

桔梗



圖1 桔梗外觀圖

1. 名稱

藥材正名: Radix Platycodi

中文名: 桔梗

漢語拼音名: Jiegeng

2. 來源

本品為桔梗科植物桔梗 *Platycodon grandiflorum* (Jacq.) A. DC. 的乾燥根。春、秋二季採挖，去除鬚根，刮去外皮或不去皮，乾燥。

3. 性狀

根呈圓柱形、紡錘形或細長，稍扭曲，下部漸細，常具分枝，主根長 7-26 cm，直徑 5-25 mm。有的頂端偶有較短的根莖，其上有數個圓形或半月形的莖痕。表面白色或黃棕色，具縱皺及橫長的皮孔樣痕或橫紋。質脆，斷面平坦或不平坦，皮部白色或淡黃色，木部黃白色或淺棕色，形成層環棕色、淺棕色或不清晰。無臭或略帶焦糖氣，味微甜後苦 (圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層殘存，由數列木栓化細胞組成。皮層窄，常具裂隙。乳管群放射狀分佈於韌皮部中，含黃棕色顆粒狀物。形成層成環狀。木質部導管單個散在或成群放射狀排列 (圖 2)。

粉末

淡灰黃色或淡灰棕色。木栓層細胞偶見，多角形。乳汁管群碎片常見，細胞中可見黃色或黃棕色顆粒狀物。菊糖多見，扇形或不規則形，具放射狀紋理，存在於薄壁細胞中或散在。導管網紋、梯紋或具緣紋孔，直徑 13-78 μm (圖 3)。

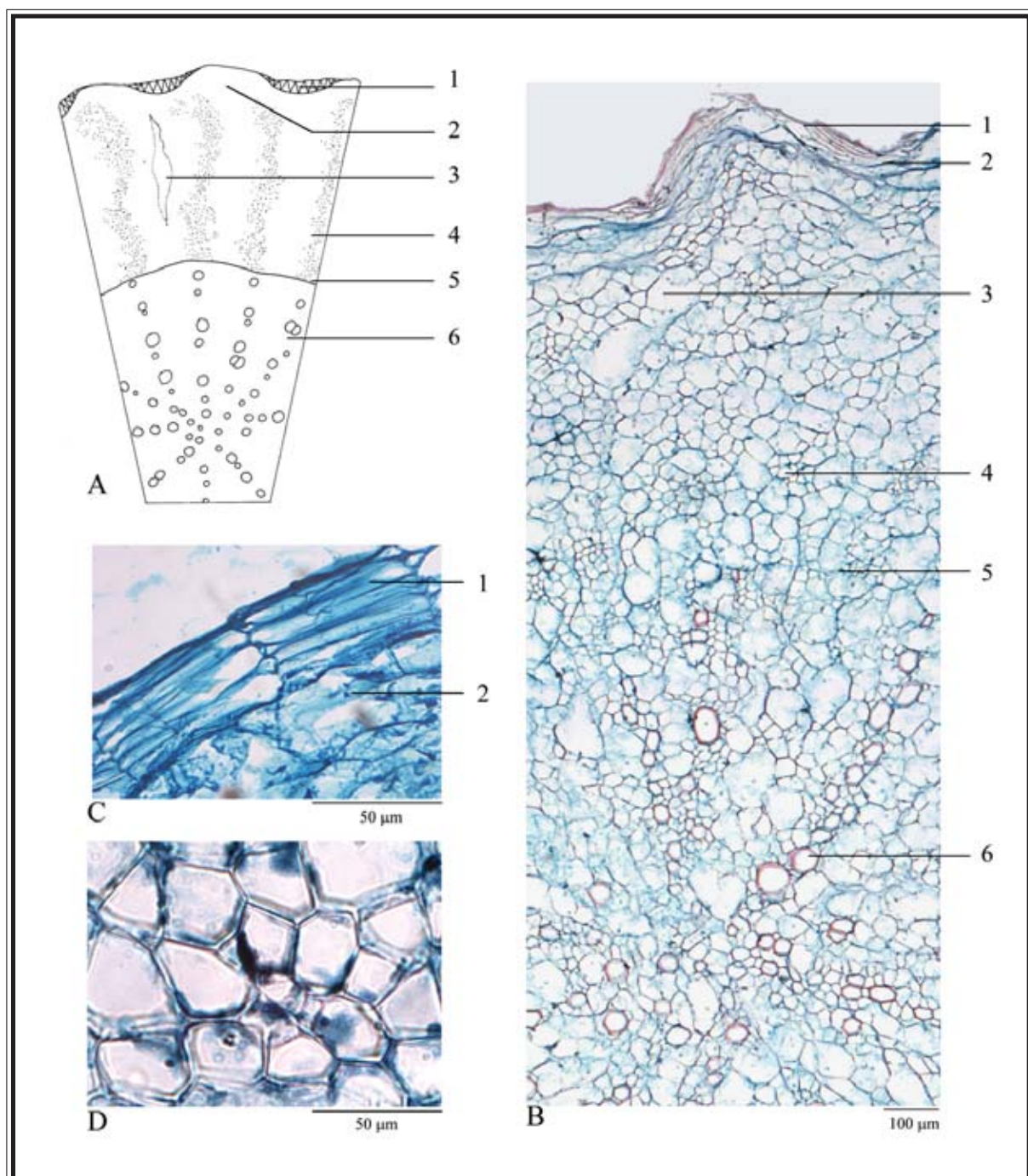


圖2 桔梗橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 木栓細胞 D. 乳管群

1. 木栓細胞 2. 皮層 3. 裂隙 4. 韌皮部 5. 形成層 6. 木質部

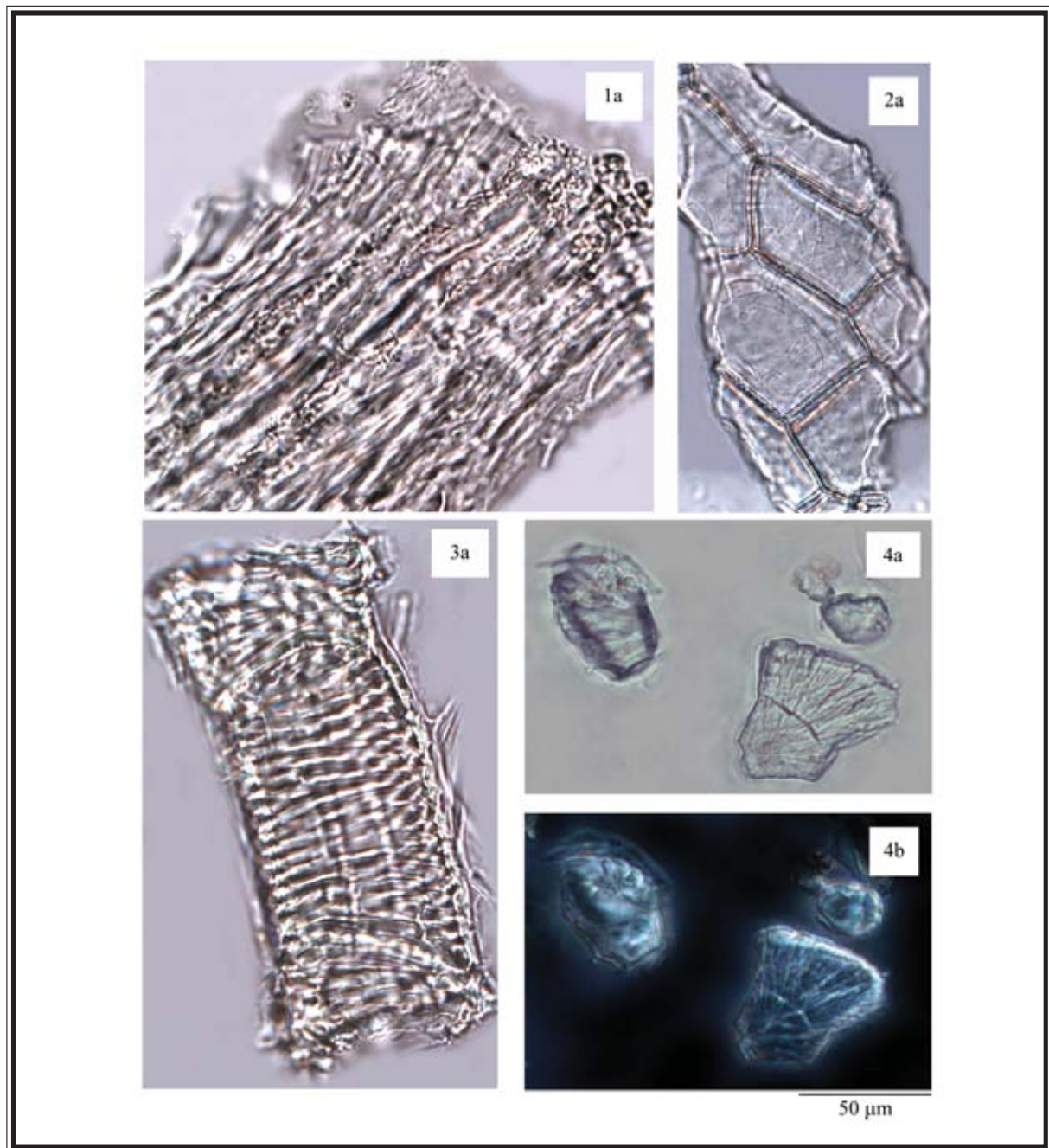


圖3 桔梗粉末顯微特徵圖

1. 乳汁管 2. 木栓細胞 3. 網紋導管 4. 菊糖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

4.2 理化鑒別

操作程序

取本品粉末1.0 g，置100-mL錐形瓶中，加二氯甲烷10 mL，超聲(240 W)處理30分鐘，離心15分鐘(約2000 × g)，濾過。取濾液1 mL置試管中，小心沿管壁加硫酸約1 mL，靜置約20分鐘，兩液接界處顯橙棕色環。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

桔梗皂苷E對照品溶液

取桔梗皂苷E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 - 甲醇 - 乙酸(5:8:1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取硫酸10 mL，緩緩加至90 mL乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置50-mL離心管中，加甲醇30 mL，超聲(240 W)處理30分鐘，離心10分鐘(約2000 × g)。取上清液轉移於100-mL圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於3 mL水中，載入Hydrophilic-Lipophilic Balance (HLB)固相萃取柱(3 mL, 60 mg)，用水6 mL沖柱，再用甲醇2 mL洗脫，即得。

操作程序

照薄層色譜法[附錄IV(A)]進行。分別吸取桔梗皂苷E對照品溶液和供試品溶液各5 μL，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30分鐘，再將展開劑傾入置薄層板的槽中，展開約7.5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約105℃加熱，直至斑點或條帶清晰可見(約5-10分鐘)。置可見光下檢視，並計算R_f值。

供試品色譜應顯出與桔梗皂苷E色澤相同、R_f值相應的特徵斑點或條帶。

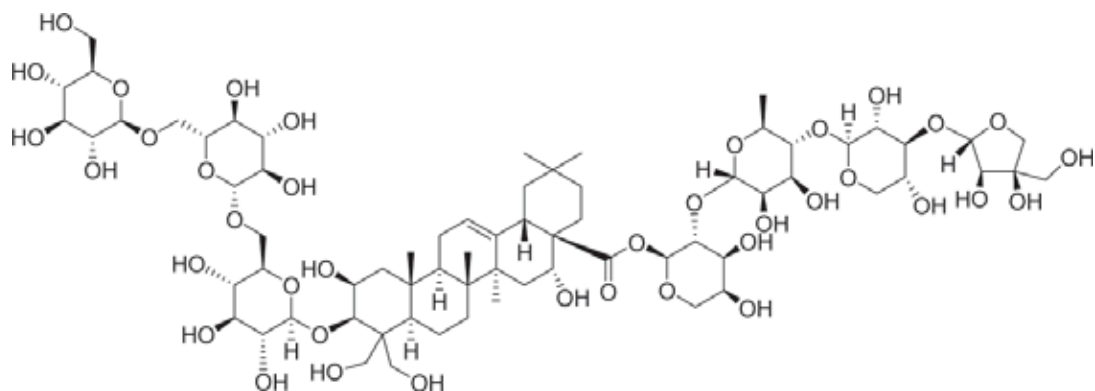


圖 4 桔梗皂苷E 化學結構式

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

桔梗皂苷E 對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

取桔梗皂苷E 對照品 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

桔梗皂苷E 對照品溶液 *Std-FP* (500 mg/L)

吸取桔梗皂苷E 對照品儲備液 1 mL，置 2-mL 量瓶中，加甲醇至刻度。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 250-mL 錐形瓶中，加甲醇 100 mL，超聲 (240 W) 處理 50 分鐘，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 10 mL 甲醇中，加 50 mL 乙醚，振搖 1 分鐘，靜置 12 小時，收集沉出物，溶於 3 mL 甲醇中，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 201 nm；3.9 $\times$ 300 mm 十八烷基鍵合硅膠 (4 μ 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 – 60	90 $\rightarrow$ 70	10 $\rightarrow$ 30	綫性梯度



系統適用性要求

吸取桔梗皂苷E對照品溶液 *Std-FP* 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：桔梗皂苷E的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；桔梗皂苷E峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按桔梗皂苷E峰計算應不低於5000。

供試品測試中1號峰與2號峰之間的分離度應不低於1.0；4號峰與5號峰之間的分離度應不低於0.7 (圖5)。

操作程序

分別吸取桔梗皂苷E對照品溶液 *Std-FP*和供試品溶液各20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液*Std-FP*色譜圖中桔梗皂苷E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* 色譜圖中桔梗皂苷E峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中桔梗皂苷E峰。二色譜圖中桔梗皂苷E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。

桔梗提取液5個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表1。

表1 桔梗提取液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	0.95	± 0.03
2 (指標成份峰，桔梗皂苷E)	1.00	-
3	1.19	± 0.03
4	1.56	± 0.08
5	1.59	± 0.08

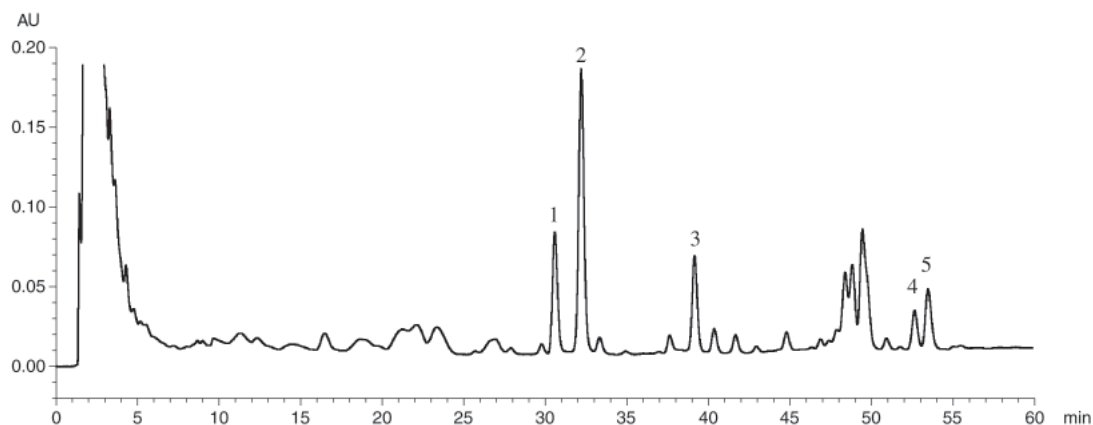


圖 5 桔梗提取液對照指紋圖譜

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-黃曲霉毒素(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1.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於4.0%。

酸不溶性灰分：不多於1.0%。

5.7 水分(附錄 X)：不多於14.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於49.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於25.0%。



7. 含量測定

照附錄 IV(B) 進行。

對照品溶液

桔梗皂苷E 對照品儲備液 *Std-Stock* (2000 mg/L)

精密稱取桔梗皂苷E 對照品 10.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

桔梗皂苷E 對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取桔梗皂苷E 對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含桔梗皂苷E 分別為 300、500、1000、1500、2000 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 50 mL，超聲 (240 W) 處理 50 分鐘，濾過。取濾液轉移於 100-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，殘渣溶於甲醇，轉移於 2-mL 量瓶中，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：蒸發光散射檢測器 (ELSD)；3.9 $\times$ 300 mm 十八烷基鍵合硅膠 (4 μ 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 – 10	82 $\rightarrow$ 78	18 $\rightarrow$ 22	綫性梯度
10 – 20	78	22	等度
20 – 30	78 $\rightarrow$ 65	22 $\rightarrow$ 35	綫性梯度
30 – 40	65 $\rightarrow$ 0	35 $\rightarrow$ 100	綫性梯度

系統適用性要求

將桔梗皂苷E 對照品溶液 *Std-AS* (500 mg/L) 20 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：桔梗皂苷E 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；桔梗皂苷E 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按桔梗皂苷E 峰計算應不低於 4000。

供試品測試中桔梗皂苷E 峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將桔梗皂苷E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。以桔梗皂苷E的峰面積與相應濃度的自然對數值作圖。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。與桔梗皂苷E對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中桔梗皂苷E峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中桔梗皂苷E峰。二色譜圖中桔梗皂苷E相應峰的保留時間相差應不大於2.0%。測定峰面積，按下列公式計算供試品溶液中桔梗皂苷E的濃度 (mg/L)：

$$\text{桔梗皂苷E的濃度 (mg/L)} = e^{[\ln(A) - I]/m}$$

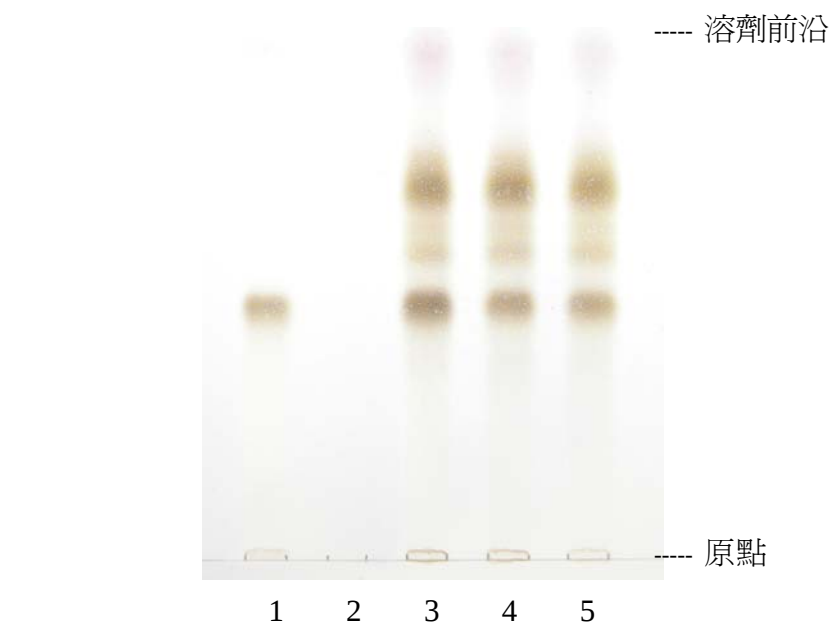
式中

- A = 供試品溶液中桔梗皂苷E的峰面積；
 I = 5點標準曲綫的截距；
 m = 5點標準曲綫的斜率。

按附錄 IV(B) 公式計算樣品中桔梗皂苷E的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含桔梗皂苷E ($C_{69}H_{112}O_{38}$) 不少於 0.10%。



編號	樣品	結果
1	對照品 (桔梗皂苷 E)	桔梗皂苷 E 陽性
2	空白對照 (甲醇)	陰性
3	加標樣品 (樣品加桔梗皂苷 E)	桔梗皂苷 E 陽性
4	樣品 (桔梗)	桔梗皂苷 E 陽性
5	平行樣品 (桔梗)	桔梗皂苷 E 陽性

圖 1 桔梗提取液的薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)