

川芎



圖 1 川芎外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Rhizoma Chuanxiong

中文名：川芎

漢語拼音名：Chuanxiong

2. 來源

本品為傘形科植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 的乾燥根莖。栽培後於翌年夏季當莖上的節盤顯著突出，略帶紫色時採挖。川芎全株採挖後，割取根莖，去淨泥土，晾乾或烘乾，再去鬚根。

3. 性狀

根莖為不規則結節狀拳形團塊，直徑 2-7 cm。表面深棕色、灰棕色或黃棕色，粗糙皺縮，有多數平行隆起的輪節；頂端有類圓形凹窩狀莖痕，下側及輪節上有多數細小的瘤狀根痕。質堅實，不易折斷，斷面黃白色或灰黃色，散有黃棕色油點，形成層呈波狀環紋。氣濃香，味苦、辛，微回甜，稍有麻舌感(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

木栓層為 10 餘列扁平細胞。皮層狹窄，散有根跡維管束。韌皮部寬廣，形成層波狀或不規則多角形。木質部導管大多單列或排成“V”字狀，偶有木纖維束。髓部較大。薄壁組織中散有多數油室，類圓形、橢圓形或形狀不規則，淡黃棕色，靠近形成層的油室小，向外漸大；薄壁細胞中富含澱粉粒(圖 2)。

粉末

淡黃棕色或灰棕色。澱粉粒較多，單粒橢圓形、長圓形、卵圓形或腎形，

直徑 3-19 μm ，臍點狀、長縫狀或“V”字狀；複粒少數，由 2-4 分粒組成；偏光顯微鏡下呈黑十字狀。油室多破碎，分泌細胞含有較多油滴。木栓細胞排列緊密，表面觀呈類多角形，壁薄，微波狀彎曲，側面觀排列整齊。多為螺紋導管，直徑 14-50 μm ，有的螺紋導管增厚壁互相連接，似網狀導管。草酸鈣簇晶呈類圓形團塊，稀少，偏光顯微鏡下呈亮白色（圖 3）。

4.2 理化鑒別

操作程序

取本品粉末 0.2 g，置試管中，加 70% 乙醇 2 mL，超聲(490 W)處理 60 分鐘，靜置。用毛細管將上清液點於濾紙上，置紫外光(254 nm)下檢視，顯藍色熒光斑點。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

Z- 藁本內酯對照品溶液

取 Z- 藁本內酯對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

E- 阿魏酸對照品溶液

取 E- 阿魏酸對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備二氯甲烷 - 乙醚(2:1, 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 10 mL，超聲(490 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 1800 $\times g$)。取上清液轉移於另一試管中，用氮氣吹乾，殘渣溶於 2 mL 甲醇中，即得。

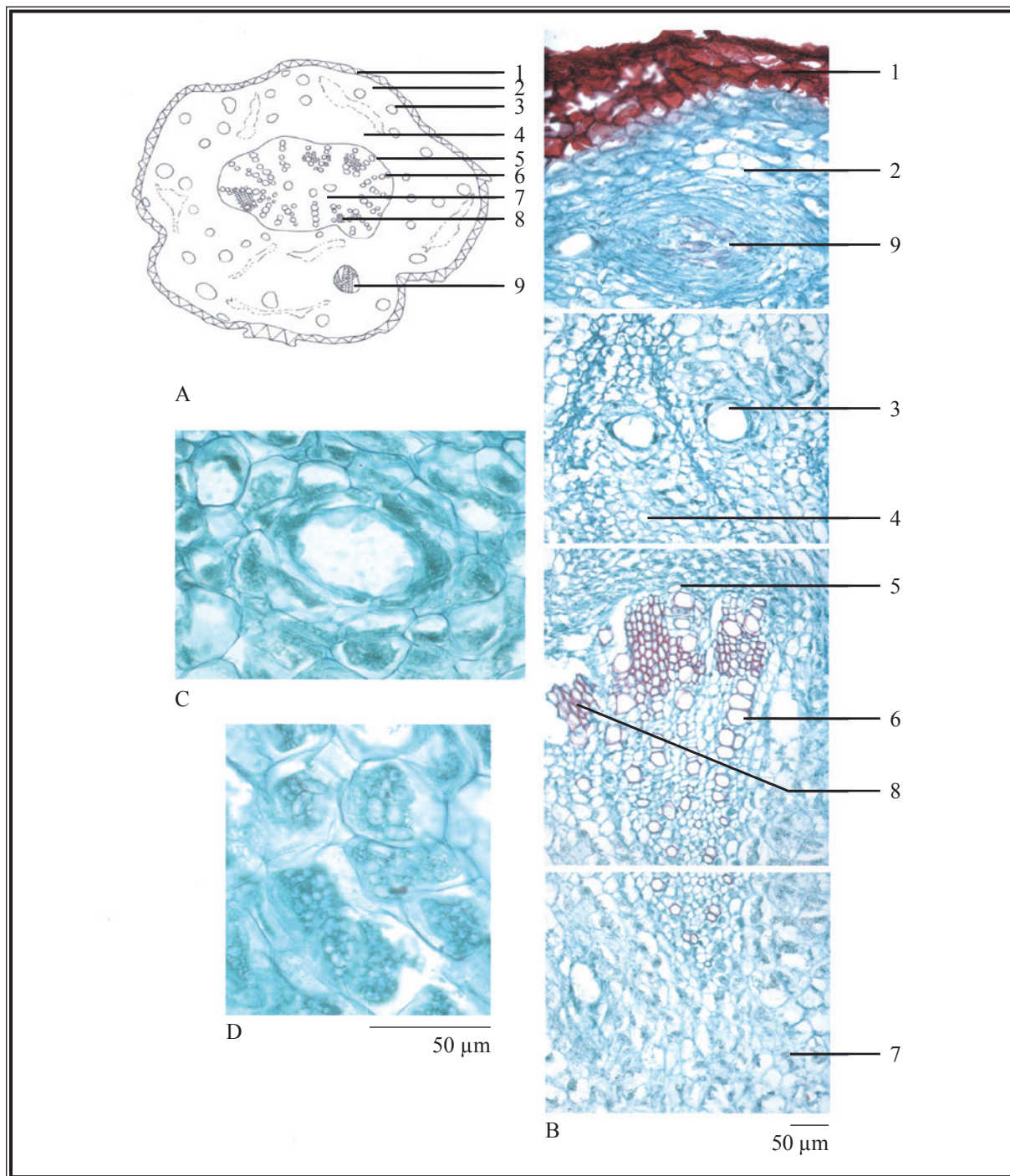


圖 2 川芎橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 油室 D. 澱粉粒

1. 木栓層 2. 皮層 3. 油室 4. 韌皮部 5. 形成層 6. 木質部 7. 髓部 8. 木纖維
9. 根跡維管束

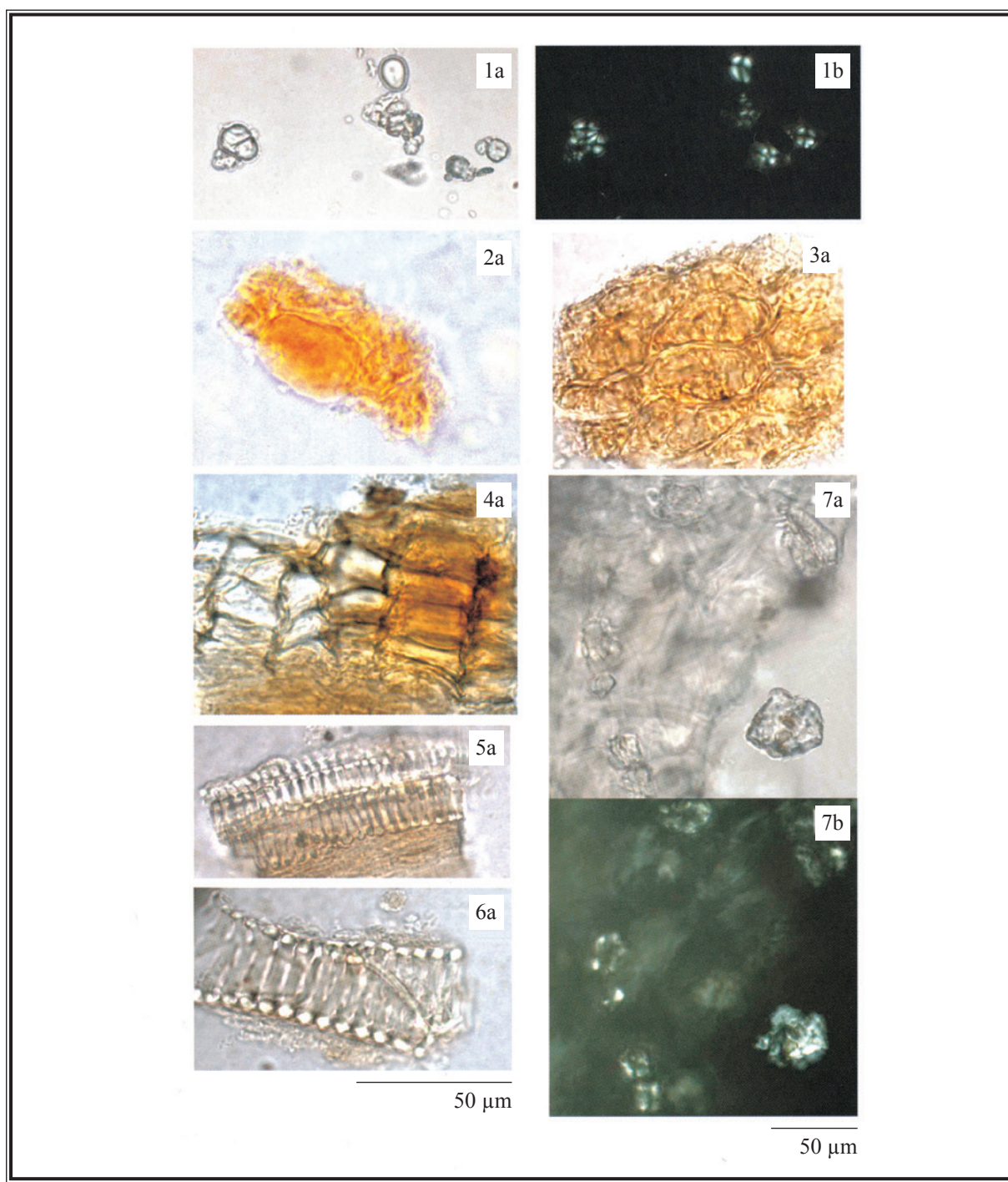


圖 3 川芎粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 油室碎片 3. 木栓細胞表面觀 4. 木栓細胞側面觀 5. 螺旋導管
6. 網紋導管 7. 草酸鈣簇晶

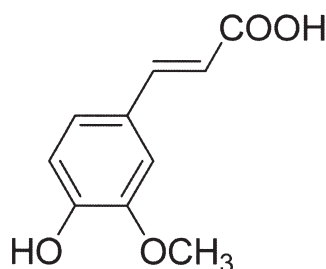
a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取 Z- 藁本內酯、E- 阿魏酸對照品溶液和供試品溶液各 1 μ L，點於同一高效矽膠 F₂₅₄ 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 70 $^{\circ}$ C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見(約 10 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與 Z- 藁本內酯和 E- 阿魏酸色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

(i)



(ii)

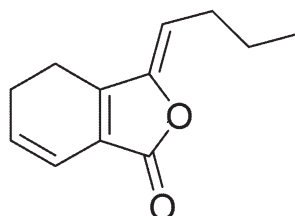


圖 4 化學結構式 (i) E- 阿魏酸 (ii) Z- 藁本內酯

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

Z- 藁本內酯對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取 Z- 藁本內酯對照品 5.0 mg，溶解於 100 mL 甲醇中，置於約 -10 $^{\circ}$ C 處，避光儲存。

供試品溶液

取本品粉末 0.25 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 25 mL，超聲(490 W)處理 90 分鐘，離心 10 分鐘(約 1800 \times g)。取上清液轉移於 25-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 293 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 – 10	85 → 80	15 → 20	綫性梯度
10 – 40	80 → 47	20 → 53	綫性梯度
40 – 60	47 → 0	53 → 100	綫性梯度

系統適用性要求

吸取 Z- 藁本內酯對照品溶液 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：Z- 藁本內酯的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；Z- 藁本內酯峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按 Z- 藁本內酯峰計算應不低於 150000。

供試品測試中 7 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 Z- 藁本內酯對照品溶液 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 Z- 藁本內酯峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 7 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 Z- 藁本內酯峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 Z- 藁本內酯峰。二色譜圖中 Z- 藁本內酯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。

川芎提取液 7 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表1 川芎提取液 7 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	0.23	±0.03
2 (E- 阿魏酸)	0.36	±0.03
3	0.39	±0.03
4	0.46	±0.03
5	0.84	±0.03
6	0.91	±0.03
7 (指標成份峰, Z- 藁本內酯)	1.00	-

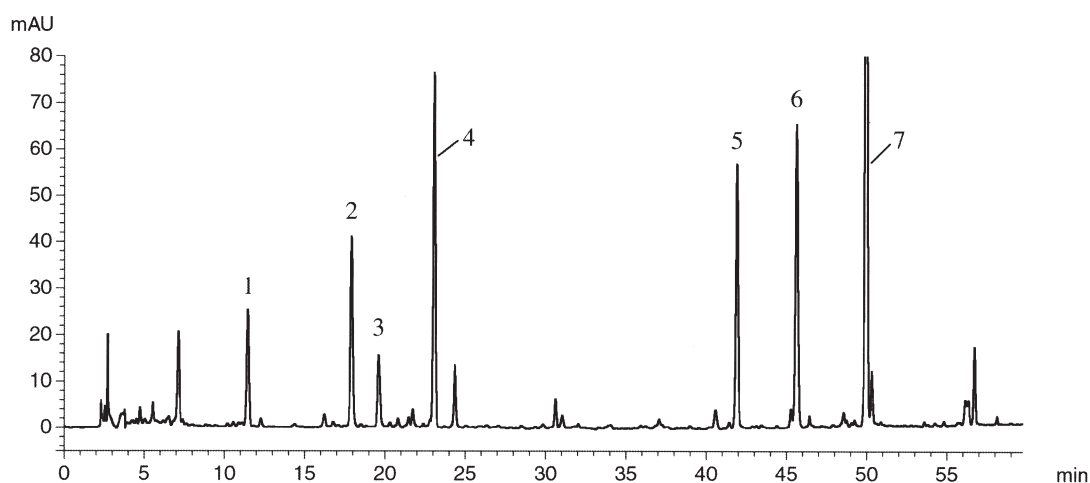


圖5 川芎提取液對照指紋圖譜

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 7 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 6.0%。

酸不溶性灰分：不多於 2.0%。

5.7 水分(附錄 X)：不多於 15.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 27.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 23.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

Z- 藁本內酯對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取 Z- 藁本內酯對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。置於約 -10℃ 處，避光儲存。

Z- 藁本內酯對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取 Z- 藁本內酯對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含 Z- 藁本內酯分別為 10、25、50、100、200 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.25 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×g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中。重複提取 1 次，加甲醇 3 mL 洗滌殘渣，離心 10 分鐘(約 1800×g)。合併上清液，加甲醇至刻度，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 328 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。流動相為甲醇 -0.1% 磷酸 (68:32, v/v) 的混合溶液；
流程約 20 分鐘。

系統適用性要求

將 Z- 藁本內酯對照品溶液 Std-AS (50mg/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：Z- 藁本內酯的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；Z- 藁本內酯峰的保留時間相對標準偏差應不大於 3.0%；理論塔板數按 Z- 藁本內酯峰計算應不低於 3000。

供試品測試中 Z- 藁本內酯峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將 Z- 藁本內酯系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以 Z- 藁本內酯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 Z- 藁本內酯對照品溶液 Std-AS 色譜圖中 Z- 藁本內酯峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 Z- 藁本內酯峰。二色譜圖中 Z- 藁本內酯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 Z- 藁本內酯的濃度 (mg/L)，並計算樣品中 Z- 藁本內酯的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含 Z- 藁本內酯 (C₁₂H₁₄O₂) 不少於 0.47%。