

何首烏

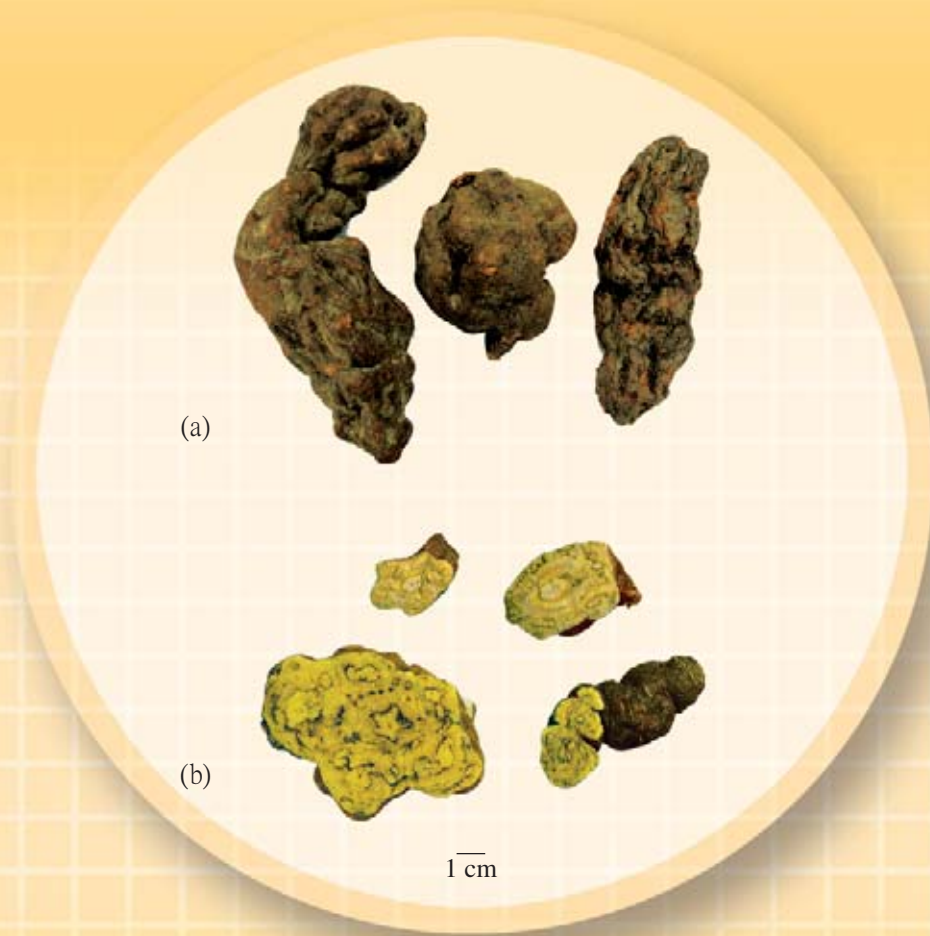


圖1 何首烏 (a) 外觀圖 (b) 斷面圖

1. 名稱

藥材正名: Radix Polygoni Multiflori

中文名: 何首烏

漢語拼音名: Heshouwu

2. 來源

本品為蓼科植物何首烏 *Polygonum multiflorum* Thunb. 的乾燥塊根。秋、冬二季葉枯萎時採挖。將挖得的塊根削去兩端，洗淨，個大的切成塊，乾燥。

3. 性狀

塊根呈團塊狀或不規則紡錘形，長 7-17 cm，直徑 2.5-11 cm。表面紅棕色，皺縮不平，有淺溝，並有橫長皮孔及細根痕。體重，質堅實，不易折斷，斷面淺黃棕色或淺紅棕色，顯粉性，皮部有 4-11 個類圓形異型維管束環列，形成雲錦狀花紋，中央木部較大，有的呈木心。氣微，味微苦而甘澀 (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，充滿棕色物。韌皮部較寬，散有類圓形異型維管束 4-11 個，為外韌型，導管較少。根的中央形成層成環；木質部導管較少，周圍有管胞及少數木纖維。薄壁細胞含草酸鈣簇晶及澱粉粒 (圖 2)。

粉末

黃棕色。澱粉粒極多，單粒類圓形，直徑 3-81 μm ，臍點呈人字狀、星狀或三叉狀，大粒者隱約可見層紋；複粒由 2-9 分粒組成，偏光顯微鏡下呈黑十字狀。草酸鈣簇晶直徑 14-129 μm ，偶見簇晶與較大的方形結晶共生，偏光顯微鏡下呈亮橙黃色。木栓細胞表面觀類多角形，胞腔內充滿黃棕色物。具緣紋孔導管直徑 12-118 μm (圖 3)。

4.2 理化鑒別

操作程序

取本品粉末 0.1 g，置試管中，加 10% (w/v) 氫氧化鈉溶液 10 mL，小心置水浴中加熱 3 分鐘，放冷至室溫，濾過。取濾液 5 mL 置另一試管中，加 6.2% (v/v) 鹽酸約 8 mL，酸化濾液直至顯淺粉紅色，加乙醚 5 mL，渦旋。取上層溶液 4 mL 置另一試管中，加濃氨溶液 2 mL，渦旋，下層溶液顯紅或紅棕色。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

2,3,5,4'-四羥基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷對照品溶液

取 2,3,5,4'-四羥基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

大黃素對照品溶液

取大黃素對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

大黃素甲醚對照品溶液

取大黃素甲醚對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

展開劑 1

製備甲苯 - 乙醇 - 冰乙酸 (4:3:0.5, v/v) 的混合溶液。

展開劑 2

製備甲苯 - 乙醇 (4:1, v/v) 的混合溶液。

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 (490 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 1800 \times g)，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV(A)] 進行。分別吸取 2,3,5,4'-四羥基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷對照品溶液 1 μ L、大黃素對照品溶液 0.5 μ L、大黃素甲醚對照品溶液 1 μ L 和供試品溶液 1.5 μ L，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 薄層板上。用上述新製備的展開劑 1 展開約 3.5 cm，取出，晾乾。再用展開劑 2 展開約 6 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光 (366 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

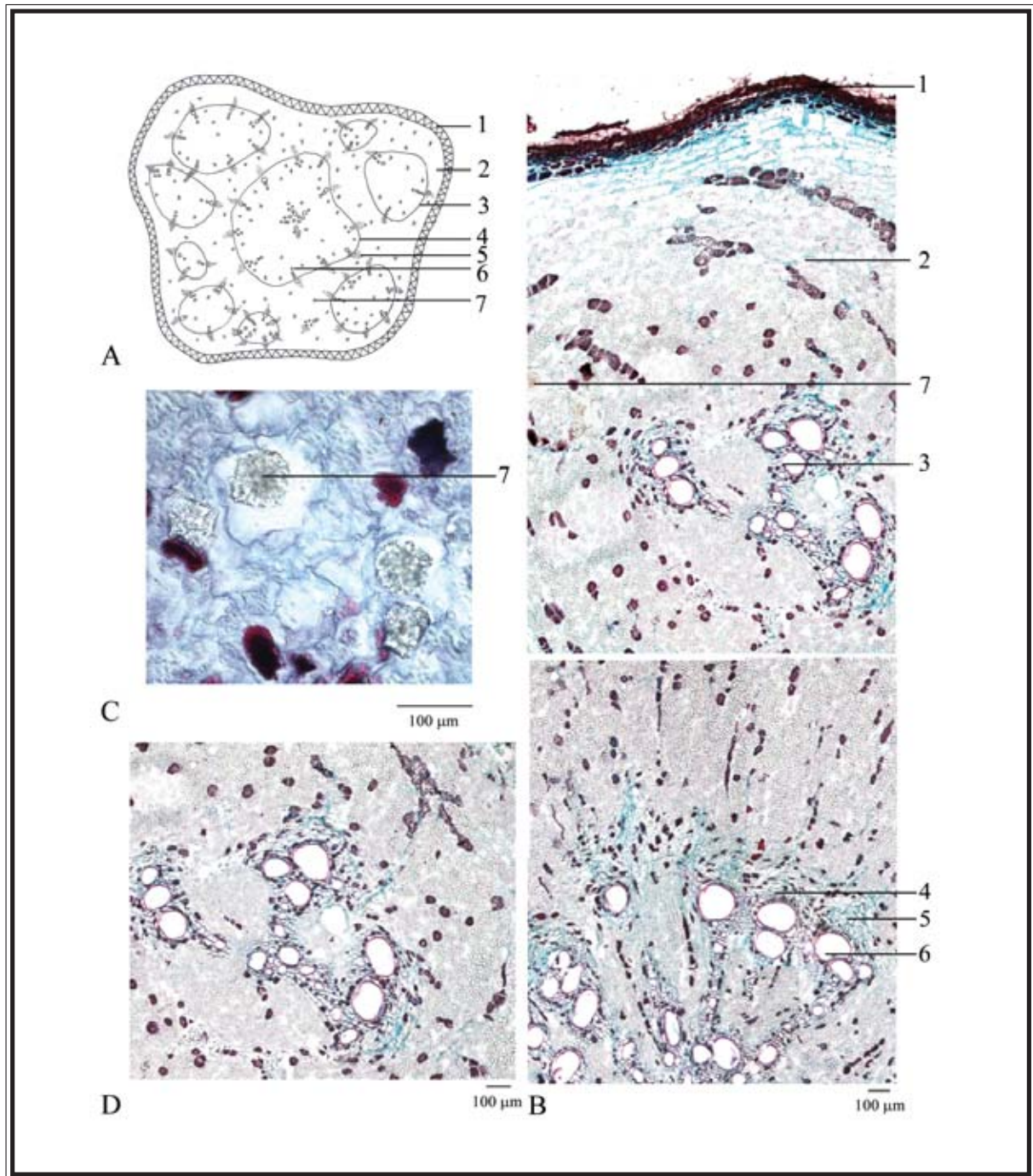


圖2 何首烏橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣簇晶 D. 異型維管束

1. 木栓層 2. 薄壁細胞 3. 異型維管束 4. 塊根中央形成層 5. 韌皮部 6. 木質部
 7. 草酸鈣簇晶

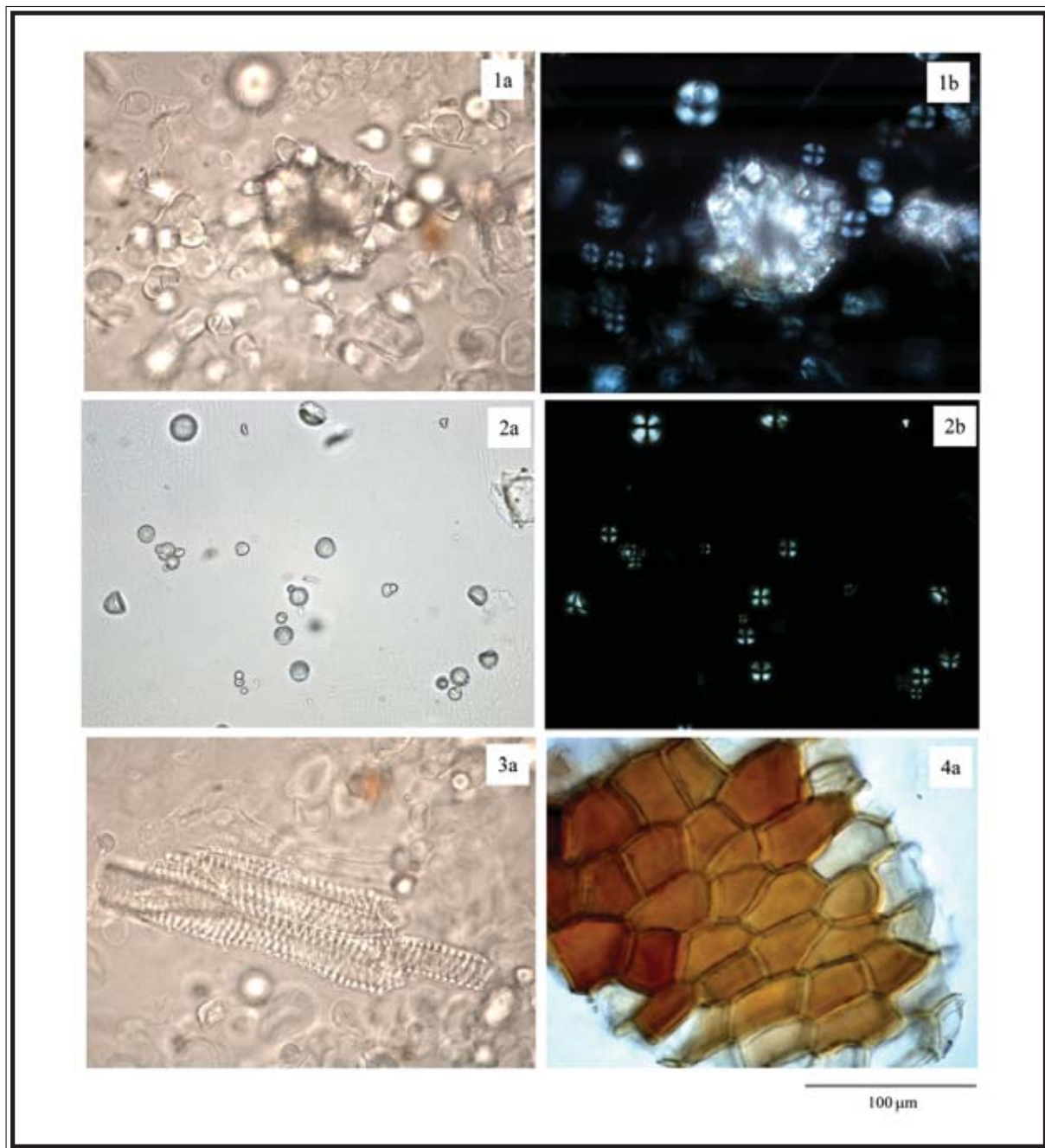
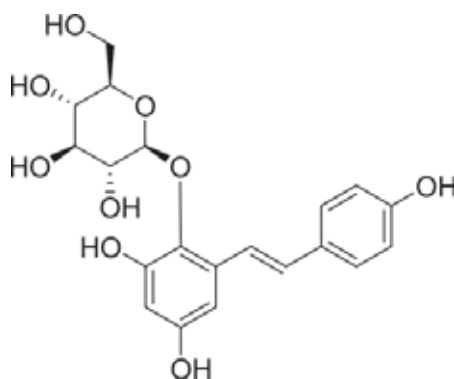


圖3 何首烏粉末顯微特徵圖

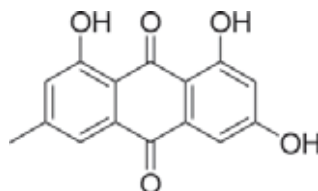
1. 草酸鈣簇晶 2. 澱粉粒 3. 導管 4. 木栓細胞
 a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

供試品色譜應顯出與2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷、大黃素和大黃素甲醚色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

(i)



(ii)



(iii)

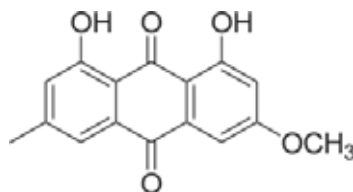


圖4 化學結構式 (i) 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷
(ii) 大黃素 (iii) 大黃素甲醚

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷對照品5.0 mg，溶解於100 mL 甲醇中。

大黃素對照品溶液 Std-FP (10 mg/L)

取大黃素對照品1.0 mg，溶解於100 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末0.2 g，置50-mL 離心管中，加丙酮25 mL，超聲(490 W)處

理 60 分鐘，離心 10 分鐘 (約 $1800 \times g$)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，加丙酮至刻度，取溶液 5 mL 轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 2 mL 甲醇，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 290 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。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 35	90 → 60	10 → 40	綫性梯度
35 – 55	60 → 0	40 → 100	綫性梯度
55 – 70	0	100	等度

系統適用性要求

吸取 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O- β -D-葡萄糖苷對照品溶液 *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：2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O- β -D-葡萄糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O- β -D-葡萄糖苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O- β -D-葡萄糖苷峰計算應不低於 50000。

供試品測試中 1 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O- β -D-葡萄糖苷、大黃素對照品溶液 *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 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O- β -D-葡萄糖苷峰和大黃素峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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* 色譜圖中各峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O- β -D-葡萄糖苷峰和大黃素峰。二色譜圖中 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O- β -D-葡萄糖苷峰和大黃素峰相應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。

何首烏提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表1 何首烏提取液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 (指標成份峰1， 2,3,5,4'-四羥基二苯乙烯 -2-O-β-D-葡萄糖苷)	1.00	-
2	1.56 (相對於1號峰)	± 0.04
3 (指標成份峰2，大黃素)	1.00	-
4 (大黃素甲醚)	1.12 (相對於3號峰)	± 0.02

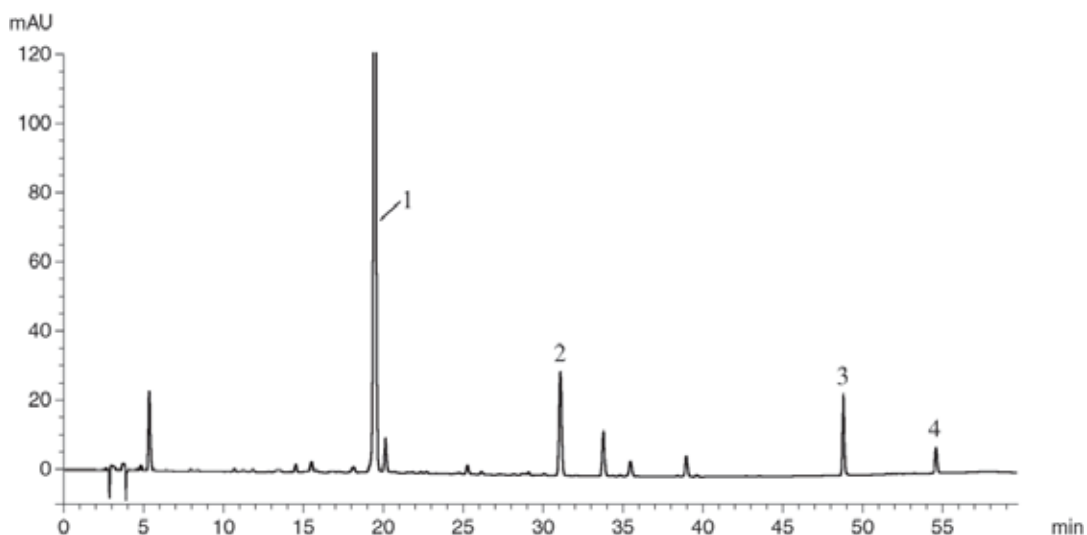


圖5 何首烏提取液對照指紋圖譜

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1.0%。

5.6 灰分 (附錄 IX)

總灰分：不多於5.0%。

酸不溶性灰分：不多於0.5%。

5.7 水分 (附錄 X)：不多於12.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於13.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於15.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B) 進行。

對照品溶液

2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷對照品10.0 mg，溶解於10 mL 甲醇中。

2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷儲備液適量，以甲醇稀釋製成含2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷分別為10、50、100、200、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50% 乙醇20 mL，超聲(490 W) 處理30分鐘，離心10分鐘(約1800 × g)。取上清液轉移於50-mL 量瓶中，重複提取2次，分別用50% 乙醇15 mL 和10 mL。用50% 乙醇3 mL 洗滌殘渣，離心10分鐘(約1800 × g)，合併上清液，加50% 乙醇至刻度，混勻，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 320 nm；4.6 × 150 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 (17:83, v/v) 的混合液；流程約 27 分鐘。

系統適用性要求

將 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷對照品溶液 *Std-AS* (100 mg/L) 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：2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 3.0%；理論塔板數按 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷峰計算應不低於 3000。

供試品測試中 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷系列對照品溶液 *Std-AS* 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷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 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷峰。二色譜圖中 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷相應峰的保留時間相差應不大於 2.0%。測定峰面積，按附錄 IV(B) 公式計算供試品溶液中 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含 2,3,5,4'-四羥基二苯乙炔-2-O-β-D-葡萄糖苷 (C₂₀H₂₂O₉) 不少於 2.2%。