

# 補骨脂

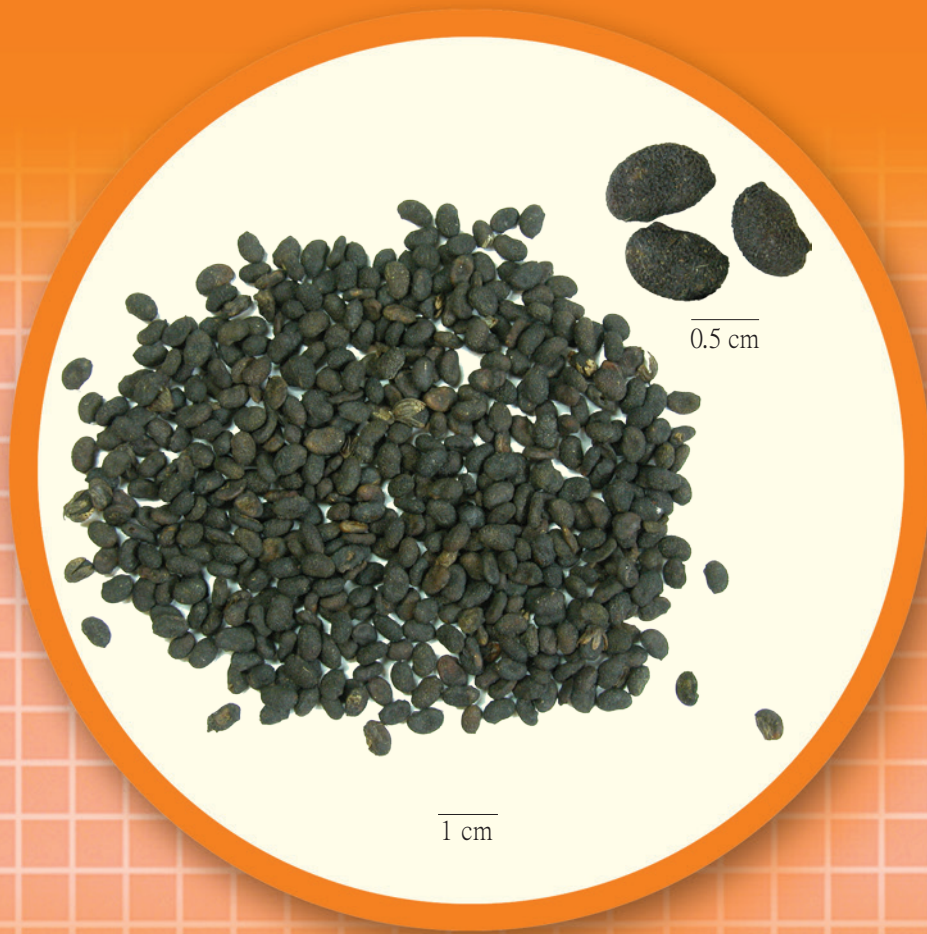


圖1 補骨脂外觀圖

## 1. 名稱

藥材正名：Fructus Psoraleae

中文名：補骨脂

漢語拼音名：Buguzhi

## 2. 來源

本品為豆科植物補骨脂 *Psoralea corylifolia* L. 乾燥的成熟果實。秋季果實成熟時採收，曬乾，除去雜質。

## 3. 性狀

本品呈卵形至橢圓形或腎形，略扁，長3-5mm，寬2-4mm，厚約1-1.5mm。表面黑褐色至灰褐色，具細微網狀皺紋。頂端圓鈍，有一小突起，凹側有果梗痕。質硬。果皮薄，與種子不易分離；種子1枚，子葉2，黃白色，有油性。氣香，味辛、微苦（圖1）。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別（附錄III）

#### 橫切面

外果皮由1列表皮細胞組成，表皮下有眾多的壁內腺，多破碎中空。中果皮由薄壁組織和小形維管束組成；有的薄壁細胞含有小的草酸鈣結晶。種皮外表皮為1列長35-63 μm的柵狀細胞和1列啞鈴狀支持細胞，種皮下皮為數列薄壁細胞，多皺縮。種皮內皮為1列長橢圓形或類圓形並含有色素的薄壁細胞。子葉細胞充滿糊粉粒與油滴。胚乳和胚根由薄壁細胞組成（圖2）。

## 粉末

灰黃色。圓柱狀種皮柵狀細胞黃棕色，細胞長35-63 μm，側面觀細胞壁常呈“V”字形增厚，表面觀細胞呈類多角形。果肉細胞中含有小的草酸鈣結晶，偏光鏡下顯多彩狀。單細胞非腺毛，長150-568 μm，胞壁密佈疣點。種皮支持細胞側面觀啞鈴狀，細胞壁中部增厚。腺毛腺頭多細胞或單細胞，腺柄短。壁內腺完整者成圓形，直徑160-400 μm，多破碎，中心細胞小而呈多角形，周圍細胞徑向延長呈輻射狀排列（圖3）。

## 4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

### 對照品溶液

#### 異補骨脂素對照品溶液

取異補骨脂素對照品（圖4）1.0 mg，溶解於1 mL 乙酸乙酯中。

#### 補骨脂素對照品溶液

取補骨脂素對照品（圖4）1.0 mg，溶解於1 mL 乙酸乙酯中。

### 展開劑

製備石油醚（60-80 °C）- 乙酸乙酯- 乙酸（3:1:0.05, v/v）的混合溶液。

### 供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置50-mL 離心管中，加水30 mL，超聲（240 W）處理30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10 mL（約60 °C）。轉移至50-mL 離心管中，加10 mL 乙酸乙酯，混勻約1分鐘，放置約5分鐘，至兩液層分離，乙酸乙酯提取液轉移於100-mL 圓底燒瓶中。重複提取一次，合併乙酸乙酯提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於1 mL 乙酸乙酯，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法[附錄IV(A)]進行。分別吸取異補骨脂素和補骨脂素對照品溶液各3 μL和供試品溶液2 μL，點於同一高效硅膠F<sub>254</sub>薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約7.5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光（254 nm）下檢視，並計算R<sub>f</sub>值。

供試品色譜應顯出與異補骨脂素和補骨脂素色澤相同、R<sub>f</sub>值相應的特徵斑點或條帶。

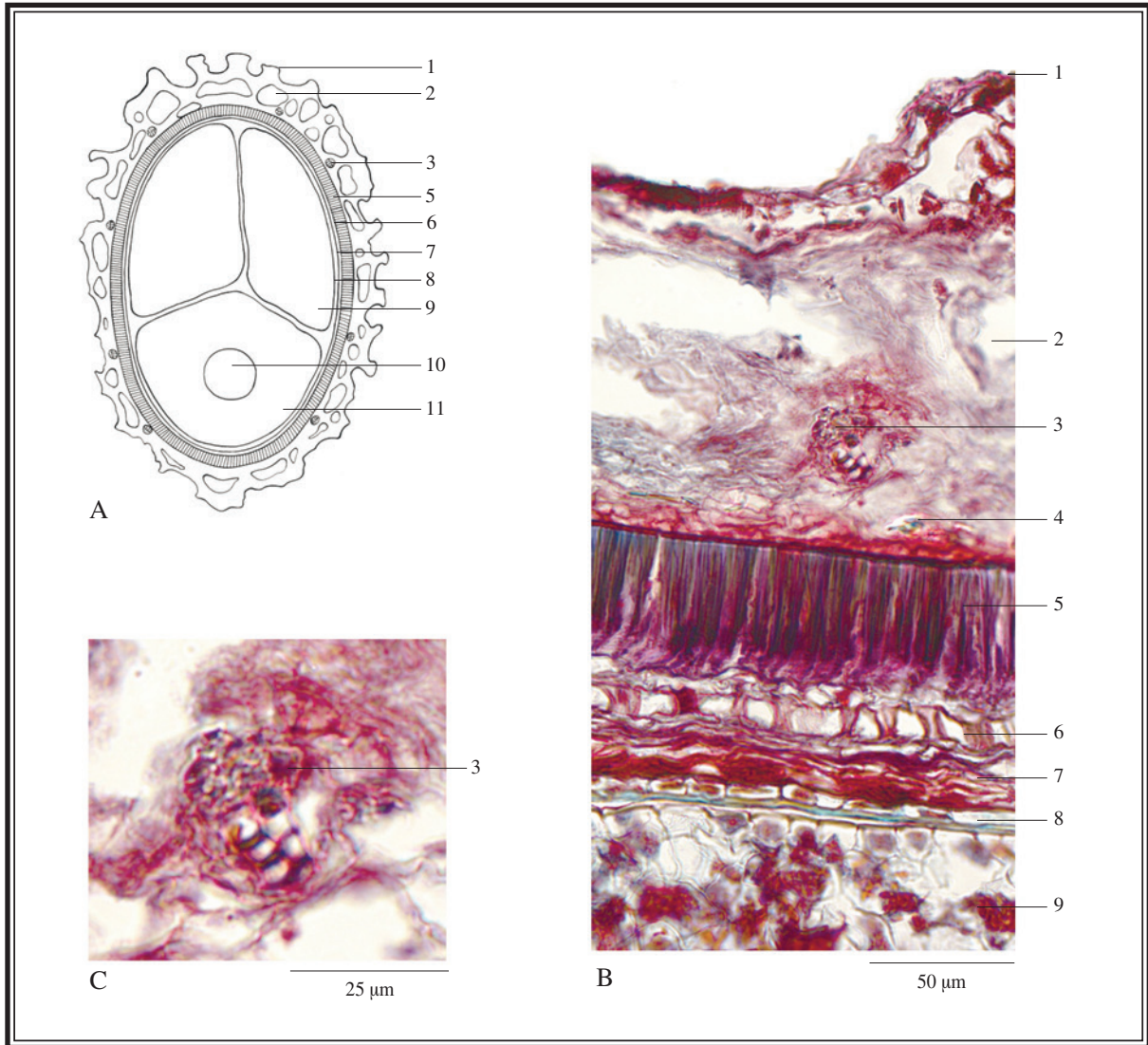


圖 2 補骨脂橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 維管束

1. 外果皮 2. 壁內腺 3. 維管束 4. 草酸鈣結晶 5. 圓柱狀種皮柵狀細胞  
 6. 種皮支持細胞 7. 種皮下皮 8. 種皮內表皮 9. 子葉 10. 胚根 11. 胚乳



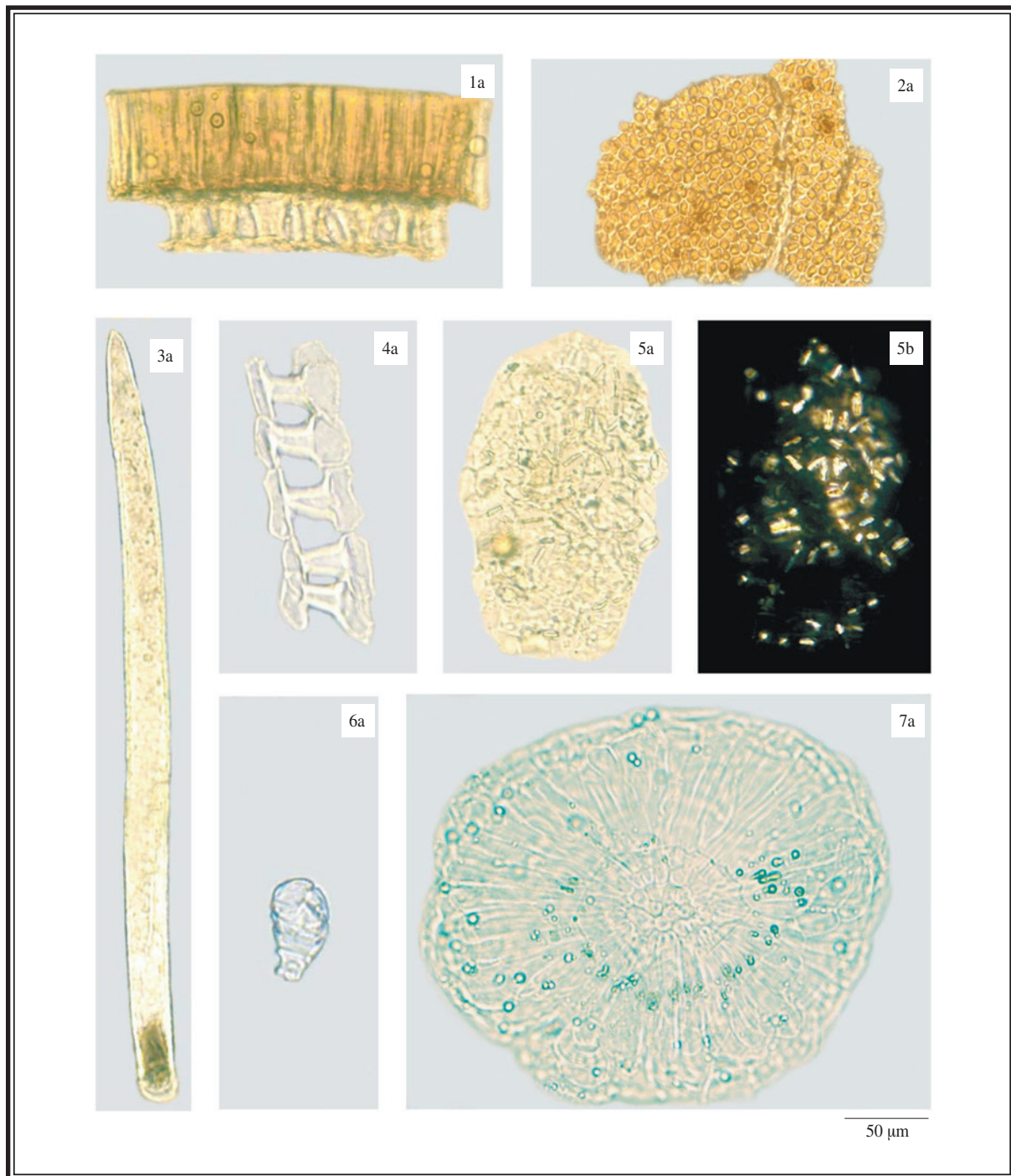
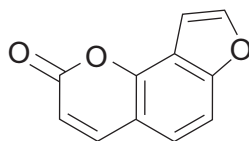


圖 3 補骨脂粉末顯微特徵圖

1. 圓柱狀種皮柵狀細胞（側面觀）
2. 圓柱狀種皮柵狀細胞（表面觀）
3. 單細胞非腺毛
4. 種皮支持細胞
5. 草酸鈣結晶
6. 腺毛
7. 壁內腺

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

(i)



(ii)

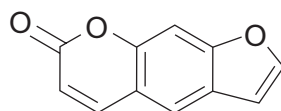


圖 4 化學結構式 (i) 異補骨脂素 (ii) 補骨脂素

### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

#### 對照品溶液

異補骨脂素對照品溶液 Std-FP (10 mg/L)

取異補骨脂素對照品 1.0 mg，溶解於 100 mL 乙醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加乙醇 25 mL，超聲 (240 W) 處理 30 分鐘。離心 5 分鐘 (約 2000 × g)，上清液用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

#### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 308 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 1.0 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)	甲醇 (% v/v)	洗脫
0 - 20	50 → 30	50 → 70	綫性梯度
20 - 45	30 → 15	70 → 85	綫性梯度
45 - 50	15 → 10	85 → 90	綫性梯度
50 - 60	10	90	等度

### 系統適用性要求

吸取異補骨脂素對照品溶液 Std-FP 10  $\mu$ 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：異補骨脂素的峰面積相對標準偏差均應不大於5.0%；異補骨脂素峰的保留時間相對標準偏差均應不大於2.0%；理論塔板數按異補骨脂素峰計算應不低於6000。

供試品測試中1號峰與2號峰之間的分離度應不低於1.0（圖5）。

### 操作程序

分別吸取異補骨脂素對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中異補骨脂素峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中8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 色譜圖中異補骨脂素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中異補骨脂素峰。二色譜圖中異補骨脂素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。

補骨脂提取液8個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 補骨脂提取液8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 (補骨脂素)	0.92	$\pm 0.03$
2 (指標成份峰，異補骨脂素)	1.00	-
3	2.01	$\pm 0.04$
4	2.15	$\pm 0.03$
5	2.73	$\pm 0.03$
6	3.06	$\pm 0.03$
7	3.30	$\pm 0.04$
8	3.73	$\pm 0.04$

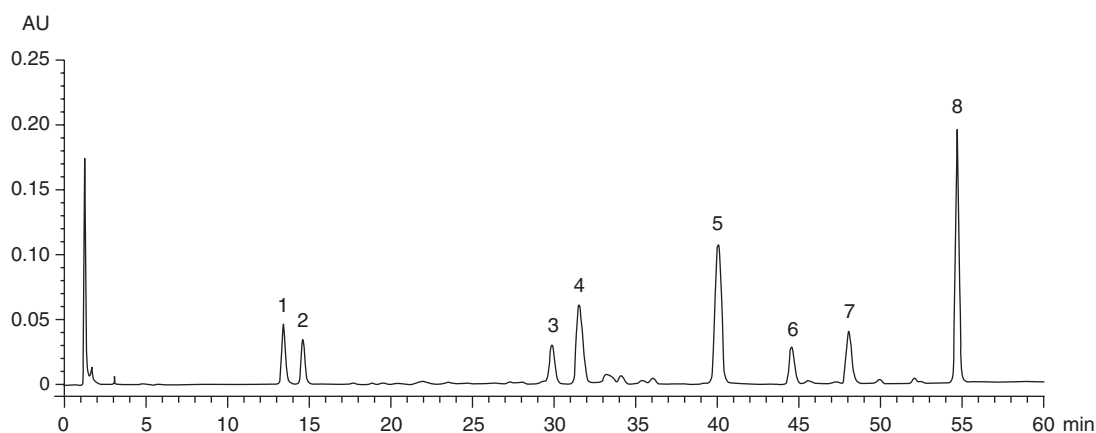


圖 5 補骨脂提取液對照指紋圖譜

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8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6.5%。

酸不溶性灰分：不多於1.5%。

5.7 水分（附錄X）：不多於9.0%。



## 6. 浸出物 (附錄XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 20.0%。

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

補骨脂素和異補骨脂素混合對照品儲備液 Std-Stock (各 200 mg/L)

精密稱取補骨脂素對照品 2.0 mg 和異補骨脂素對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

補骨脂素和異補骨脂素混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取補骨脂素和異補骨脂素混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含補骨脂素和異補骨脂素各分別為 10、40、60、100、150 mg/L 系列的混合對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.3 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇 20 mL，超聲 (240 W) 處理 30 分鐘。離心 5 分鐘 (約 2000×g)，取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取一次，合併上清液，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 246 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為甲醇 - 水 (50:50, v/v) 的混合溶液；流程約 30 分鐘。

### 系統適用性要求

將補骨脂素和異補骨脂素混合對照品溶液 Std-AS (各 60 mg/L) 10  $\mu$ 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：補骨脂素和異補骨脂素的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；補骨脂素峰和異補骨脂素峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按補骨脂素峰和異補骨脂素峰計算分別應不低於 3500 和 4000。

供試品測試中補骨脂素峰和異補骨脂素峰之間的分離度應不低於 1.5。

### 標準曲綫

將補骨脂素和異補骨脂素系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10  $\mu\text{L}$ ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以補骨脂素和異補骨脂素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  $\mu\text{L}$ ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與補骨脂素和異補骨脂素混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中補骨脂素峰和異補骨脂素峰。二色譜圖中補骨脂素峰和異補骨脂素峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中補骨脂素和異補骨脂素的濃度 (mg/L)，並計算樣品中補骨脂素和異補骨脂素的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含補骨脂素 ( $\text{C}_{11}\text{H}_6\text{O}_3$ ) 和異補骨脂素 ( $\text{C}_{11}\text{H}_6\text{O}_3$ ) 的總量不少於 1.6%。