

升麻



圖1 升麻外觀圖

1. 名稱

藥材正名: Rhizoma Cimicifugae

中文名: 升麻

漢語拼音名: Shengma

2. 來源

本品為毛茛科植物大三葉升麻 *Cimicifuga heracleifolia* Kom. 的乾燥根莖。秋季採挖，除去泥沙和鬚根，曬乾。

3. 性狀

根莖呈不規則的長形塊狀，多分枝，呈結節狀，長6-30 cm，直徑12-40 mm。表面黑褐色或棕褐色，粗糙不平，有堅硬的細鬚根殘留，上面有數個圓形空洞的莖基痕，洞內壁顯網狀溝紋；下面凹凸不平，具鬚根痕。體輕，質堅硬，不易折斷，斷面不平坦，有裂隙，纖維性，黃綠色或淡黃白色。氣微，味微苦而澀 (圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

部分後生皮層細胞外壁木栓化增厚，有的外壁和垂周壁呈乳頭狀增厚，突入胞腔。皮層主要由薄壁細胞組成。韌皮纖維束呈彎月形，每束約5-110個纖維。維管束數可達60個，排列成環。髓大 (圖 2)。

粉末

黃棕色或棕色。後生皮層細胞黃棕色，長方形或類多角形，壁呈不均勻增厚，有的壁呈乳頭狀增厚，突入胞腔。導管主要為具緣紋孔和網紋導管。木纖維多為纖維管胞，單個散在或成束，略呈梭形，末端長尖或鈍圓，有

的末端分叉，紋孔口斜裂縫狀、十字形或人字形。韌皮纖維多成束，較細長，末端鈍圓或稍尖，木化，孔溝明顯。木薄壁細胞單個散在或成群，呈長方形或類圓形，具圓形或短縫狀紋孔(圖 3)。

4.2 理化鑒別

操作程序

取本品粉末0.2 g，置50-mL離心管中，加二氯甲烷10 mL，超聲(560 W)處理30分鐘，離心10分鐘(約3000 × g)。取上清液0.5 mL置試管中，小心沿管壁加硫酸約0.5 mL，靜置20分鐘，兩液接界處顯紅棕色或黃棕色環。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

異阿魏酸對照品溶液

取異阿魏酸對照品(圖 4)1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

展開劑

製備甲苯 - 二氯甲烷 - 冰乙酸(6:1:0.5, v/v)的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置100-mL錐形瓶中，加乙醇50 mL，加熱回流1小時，放冷至室溫，濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於1 mL 乙醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法[附錄 IV(A)]進行。分別吸取異阿魏酸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。用上述新製備的展開劑展開約6 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異阿魏酸色澤相同、R_f值相應的特徵斑點或條帶。

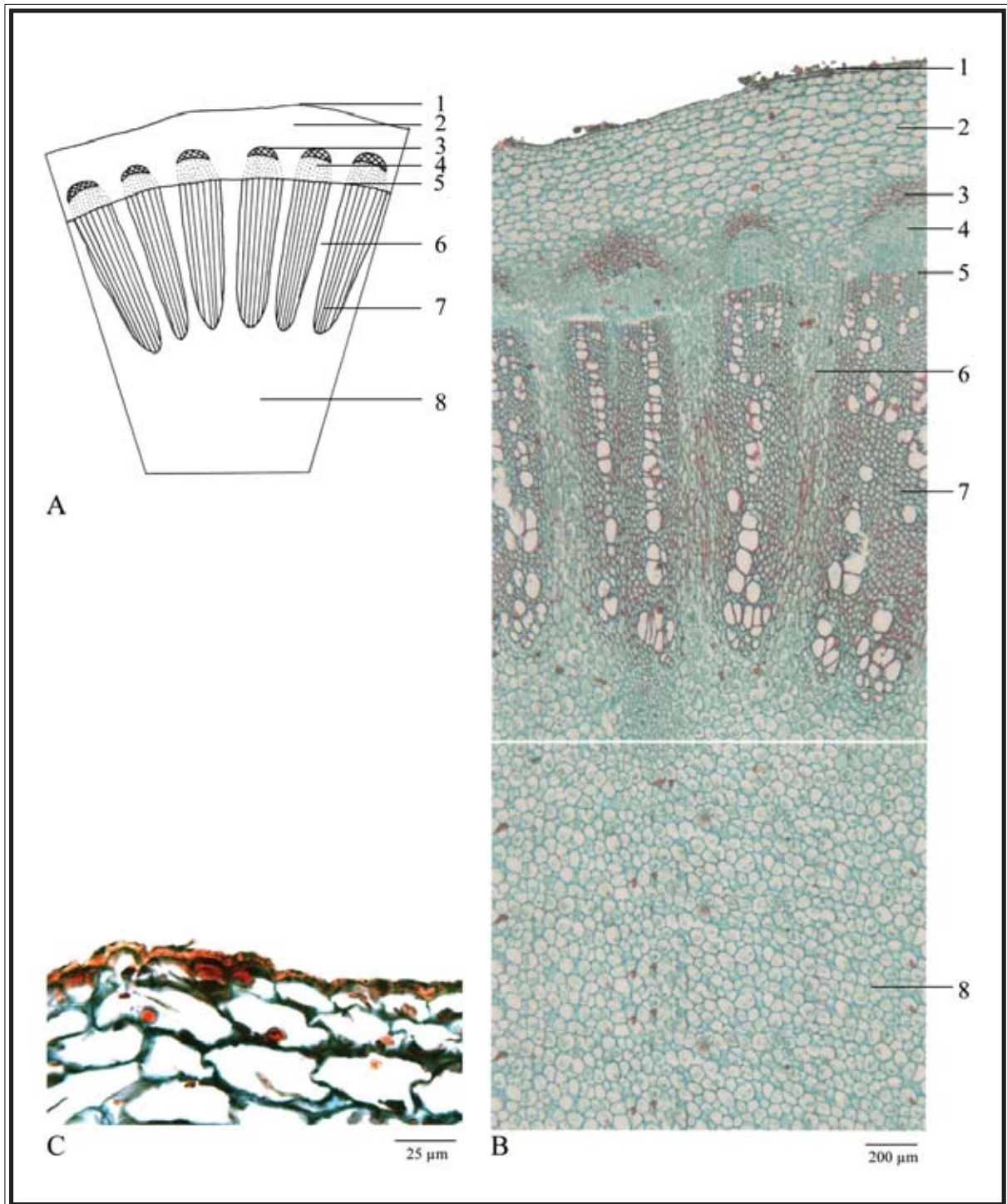


圖2 升麻橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 後生皮層

- 1. 後生皮層 2. 皮層 3. 韌皮纖維束 4. 韌皮部 5. 形成層 6. 木射線 7. 木質部
- 8. 髓部

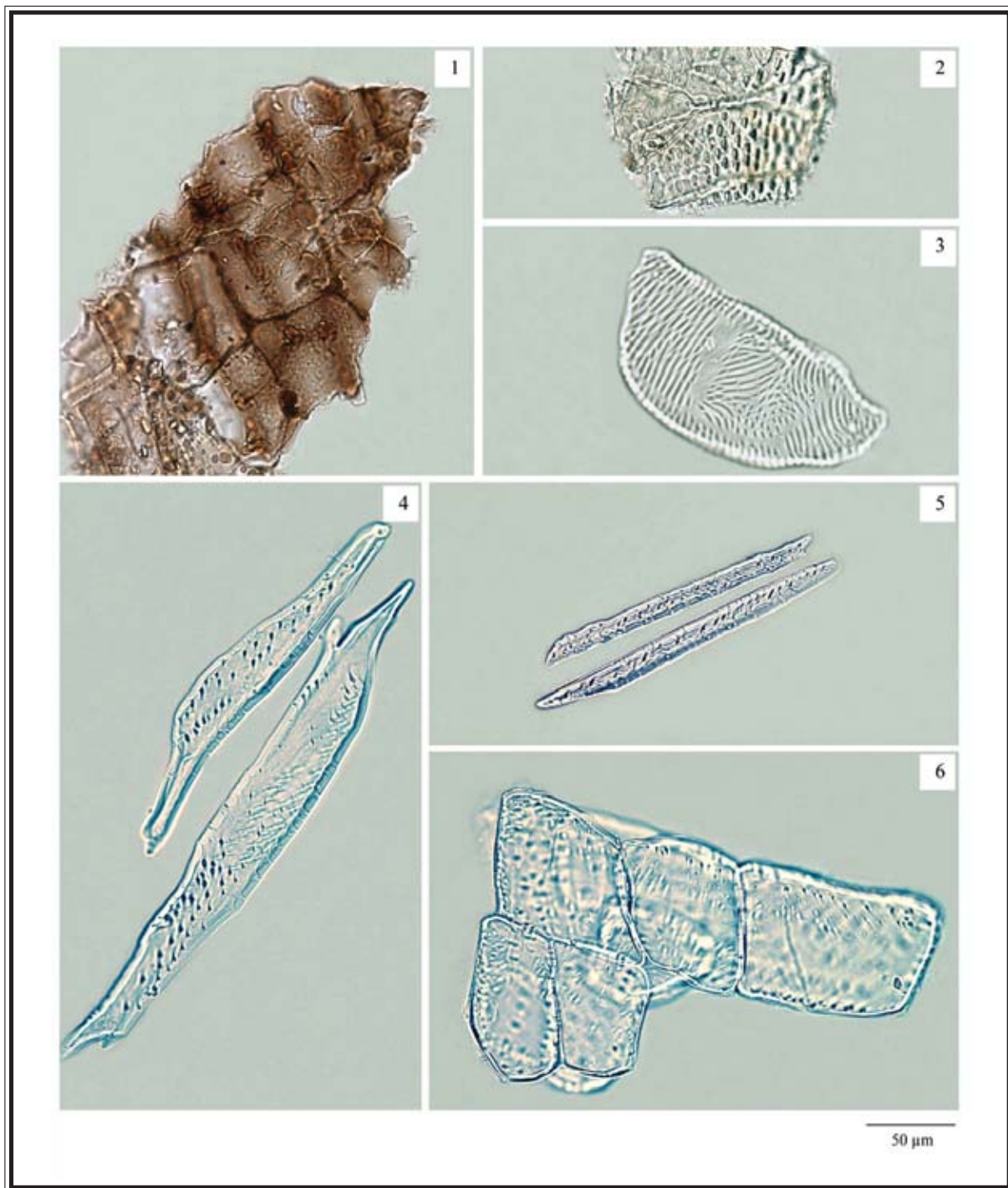


圖3 升麻粉末顯微特徵圖 (光學顯微鏡下)

1. 後生皮層細胞
2. 具緣紋孔導管
3. 網紋導管
4. 木纖維
5. 韌皮纖維
6. 木薄壁細胞

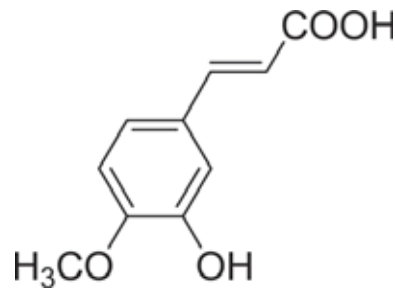


圖 4 異阿魏酸化學結構式

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

異阿魏酸對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取異阿魏酸對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

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 (560 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 $3000 \times g$)，上清液用 0.45- μm 微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 325 nm；3.9 \times 300 mm 十八烷基鍵合硅膠 (4 μm) 填充柱；流速約 0.9 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	0.1% 三氟乙酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	95	5	等度
5 – 50	95 \rightarrow 75	5 \rightarrow 25	綫性梯度
50 – 70	75 \rightarrow 50	25 \rightarrow 50	綫性梯度

系統適用性要求

吸取異阿魏酸對照品溶液 *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：異阿魏酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；異阿魏酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按異阿魏酸峰計算應不低於 50000。

供試品測試中 4 號峰與 5 號峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取異阿魏酸對照品溶液 *Std-FP* 和供試品溶液各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中異阿魏酸峰的保留時間，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，與相應對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中異阿魏酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中異阿魏酸峰。二色譜圖中異阿魏酸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。

升麻提取液 6 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表 1 升麻提取液 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 (阿魏酸)	0.93	± 0.03
2 (指標成份峰，異阿魏酸)	1.00	-
3	1.42	± 0.03
4	1.52	± 0.03
5	1.55	± 0.03
6	1.90	± 0.03

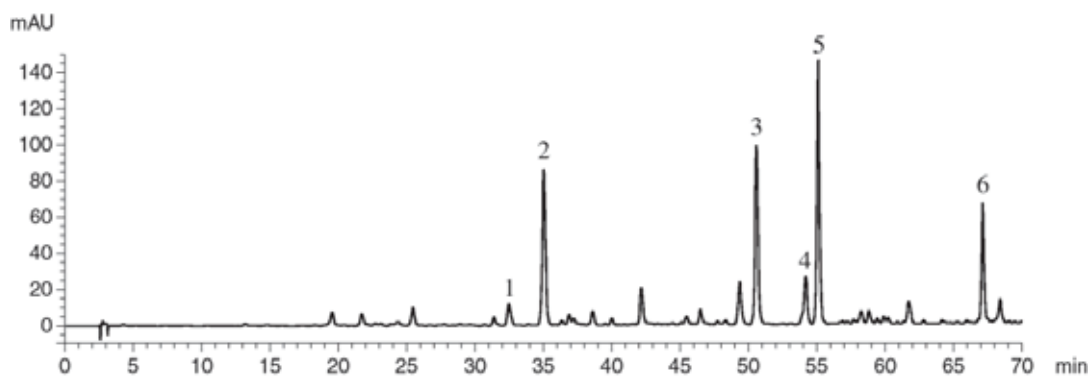


圖 5 升麻提取液對照指紋圖譜

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 4.0%。
- 5.6 灰分 (附錄 IX)
- 總灰分：不多於 12.5%。
- 酸不溶性灰分：不多於 5.5%。
- 5.7 水分 (附錄 X)：不多於 13.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

- 水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 19.0%。
- 醇溶性浸出物 (熱浸法)：不少於 21.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B) 進行。

對照品溶液

異阿魏酸對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取異阿魏酸對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

異阿魏酸對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取異阿魏酸對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含異阿魏酸分別為 10、20、30、40、50 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.4 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 30 mL，置 60°C 水浴中振搖 (往返頻率為每分鐘 40 次) 提取 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 3000 × g)，上清液用 0.45-μm 微孔濾膜 (RC) 濾過，濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，重複提取 3 次，每次加甲醇 10 mL，合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，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 300 nm；3.9 × 300 mm 十八烷基鍵合硅膠 (4 μm) 填充柱；流速約 0.9 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	0.1% 三氟乙酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	90 → 85	10 → 15	綫性梯度
5 – 25	85 → 80	15 → 20	綫性梯度

系統適用性要求

將異阿魏酸對照品溶液 *Std-AS* (40 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：異阿魏酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；異阿魏酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按異阿魏酸峰計算應不低於 15000。

供試品測試中異阿魏酸峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.3。

標準曲綫

將異阿魏酸系列對照品溶液 *Std-AS* 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以異阿魏酸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。與異阿魏酸對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中異阿魏酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中異阿魏酸峰。二色譜圖中異阿魏酸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異阿魏酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中異阿魏酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含異阿魏酸 (C₁₀H₁₀O₄) 不少於 0.040%。