

# 獨活



圖1 獨活外觀圖

## 1. 名稱

藥材正名: Radix Angelicae Pubescentis

中文名: 獨活

漢語拼音名: Duhuo

## 2. 來源

本品為傘形科植物重齒毛當歸 *Angelica pubescens* Maxim. f. *biserrata* Shan et Yuan 的乾燥根。春初苗剛發芽或秋末莖葉枯萎時採挖，除去殘莖、鬚根及泥沙，烘至半乾，堆置 2-3 天，發軟後再烘至全乾。

## 3. 性狀

根略呈圓柱形，下部 2-3 分枝或更多，長 4.5-23 cm。根頭部膨大，圓錐狀，多具橫皺紋，直徑 6-45 mm；頂端有莖、葉的殘基或凹陷。表面灰褐色或棕褐色，具縱皺紋，有隆起的橫長皮孔及稍突起的細根痕。質較硬，受潮則變軟，斷面皮部灰白色，有多數散在的棕色油室，木部灰黃色至黃棕色，形成層環棕色。有特異香氣，味苦、辛、微麻舌 (圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 橫切面

木栓層由 3-12 列扁平木栓細胞組成。皮層窄，有少數油管。韌皮部寬廣，約佔根半徑的 1/2，有裂隙，油管較多，排成數輪，類圓形或橢圓形，周圍分泌細胞 6-22 個，近形成層油管較小。形成層成環。射線寬 1-4 列細胞。木質部導管單個或數個相集，呈放射狀排列。薄壁細胞中含澱粉粒 (圖 2)。

#### 粉末

淡棕色或棕色。油管多破碎，切面觀周圍分泌細胞呈類長圓形，直徑

5-30  $\mu\text{m}$ ，胞腔內大多含黃綠色或淡黃棕色分泌物及油滴。韌皮薄壁細胞無色或淡黃色，紡錘形，壁稍厚，表面有極細微的斜向交錯紋理，直徑7-38  $\mu\text{m}$ ，菲薄不平的橫隔。澱粉粒較多，細小，單粒類圓形或橢圓形，有時大粒可見臍點，點狀或人字形，直徑2-13  $\mu\text{m}$ ；複粒較多，由二至約十數個分粒組成，時有散離。主為網紋導管，亦有螺紋導管，直徑5-90  $\mu\text{m}$ 。木栓細胞黃棕色，表面觀呈多角形或長多角形(圖3)。

## 4.2 理化鑒別

### 操作程序

取本品粉末0.5 g，置50-mL錐形瓶中，加95%乙醇10 mL，靜置15分鐘，濾過。取濾液轉移於另一錐形瓶中，在50°C水浴中濃縮至約1 mL。移至試管中，加7% (w/v) 鹽酸羥胺溶液和20% (w/v) 氫氧化鉀溶液各3滴，混勻，並在50°C水浴中加熱約10分鐘，放冷至室溫，用10% (v/v) 稀鹽酸調pH值至約3-4，加1% (w/v) 三氯化鐵試液2滴，混勻，溶液顯淺褐色至橘紅色。

## 4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

### 對照品溶液

#### 二氫山芹醇乙酸酯對照品溶液

取二氫山芹醇乙酸酯對照品(圖4)2.0 mg，溶解於2 mL二氯甲烷中。

#### 蛇床子素對照品溶液

取蛇床子素對照品(圖4)2.0 mg，溶解於2 mL二氯甲烷中。

### 展開劑

製備正己烷 - 甲苯 - 乙酸乙酯(2:1:1, v/v)的混合溶液。

### 供試品溶液

取本品粉末2.0 g，置50-mL錐形瓶中，加乙醚10 mL，放置過夜，濾過。取濾液轉移於另一錐形瓶中，在35°C水浴中蒸乾，殘渣溶於2 mL二氯甲烷中，即得。

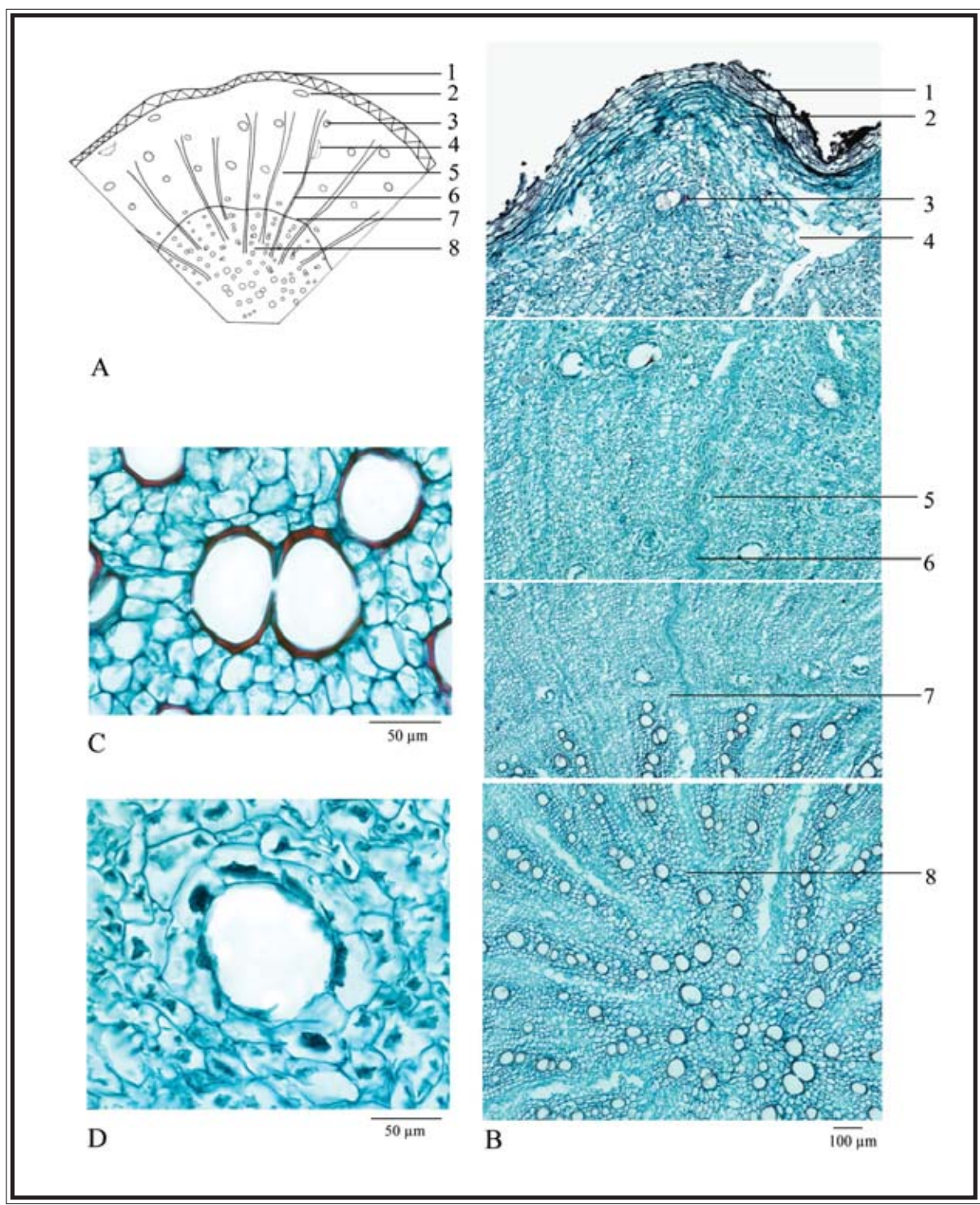


圖 2 獨活橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 導管 D. 油管

1. 木栓層 2. 栓內層 3. 油管 4. 裂隙 5. 韌皮部 6. 射線 7. 形成層 8. 木質部

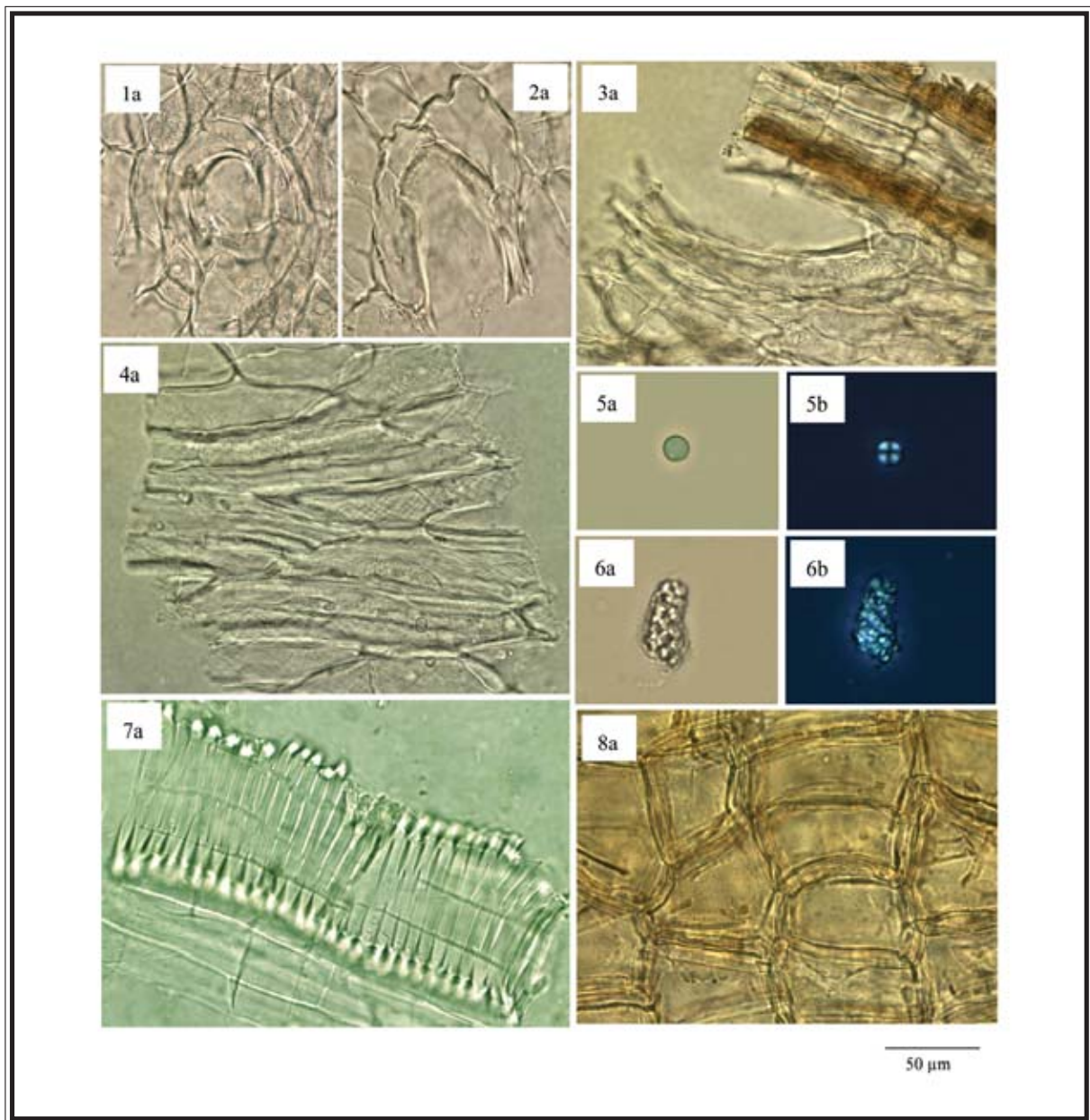


圖3 獨活粉末顯微特徵圖

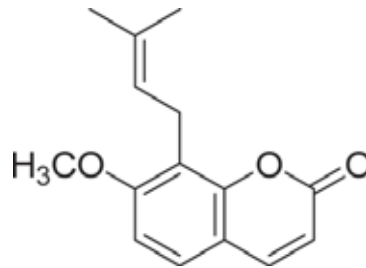
1. 油管 2. 油管碎片 3. 油管及其黃棕色油性分泌物 4. 薄壁細胞具斜向交錯紋理
  5. 單粒澱粉粒 6. 複粒澱粉粒 7. 網紋導管 8. 木栓細胞
- a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV(A)] 進行。分別吸取二氫山芹醇乙酸酯、蛇床子素對照品溶液和供試品溶液各 2  $\mu\text{L}$ ，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 9 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光 (254 nm 和 365 nm) 下檢視，並計算  $R_f$  值。

供試品色譜應顯出與二氫山芹醇乙酸酯和蛇床子素色澤相同、 $R_f$  值相應的特徵斑點或條帶。

(i)



(ii)

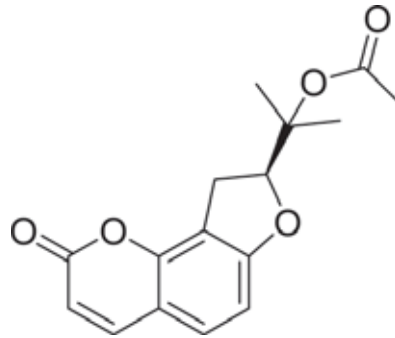


圖 4 化學結構式 (i) 蛇床子素 (ii) 二氫山芹醇乙酸酯

#### 4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

##### 對照品溶液

蛇床子素對照品儲備液 *Std-Stock* (44 mg/L)

取蛇床子素對照品 2.2 mg，溶解於 50 mL 甲醇中。

蛇床子素對照品溶液 *Std-FP* (8.8 mg/L)

吸取蛇床子素對照品儲備液 0.4 mL，置 2-mL 量瓶中，加甲醇至刻度。

### 供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 250-mL 錐形瓶中，加甲醇 100 mL，超聲 (220 W) 處理 10 分鐘，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：檢測波長 320 nm；4.6  $\times$  250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 15	70	30	等度
15 – 20	70 $\rightarrow$ 55	30 $\rightarrow$ 45	綫性梯度
20 – 40	55 $\rightarrow$ 35	45 $\rightarrow$ 65	綫性梯度

### 系統適用性要求

吸取蛇床子素對照品溶液 *Std-FP* 20  $\mu$ 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：蛇床子素的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；蛇床子素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按蛇床子素峰計算應不低於 10000。

供試品測試中 2 號峰與 3 號峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

### 操作程序

分別吸取蛇床子素對照品溶液 *Std-FP* 和供試品溶液各 20  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中蛇床子素峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 6 個特徵峰 (圖 5) 的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中蛇床子素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蛇床子素峰。二色譜圖中蛇床子素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。

獨活提取液 6 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表1 獨活提取液6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	0.51	± 0.03
2	0.61	± 0.03
3	0.63	± 0.03
4 (二氫山芹醇乙酸酯)	0.75	± 0.03
5 (指標成份峰，蛇床子素)	1.00	-
6	1.08	± 0.03

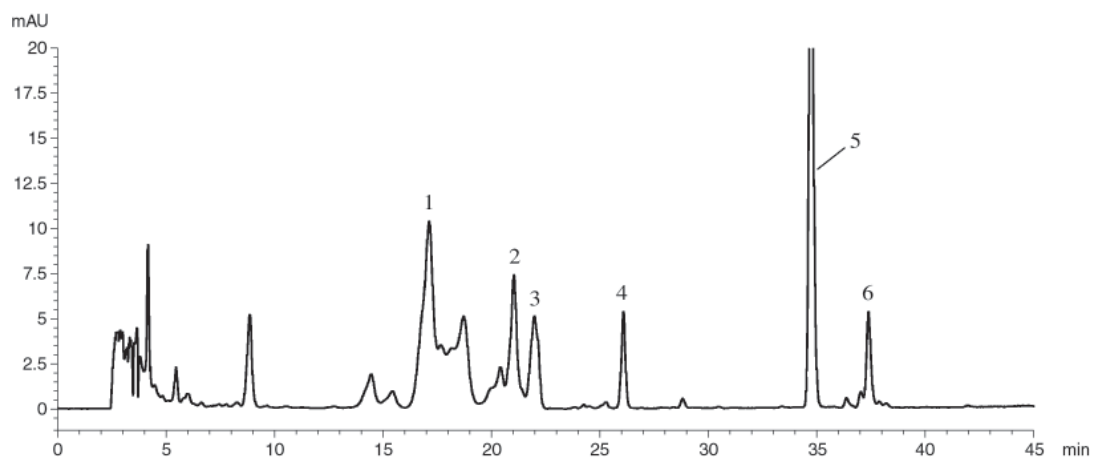


圖5 獨活提取液對照指紋圖譜

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6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)：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 9.0%。

酸不溶性灰分：不多於 3.0%。

## 5.7 水分 (附錄 X)：不多於 9.0%。

## 6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 48.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 44.0%。

醚溶性浸出物 (照以下方法測定)：

將藥材樣品粉碎，使通過四號篩，混勻。取樣品粉末約 2.0 g，在五氧化二磷乾燥器中放置 48 小時，精密稱定重量，置 100-mL 錐形瓶中，加乙醚 70 mL 與玻璃珠數粒，連接冷凝管，加熱至沸，並保持微沸 4 小時，放冷，濾過，用適量乙醚洗滌錐形瓶及殘留物，洗液與濾液合併至 100-mL 量瓶中，加乙醚至刻度，搖勻。精密量取溶液 50 mL，置已乾燥至恒重的蒸發皿中，揮去乙醚，置五氧化二磷乾燥器中放置 24 小時，迅速精密稱定重量。按乾燥品計算，本品含醚溶性浸出物不少於 3.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

### 對照品溶液

蛇床子素對照品儲備液 *Std-Stock* (44 mg/L)

精密稱取蛇床子素對照品 2.2 mg，溶解於 50 mL 甲醇中。

蛇床子素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取蛇床子素對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含蛇床子素分別為 0.66、4.40、8.80、13.20、17.60 mg/L 系列的對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 25 mL，超聲 (220 W) 處理 10 分鐘，離心 5 分鐘 (約 3200 × g)，濾過。取濾液轉移於 100-mL 量瓶中，重複提取 2 次，合併濾液，加甲醇至刻度，混勻，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：檢測波長 320 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為乙腈 - 水 (52:48, v/v) 的混合溶液；流程約 30 分鐘。

### 系統適用性要求

將蛇床子素對照品溶液 *Std-AS* (4.40 mg/L) 20 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：蛇床子素的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；蛇床子素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按蛇床子素峰計算應不低於 10000。

供試品測試中蛇床子素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

### 標準曲綫

將蛇床子素系列對照品溶液 *Std-AS* 各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以蛇床子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 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與蛇床子素對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中蛇床子素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蛇床子素峰。二色譜圖中蛇床子素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蛇床子素的濃度 (mg/L)，並計算樣品中蛇床子素的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含蛇床子素 (C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>) 不少於 0.50%。