

款冬花

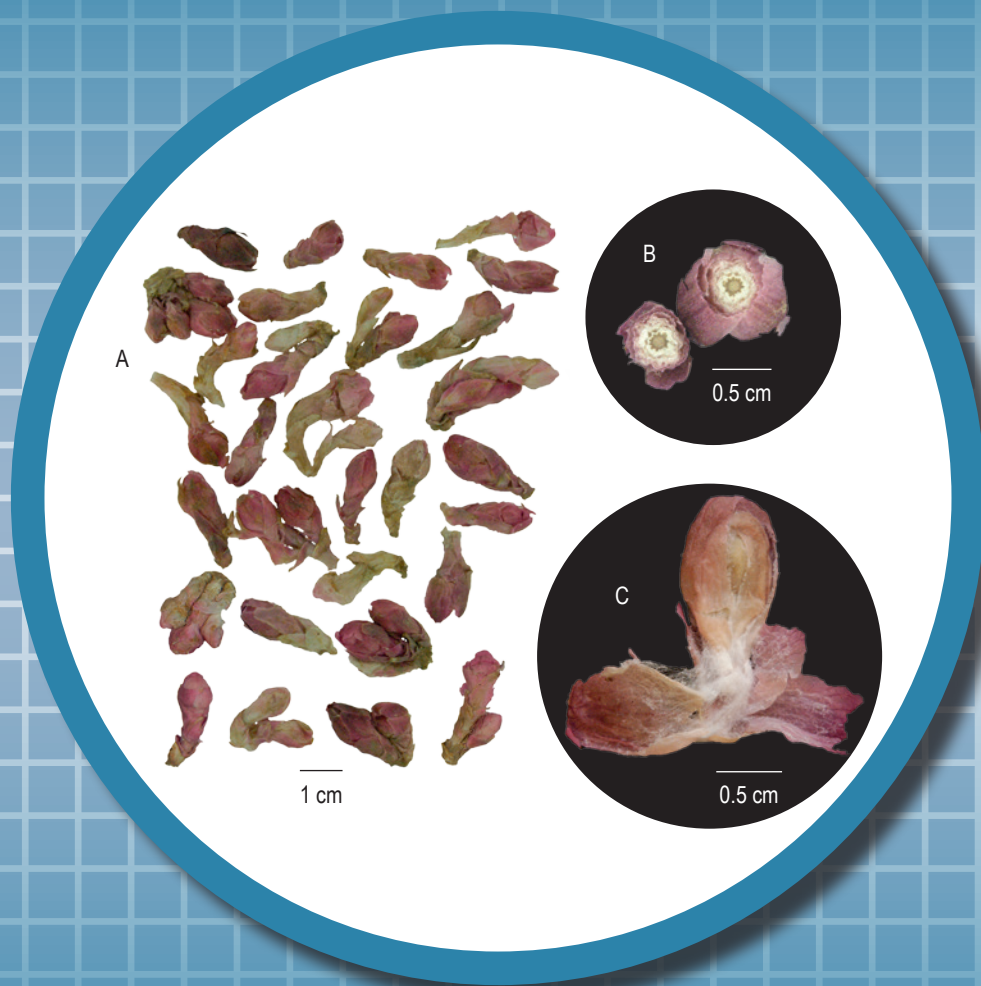


圖 1 款冬花外觀圖

A. 款冬花 B. 橫切面 C. 內表面密被白色茸毛

1. 名稱

藥材正名：Farfarae Flos

中文名：款冬花

漢語拼音名：Kuandonghua

2. 來源

本品為菊科植物款冬 *Tussilago farfara* L. 的乾燥花蕾。12 月或地凍前當花尚未出土時採挖，除去花梗和泥沙，陰乾。

3. 性狀

本品呈長圓棒狀。單生或 2-3 個基部連生，長 1-2.5 cm，直徑 5-10 mm。上端較粗，下端漸細或帶有短梗，外面被有多數鱗狀苞片。苞片外表面紫紅色或淡紅色，內表面密被白色絮狀茸毛。體輕，撕開後可見白色茸毛。氣香，味微苦而辛(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

花序軸：表皮細胞 1 列，類圓形或類方形，外被厚度不一的角質層。皮層薄壁細胞類圓形，15-30 列。有時可見內皮層。維管束排列成環，通常每個維管束上方緊連著 1 個分泌道，厚壁細胞通常位於分泌道和韌皮部之間。髓主要由薄壁細胞組成。

苞片：上表皮細胞類圓形，外被角質層；下表皮細胞類長方形。分泌道緊靠維管束上方(圖 2)。

粉末

淡紅色。花粉粒黃色，類球形，直徑 25-40 μm ，有的與花藥碎片相連。菊糖甚多，具有放射狀紋理。非腺毛甚多，鞭狀，或扭曲成團，長短不一，偶至 510 μm ，由 1-4 個細胞組成。苞片表皮細胞表面觀類長方形或多角形，具有斷續的條狀紋理，氣孔不定式，副衛細胞 4-7。腺毛棒槌狀，長短不一，偶至 216 μm ，直徑 16-52 μm ；頭部膨大，細胞 4-6，橢圓形；柄部由數個細胞至 10 多個細胞組成，縱向排列成 2 列(圖 3)。

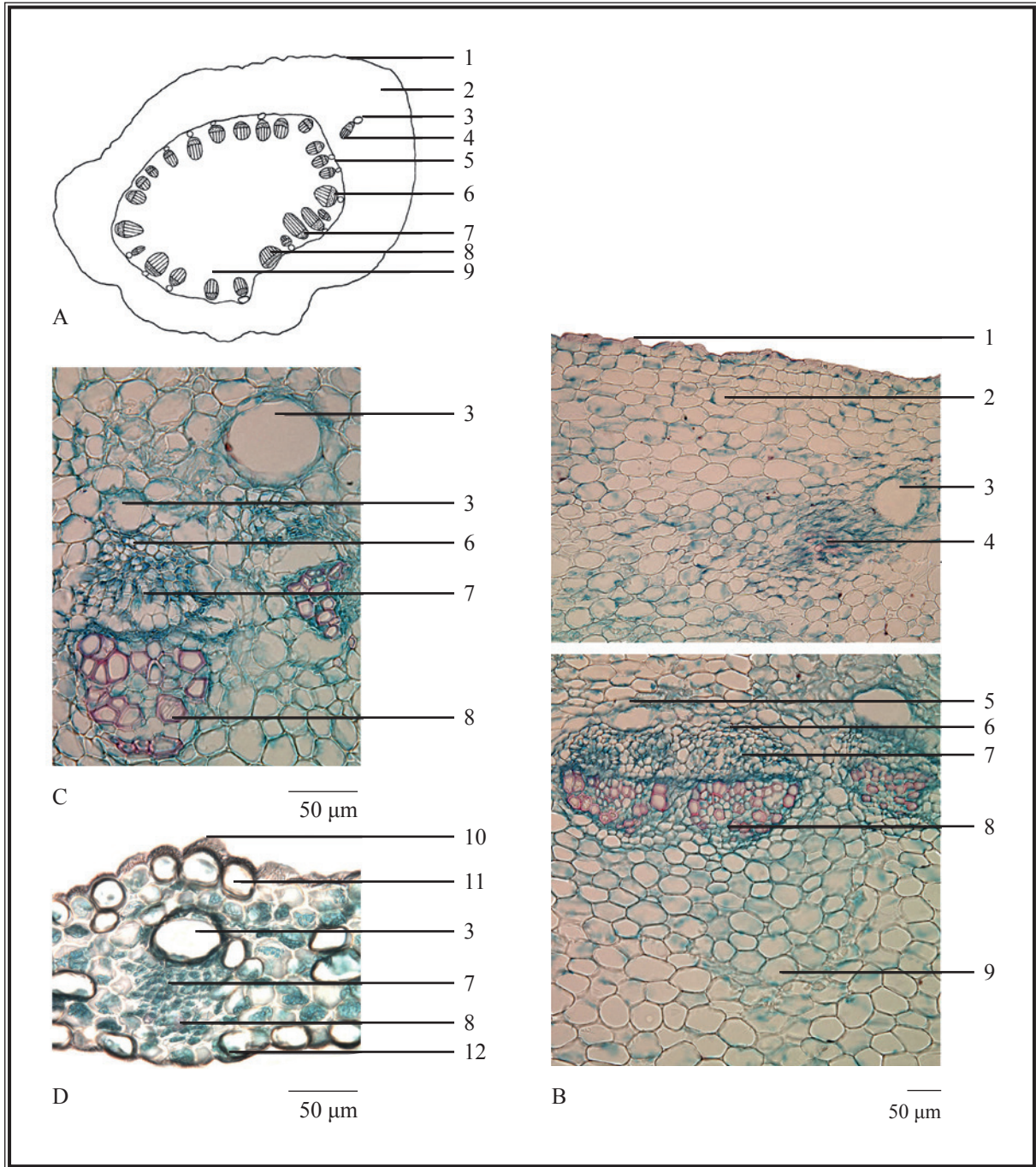


圖 2 款冬花橫切面顯微特徵圖

A. 花序軸簡圖 B. 花序軸橫切面圖 C. 維管束和分泌道 D. 苞片橫切面圖

- 1. 表皮 2. 皮層 3. 分泌道 4. 苞片跡維管束 5. 內皮層 6. 厚壁細胞
- 7. 韌皮部 8. 木質部 9. 髓 10. 角質層 11. 苞片上表皮 12. 苞片下表皮

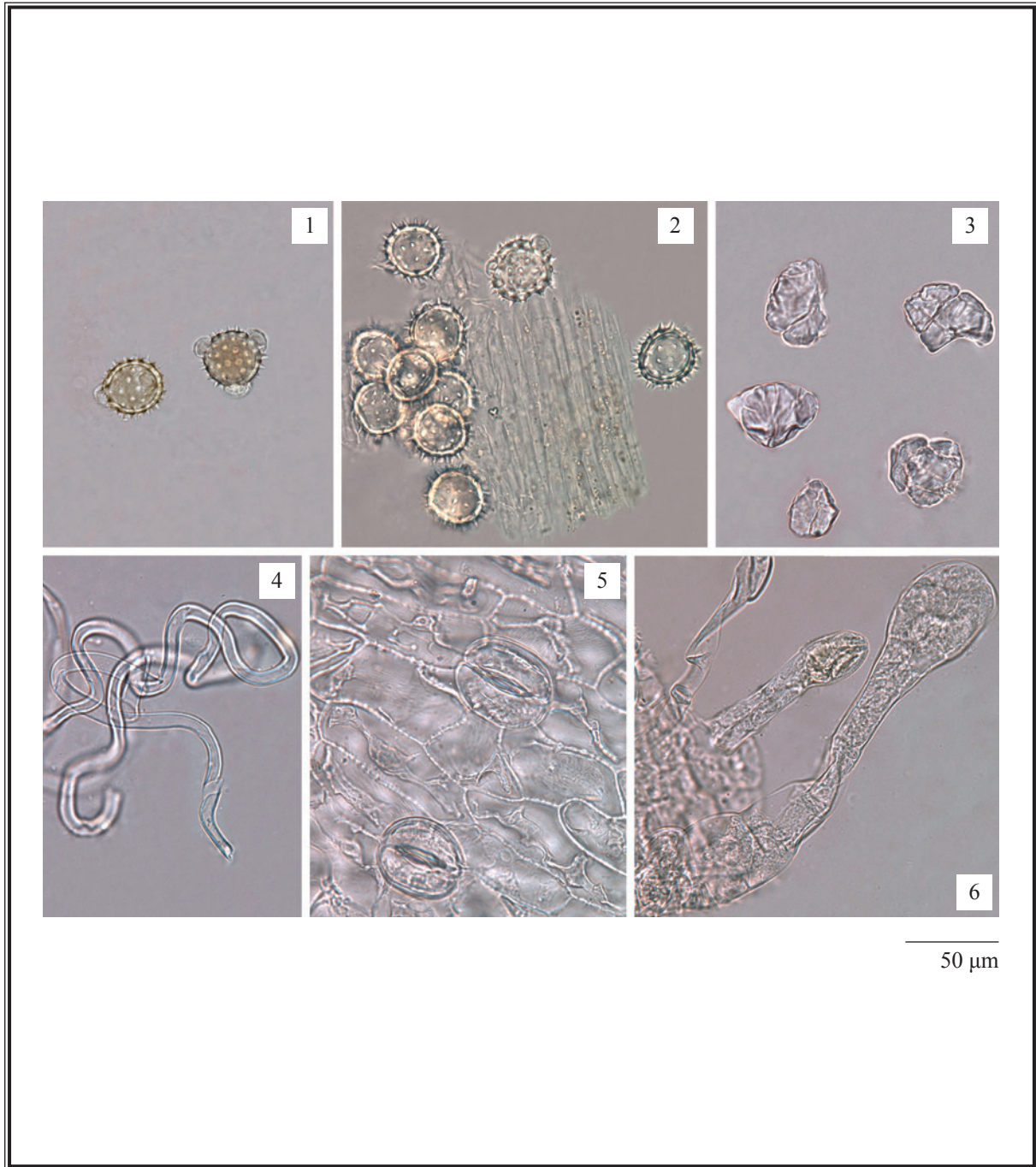


圖 3 款冬花粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下特徵)

1. 花粉粒
2. 花粉粒和花藥碎片
3. 菊糖
4. 非腺毛
5. 苞片表皮細胞和氣孔
6. 腺毛

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

款冬酮對照品溶液

取款冬酮對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 0.5 mL 乙酸乙酯中。

展開劑

製備石油醚(60-80°C)–乙酸乙酯(4:1, v/v)的混合溶液。

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(160 W)處理 1 小時。濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，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。分別吸取款冬酮對照品溶液 2 μ L 和供試品溶液 8 μ L，點於同一硅膠 F₂₅₄ 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 4 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光(254 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與款冬酮色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

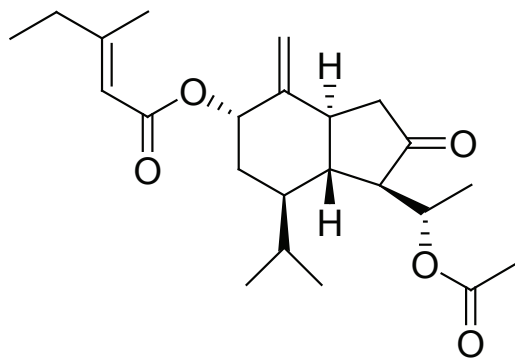


圖 4 款冬酮化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

款冬酮對照品溶液 *Std-FP* (30 mg/L)

取款冬酮對照品 0.6 mg，溶解於 20 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 10 mL，超聲(160 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 5000 × *g*)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加乙醇至刻度，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；進柱管內徑約 0.5 mm；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)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 20	90 → 64	10 → 36	綫性梯度
20 – 30	64 → 10	36 → 90	綫性梯度
30 – 60	10 → 5	90 → 95	綫性梯度

系統適用性要求

吸取款冬酮對照品溶液 *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：款冬酮的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；款冬酮峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按款冬酮峰計算應不低於 250000。

供試品測試中 4 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取款冬酮對照品溶液 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 色譜圖中款冬酮峰的保留時間，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 色譜圖中款冬酮峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中款冬酮峰。二色譜圖中款冬酮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。

款冬花提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 款冬花提取液 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	0.52	± 0.03
2	0.55	± 0.03
3	0.57	± 0.03
4 (指標成份峰，款冬酮)	1.00	-
5	1.08	± 0.03

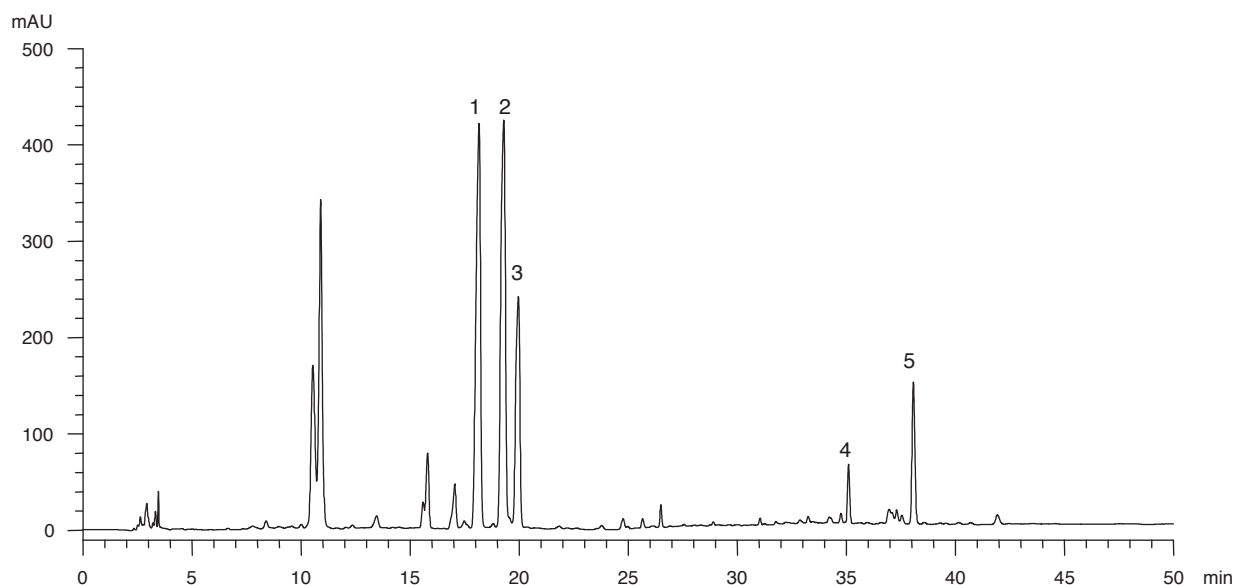


圖 5 款冬花提取液對照指紋圖譜

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 XVII) : 應符合有關規定。

5.5 雜質 (附錄 VIII) : 不多於 2.0%。

5.6 灰分 (附錄 IX)

總灰分：不多於 11.0%。

酸不溶性灰分：不多於 3.5%。

5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法：不多於 11.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 47.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 29.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

款冬酮對照品儲備液 *Std-Stock* (600 mg/L)

精密稱取款冬酮對照品 6.0 mg，溶解於 10 mL 乙醇中。

款冬酮對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取款冬酮對照品儲備液適量，以乙醇稀釋製成含款冬酮分別為 0.6、15、30、45、60 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，加乙醇 10 mL，超聲(160 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 5000 × g)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加乙醇至刻度，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；進柱管內徑約 0.5 mm；流速約 1.0 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 – 20	90 → 64	10 → 36	綫性梯度
20 – 30	64 → 10	36 → 90	綫性梯度
30 – 60	10 → 5	90 → 95	綫性梯度

系統適用性要求

將款冬酮對照品溶液 Std-AS (30 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：款冬酮的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；款冬酮峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按款冬酮峰計算應不低於 250000。

供試品測試中款冬酮峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將款冬酮系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以款冬酮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。與款冬酮對照品溶液 Std-AS 色譜圖中款冬酮峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中款冬酮峰。二色譜圖中款冬酮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款冬酮的濃度 (mg/L)，並計算樣品中款冬酮的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含款冬酮 (C₂₃H₃₄O₅) 不少於 0.081%。