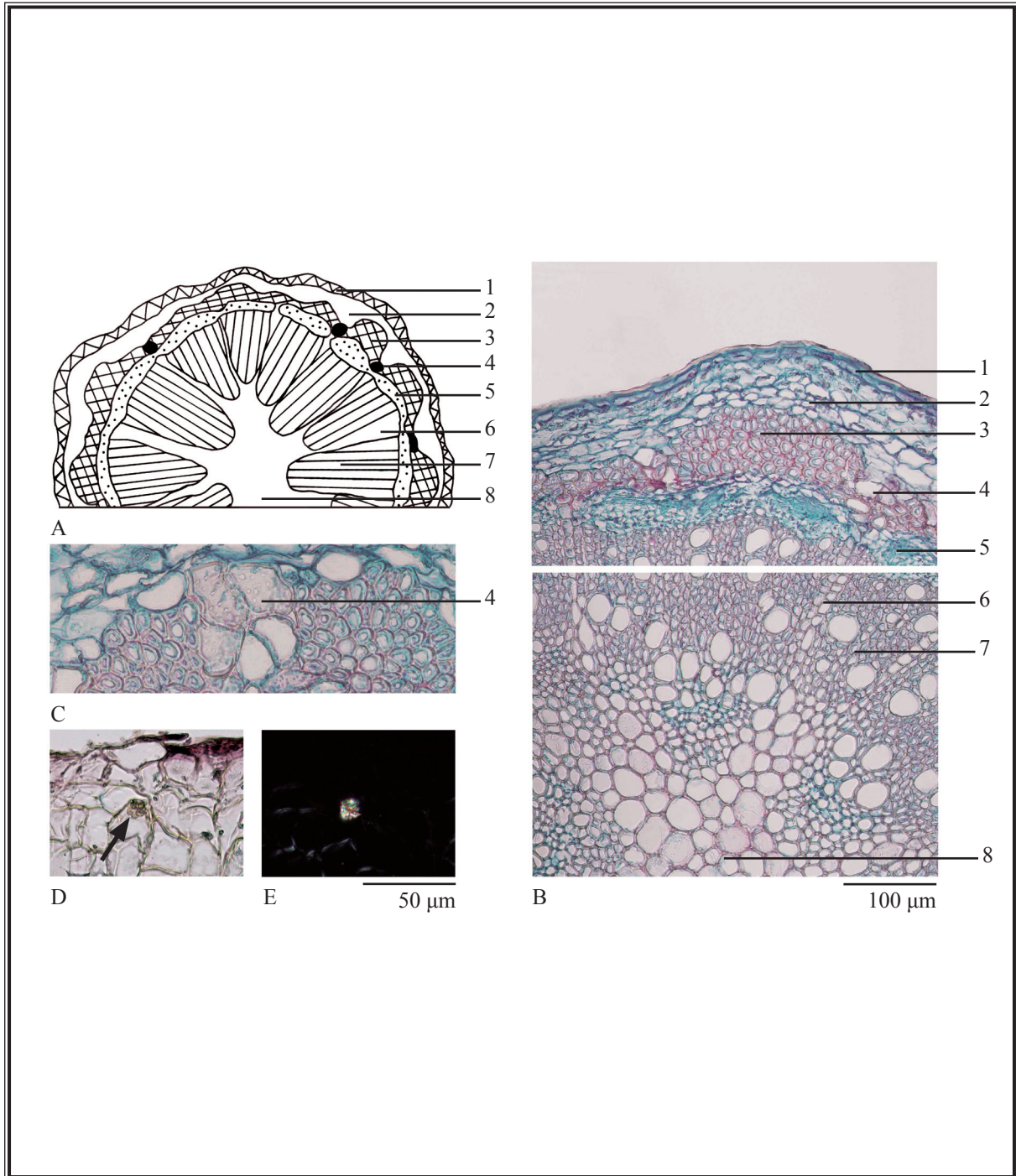


圖 2 (i) 西河柳上段細嫩枝條橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞
- D. 硫酸鈣結晶(於光學顯微鏡下→)
- E. 硫酸鈣結晶(於偏光顯微鏡下)

- 1. 木栓層 2. 皮層 3. 中柱鞘纖維 4. 石細胞
- 5. 韌皮部 6. 射線 7. 木質部 8. 髓

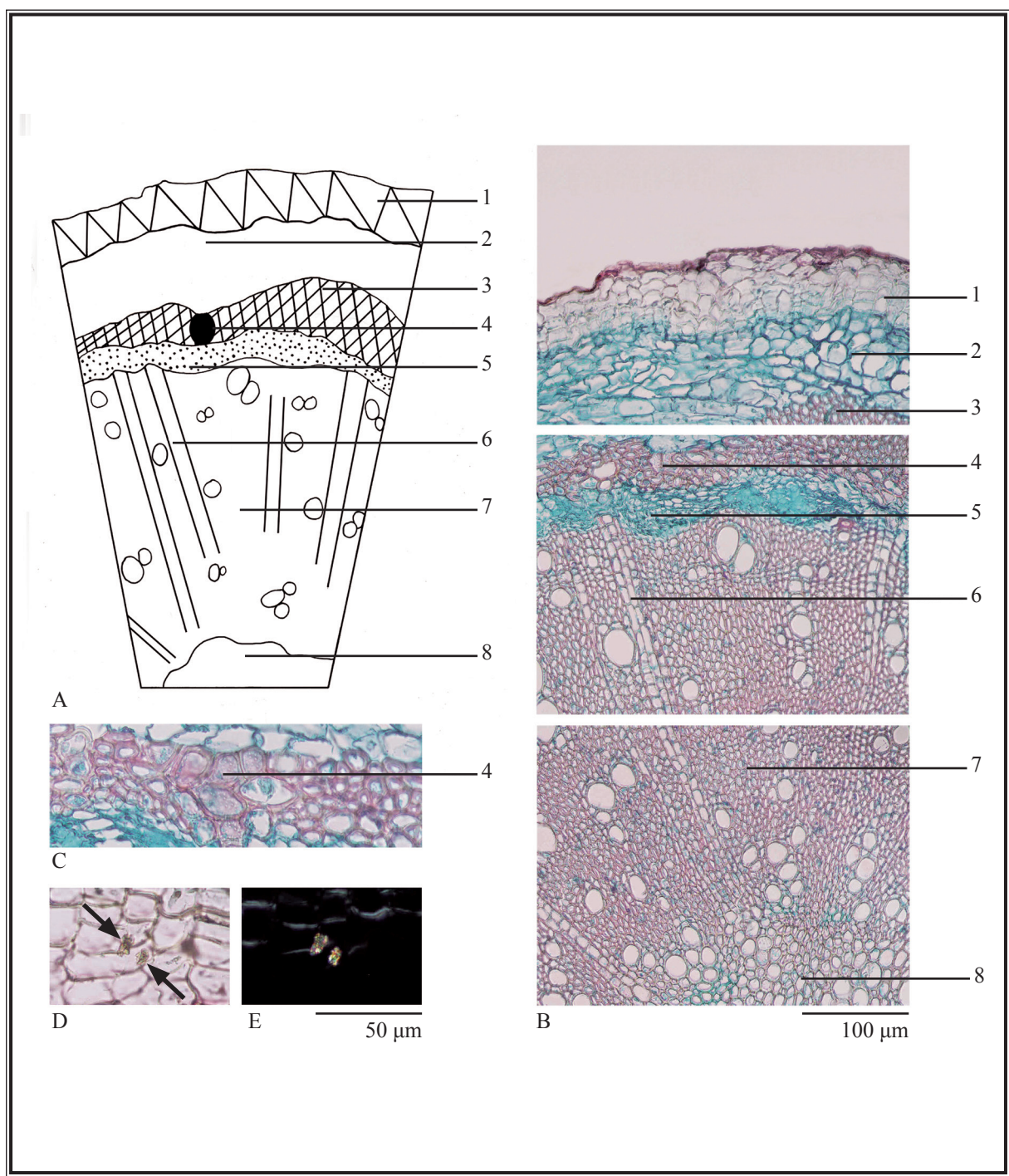


圖 2(ii) 西河柳下段細嫩枝條橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞
 D. 硫酸鈣結晶(光學顯微鏡下→)
 E. 硫酸鈣結晶(偏光顯微鏡下)
1. 木栓層 2. 皮層 3. 中柱鞘纖維 4. 石細胞
 5. 韌皮部 6. 射線 7. 木質部 8. 髓

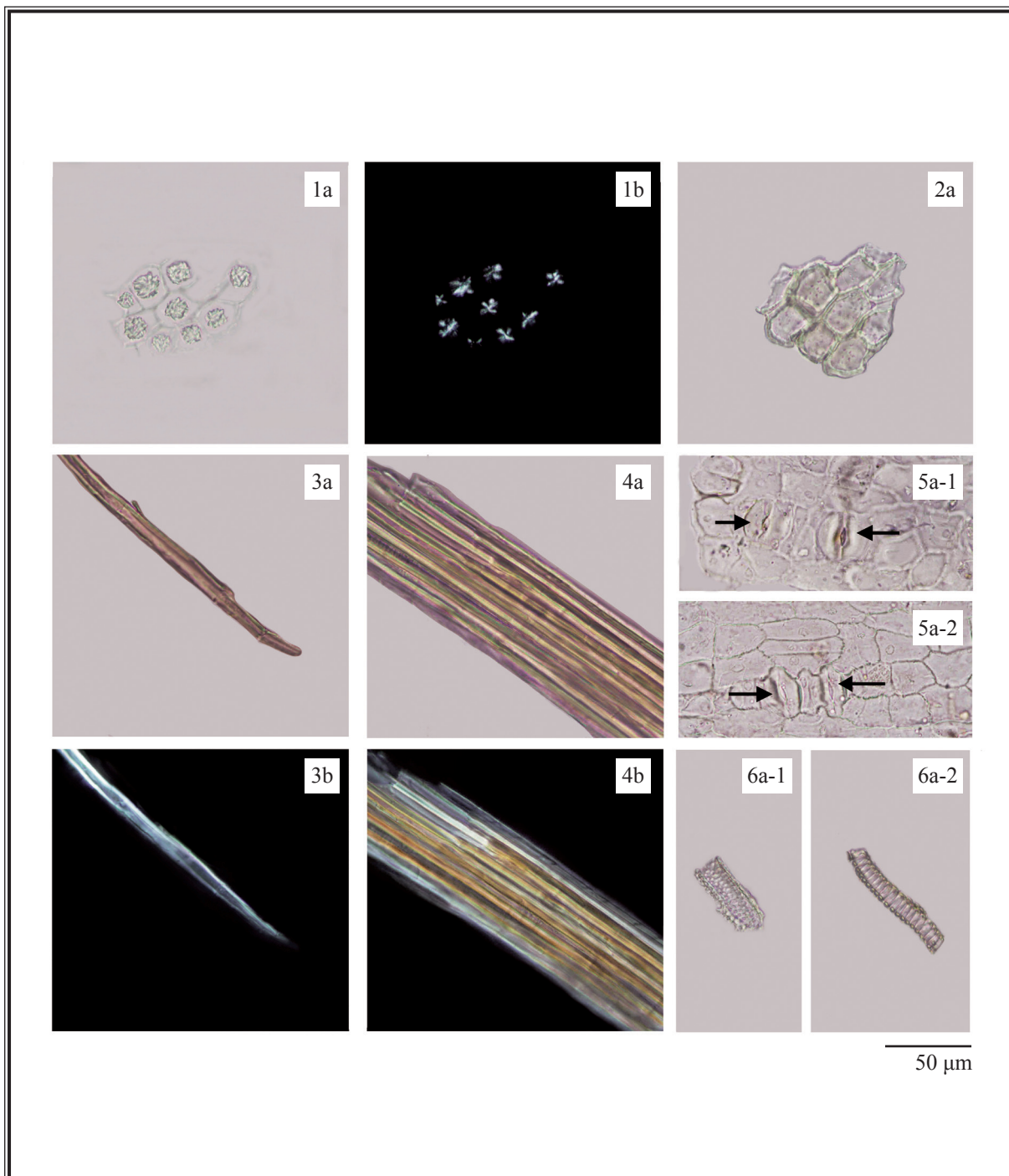


圖 3 西河柳粉末顯微特徵圖

1. 硫酸鈣結晶 2. 石細胞 3. 葉基纖維 4. 纖維
5. 葉表皮細胞(5-1 葉上表皮細胞, 5-2 葉下表皮細胞, 氣孔→)
6. 導管(6-1 網紋導管, 6-2 螺紋導管)

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

槲皮素對照品溶液

取槲皮素對照品(圖 4) 0.25 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－正己烷－甲酸－水(11:7:2:1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取三氯化鋁 1 g，溶解於 100 mL 乙醇中。

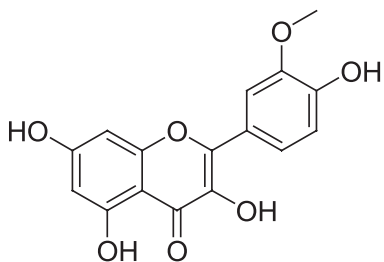
供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 圓底燒瓶中，加甲醇含 2% 鹽酸 10 mL，加熱回流 30 分鐘，放冷至室溫，用 0.45- μ m 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

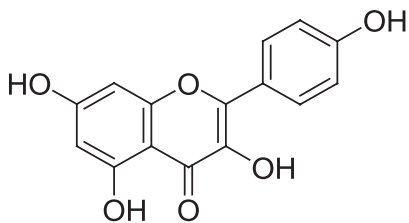
操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取槲皮素對照品溶液 1 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 105°C 加熱(約 2 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

(i)



(ii)



(iii)

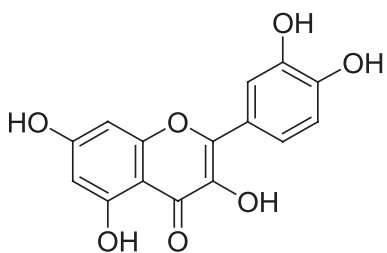


圖 4 化學結構式 (i) 異鼠李素 (ii) 山柰素 (iii) 槲皮素

Tamaricis Cacumen
西河柳

大血藤
Sargentodoxae Caulis

紅早蓮
Hyperici Ascyri Herba

Deinagkistrodon (Agkistrodon)
蕪蛇

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
西河柳

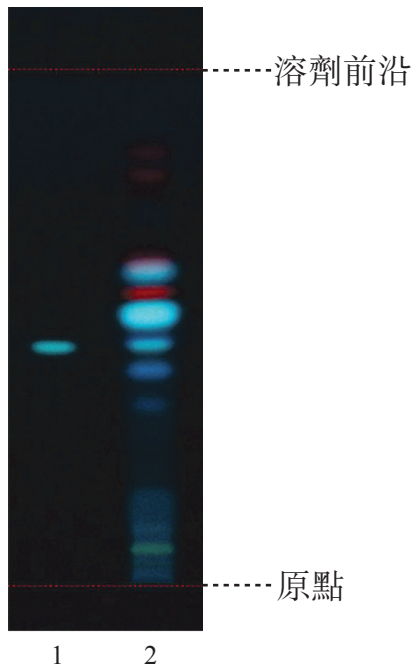


圖 5 西河柳提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 槲皮素對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與槲皮素色澤相同、 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

異鼠李素對照品溶液 *Std-FP* (6 mg/L)

取異鼠李素對照品(圖 4) 0.3 mg, 溶解於 50 mL 甲醇中。

山柰素對照品溶液 *Std-FP* (3 mg/L)

取山柰素對照品(圖 4) 0.15 mg, 溶解於 50 mL 甲醇中。

槲皮素對照品溶液 *Std-FP* (4 mg/L)

取槲皮素對照品 0.2 mg, 溶解於 50 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加甲醇含 2% 鹽酸 20 mL，加熱回流 30 分鐘，放冷至室溫，濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中。殘渣用甲醇 3 mL 洗滌，重複提取 1 次，合併提取液，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 364 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 0.5 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	甲醇 (%, v/v)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 12	60	40	等度
12 – 20	60 \rightarrow 65	40 \rightarrow 35	綫性梯度
20 – 40	65 \rightarrow 70	35 \rightarrow 30	綫性梯度
40 – 60	70 \rightarrow 74	30 \rightarrow 26	綫性梯度

系統適用性要求

吸取異鼠李素對照品溶液 Std-FP、山柰素對照品溶液 Std-FP 和槲皮素對照品溶液 Std-FP 各 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：異鼠李素、山柰素和槲皮素的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；異鼠李素峰、山柰素峰和槲皮素峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按異鼠李素峰、山柰素峰和槲皮素峰計算均應不低於 20000。

供試品測試中 1 號峰、2 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

分別吸取異鼠李素、山柰素、槲皮素對照品溶液 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 色譜圖中異鼠李素峰、山柰素峰和槲皮素峰的保留時間，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 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中異鼠李素峰、山柰素峰和槲皮素峰。二色譜圖中異鼠李素峰、山柰素峰和槲皮素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。

西河柳提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 西河柳提取液 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 (槲皮素)	0.72	± 0.03
2 (指標成份峰，異鼠李素)	1.00	-
3 (山柰素)	1.08	± 0.03
4	1.13	± 0.03

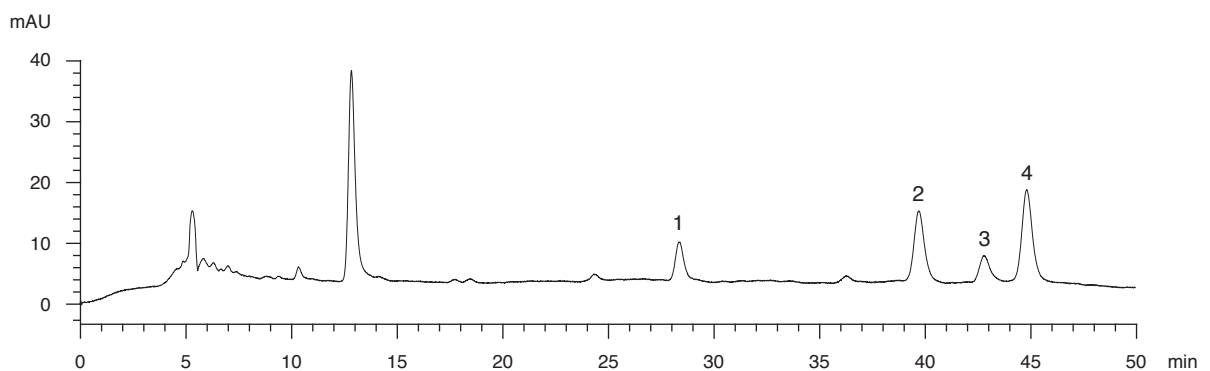


圖 6 西河柳提取液對照指紋圖譜

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 2.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 15.0%。

酸不溶性灰分：不多於 3.0%。

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 20.0%。

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。

Tamaricis Cacumen
西河柳

大血藤
Sargentodoxae Caulis

紅早蓮
Hyperici Ascyri Herba

Deinagkistrodon (Agkistrodon)
蕪蛇

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
西河柳

對照品溶液

異鼠李素、山柰素和槲皮素混合對照品儲備液 *Std-Stock* (異鼠李素 330 mg/L、山柰素 210 mg/L 和槲皮素 220 mg/L)

精密稱取異鼠李素對照品 3.3 mg、山柰素對照品 2.1 mg 和槲皮素對照品 2.2 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

異鼠李素、山柰素和槲皮素混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取異鼠李素、山柰素和槲皮素混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含異鼠李素分別為 0.65、1.3、2.6、5.2、10.4 mg/L；含山柰素分別為 0.4、0.8、1.6、3.2、6.4 mg/L 和含槲皮素分別為 0.4、0.8、1.6、3.2、6.4 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 0.2 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加甲醇含 2% 鹽酸 20 mL，加熱回流 30 分鐘，放冷至室溫，濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中。殘渣用甲醇 3 mL 洗滌，重複提取 1 次，合併提取液，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 364 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 0.5 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	甲醇 (%, v/v)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 12	60	40	等度
12 – 20	60 \rightarrow 65	40 \rightarrow 35	綫性梯度
20 – 40	65 \rightarrow 70	35 \rightarrow 30	綫性梯度
40 – 60	70 \rightarrow 74	30 \rightarrow 26	綫性梯度

系統適用性要求

將異鼠李素、山柰素和槲皮素混合對照品溶液 *Std-AS* (異鼠李素 2.6 mg/L、山柰素 1.6 mg/L 和槲皮素 1.6 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：異鼠李素、山柰素和槲皮素的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；異鼠李素峰、山柰素峰和槲皮素峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按異鼠李素峰、山柰素峰和槲皮素峰計算均應不低於 20000。

供試品測試中異鼠李素峰、山柰素峰和槲皮素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

將異鼠李素、山柰素和槲皮素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。分別以異鼠李素、山柰素和槲皮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。與異鼠李素、山柰素和槲皮素混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中異鼠李素峰、山柰素峰和槲皮素峰(圖 7)。二色譜圖中異鼠李素、山柰素和槲皮素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異鼠李素、山柰素和槲皮素的濃度(mg/L)，並計算樣品中異鼠李素、山柰素和槲皮素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含異鼠李素($C_{16}H_{12}O_7$)、山柰素($C_{15}H_{10}O_6$)和槲皮素($C_{15}H_{10}O_7$)的總量不少於 0.12%。

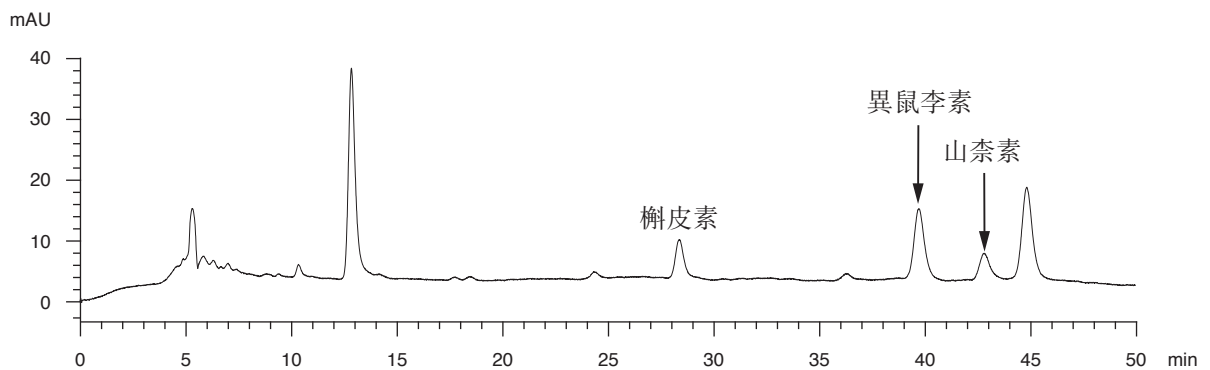


圖 7 西河柳提取液對照含量測定色譜圖