

知母



圖1 知母外觀圖 (A. 毛知母 B. 光知母)

1. 名稱

藥材正名：Rhizoma Anemarrhenae

中文名：知母

漢語拼音名：Zhimu

2. 來源

本品為百合科植物知母 *Anemarrhena asphodeloides* Bge. 的乾燥根莖。春、秋二季採挖，除去殘莖及鬚根，曬乾，習稱“毛知母”；或趁鮮除去外皮，曬乾，習稱“光知母”。

3. 性狀

毛知母：外皮完整，呈長條狀，微彎曲，略扁，偶有分枝，長3-15 cm，直徑8-20 mm，一端有淺黃色的莖葉殘痕。表面黃棕色至棕色，上面有一凹溝，具緊密排列的環狀節，節上密生黃棕色的殘存葉基，由兩側向根莖上方生長；下面隆起而略皺縮，並有凹陷或突起的點狀根痕。質硬，易折斷，斷面黃白色，氣微，味微甜、略苦，嚼之帶黏性（圖1A）。

光知母：外皮已除去，直徑5-15 mm。表面黃白色，具扭曲溝槽，有的殘留葉痕及根痕（圖1B）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別（附錄III）

橫切面

毛知母栓皮層或外皮多殘留，光知母無（已除去），由數層多角形木栓細胞和10餘列類長方形木栓細胞所組成，微木化。葉跡維管束木化或非木化，偶見於皮層。黏液細胞多數，含草酸鈣針晶。內皮層不明顯。中柱寬廣，中柱鞘處常有橫走的根跡維管束，外韌型或周木型維管束小，散在。有些薄壁細胞黏液質，含草酸鈣針晶（圖2）。

粉末

淡黃色。草酸鈣針晶易見，成束或散在，長20-110 μm 。木栓細胞黃棕色，表面觀形狀不一，垂周壁薄，頂面觀多數細胞常重疊。導管為具緣紋孔或螺旋導管，直徑6-25 μm 。纖維細長，直徑6-15 μm （圖3）。

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

對照品溶液

菝葜皂苷元對照品溶液

取菝葜皂苷元對照品（圖4）2.0mg，溶解於1 mL 二氯甲烷中。

展開劑

製備乙酸乙酯-環己烷（1:4, v/v）的混合溶液。

顯色劑

取20%（v/v）硫酸25 mL，緩緩加至25 mL 冰冷的冰醋酸中，加2.5 mL 對-甲氧基苯甲醛，再加20%（v/v）硫酸50 mL。

供試品溶液

取本品粉末0.5g，置50-mL錐形瓶中，加無水乙醇25mL，振搖約15小時。超聲（220 W）處理40分鐘，濾過。取濾液10 mL，置50-mL圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，加1.1M鹽酸11 mL，加熱回流2小時，取出，冰浴中冷卻，邊振搖邊滴加40%（w/v）氫氧化鈉溶液約1 mL。溶液轉移於分液漏斗中，用二氯甲烷提取3次，每次50mL，合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於4mL二氯甲烷中，即得。

操作程序

照薄層色譜法[附錄IV(A)]進行。分別吸取菝葜皂苷元對照品溶液2 μL 和供試品溶液4 μL ，點於同一高效矽膠F₂₅₄薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約110 $^{\circ}\text{C}$ 加熱，直至斑點或條帶清晰可見（約10分鐘）。置可見光下檢視，並計算R_f值。

供試品色譜應顯出與菝葜皂苷元色澤相同、R_f值相應的特徵斑點或條帶。

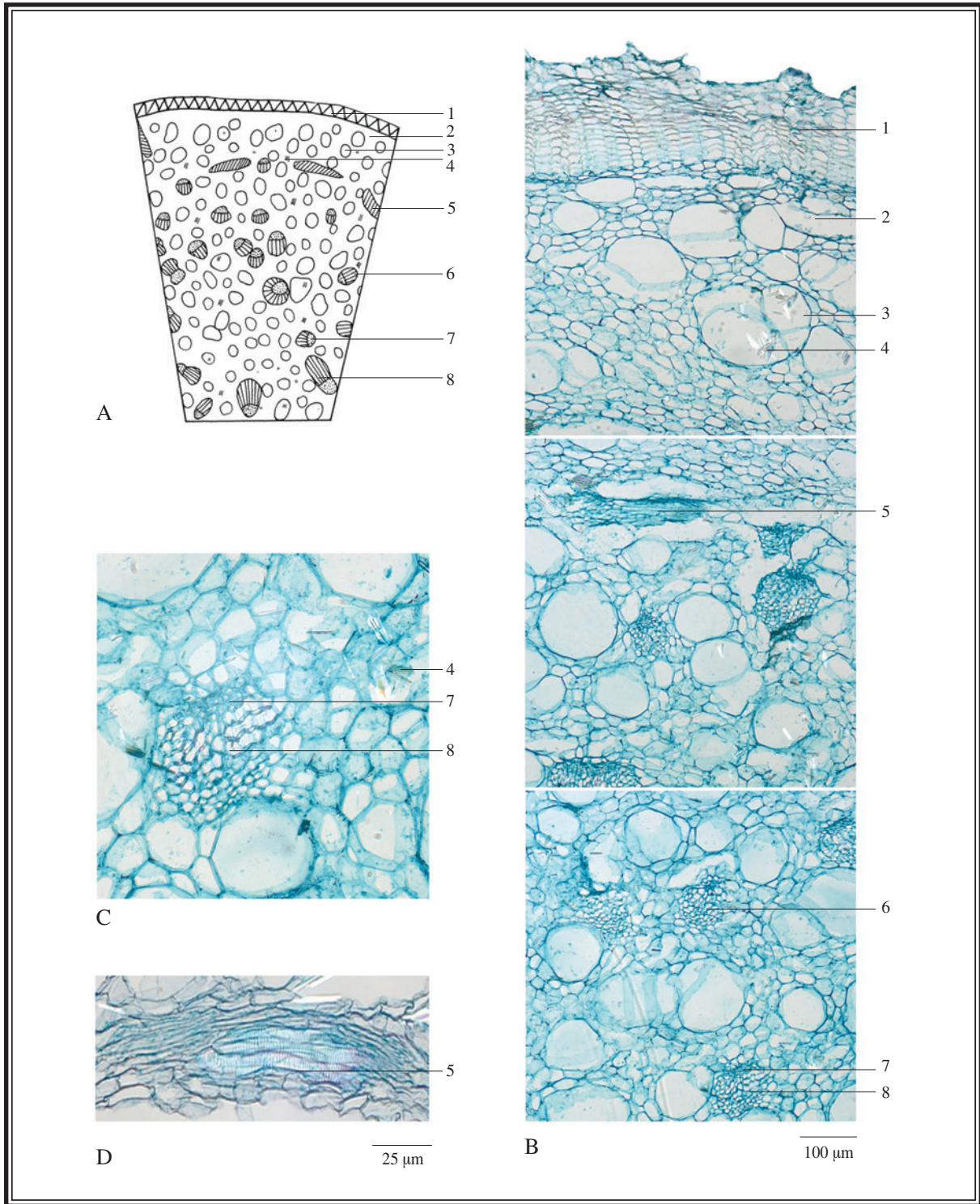


圖 2 知母橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 維管束 D. 根跡維管束

1. 栓化皮層 2. 皮層 3. 黏液細胞 4. 草酸鈣針晶 5. 根跡維管束
6. 維管束 7. 韌皮部 8. 木質部

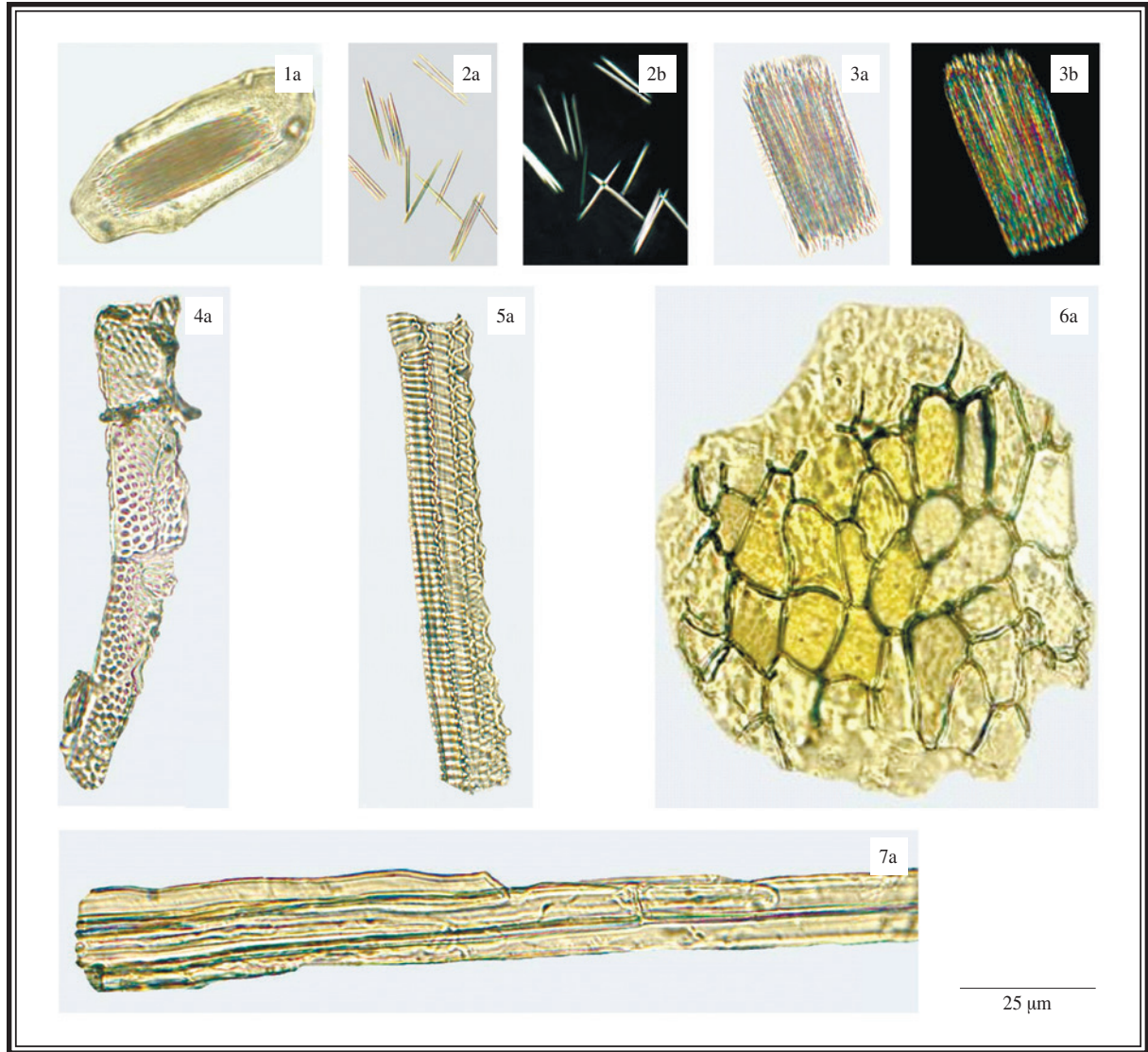
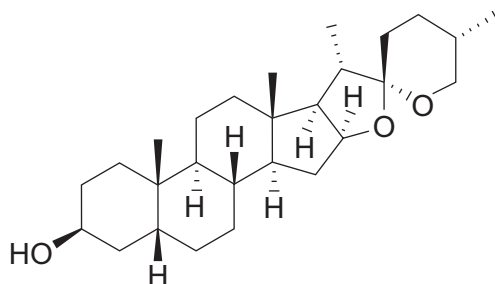


圖 3 知母粉末顯微特徵圖

- 1. 黏液細胞
- 2. 草酸鈣針晶 (散在)
- 3. 草酸鈣針晶 (成束)
- 4. 具緣紋孔導管
- 5. 螺紋導管
- 6. 木栓細胞
- 7. 纖維

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

(i)



(ii)

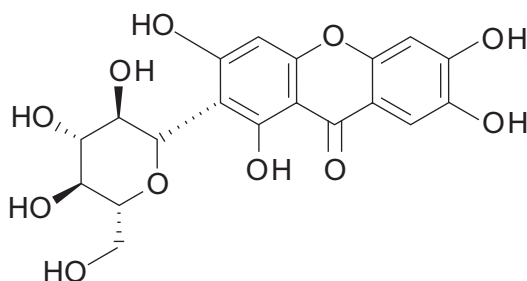


圖 4 化學結構式 (i) 菝葜皂苷元 (ii) 芒果苷

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

芒果苷對照品溶液 Std-FP (30 mg/L)

取芒果苷對照品 (圖4) 1.5 mg，溶解於50 mL 70% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末約0.5 g，置50-mL離心管中，加70% 甲醇40 mL。超聲 (220 W) 處理30分鐘，濾過，濾液轉移於50-mL量瓶中，加70% 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257 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約0.5 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表1)：

表1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.03% 磷酸 (%, v/v)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 - 10	100→90	0→10	綫性梯度
10 - 35	90→50	10→50	綫性梯度
35 - 40	50→20	50→80	綫性梯度
40 - 60	20	80	等度

系統適用性要求

吸取芒果苷對照品溶液 Std-FP 20 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：芒果苷的峰面積相對標準偏差應不大於3.0%；芒果苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按芒果苷峰計算應不低於50000。

供試品測試中1號峰與2號峰之間的分離度應不低於1.5（圖5）。

操作程序

分別吸取芒果苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中芒果苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中3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 色譜圖中芒果苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中芒果苷峰。二色譜圖中芒果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。

知母提取液3個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 知母提取液3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	0.86	± 0.03
2（指標成份峰，芒果苷）	1.00	-
3	1.33	± 0.03

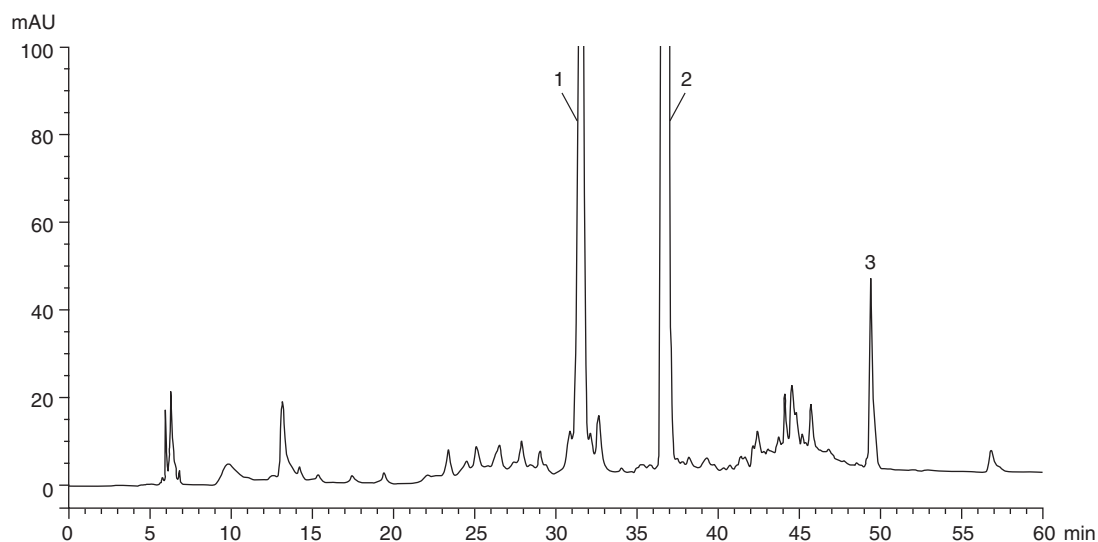


圖 5 知母提取液對照指紋圖譜

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3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5.5%。
 - 酸不溶性灰分：不多於1.5%。
- 5.7 水分（附錄X）：不多於13.0%。

6. 浸出物 (附錄XI)

水溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 51.0%。
醇溶性浸出物 (熱浸法) : 不少於 49.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

菝葜皂苷元對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取菝葜皂苷元對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

菝葜皂苷元對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取菝葜皂苷元對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含菝葜皂苷元分別為 30、50、100、200、300 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.25 g，置 50-mL 離心管中，加 95% 乙醇 40 mL，振搖 15 小時。超聲 (220 W) 處理 40 分鐘，離心 3 分鐘 (約 3000 × g)。取上清液轉移於 250-mL 錐形瓶中，重複超聲提取 2 次，每次 95% 乙醇 40 mL，合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。加水 20 mL，鹽酸 2 mL，加熱回流 2 小時，放冷至室溫，在冰浴中邊振搖邊滴加 10% (w/v) 氫氧化鈉溶液約 8 mL，至溶液 pH 值為中性。溶液轉移於分液漏斗中，用二氯甲烷提取 3 次，每次 50 mL，合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 25-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：蒸發光散射檢測器 [漂移管溫度：70°C；霧化氣 (N₂) 流速：1.8 L/min]；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 0.5 mL/min。流動相為甲醇；流程約 30 分鐘。

系統適用性要求

將菝葜皂苷元對照品溶液 Std-AS (100 mg/L) 20 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：菝葜皂苷元的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；菝葜皂苷元峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按菝葜皂苷元峰計算應不低於 20000。

供試品測試中菝葜皂苷元峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將菝葜皂苷元系列對照品溶液 Std-AS 各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以菝葜皂苷元的峰面積與相應濃度的自然對數值作圖。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 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與菝葜皂苷元對照品溶液 Std-AS 色譜圖中菝葜皂苷元峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中菝葜皂苷元峰。二色譜圖中菝葜皂苷元相應峰的保留時間相差應不大於 2.0%。測定峰面積，按下列公式計算供試品溶液中菝葜皂苷元的濃度 (mg/L)：

$$\text{菝葜皂苷元的濃度 (mg/L)} = e^{[\ln(A) - I]/m}$$

式中 A = 供試品溶液中菝葜皂苷元的峰面積；
I = 5 點標準曲綫的截距；
m = 5 點標準曲綫的斜率。

按附錄 IV (B) 公式計算樣品中菝葜皂苷元的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含菝葜皂苷元 (C₂₇H₄₄O₃) 不少於 1.3%。