

龍膽



圖 1(i) 龍膽外觀圖

1. 根莖 2. 根



圖 1(ii) 堅龍膽外觀圖

1. 根莖 2. 根

1. 名稱

藥材正名：Radix et Rhizoma Gentianae

中文名：龍膽

漢語拼音名：Longdan

2. 來源

本品為龍膽科植物龍膽 *Gentiana scabra* Bge. 或堅龍膽 *Gentiana rigescens* Franch. 的乾燥根及根莖。春、秋兩季採挖。去除地上部分，曬乾。

3. 性狀

龍膽：根莖呈不規則的塊狀，長 1-3 cm，直徑 3-10 mm。表面暗灰棕色或深棕色，上端有莖痕或殘留莖基，周圍和下端著生多條細長的根。根圓柱形，略扭曲，長 4-21 cm，直徑 1-6 mm；表面淡黃色或黃棕色，上部多有顯著的橫皺紋，下部較細，有縱皺紋及支根痕。質脆，易折斷。斷面略平坦，皮部黃白色或淡黃棕色。木部色較淺。氣微，味甚苦 [圖 1 (i)]。

堅龍膽：根莖呈不規則的塊狀，比龍膽小。根長 3.5-23 cm，直徑 1-4 mm，表面黃棕色或黃紅色，無橫皺紋，外皮膜質，多脫落。斷面木部黃白色，易與皮部分離 [圖 1 (ii)]。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

龍膽：外皮層細胞 1 列，細胞外壁較厚。皮層窄，通常有裂隙，內皮層明顯，細胞切向延長，每一個細胞由縱向壁分隔成數個類方形子細胞。韌皮部寬廣，有裂隙，約佔半徑的 1/3。形成層不明顯。木質部導管組成 5-10 個群束。髓部明顯。偶見薄壁細胞含細小草酸鈣針晶 [圖 2 (i)]。

堅龍膽：內皮層以外組織多已脫落，內皮層明顯。韌皮部約佔半徑的 2/3。木質部導管排列緊密，呈放射性排列。無髓部 [圖 2 (ii)]。

粉末

龍膽：淡黃棕色。外皮層細胞多見，長梭形或類長方形，長 42-536 μm ，直徑 16-134 μm ，每一細胞由橫壁分隔成數個扁方形的子細胞。內皮層細胞多見，長方形，甚大，長 36-558 μm ，直徑 34-225 μm ；平周壁呈纖細的橫向紋理，每一細胞由縱隔壁分隔成 5-36 個柵狀子細胞，縱隔壁大多念珠狀增厚。網紋導管及梯紋導管直徑 7-52 μm 。有的薄壁細胞內含草酸鈣針晶，針晶細小，偏光鏡下呈彩色煙化狀 [圖 3 (i)]。

堅龍膽：紅棕色至黃棕色。無外皮層細胞。內皮層細胞較多見，呈類長方形，長 67-381 μm ，直徑 36-305 μm ，平周壁的橫向紋理較粗而密，每一細胞分隔成 3-34 個柵狀子細胞。導管多為網狀和梯狀，少數螺紋導管，直徑 9-28 μm 。纖維管胞較常見，呈短梭形或矩形。有的薄壁細胞內含草酸鈣針晶，針晶細小，偏光鏡下呈彩色煙化狀 [圖 3 (ii)]。

4.2 理化鑒別

試劑

碘化鉍鉀試液 R_1

取 3.8 g 碘化鉀和 0.85 g 鹼式硝酸鉍溶解於 35 mL 14% (v/v) 乙酸中。

操作程序

取本品粉末 3.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲(240 W)處理 30 分鐘，濾過。取濾液轉移於試管中，在水浴上蒸乾，殘渣溶於 1 mL 甲醇。取甲醇溶液 250 μL 置試管中，加 14% (v/v) 乙酸 1 滴，再加上上述試液 2 滴，放置約 1 分鐘。生成橙色沉澱。

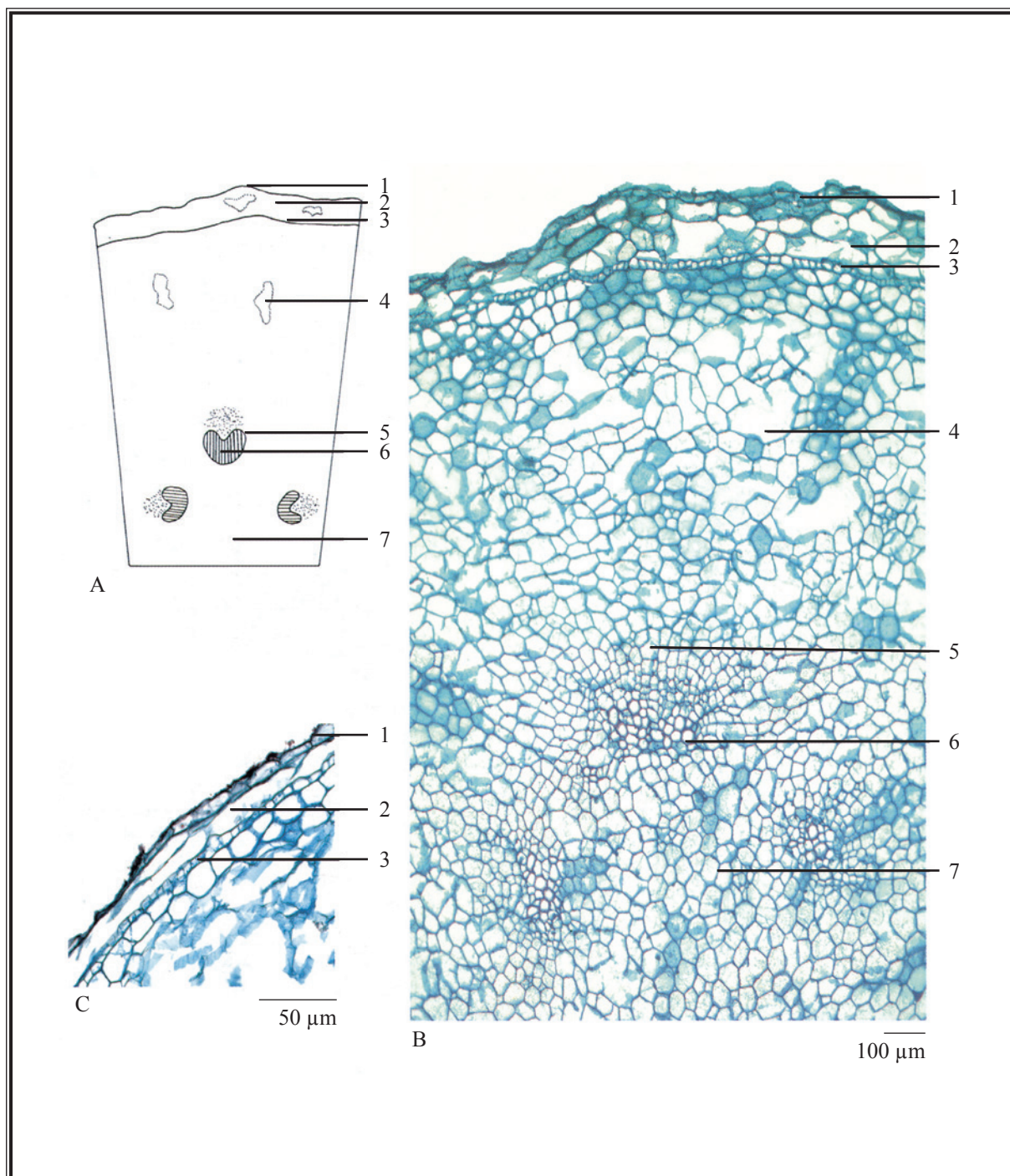


圖 2(i) 龍膽橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 皮層

1. 外皮層 2. 皮層 3. 內皮層 4. 裂隙 5. 韌皮部 6. 木質部 7. 髓部

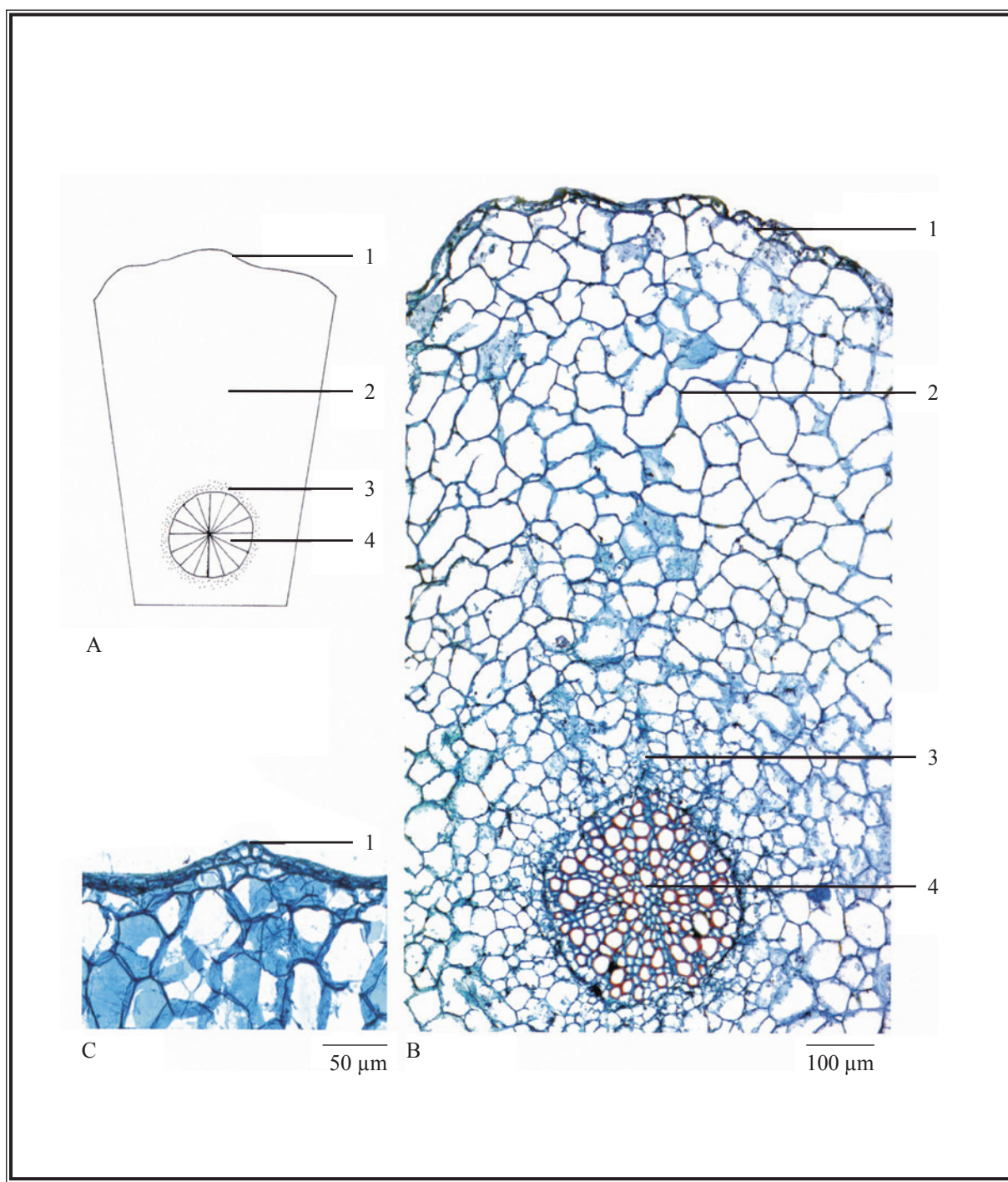


圖 2(ii) 豎龍膽橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 內皮層
1. 內皮層 2. 韌皮部 3. 篩管群 4. 木質部

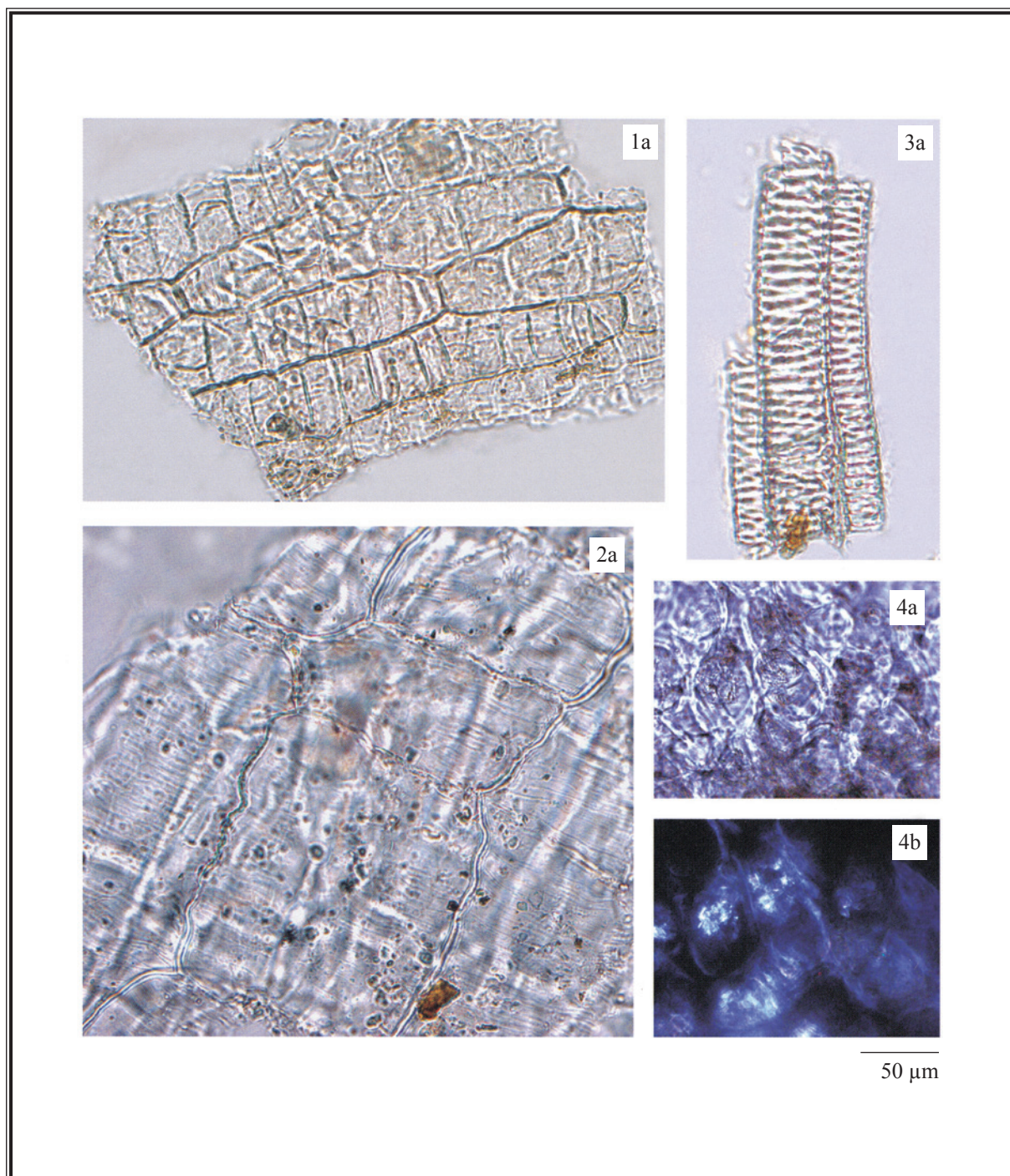


圖 3(i) 龍膽粉末顯微特徵圖

1. 外皮層細胞 2. 內皮層細胞 3. 網紋導管 4. 草酸鈣針晶

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

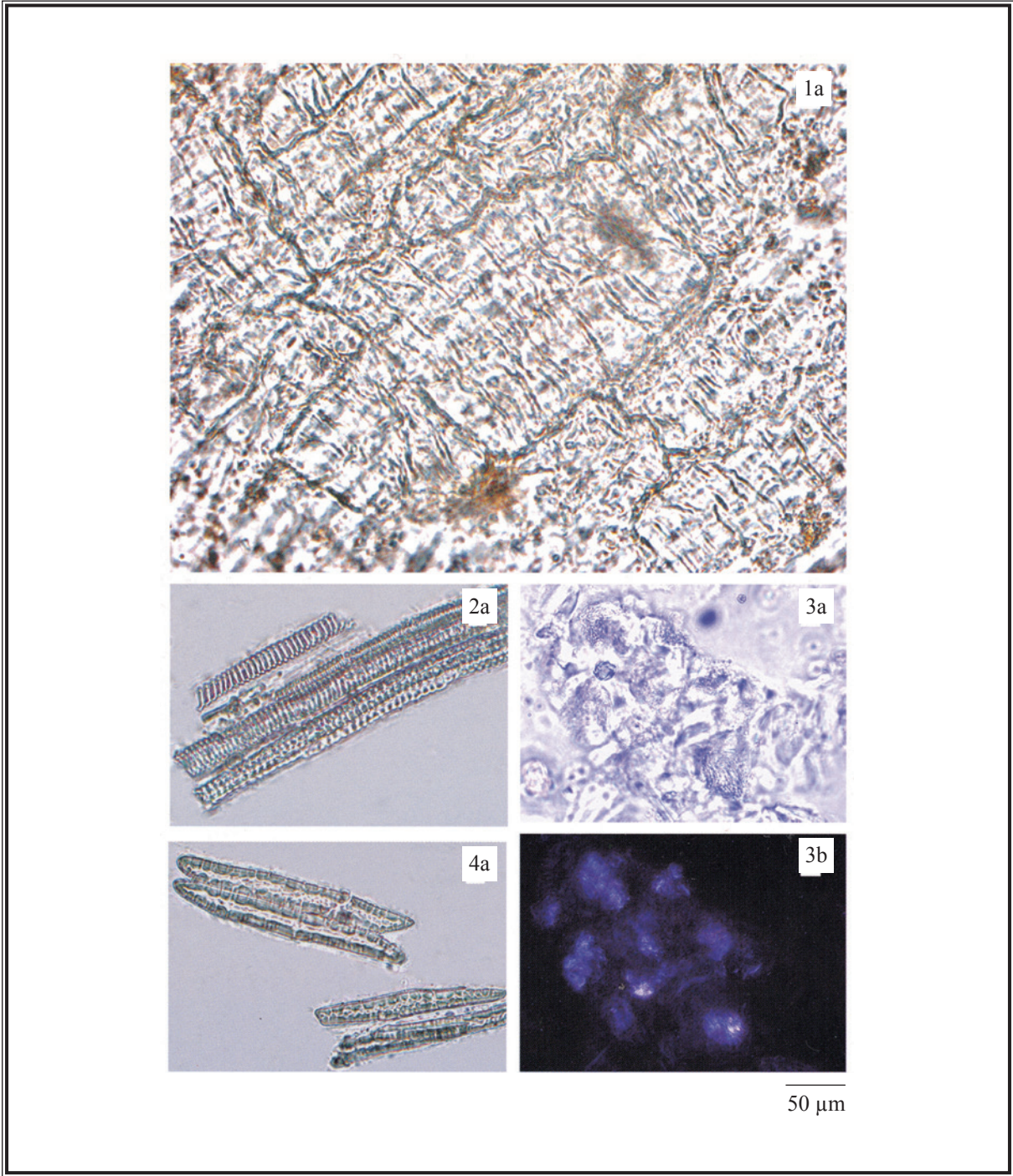


圖 3(ii) 堅龍膽粉末顯微特徵圖

1. 內皮層細胞 2. 網紋導管、梯紋導管和螺紋導管 3. 草酸鈣針晶 4. 纖維管胞
- a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

龍膽苦苷對照品溶液

取龍膽苦苷對照品(圖 4) 4.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯 - 甲醇 - 水(20:2:1, v/v)的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 25-mL 錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲(240 W)處理 45 分鐘，濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓濃縮至約 1.5 mL，轉移至 2-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取龍膽苦苷對照品溶液 3 μ L 和供試品溶液 2 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展開約 7 cm，取出，晾乾。再在同一展開劑中展開約 7 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光(254 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與龍膽苦苷色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

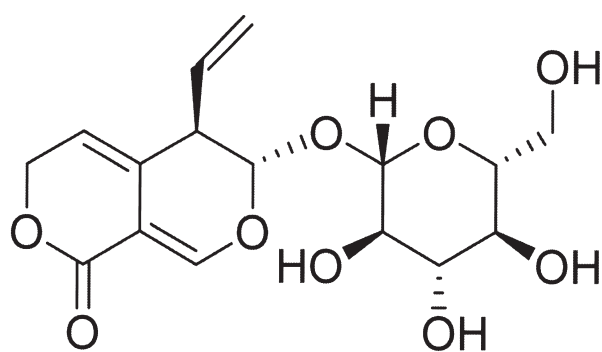


圖 4 龍膽苦苷化學結構式

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

龍膽苦苷對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

取龍膽苦苷對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

龍膽苦苷對照品溶液 *Std-FP* (200 mg/L)

吸取龍膽苦苷對照品儲備液 2 mL，置 10-mL 量瓶中，加 0.4% 磷酸 - 甲醇(1:1, v/v) 混合溶液至刻度。

供試品溶液

取本品粉末 0.25 g，置 50-mL 離心管中，加 0.4% 磷酸 - 甲醇(1:1, v/v) 混合溶液 25 mL，超聲(240 W)處理 45 分鐘，離心 10 分鐘(約 3000 × g)，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 230 nm；3.9 × 150 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	0.4% (v/v) 磷酸 (%, v/v)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	95 → 94	5 → 6	綫性梯度
5 – 40	94 → 40	6 → 60	綫性梯度
40 – 55	40 → 0	60 → 100	綫性梯度
55 – 60	0	100	等度

系統適用性要求

吸取龍膽苦苷對照品溶液 *Std-FP* 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：龍膽苦苷的峰面積相對標準偏差應不大於 2.0%；龍膽苦苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 3.0%；理論塔板數按龍膽苦苷峰計算應不低於 3000。

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(i) 或(ii)]。

操作程序

分別吸取龍膽苦苷對照品溶液 *Std-FP* 和供試品溶液各 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中龍膽苦苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 個特徵峰 [圖 5(i) 或(ii)] 的保留時間。

在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中龍膽苦苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中龍膽苦苷峰。二色譜圖中龍膽苦苷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。

龍膽提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表 1 龍膽提取液 3 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	0.90	± 0.03
2	0.93	± 0.03
3 (指標成份峰，龍膽苦苷)	1.00	-

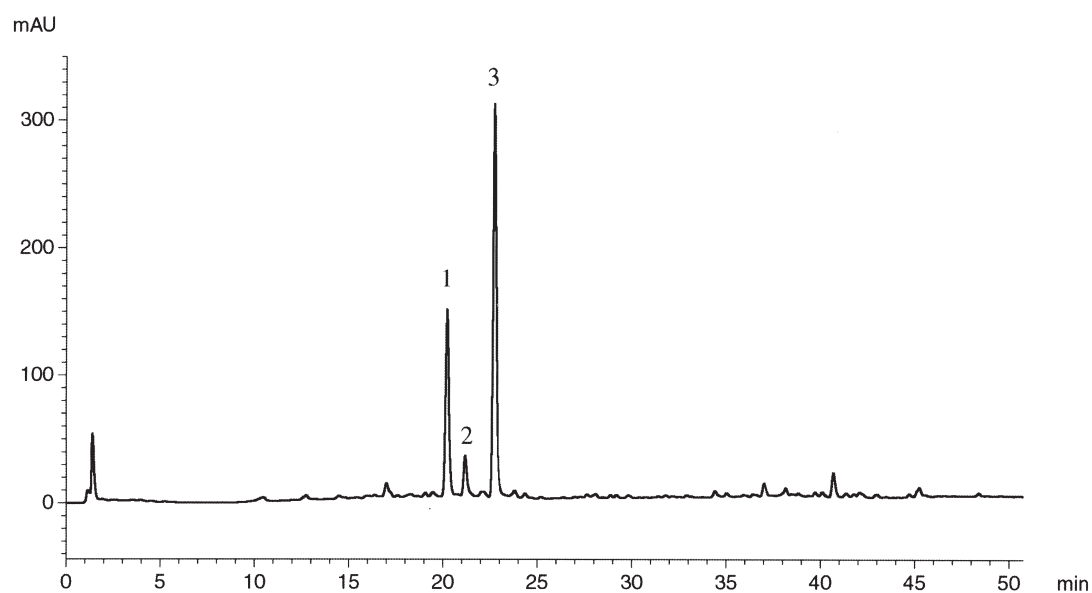


圖 5 (i) 龍膽提取液對照指紋圖譜

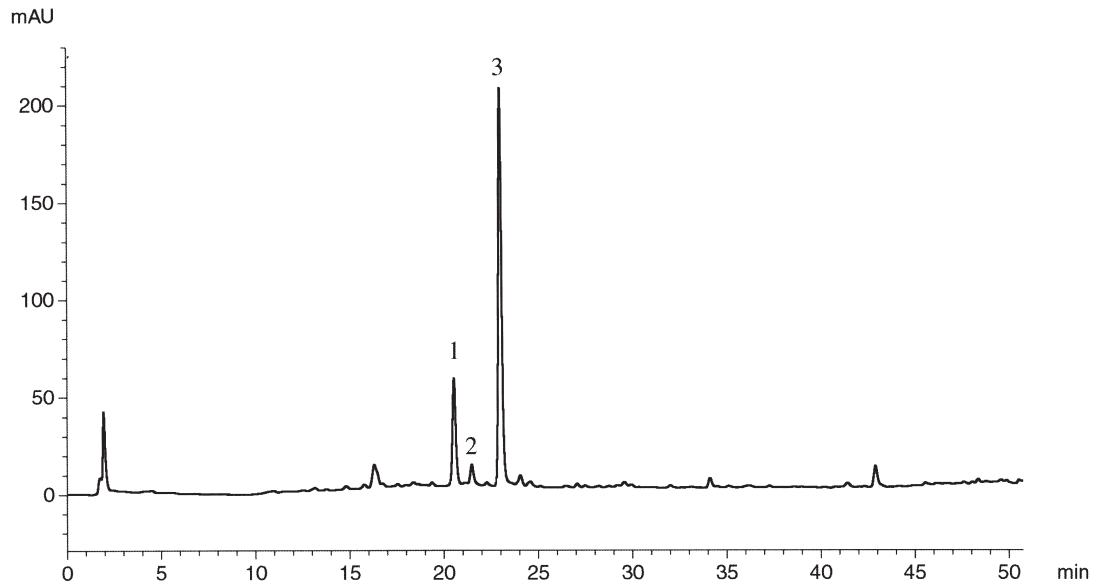


圖 5 (ii) 堅龍膽提取液對照指紋圖譜

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 3 個特徵峰 [圖 5 (i) 或 (ii)]。

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 3.0%。

5.6 灰分 (附錄 IX)

總灰分：不多於 7.5%。

酸不溶性灰分：不多於 3.5%。

5.7 水分 (附錄 X)：不多於 11.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 37.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 36.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

龍膽苦苷對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取龍膽苦苷對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

龍膽苦苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取龍膽苦苷對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含龍膽苦苷分別為 20、60、200、400、600 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 0.4% 磷酸 - 甲醇(1:1, v/v) 混合溶液 15 mL，超聲(240 W)處理 45 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)，濾過。濾液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 2 次，合併濾液，加上述混合溶液至刻度，混勻，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 270 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：

時間 (分鐘)	0.4% (v/v) 磷酸 (%, v/v)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 40	90 → 40	10 → 60	綫性梯度

系統適用性要求

將龍膽苦苷對照品溶液 *Std-AS* (200 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：龍膽苦苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；龍膽苦苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按龍膽苦苷峰計算應不低於 3000。

供試品測試中龍膽苦苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將龍膽苦苷系列對照品溶液 Std-AS 各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以龍膽苦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、截距與相關係數。

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。與龍膽苦苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中龍膽苦苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中龍膽苦苷峰。二色譜圖中龍膽苦苷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龍膽苦苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中龍膽苦苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含龍膽苦苷 (C₁₆H₂₀O₉) 不少於 1.0%。