

牛膝



圖1 牛膝外觀圖

1. 名稱

藥材正名: Radix Achyranthis Bidentatae

中文名: 牛膝

漢語拼音名: Niuxi

2. 來源

本品為莧科植物牛膝 *Achyranthes bidentata* Bl. 的乾燥根。冬季莖葉枯萎時採挖，除去鬚根及泥砂，捆成小把，曬至乾皺後，將頂端切齊，曬乾。

3. 性狀

本品呈細長圓柱形，挺直或稍彎曲，長13-90 cm，直徑4-10 mm。表面灰黃色或淡棕色，有微扭曲的細縱皺紋、橫長皮孔及稀疏的小根痕。質硬而脆，受潮則變軟，易折斷，斷面平坦，淡黃棕色，微呈角質樣而油潤。中心維管束木質部較大，黃白色，外周散有多數點狀維管束，排列成2-4輪。氣微，味微甜而稍苦澀(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層為數列細胞。皮層薄壁細胞數列，切向延長，維管束斷續排列成2-4輪；最外輪維管束較小，有時僅1至數個導管，向內維管束較大。最外輪的形成層幾連接成環。木質部主要由導管及小的木纖維組成；中心木質部聚合成2-3群。薄壁細胞含草酸鈣砂晶(圖2)。

粉末

淡棕色至灰白色。草酸鈣砂晶呈三角形、箭頭形、類方形或不規則形，散在於薄壁細胞中，偏光顯微鏡下呈多彩狀。具緣紋孔及網紋導管直徑

8-93 μm 。纖維多成束，壁微增厚，紋孔稀疏、紋孔斜裂縫狀、相交成十字形或人字形。木栓細胞類方形、類長方形、類圓形或多角形(圖 3)。

4.2 理化鑒別

操作程序

取本品粉末1.0 g，置50-mL離心管中，加二氯甲烷10 mL，超聲(560 W)處理30分鐘，離心5分鐘(約3000 \times g)，用0.45- μm 微孔濾膜(RC)濾過。取濾液0.5 mL置試管中，小心沿管壁加硫酸約0.5 mL，靜置20分鐘，兩液接界處顯紅褐色或黃褐色環。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

齊墩果酸對照品溶液

取齊墩果酸對照品(圖 4)1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

展開劑

製備二氯甲烷 - 乙酸乙酯(5:1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取50% (v/v) 稀硫酸1 mL 和2% (w/v) 對-羥基苯甲醛甲醇溶液10 mL 混合，臨用配製。

供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置100-mL圓底燒瓶中，加75%乙醇30 mL 和鹽酸3 mL，加熱回流1.5小時，放冷至室溫，濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於20 mL 水中，轉移於分液漏斗，以二氯甲烷100 mL 提取，提取液用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於1 mL 甲醇中，即得。

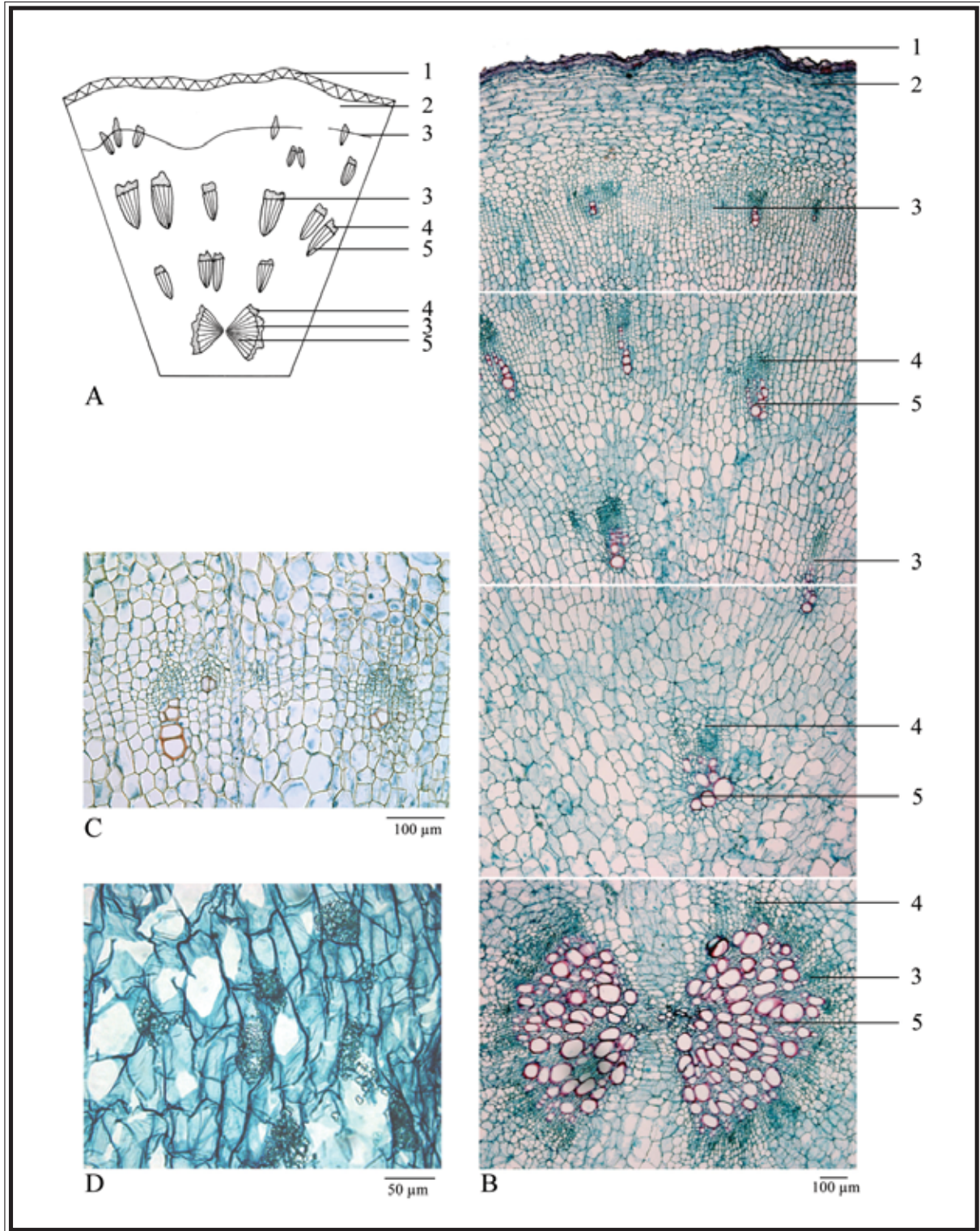


圖2 牛膝橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 最外輪維管束 D. 草酸鈣砂晶

1. 木栓層 2. 皮層 3. 形成層 4. 韌皮部 5. 木質部

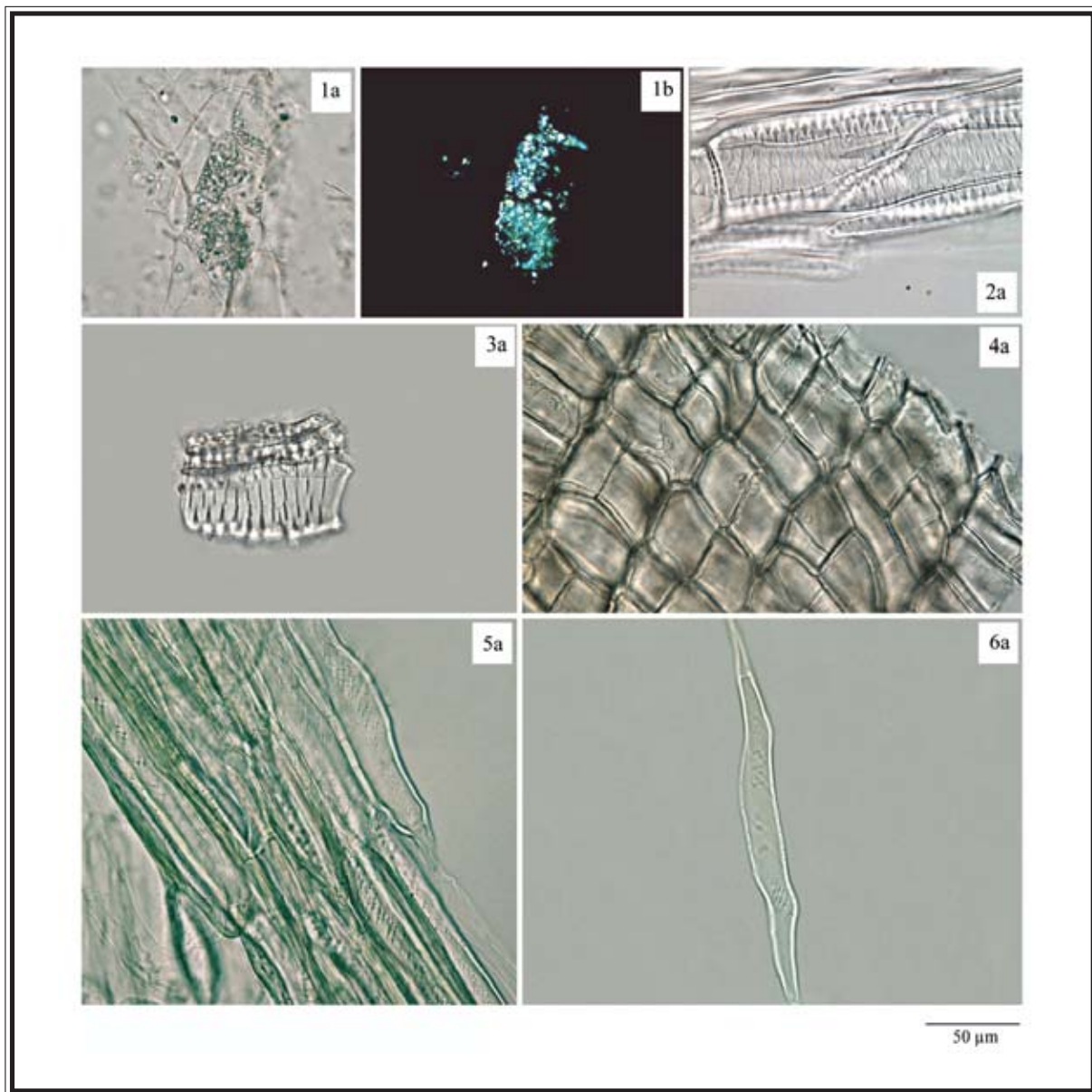


圖3 牛膝粉末顯微特徵圖

1. 草酸鈣砂晶 2. 具緣紋孔導管 3. 網紋導管 4. 木栓細胞 5. 木纖維束
6. 木纖維

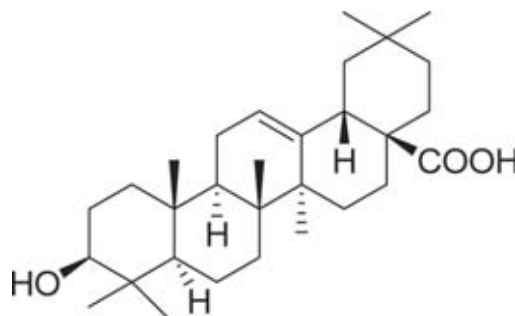
a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV(A)] 進行。分別吸取齊墩果酸對照品溶液 4 μL 和供試品溶液 1 μL ，點於同一高效硅膠 F_{254} 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。均勻噴上顯色劑，在約 100°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 10 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與齊墩果酸色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

(i)



(ii)

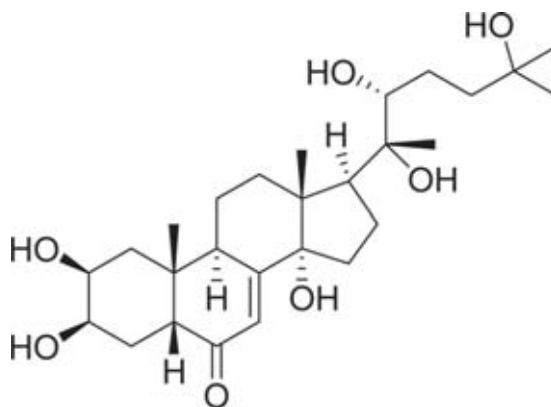


圖 4 化學結構式 (i) 齊墩果酸 (ii) 蛻皮甾酮

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

蛻皮甾酮對照品溶液 Std-FP (30 mg/L)

取蛻皮甾酮對照品 (圖 4) 3.0 mg，溶解於 100 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10 mL，超聲(560 W)處理30分鐘，離心5分鐘(約3000 × g)，上清液用0.45-μm微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長270 nm；3.9 × 300 mm 十八烷基鍵合硅膠(4 μm)填充柱；流速約0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	95	5	等度
5 – 40	95 → 55	5 → 45	綫性梯度

系統適用性要求

吸取蛻皮甾酮對照品溶液 *Std-FP* 10 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：蛻皮甾酮的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；蛻皮甾酮峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按蛻皮甾酮峰計算應不低於20000。

供試品測試中2號峰與3號峰之間的分離度應不低於1.0(圖5)。

操作程序

分別吸取蛻皮甾酮對照品溶液 *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* 色譜圖中蛻皮甾酮峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中5個特徵峰(圖5)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* 色譜圖中蛻皮甾酮峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蛻皮甾酮峰。二色譜圖中蛻皮甾酮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。

牛膝提取液5個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表1。

表1 牛膝提取液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 (指標成份峰，蛻皮甯酮)	1.00	-
2	1.03	± 0.03
3	1.04	± 0.03
4	1.30	± 0.04
5	1.32	± 0.03

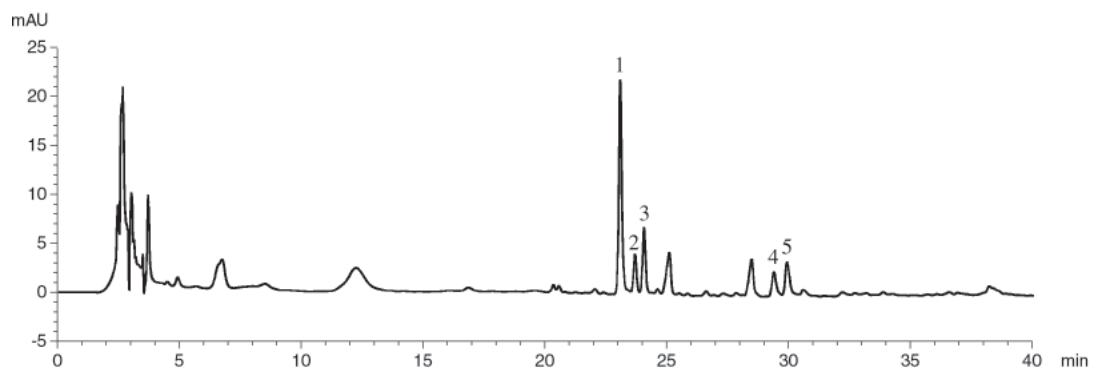


圖5 牛膝提取液對照指紋圖譜

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5)。

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 XVII)：不多於 400 mg/kg。
- 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 9.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

5.7 水分 (附錄 X)：不多於 16.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 59.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 54.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液

齊墩果酸對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取齊墩果酸對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

齊墩果酸對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取齊墩果酸對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含齊墩果酸分別為 1、10、50、100、400 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 10 mL，超聲 (560 W) 處理 30 分鐘，離心 8 分鐘 (約 3000 × g)，上清液用 0.45- μ m 微孔濾膜 (RC) 濾過。重複提取 2 次，每次加 70% 乙醇 10 mL，合併濾液，轉移於 50-mL 量瓶中，加 70% 乙醇至刻度。精密吸取 10 mL 置 50-mL 試管內，加 6 M 鹽酸 1 mL，混勻，置 75°C 水浴加熱 22 小時，放冷至室溫，溶液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用 70% 乙醇洗滌試管 3 次，每次 5 mL，合併洗液至圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 208 nm；3.9 × 300 mm 十八烷基鍵合硅膠 (4 μ m) 填充

柱；流速約1.0 mL/min。流動相為0.0012M 鹽酸 - 乙腈 (2:8, v/v) 的混合液；流程約15分鐘。

系統適用性要求

將齊墩果酸對照品溶液 *Std-AS* (100 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：齊墩果酸的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；齊墩果酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按齊墩果酸峰計算應不低於6000。

供試品測試中齊墩果酸峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5。

標準曲綫

將齊墩果酸系列對照品溶液 *Std-AS* 各10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以齊墩果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10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與齊墩果酸對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中齊墩果酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中齊墩果酸峰。二色譜圖中齊墩果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齊墩果酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中齊墩果酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含齊墩果酸 ($C_{30}H_{48}O_3$) 不少於1.1%。