

杜仲

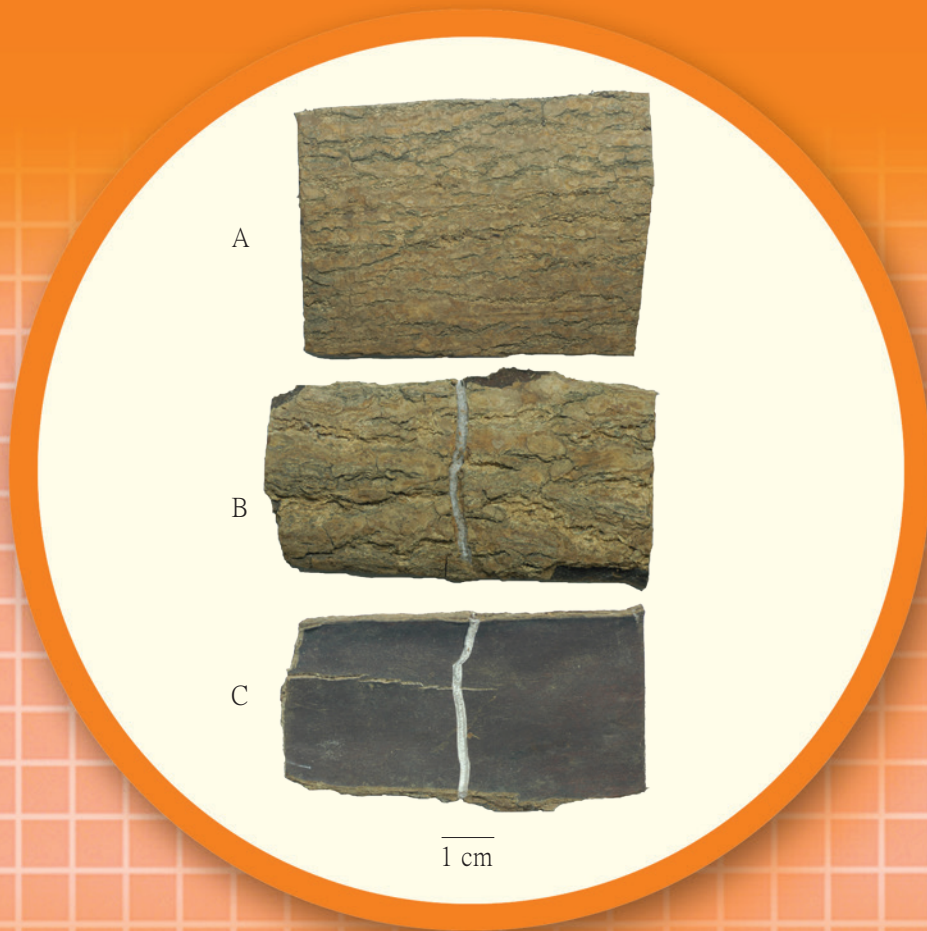


圖 1 杜仲外觀圖

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 2-7 mm。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）。

4. 鑒別

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 ，壁不均勻增厚，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）。

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 μ L 和供試品溶液 1 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 4 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 120°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_f 值。

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

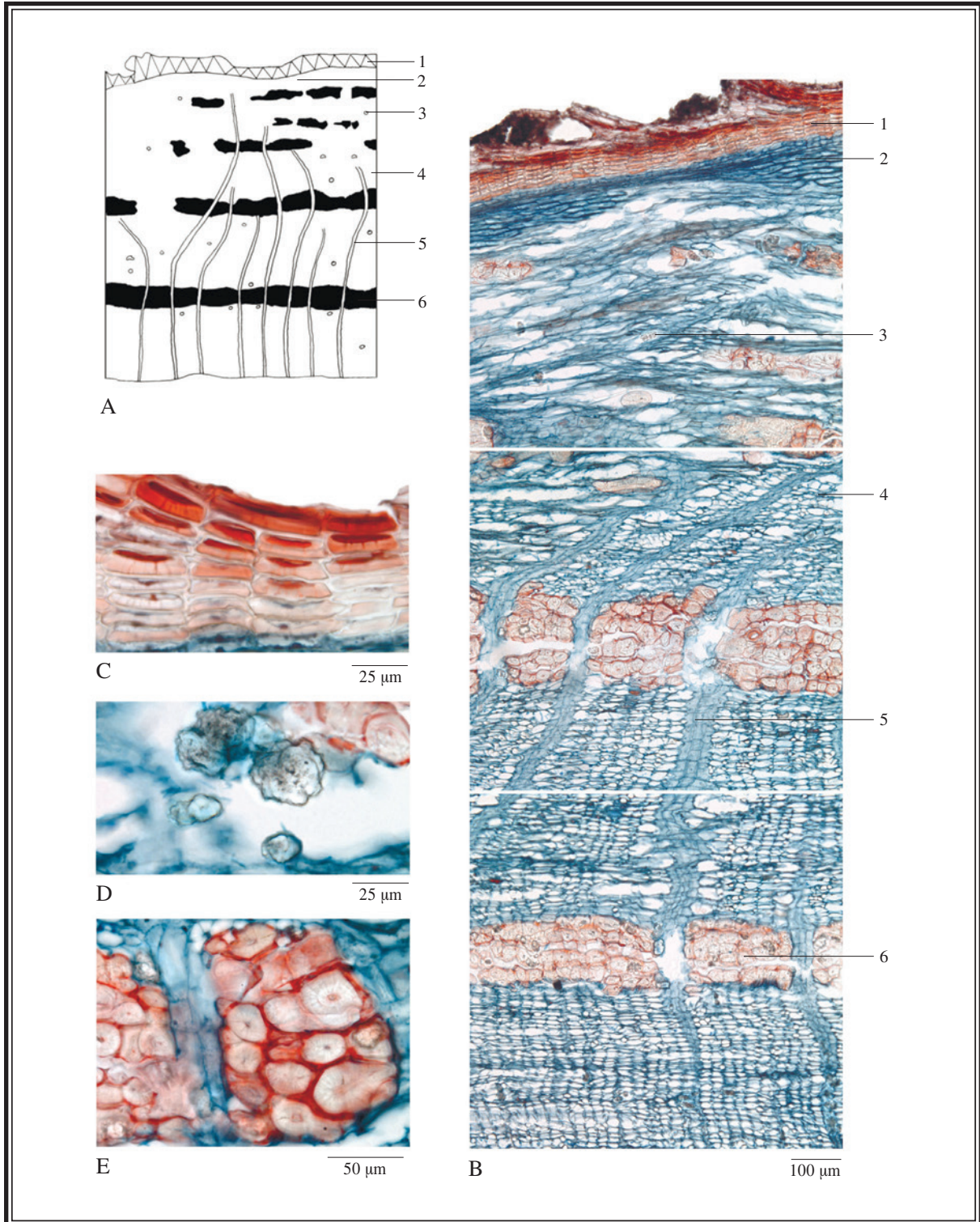


圖 2 杜仲橫切面顯微特徵圖

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



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

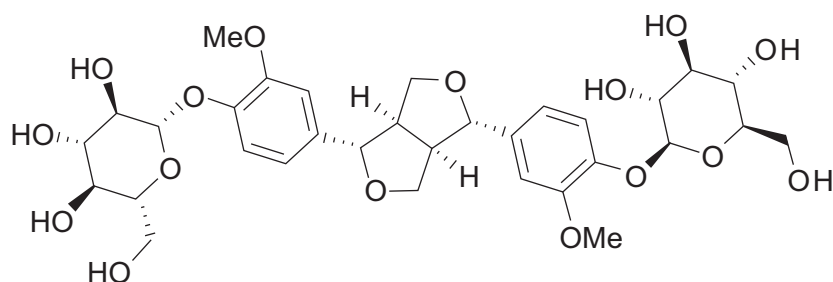


圖 4 松脂醇二葡萄糖苷化學結構式

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 0.4 g，置 50-mL 試管中，加 50% 乙醇 10 mL，超聲 (560 W) 處理 30 分鐘，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 210 nm；4.6 \times 250 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 (表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 30	90 \rightarrow 80	10 \rightarrow 20	綫性梯度
30 - 60	80 \rightarrow 60	20 \rightarrow 40	綫性梯度
60 - 70	60 \rightarrow 0	40 \rightarrow 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 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：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 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

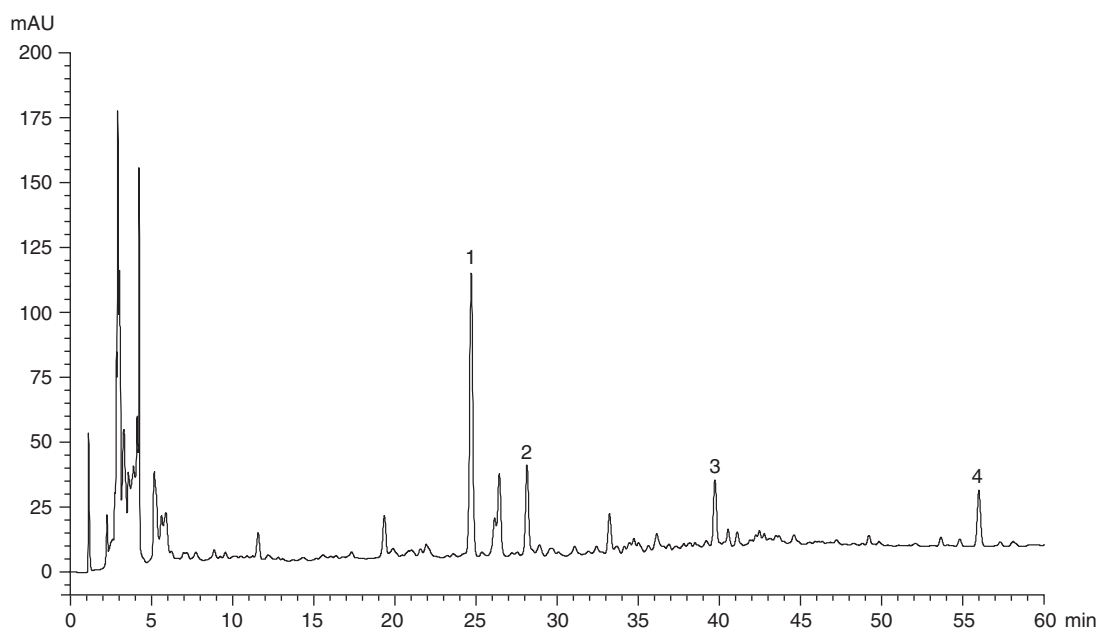


圖 5 杜仲提取液對照指紋圖譜

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%。

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×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；4.6×250 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（表3）：

表3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, 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 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：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 μ L，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 μ L，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 ($C_{32}H_{42}O_{16}$) 不少於 0.10%。