

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F₂₅₄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°C 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。

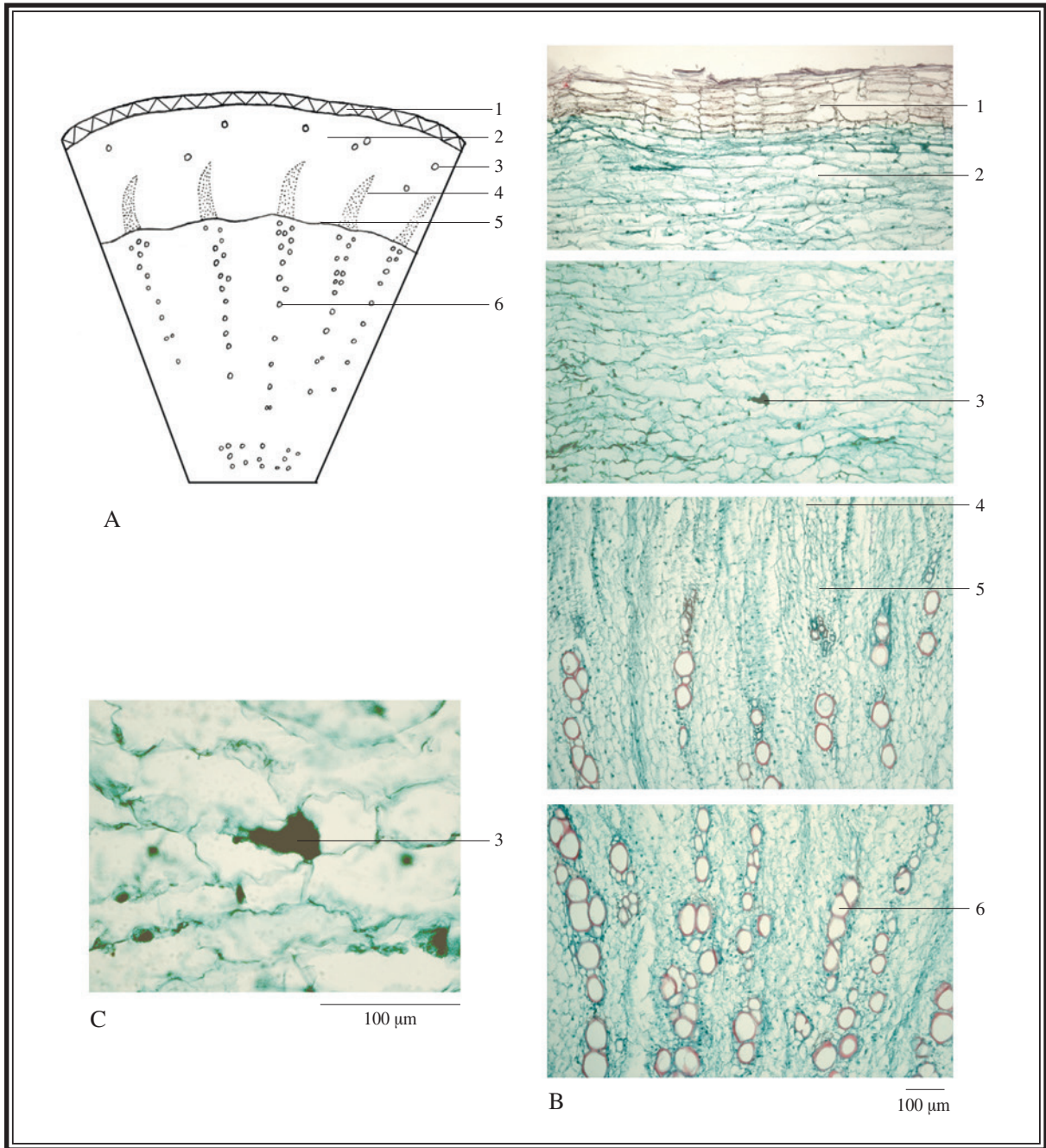


圖 2 地黃橫切面顯微特徵圖

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

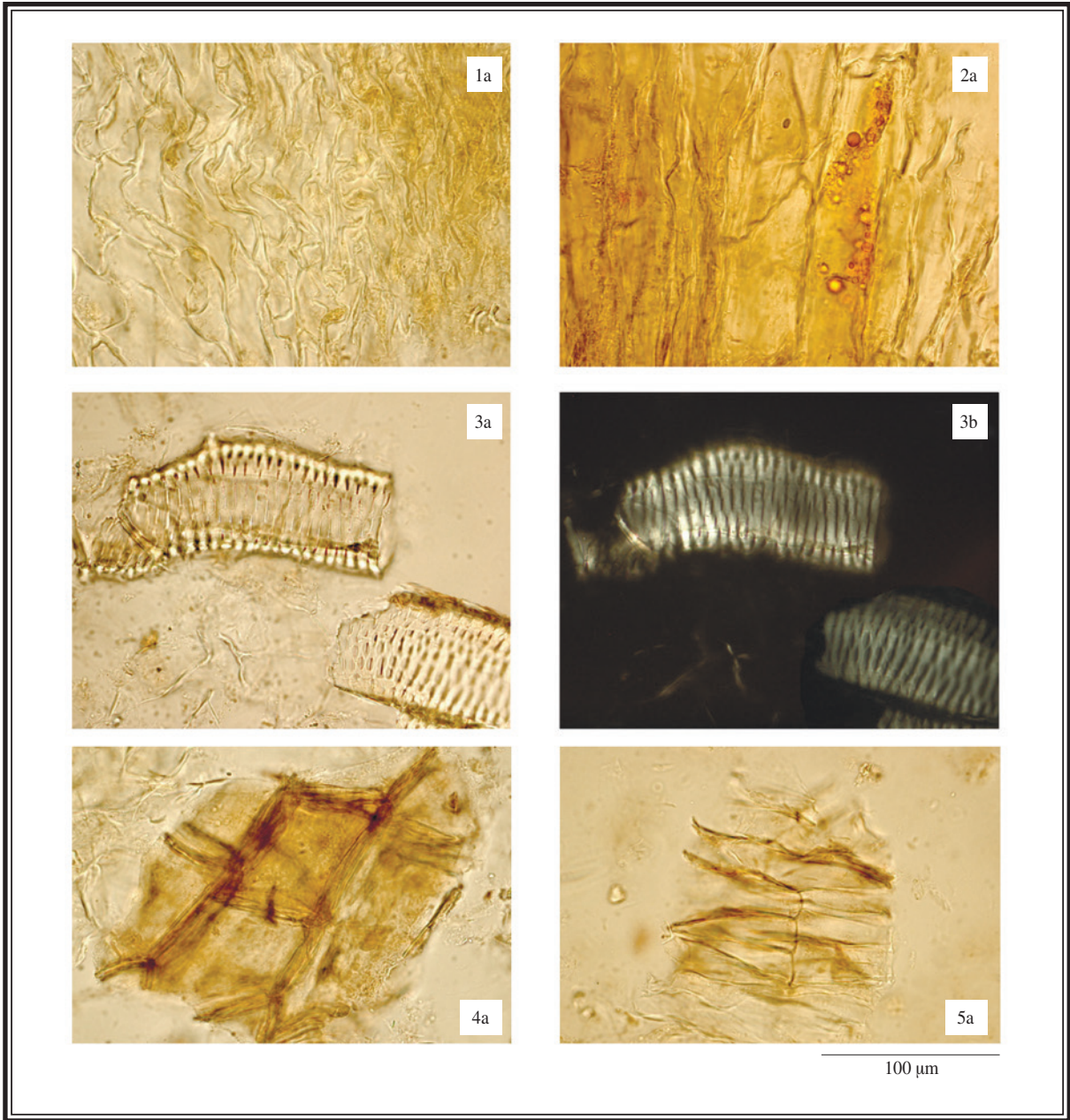


圖 3 地黃粉末顯微特徵圖

- 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

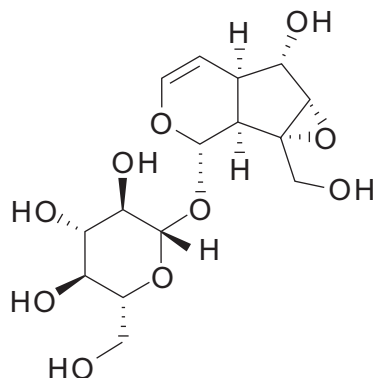


圖 4 梓醇化學結構式

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- μ 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 210 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 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-FP 10 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：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 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

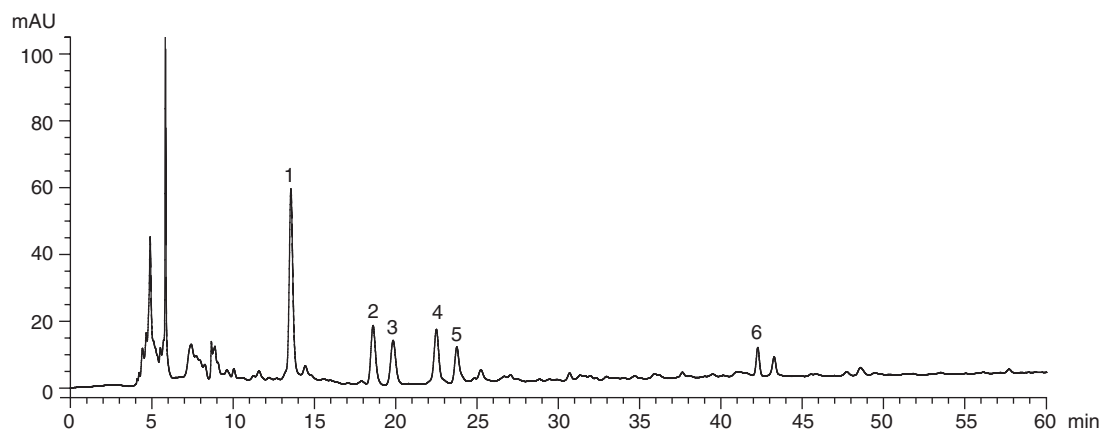


圖 5 地黃提取液對照指紋圖譜

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（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- μ 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 210 nm；4.6 × 150 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 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 (C₁₅H₂₂O₁₀) 不少於0.20%。