

纈草

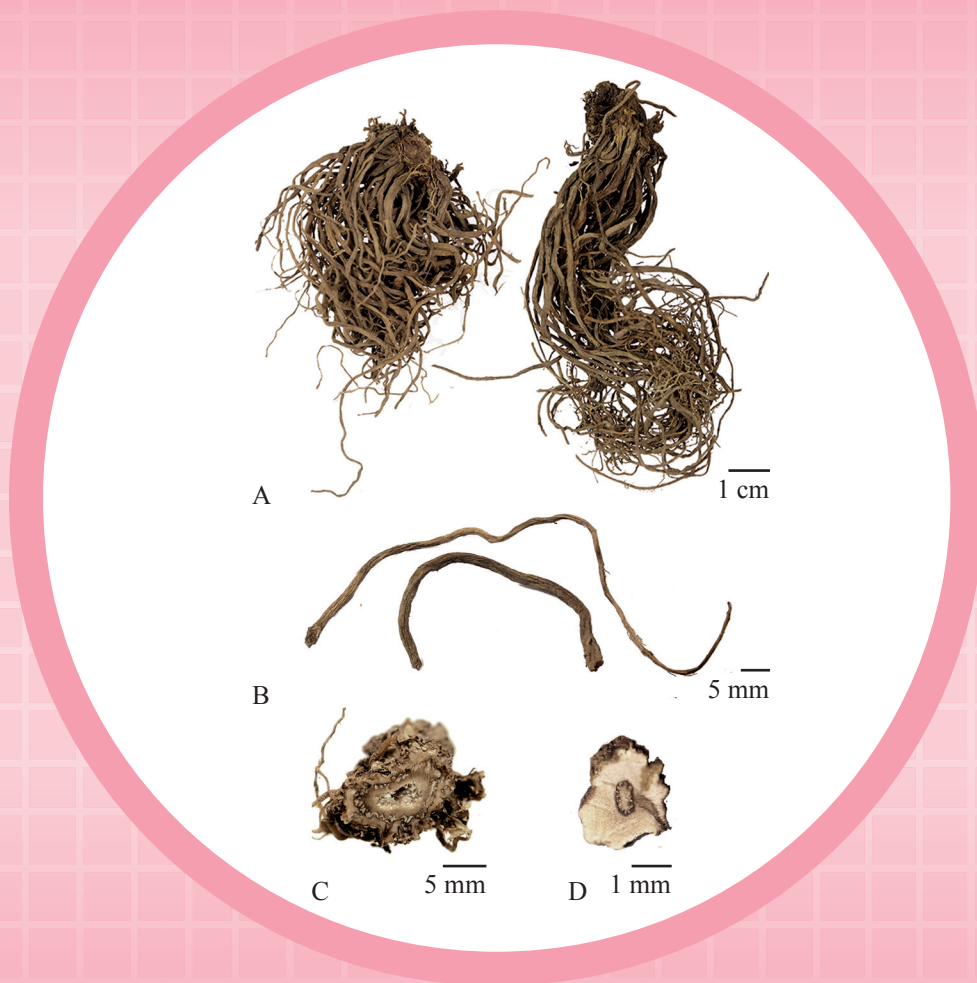


圖 1 纈草外觀圖

- A. 纈草
- B. 根放大圖
- C. 根莖切面放大圖
- D. 根切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Valerianae Radix et Rhizoma

中文名：纈草

漢語拼音：Xiecao

2. 來源

本品為敗醬科植物 *Valeriana officinalis* L. 的乾燥根與根莖。9 月至 10 月期間收集根與根莖，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品根莖呈圓錐形或圓柱形，短角狀，直徑 4-22 mm；表面暗黃棕色至深棕色，有莖基部和葉痕殘留；四周密生多數細長不定根；斷面灰棕色，形狀不規則，有時中空。根呈圓柱形，有縱皺紋，長 2-14 cm，直徑 1-3 mm；表面顏色與根莖相似，細長，有纖維性支根；斷面灰白色，中央可見一個狹小的中柱鞘。質脆。氣味強烈且特異，味先甜後辛、苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

根：表皮由 1 列細胞組成，細胞外壁凸起。下皮層細胞 1 列，較大，多邊形或近圓形，壁稍木栓化；皮層寬，薄壁細胞圓形或多角形。油細胞分散在皮層，眾多，比皮層薄壁細胞小。內皮層由 1 列切向延長的細胞組成。厚壁細胞偶爾單個或數個散在內皮層外側排列成一個不連續環。維管束外韌型，排列成環圍繞著髓；韌皮部細胞形狀不規則；形成層不明顯；導管與纖維木化。髓小，裂隙偶見 [圖 2 (i)]。

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)
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
長春花
Catharanthi Rosei Herba
纈草

根莖：木栓層由數列多角形細胞組成，較大，微木栓化。皮層細胞數列，球形、多角形或形狀不規則，壁稍增厚。內皮層由1列切向延長的細胞組成。外韌型維管束楔形，呈圓形排列；韌皮部細胞形狀不規則，排列疏鬆；形成層不明顯；導管和纖維木化。油細胞偶爾散在皮層。髓較大，偶見裂隙，中心有石細胞，壁厚，內腔狹窄[圖2(ii)]。

粉末

灰黃色或灰棕色。澱粉粒眾多，直徑4-16 μm，臍點裂縫狀或星狀，複粒由2-5分粒組成；偏光顯微鏡下呈黑十字狀。石細胞單個或成群，多角形，壁厚，內腔窄；偏光顯微鏡下呈多彩狀。木栓層細胞多角形，壁不規則增厚。油細胞偶見，散於薄壁細胞中。下皮細胞長方形至多角形，稍拉長，壁稍增厚。厚壁細胞偶見，長方形，壁適度增厚，管腔大；偏光顯微鏡下呈多彩狀。纖維多成束，淡黃色，壁木化，有明顯的紋孔，細長，直徑6-26 μm；偏光顯微鏡下呈多彩狀。內皮層長方形，垂周壁彎曲。導管為網紋或具緣紋孔導管，直徑6-66 μm(圖3)。

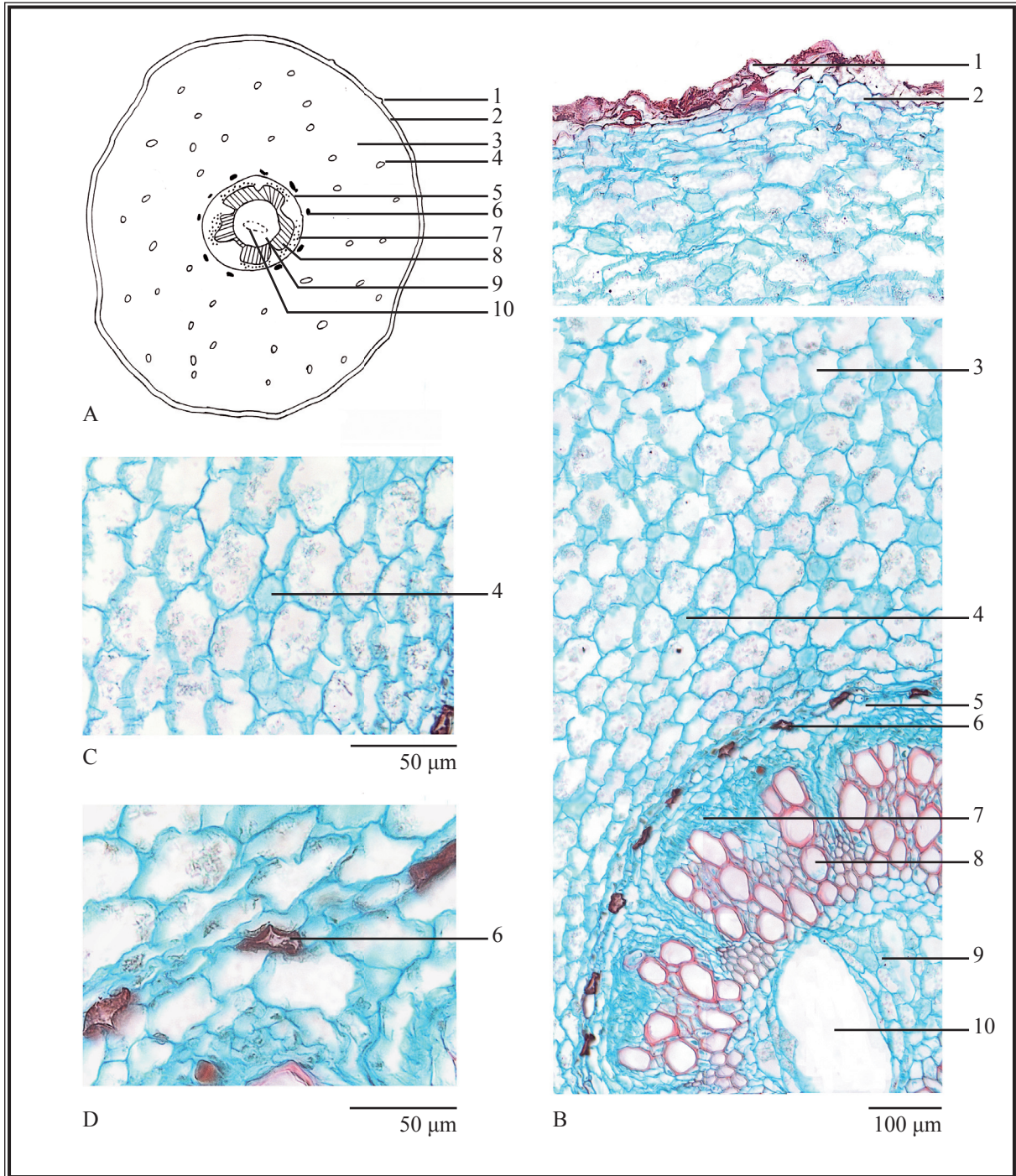


圖 2(i) 纈草根橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C-D. 橫切面放大圖

- 1. 表皮 2. 下皮 3. 皮層 4. 油細胞 5. 內皮層
- 6. 厚壁細胞 7. 韌皮部 8. 木質部 9. 髓 10. 裂隙

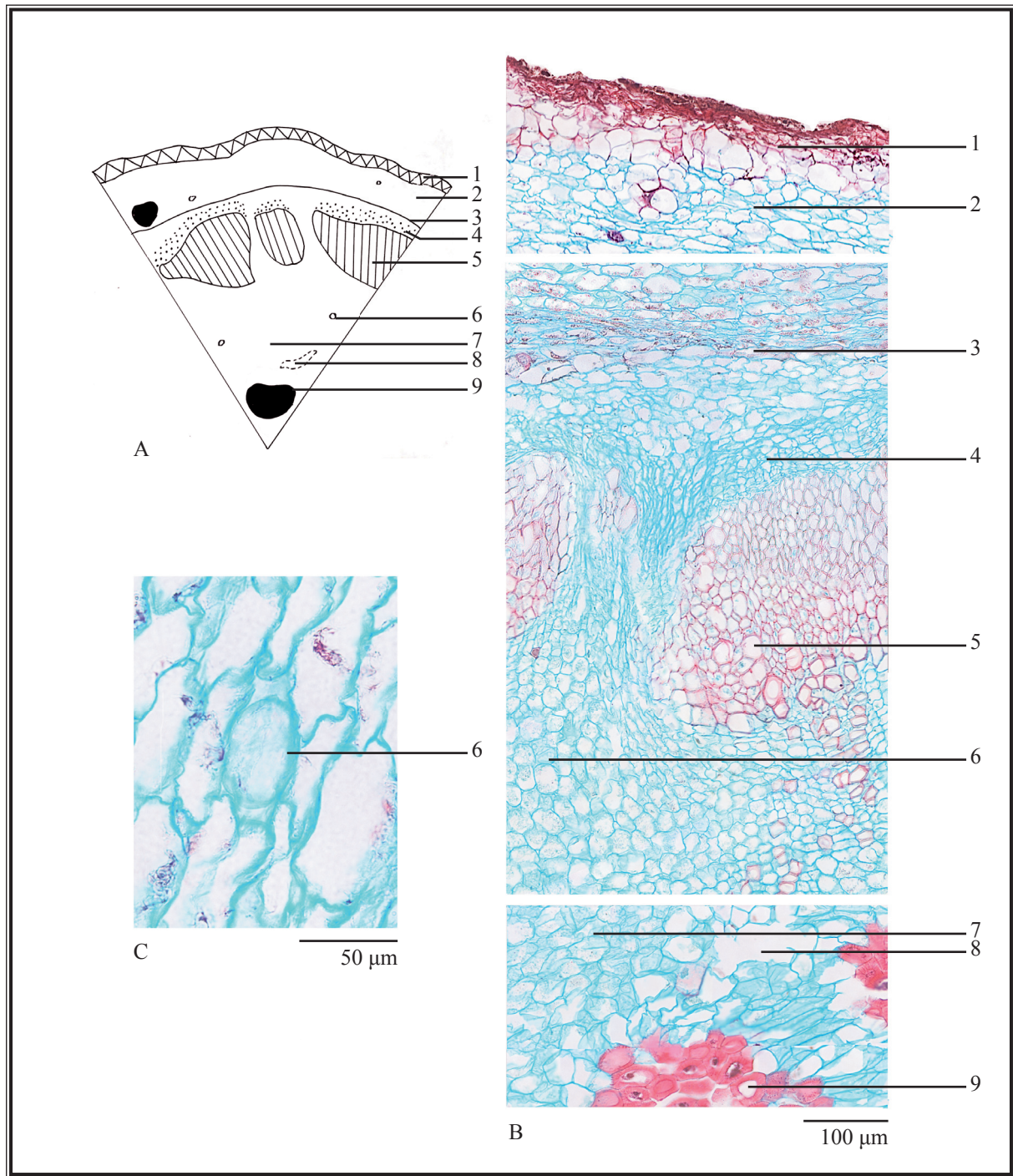


圖 2(ii) 纈草根莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 油細胞

1. 木栓層 2. 皮層 3. 內皮層 4. 韌皮部 5. 木質部 6. 油細胞 7. 髓
8. 裂隙 9. 石細胞

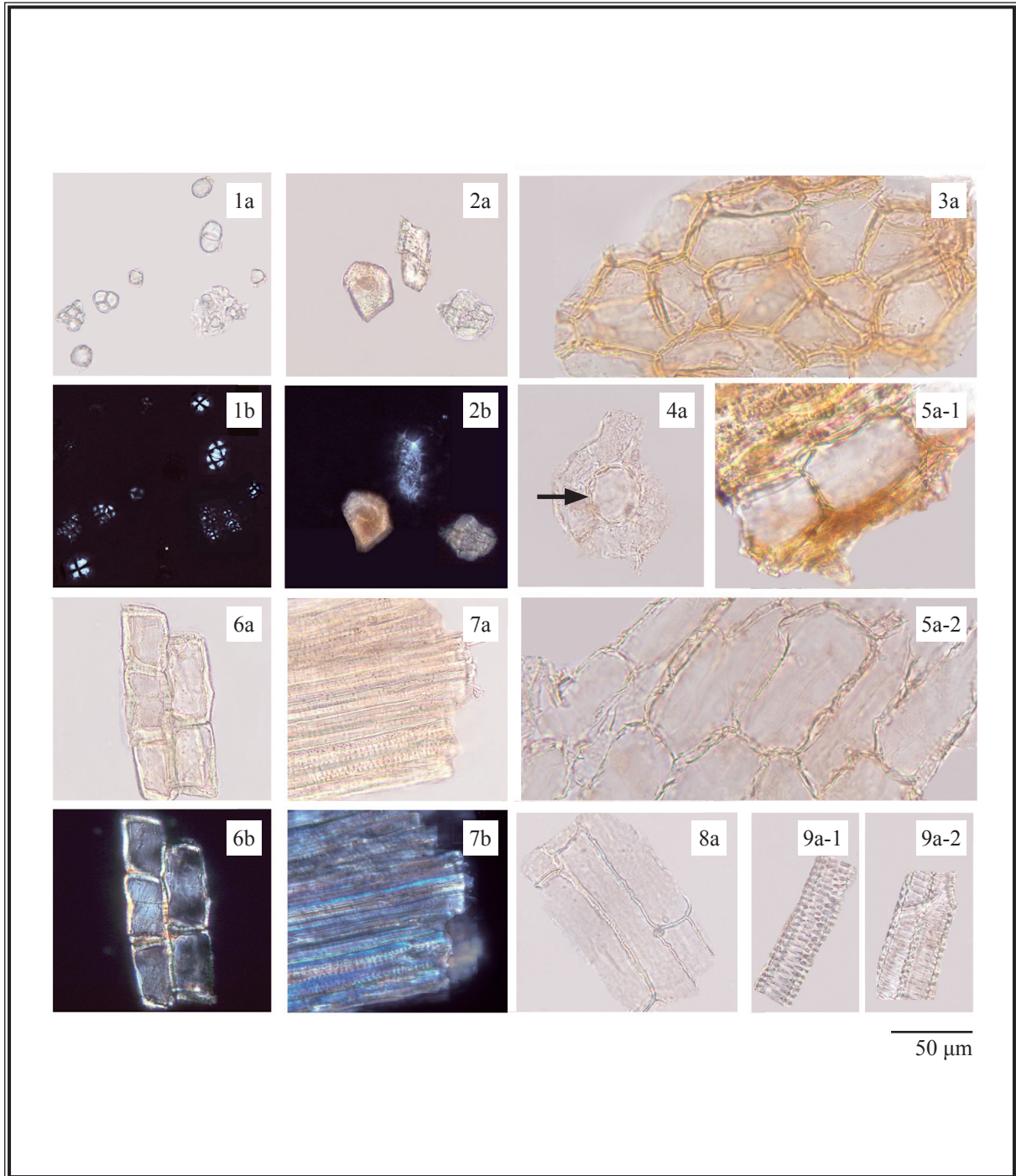


圖 3 纈草粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 石細胞 3. 木栓細胞 4. 油細胞(→)
5. 下皮細胞(5-1 側面觀, 5-2 表面觀)
6. 厚壁細胞 7. 纖維 8. 內皮層細胞
9. 導管(9-1 具緣紋孔導管, 9-2 網紋導管)

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

纈草烯酸對照品溶液

取纈草烯酸對照品(圖 4) 0.5 mg，溶解於 2 mL 70% 乙醇中。

展開劑

製備環己烷 - 乙酸乙酯 - 甲酸(8:2:0.2, v/v)的混合溶液。

顯色劑

顯色劑 1

取冰醋酸 10 mL，緩緩加至 40 mL 鹽酸中。

顯色劑 2

取 4- 甲氧基苯甲醛 0.5 mL，加至 10 mL 冰醋酸中，加 85 mL 甲醇，再緩緩加硫酸 5 mL。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 70% 乙醇 5 mL，超聲(400 W)處理 30 分鐘，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取纈草烯酸對照品溶液和供試品溶液各 5 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。均勻噴上顯色劑 1，在約 120°C 加熱(約 5 分鐘)。均勻噴上顯色劑 2，在約 100°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見(約 3 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

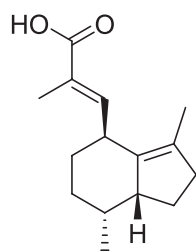


圖 4 纈草烯酸化學結構式

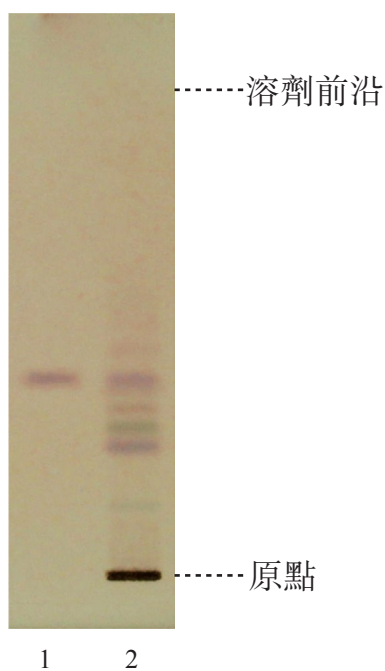


圖 5 纈草提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 纈草烯酸對照品溶液
2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與纈草烯酸色澤相同、 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

纈草烯酸對照品溶液 *Std-FP* (15 mg/L)

取纈草烯酸對照品 1.5 mg，溶解於 100 mL 70% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.3 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 10 mL，超聲(300 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 4000 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 70% 乙醇洗滌，合併提取液，加 70% 乙醇至刻度。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 220 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(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)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 15	50 → 40	50 → 60	綫性梯度
15 – 25	40 → 30	60 → 70	綫性梯度
25 – 35	30	70	等度

系統適用性要求

吸取纈草烯酸對照品溶液 *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：纈草烯酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；纈草烯酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按纈草烯酸峰計算應不低於 24000。

供試品測試中 2 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取纈草烯酸對照品溶液 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 色譜圖中纈草烯酸峰的保留時間，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 色譜圖中纈草烯酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中纈草烯酸峰。二色譜圖中纈草烯酸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。

纈草提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 纈草提取液 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	0.52	± 0.03
2 (指標成份峰，纈草烯酸)	1.00	-
3	1.11	± 0.03
4	1.47	± 0.03

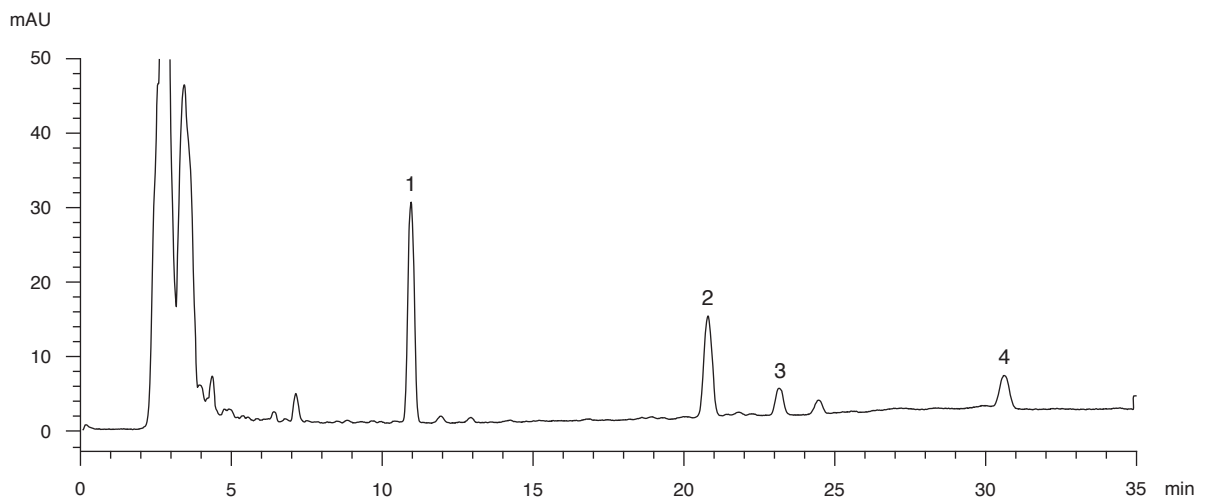


圖 6 纈草提取液對照指紋圖譜

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 11.5%。

酸不溶性灰分：不多於 5.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 9.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 25.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 25.0%。

7. 含量測定

7.1 纈草烯酸含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

纈草烯酸對照品儲備液 *Std-Stock* (500 mg/L)

精密稱取纈草烯酸對照品 5.0 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

纈草烯酸對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取纈草烯酸對照品儲備液適量，以 70% 乙醇稀釋製成含纈草烯酸分別為 5、10、15、20、30 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.3 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 10 mL，超聲(300 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 $4000 \times g$)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 70% 乙醇洗滌，合併提取液，加 70% 乙醇至刻度。用 0.45- μm 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 220 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm) 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)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 15	50 \rightarrow 40	50 \rightarrow 60	綫性梯度
15 – 25	40 \rightarrow 30	60 \rightarrow 70	綫性梯度
25 – 35	30	70	等度

系統適用性要求

將纈草烯酸對照品溶液 *Std-AS* (15 mg/L) 5 μL ，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：纈草烯酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；纈草烯酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按纈草烯酸峰計算應不低於 24000。

供試品測試中纈草烯酸峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 7)。

標準曲綫

將纈草烯酸系列對照品溶液 *Std-AS* 各 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以纈草烯酸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。與纈草烯酸對照品溶液 Std-AS 色譜圖中纈草烯酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中纈草烯酸峰(圖 7)。二色譜圖中纈草烯酸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纈草烯酸的濃度(mg/L)，並計算樣品中纈草烯酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含纈草烯酸($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{O}_2$)不少於 0.093%。

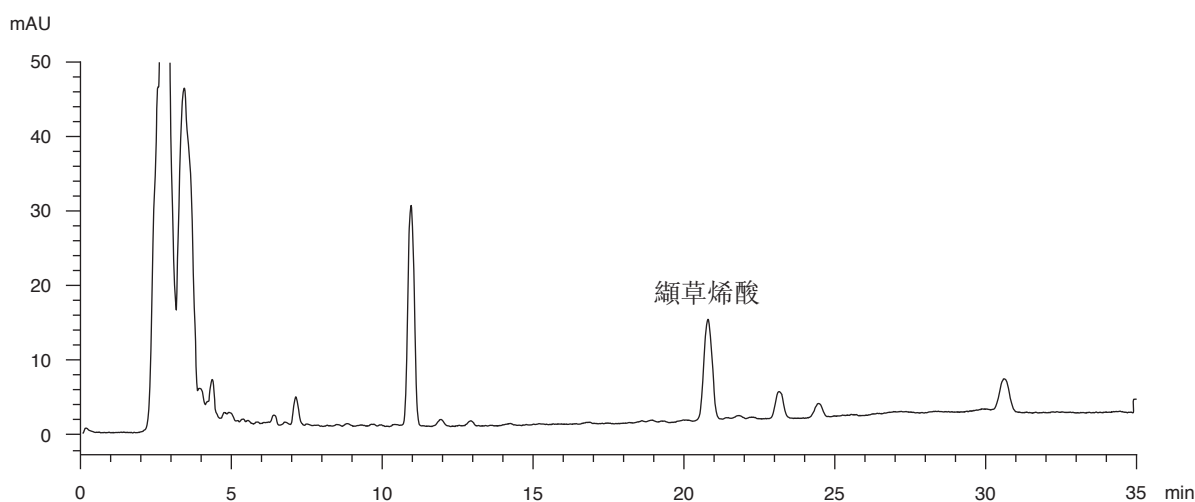


圖 7 纈草提取液對照含量測定色譜圖

7.2 揮發油含量測定

精密稱取本品粉末 100 g，置 1000-mL 圓底燒瓶中，加水 500 mL 與玻璃珠數粒，振搖混合。照附錄 XIII (甲法) 測定。

限度

本品含揮發油不少於 0.50% (v/w)。

