

白朮

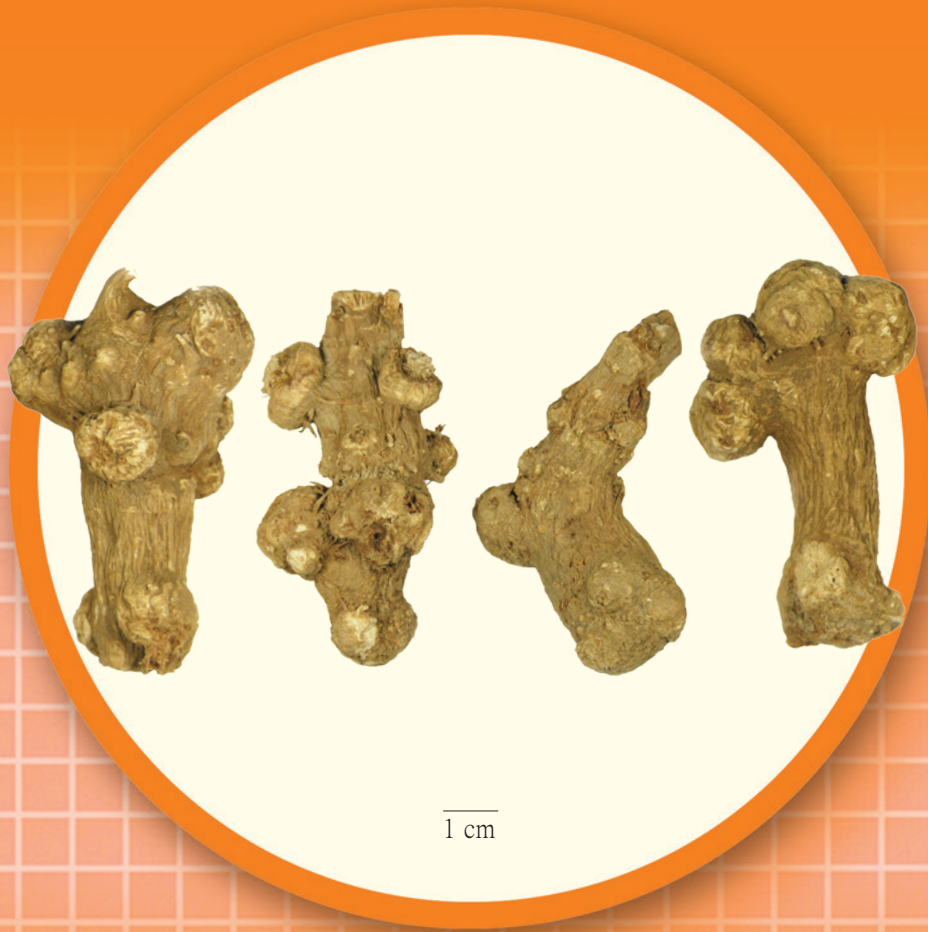


圖1 白朮外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Rhizoma Atractylodis Macrocephalae

中文名：白朮

漢語拼音名：Baizhu

2. 來源

本品為菊科植物白朮 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的乾燥根莖。冬天當下部葉變黃，上部葉變脆時採挖，除去泥土，烘乾或曬乾，除去鬚根。

3. 性狀

本品呈不規則的肥厚團塊，長3-12 cm，直徑10-70 mm。表面灰黃色或灰棕色，有瘤狀突起，有斷續的縱皺和溝紋，有殘留鬚根痕；頂端有下陷圓盤狀莖基和芽痕。質堅硬，不易折斷，斷面不平坦，棕黃色的油室散在。氣清香；味甘微辛；嚼之略帶粘性（圖1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別（附錄III）

橫切面

木栓層為數列多角細胞所組成，內側有單個或成群的石細胞，形成斷續的石細胞帶。油室圓形至長圓形，內含黃色油滴，多見，散在於皮層、韌皮部和木質部。形成層環明顯。導管群放射狀排列，木質化，內側導管有纖維束圍繞（圖2）。

粉末

淡黃棕色。草酸鈣針晶長10-36 μm，不規則散在或成束存在於薄壁細胞中。菊糖多見，散在於薄壁細胞內外，表面呈放射狀紋理。纖維細胞黃色，大多成束，長梭形，直徑約至10-62 μm，壁甚厚，木化，孔溝明顯。石細胞為類

圓形至多角形或方形，直徑多為21-100 μm ，孔溝明顯。導管為網紋及具緣紋孔，直徑約10-66 μm 。木栓細胞多角形，有的含黃色內容物（圖3）。

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

對照品溶液

白朮內酯III對照品溶液

取白朮內酯III對照品（圖4）1.0 mg，溶解於20 mL乙醇中。

展開劑

製備環己烷 - 異丙醇（8:1, 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2.5 g，置100-mL錐形瓶中，加乙醇30 mL，超聲（90 W）處理30分鐘，濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於5 mL乙醇，用0.45- μm 微孔濾膜（PTFE）濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法[附錄IV(A)]進行。分別吸取白朮內酯III對照品溶液5 μL 和供試品溶液1 μL ，點於同一高效矽膠G60薄層板上。將薄層板置雙槽層析缸一槽中，加上述新製備的展開劑於另一槽內，預先飽和約10分鐘，再將展開劑小心傾入置薄層板的槽中，展開約8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約105 $^{\circ}\text{C}$ 加熱，直至斑點或條帶清晰可見（約2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白朮內酯III色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

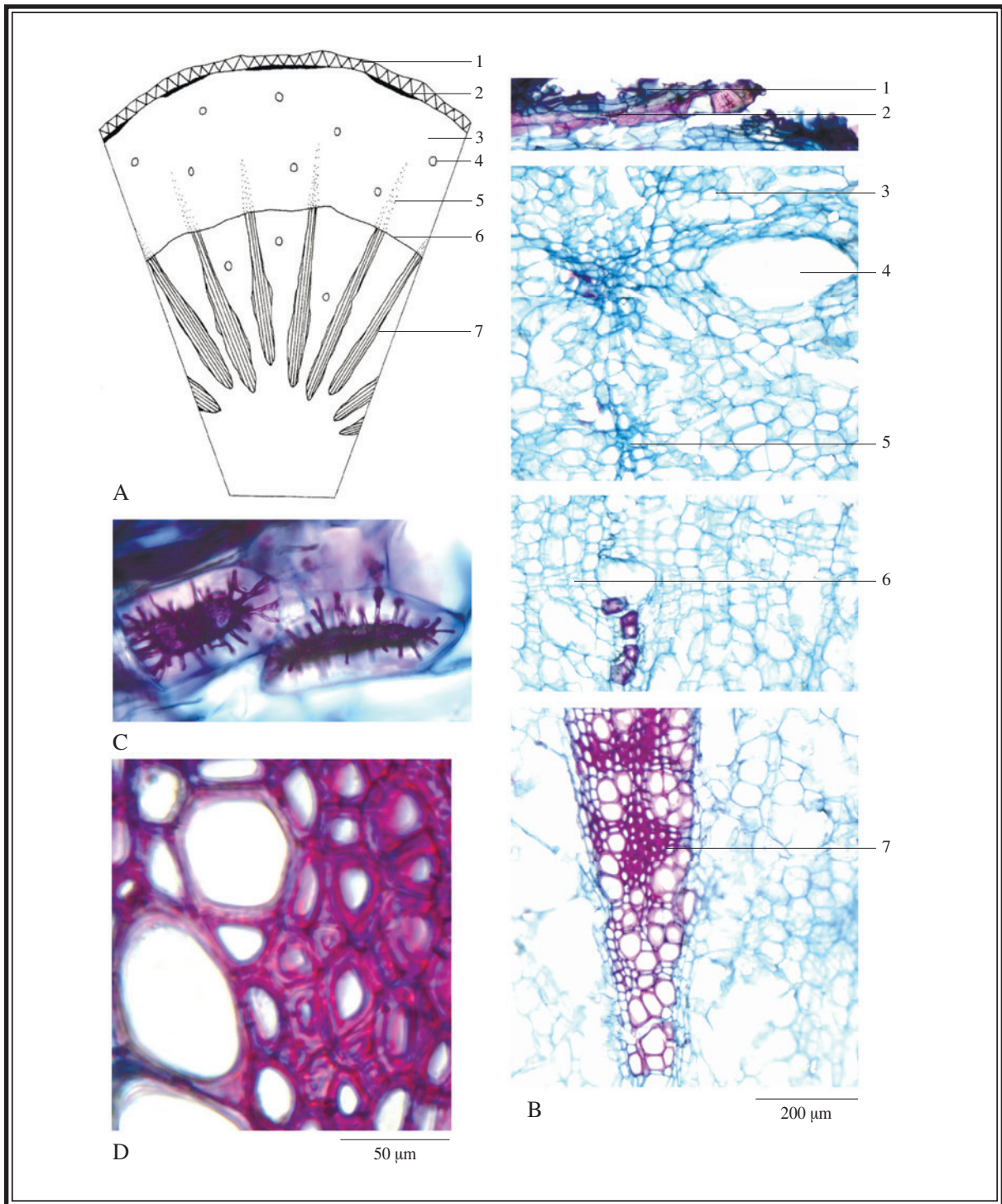


圖 2 白朮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞 D. 木質部

1. 木栓層 2. 石細胞群 3. 皮層 4. 油室 5. 韌皮部 6. 形成層 7. 木質部

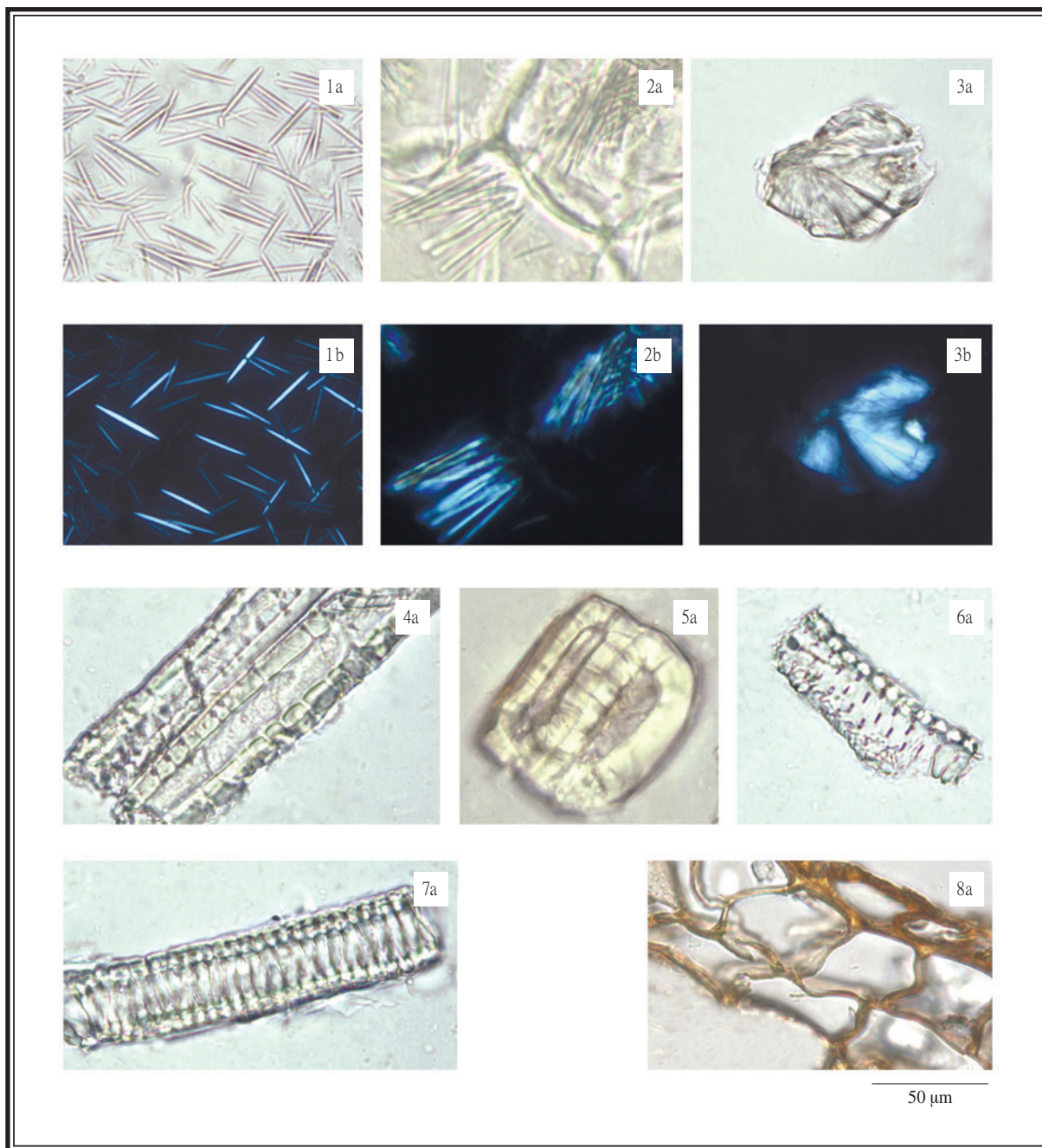


圖 3 白朮粉末顯微特徵圖

1. 不規則散在的草酸鈣針晶
2. 草酸鈣針晶束
3. 菊糖
4. 纖維細胞
5. 石細胞
6. 具緣紋孔導管
7. 網紋導管
8. 木栓細胞

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

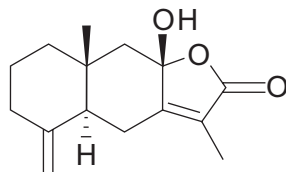


圖 4 白朮內酯III 化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄XII)

對照品溶液

白朮內酯III 對照品溶液 Std-FP (100 mg/L)

取白朮內酯III 對照品1.0 mg，溶解於10 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置50-mL 錐形瓶中，加乙醇20 mL。超聲(90 W)處理30分鐘。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220 nm；4.6 \times 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1)：

表1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 5	80	20	等度
5 - 10	80 \rightarrow 40	20 \rightarrow 60	綫性梯度
10 - 25	40 \rightarrow 0	60 \rightarrow 100	綫性梯度
25 - 40	0	100	等度

系統適用性要求

吸取白朮內酯 III 對照品溶液 Std-FP 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：白朮內酯 III 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；白朮內酯 III 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按白朮內酯 III 峰計算應不低於 80000。

供試品測試中 1 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5（圖 5）。

操作程序

分別吸取白朮內酯 III 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 色譜圖中白朮內酯 III 峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 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 色譜圖中白朮內酯 III 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中白朮內酯 III 峰。二色譜圖中白朮內酯 III 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。

白朮提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 白朮提取液 5 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，白朮內酯 III）	1.00	-
2	1.13	± 0.03
3	1.16	± 0.03
4（蒼朮酮）	1.63	± 0.03
5	1.84	± 0.03

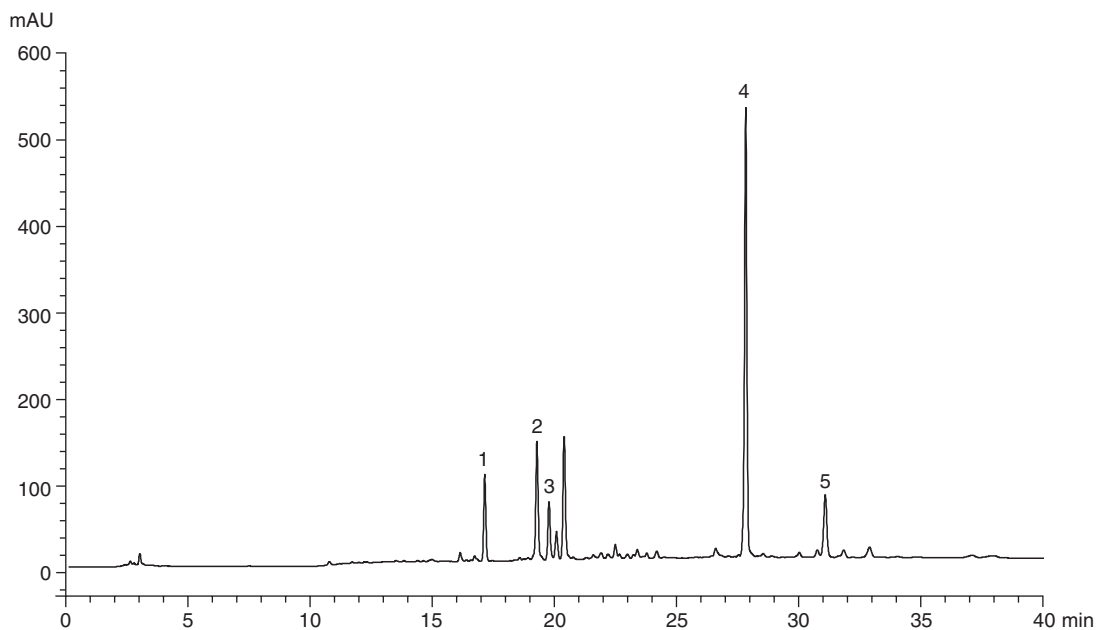


圖 5 白朮提取液對照指紋圖譜

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5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）：不多於400 mg/kg。
- 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0.5%。

- 5.7 水分（附錄X）：不多於14.0%。

6. 浸出物 (附錄XI)

水溶性浸出物 (熱浸法) : 不少於 60.0%。
醇溶性浸出物 (熱浸法) : 不少於 21.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

白朮內酯 III 對照品儲備液 Std-Stock (320 mg/L)

精密稱取白朮內酯 III 對照品 8.0 mg，溶解於 25 mL 甲醇中。

白朮內酯 III 對照品溶液 Std-AS

精密吸取白朮內酯 III 對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含白朮內酯 III 分別為 0.2、2.0、16.0、32.0、64.0 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 2.0 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 10 mL，超聲 (90 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 3000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 2 次，合併提取液，加 70% 乙醇至刻度，搖勻，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 220 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。流動相為甲醇-水 (70:30, v/v) 的混合溶液；流程約 25 分鐘。

系統適用性要求

將白朮內酯 III 對照品溶液 Std-AS (32.0 mg/L) 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：白朮內酯 III 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；白朮內酯 III 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按白朮內酯 III 峰計算應不低於 10000。

供試品測試中白朮內酯 III 峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將白朮內酯 III 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。以白朮內酯 III 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。與白朮內酯 III 對照品溶液 Std-AS 色譜圖中白朮內酯 III 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中白朮內酯 III 峰。二色譜圖中白朮內酯 III 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白朮內酯 III 的濃度 (mg/L)，並計算樣品中白朮內酯 III 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含白朮內酯 III ($\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_3$) 不少於 0.019%。