地黃

圖1 地黃外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Radix Rehmanniae

中文名：地黃

漢語拼音名：Dihuang

2. 來源

本品為玄參科植物地黃 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的乾燥塊根。秋季採挖，除去根莖、鬚根及泥沙，緩緩烘焙或曬乾至內部變黑，近乾，有時捏成團塊，習稱“生地黃”。

3. 性狀

本品多呈不規則的團塊狀或長圓形，中間膨大，兩端稍細，有的細小，長條狀，稍扁而扭曲，長 4.2 - 15.0 cm，直徑 17 - 65 mm。表面棕黑色或灰棕色，極皺縮，具不規則的橫曲紋。體重，質較軟而韌，不易折斷，斷面棕黑色或烏黑色，有光澤，具黏性。氣微，味微甜（圖 1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別（*附錄III*）

橫切面

木栓層為數列切向延長的細胞。皮層薄壁細胞排列疏鬆；散有較多分泌細胞，內含油狀物（油狀物未染色時顯橙黃色或橙紅色，易被染料染成深色）。韌皮部較寬，分泌細胞較少。形成層成環。木質部射線寬廣；導管稀疏，排列呈放射狀（圖 2）。

粉末

深棕色。薄壁細胞類圓形或不規則形，內含類圓形細胞核狀物。分泌細胞形狀與一般薄壁細胞相似，內含橙黃色或橙紅色油滴或油狀物。具緣紋孔導管及網紋導管，直徑約至97 μm，具緣紋孔較密。木栓細胞黃棕色，表面觀類方形，橫斷面觀細胞類長方形，排列整齊，壁微彎曲（圖3）。

4.2 薄層色譜鑒別 *[附錄IV(A)]*

對照品溶液

梓醇對照品溶液

取梓醇對照品（圖4）0.5 mg，溶解於5 mL甲醇中。

展開劑

製備二氯甲烷-甲醇（26:14, 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5.0 g，置250-mL燒杯中，加甲醇100 mL。用攪拌器攪拌5分鐘，室溫下振搖30分鐘。離心10分鐘（約1800 × *g*）。取上清液轉移於250-mL圓底燒瓶中，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，加乙酸乙酯提取3次，每次20 mL，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甲醇中，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法[附錄IV(A)]進行。分別吸取梓醇對照品溶液2.5 μL和供試品溶液2 μL，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5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約120℃加熱，直至斑點或條帶清晰可見（約5-10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梓醇色澤相同、R_f值相應的特徵斑點或條帶。

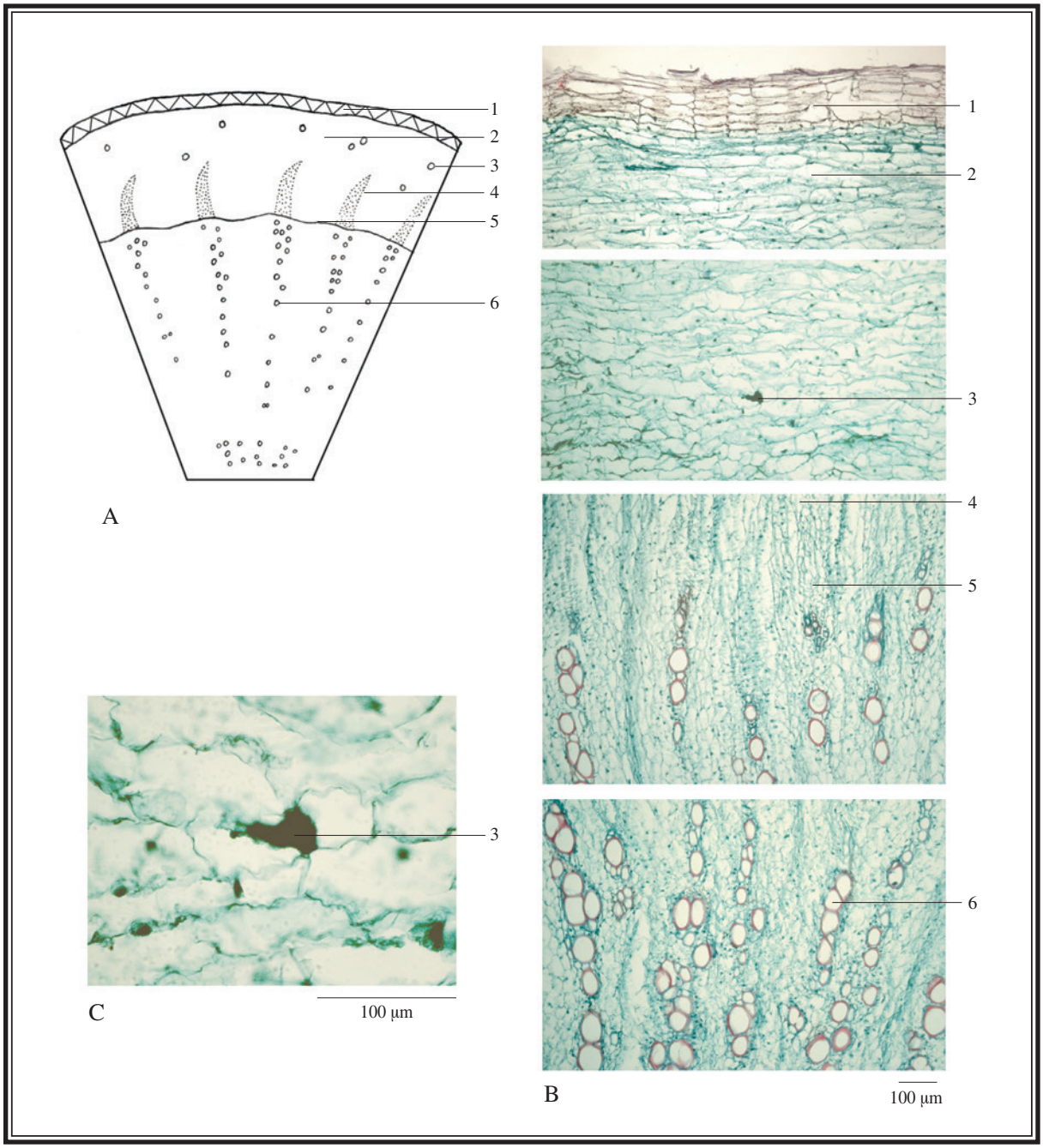


圖 2 地黃橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 薄壁細胞及分泌細胞

1. 木栓層 2. 皮層 3. 分泌細胞 4. 韌皮部 5.形成層 6. 木質部

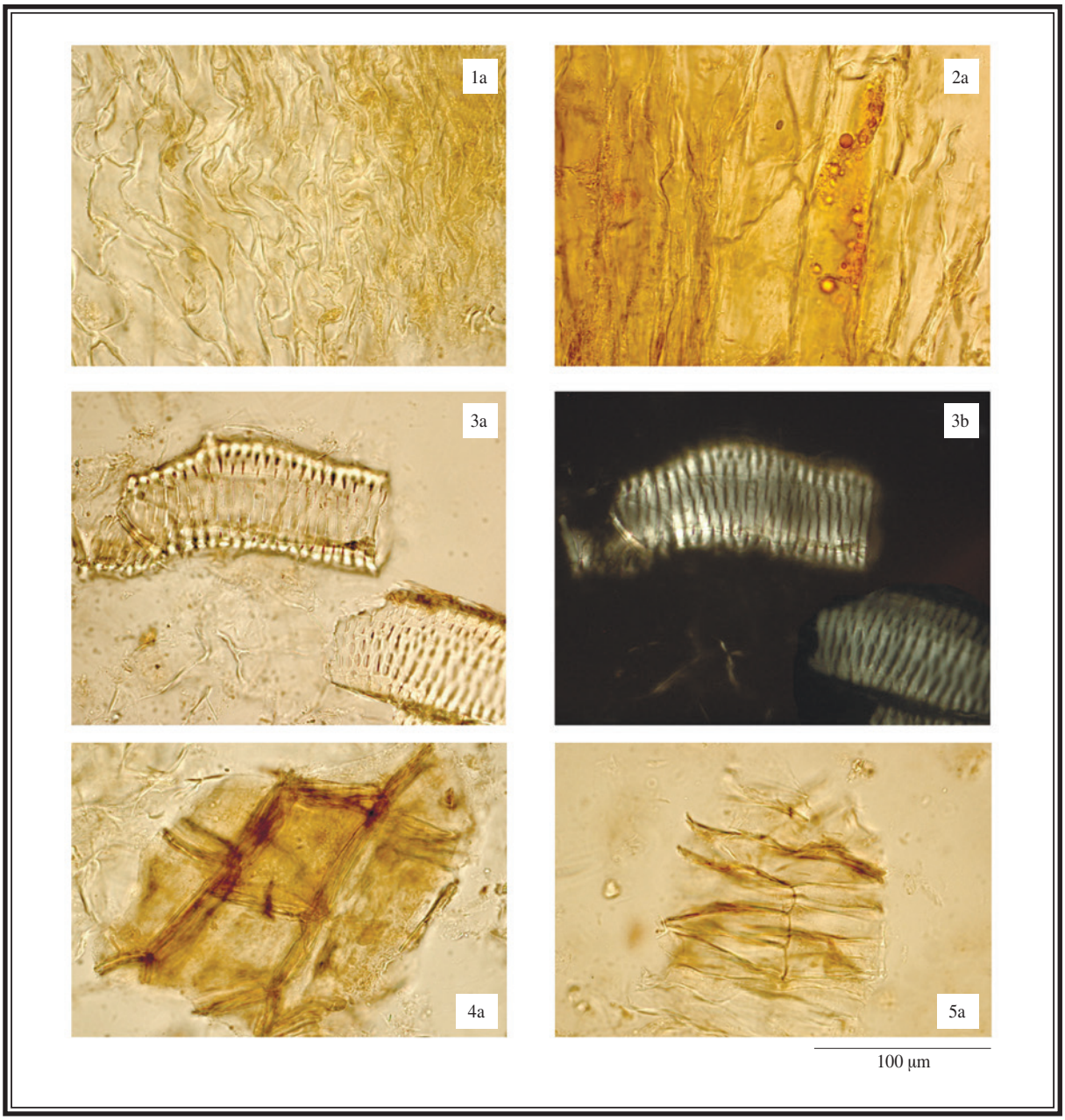


圖 3　地黃粉末顯微特徵圖

1. 薄壁細胞　2. 分泌細胞　3. 導管　4. 木栓細胞（表面觀）
5. 木栓細胞（橫斷面觀）

a. 光學顯微鏡下特徵　b. 偏光顯微鏡下特徵

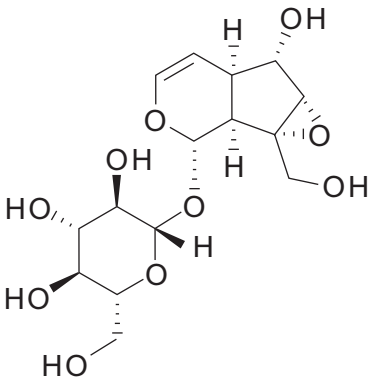


圖 4　梓醇化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法（*附錄XII*）

對照品溶液

梓醇對照品溶液 Std-FP (200 mg/L)

取梓醇對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 20% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 20% 甲醇 25 mL，超聲（270 W）處理 60 分鐘，避免過熱，離心 10 分鐘（約 1800 × *g*）。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，加 20% 甲醇至刻度，用 0.45-μm 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 210 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；流速約 0.6 mL/min。色譜洗脫程序如下（表1）：

表1　色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	99	1	等度
10 – 30	99→95.5	1→4.5	綫性梯度
30 – 60	95.5→90	4.5→10	綫性梯度

系統適用性要求

吸取梓醇對照品溶液Std-FP10 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：梓醇的峰面積相對標準偏差應不大於3.0%；梓醇峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按梓醇峰計算應不低於20000。

供試品測試中4號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.0（圖5）。

操作程序

分別吸取梓醇對照品溶液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色譜圖中梓醇峰的保留時間，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色譜圖中梓醇峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中梓醇峰。二色譜圖中梓醇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。

地黃提取液6個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2　地黃提取液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	0.60	±0.03
2	0.85	±0.03
3	0.91	±0.04
4（指標成份峰，梓醇）	1.00	-
5	1.07	±0.05
6	1.88	±0.03

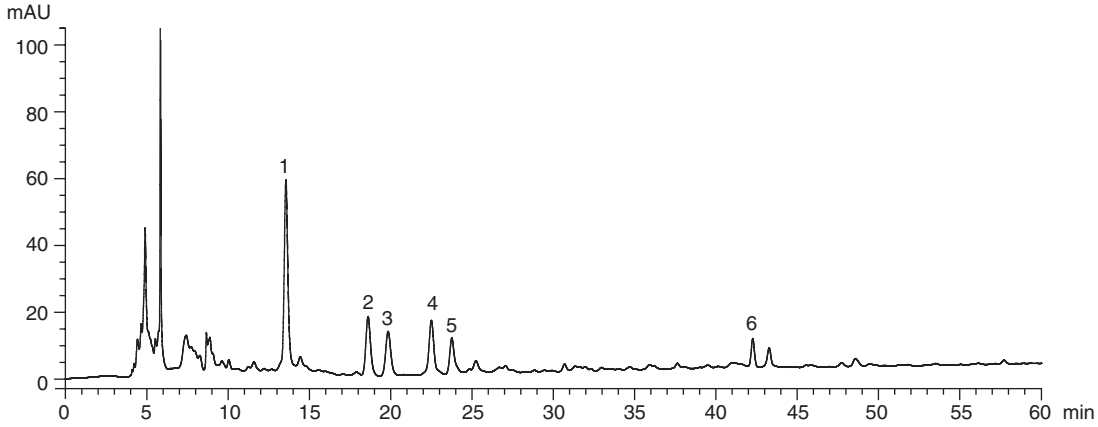


圖 5　地黃提取液對照指紋圖譜

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–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6.0%。
酸不溶性灰分：不多於2.0%。

5.7 **水分**（*附錄X*）：不多於17.0%。

6. 浸出物（*附錄XI*）

水溶性浸出物（冷浸法）：不少於65.0%。
醇溶性浸出物（冷浸法）：不少於48.0%。

7. 含量測定

照附錄IV（B）進行。

對照品溶液

梓醇對照品儲備液Std-Stock (1000 mg/L)
精密稱取梓醇對照品10.0 mg，溶解於10 mL 20% 甲醇中。
梓醇對照品溶液Std-AS
精密吸取梓醇對照品儲備液適量，以 20% 甲醇稀釋製成含梓醇分別為20、50、100、150、200 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末0.5 g，置50-mL 離心管中，加20% 甲醇10 mL，超聲（270 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。用 20% 甲醇3 mL 洗滌殘渣，離心10 分鐘（約1800× *g*），合併提取液，加20% 甲醇至刻度，用0.45-μm 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210 nm；4.6 ×150 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；流速約0.6 mL/min。色譜洗脫程序如下（表3）：

表 3　色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	99	1	等度
10 – 30	99→95.5	1→4.5	綫性梯度
30 – 60	95.5→90	4.5→10	綫性梯度

系統適用性要求

將梓醇對照品溶液 Std-AS (50 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：梓醇的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；梓醇峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按梓醇峰計算應不低於 5000。

供試品測試中梓醇峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將梓醇系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以梓醇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。

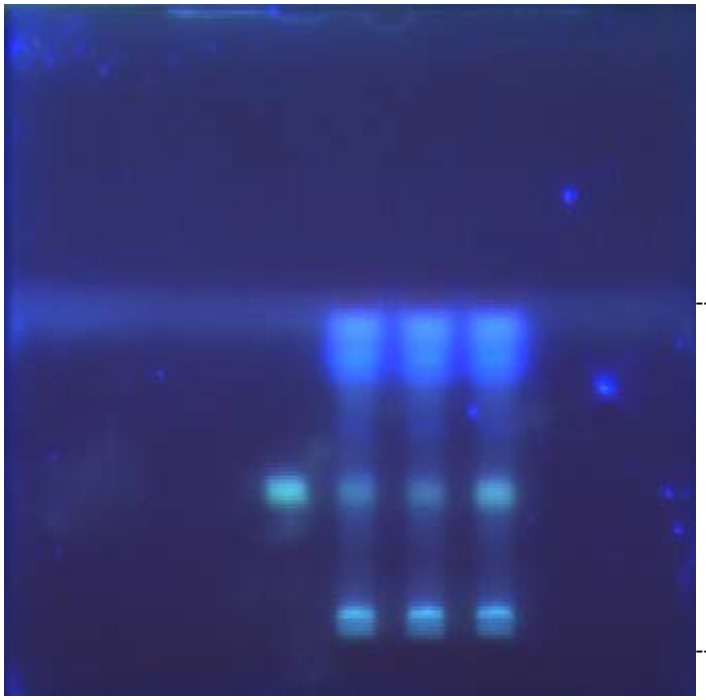
操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與梓醇對照品溶液 Std-AS 色譜圖中梓醇峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中梓醇峰。二色譜圖中梓醇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梓醇的濃度（mg/L），並計算樣品中梓醇的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含梓醇（$C_{15}H_{22}O_{10}$）不少於 0.20%。

Radix Rehmanniae (地黃)



1 2 3 4 5

編號	樣品	結果
1	空白對照 (甲醇)	陰性
2	對照品 (梓醇)	梓醇 陽性
3	樣品 (地黃)	梓醇 陽性
4	平行樣品 (地黃)	梓醇 陽性
5	加標樣品 (樣品加梓醇)	梓醇 陽性

圖 1 地黃提取液的薄層色譜圖 (顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)