

- 圖1 杜仲外觀圖
- A. 外表面
- B. 外表面斷面具橡膠絲狀物
- C. 內表面斷面具橡膠絲狀物

1. 名稱

藥材正名:Cortex Eucommiae

中文名:杜仲

漢語拼音名:Duzhong

2. 來源

本品為杜仲科植物杜仲 Eucommia ulmoides Oliv. 的乾燥樹皮。4-6 月剝取, 刮去粗皮,堆置5-7天至內皮呈紫褐色,曬乾。

3. 性狀

本品呈板片狀或兩邊稍向內卷,大小不一,厚2-7mm。外表面淡棕色或灰 褐色,有明顯的皺紋或縱裂槽紋,有的樹皮較薄,未去外皮,可見明顯的 皮孔。內表面暗紫色、光滑。質脆、易折斷、斷面有細密、銀白色、富彈 性的橡膠絲相連。氣微,味稍苦(圖1)。

鑒別 4.

4.1 顯微鑒別 (附錄III)

橫切面

木栓層外有時可見落皮層。木栓層由數列細胞組成。韌皮部有 5-7 條木 化的石細胞環帶,每一環帶有2-6列石細胞,並伴有少量纖維;韌皮射 線寬約2-3列細胞。橡膠團塊散在(圖2)。

粉末

棕色。橡膠絲成條或扭曲成團,表面顯顆粒性。石細胞甚多,大多成群,類 長方形、類圓形、長條形或形狀不規則,直徑15-80 µm,長約至180 µm, 壁厚,有的胞腔內含橡膠團塊。木栓細胞表面觀多角形,直徑12-40 µm, 壁不均匀增厚,木化,有細小紋孔;側面觀長方形,壁三面增厚,一面薄, 孔溝明顯(圖3)。

edulla Junci 燈心草 北

》 ehniae Radix Pseudostellariae

黄芩 adix Scutellariae

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

對照品溶液

松脂醇二葡萄糖苷對照品溶液 取松脂醇二葡萄糖苷對照品(圖4)1.0 mg,溶解於1 mL 甲醇中。

展開劑

製備二氯甲烷 - 甲醇 - 甲酸 (3:1:0.1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取硫酸20 mL,緩緩加至80 mL水中。

供試品溶液

取本品粉末 2.5 g,置 100-mL 錐形瓶中,加甲醇 30 mL,超聲 (560 W)處理 30 分鐘,濾過,濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾,殘渣溶於 20 mL 水,轉移於分液漏斗中,加二氯甲烷 50 mL 提取,棄去二氯甲烷層,水層用正丁醇 50 mL 提取,正丁醇提取液用旋轉蒸發器減壓蒸乾,殘渣溶於 1 mL 甲醇,即得。

操作程序

照薄層色譜法[附錄 IV(A)] 進行。分別吸取松脂醇二葡萄糖苷對照品溶液 $5\,\mu$ L 和供試品溶液 $1\,\mu$ L,點於同一高效硅膠 F_{254} 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 $4\,cm$,取出,標記溶劑前沿,晾乾。均匀噴上顯色劑,在約 $120\,^{\circ}$ C 加熱,直至斑點或條帶清晰可見(約 $15\,$ 分鐘)。置可見光下檢視,並計算 $R_{\scriptscriptstyle F}$ 值。

供試品色譜應顯出與松脂醇二葡萄糖苷色澤相同、 $R_{\rm f}$ 值相應的特徵斑點或條帶。

葛根 Radix Puerariae Lobatae

浙貝母

杜仲



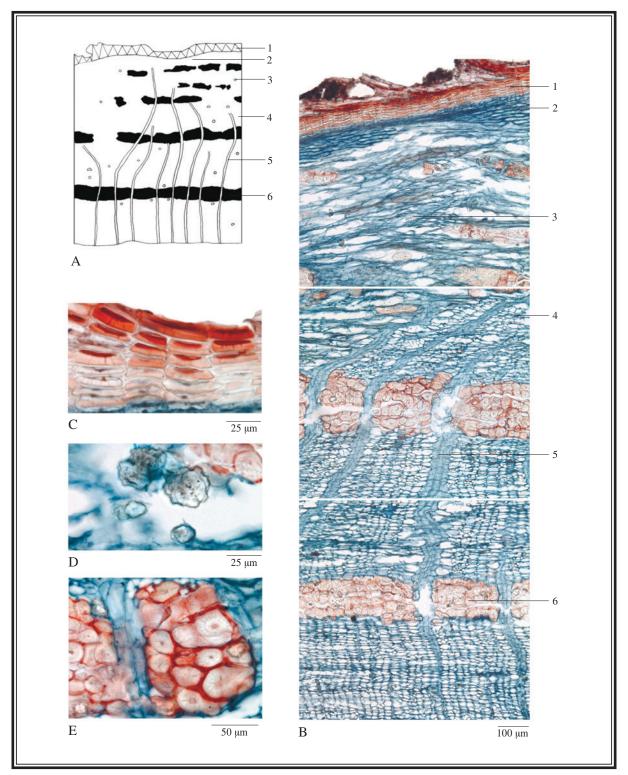


圖 2 杜仲橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 木栓細胞 D. 橡膠團塊 E. 石細胞群
- 1. 木栓層 2. 皮層 3. 橡膠團塊 4. 韌皮部 5. 韌皮射線 6. 石細胞群

燈心草

天麻

Rhizoma Anemarrhenae 知母

Radix Rehmanniae

杜仲



圖 3 杜仲粉末顯微特徵圖

- 1. 橡膠絲 2. 長方形石細胞 3. 類方形石細胞 4. 不規則形石細胞
- 5. 木栓細胞
- a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

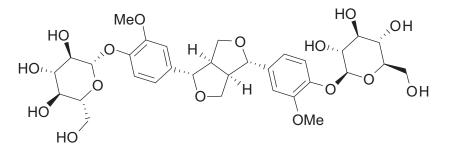


圖 4 松脂醇二葡萄糖苷化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄XII)

對照品溶液

松脂醇二葡萄糖苷對照品溶液Std-FP (50 mg/L) 取松脂醇二葡萄糖苷對照品1.0 mg,溶解於20 mL甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.4g, 置 50-mL 試管中,加 50% 乙醇 10 mL,超聲 (560 W)處 理30分鐘,用0.45-μm微孔濾膜(RC)濾過,即得。

色譜系統

液相色譜:二極管陣列檢測器,檢測波長210 nm;4.6×250 mm 十八烷基 鍵合硅膠(5 µm)填充柱;流速約0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下(表1):

表1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	7k (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 30	90→80	10→20	綫性梯度
30 - 60	80→60	$20 \rightarrow 40$	綫性梯度
60 - 70	$60 \rightarrow 0$	40 →100	綫性梯度

系統適用性要求

吸取松脂醇二葡萄糖苷對照品溶液 Std-FP 5 uL, 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:松脂醇二葡萄糖苷的峰面積 相對標準偏差應不大於5.0%;松脂醇二葡萄糖苷峰的保留時間相對標 準偏差應不大於 2.0%; 理論塔板數按松脂醇二葡萄糖苷峰計算應不低 於40000。

供試品測試中1號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.0(圖5)。

操作程序

分別吸取松脂醇二葡萄糖苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 µL,注 入液相色譜儀,並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中松脂醇 二葡萄糖苷峰的保留時間,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,與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中 松脂醇二葡萄糖苷峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中松脂醇 二葡萄糖苷峰。二色譜圖中松脂醇二葡萄糖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。

杜仲提取液4個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 杜仲提取液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, 松脂醇二葡萄糖苷)	1.00	-
2	1.13	±0.03
3	1.59	±0.03
4	2.23	±0.06

Radix Panacis Quinquefol

Fructus Ligustri Lucidi

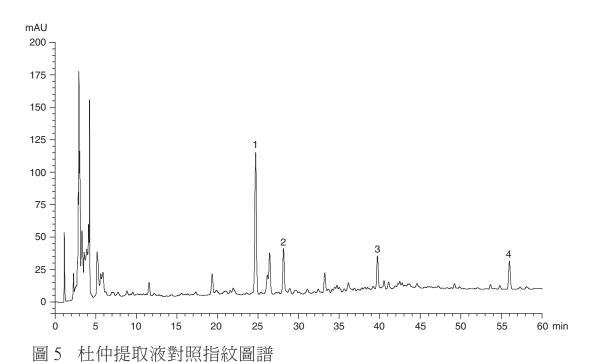
新貝母

多 益母。 Herba Leo

平月本 Bulbus Fritillariae Ussuriensi Fructus Evodiae 吳茱萸

杜仲

Bulbus Fritillariae Thunbergii タベ



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-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 XV):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8.5%。

酸不溶性灰分:不多於6.0%。

edulla Junci 燈心草 北沙參 Radix Glehni

太子參 Radix Pseudostellariae

黄芩 x Scutellariae

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(熱浸法):不少於10.0%。 醇溶性浸出物(熱浸法):不少於13.0%。

7. 含量測定

照附錄IV(B)進行。

對照品溶液

松脂醇二葡萄糖苷對照品儲備液Std-Stock (1000 mg/L)

精密稱取松脂醇二葡萄糖苷對照品10.0 mg,溶解於10 mL甲醇中。

松脂醇二葡萄糖苷對照品溶液Std-AS

精密吸取松脂醇二葡萄糖苷對照品儲備液適量,以甲醇稀釋製成含松脂醇二葡萄糖苷分別為1、10、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 0.4 g,置 50-mL 離心管中,加 50% 乙醇 10 mL,超聲(560 W)處理30分鐘,離心 5 分鐘(約 $5000 \times g$)。上清液用 0.45- μ m 微孔濾膜(RC)濾過,濾液轉移於 25-mL 量瓶中,重複提取1 次,合併濾液,加 50% 乙醇至刻度,用 0.45- μ m 微孔濾膜(RC)濾過,即得。

色譜系統

液相色譜:二極管陣列檢測器,檢測波長 228 nm ; $4.6 \times 250 \text{ mm}$ 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 (表3):

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	7k (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 20	90→80	10→20	綫性梯度

系統適用性要求

將松脂醇二葡萄糖苷對照品溶液 Std-AS(50 mg/L)5 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:松脂醇二葡萄糖苷的峰 面積相對標準偏差應不大於5.0%;松脂醇二葡萄糖苷峰的保留時間相對 標準偏差應不大於2.0%;理論塔板數按松脂醇二葡萄糖苷峰計算應不低於 50000 •

供試品測試中松脂醇二葡萄糖苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5。

標準曲綫

將松脂醇二葡萄糖苷系列對照品溶液 Std-AS 各 5 μL, 注入液相色譜儀, 並 記錄色譜圖。以松脂醇二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。

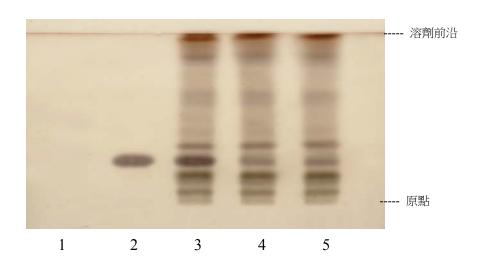
操作程序

將供試品溶液5 µL,注入液相色譜儀,並記錄色譜圖。與松脂醇二葡萄糖 苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中松脂醇二葡萄糖苷峰的保留時間比較,鑒定 供試品溶液色譜圖中松脂醇二葡萄糖苷峰。二色譜圖中松脂醇二葡萄糖苷 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 計算供試品溶液中松脂醇二葡萄糖苷的濃度(mg/L),並計算樣品中松脂 醇二葡萄糖苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算,本品含松脂醇二葡萄糖苷(C3H2O16)不少於0.10%。

Cortex Eucommiae (杜仲)



編號	樣品	結果
1	空白對照 (甲醇)	陰性
2	對照品 (松脂醇二葡萄糖苷)	松脂醇二葡萄糖苷
	到炽四(松阳段—用细相日)	陽性
3	加標樣品	松脂醇二葡萄糖苷
	(樣品加松脂醇二葡萄糖苷)	陽性
4	樣品	松脂醇二葡萄糖苷
	(杜仲)	陽性
5	平行樣品	松脂醇二葡萄糖苷
	(杜仲)	陽性

圖 1 杜仲提取液的薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)