

巴戟天

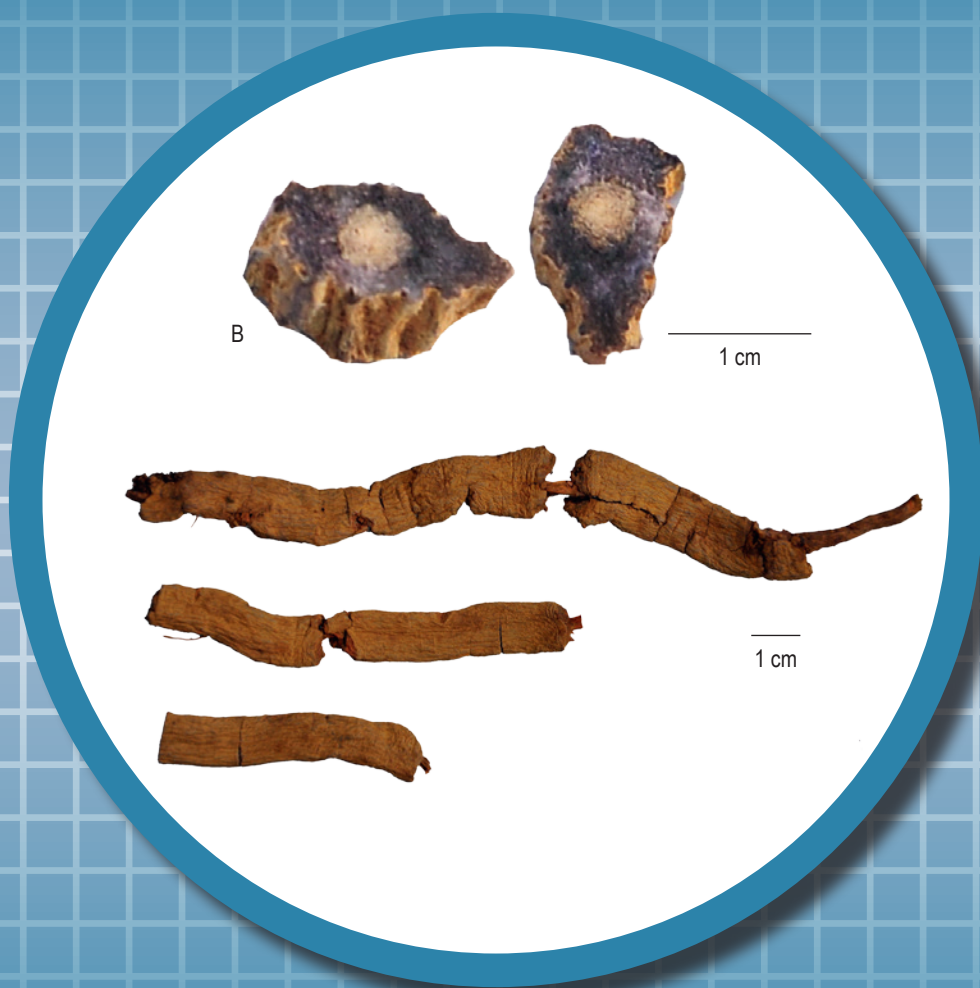


圖 1 巴戟天外觀圖

A. 巴戟天 B. 橫切面圖

1. 名稱

藥材正名：Morindae Officinalis Radix

中文名：巴戟天

漢語拼音名：Bajitian

2. 來源

本品為茜草科植物巴戟天 *Morinda officinalis* F.C. How 的乾燥根。全年均可採挖，除去鬚根，洗淨，曬至近乾，用木鎚輕輕錘扁，曬乾。

3. 性狀

本品為扁圓柱形，略彎曲，長短不一，直徑 4-20 mm。表面灰黃色至暗灰色，具縱紋及橫裂紋，有的皮部橫向斷離露出木部。質韌，斷面皮部厚，紫色至暗棕色，易與木部剝離；木部堅硬，直徑 1-6 mm，黃棕色至黃白色。氣微，味甘而微澀(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層為數列木栓化細胞。皮層窄，外側可見石細胞單個或數個成群，斷續排列成環；薄壁細胞含有草酸鈣針晶。韌皮部較寬，內側薄壁細胞含草酸鈣針晶。形成層明顯。木質部導管單個散在或 2-3 個成群，呈放射狀排列；木射線寬 1-3 列細胞(圖 2)。

粉末

灰棕色至暗棕色。草酸鈣針晶多成束散在於薄壁細胞中，長 19-132 μm ，偏光顯微鏡下呈多彩狀。石細胞單個散在或成群，類圓形、類方形、長條形或不規則形，直徑 18-81 μm ，壁厚，孔溝明顯，偏光顯微鏡下顯亮橙紅色或呈多彩狀。纖維大多成束，直徑 6-72 μm ，長梭形，具緣紋孔和孔溝較大，紋孔口斜縫狀或相交成人字形和十字形，偏光顯微鏡下呈多彩狀。木栓細胞類方形或類多角形。導管主要為具緣紋孔，直徑 13-65 μm ，紋孔排列緊密(圖 3)。

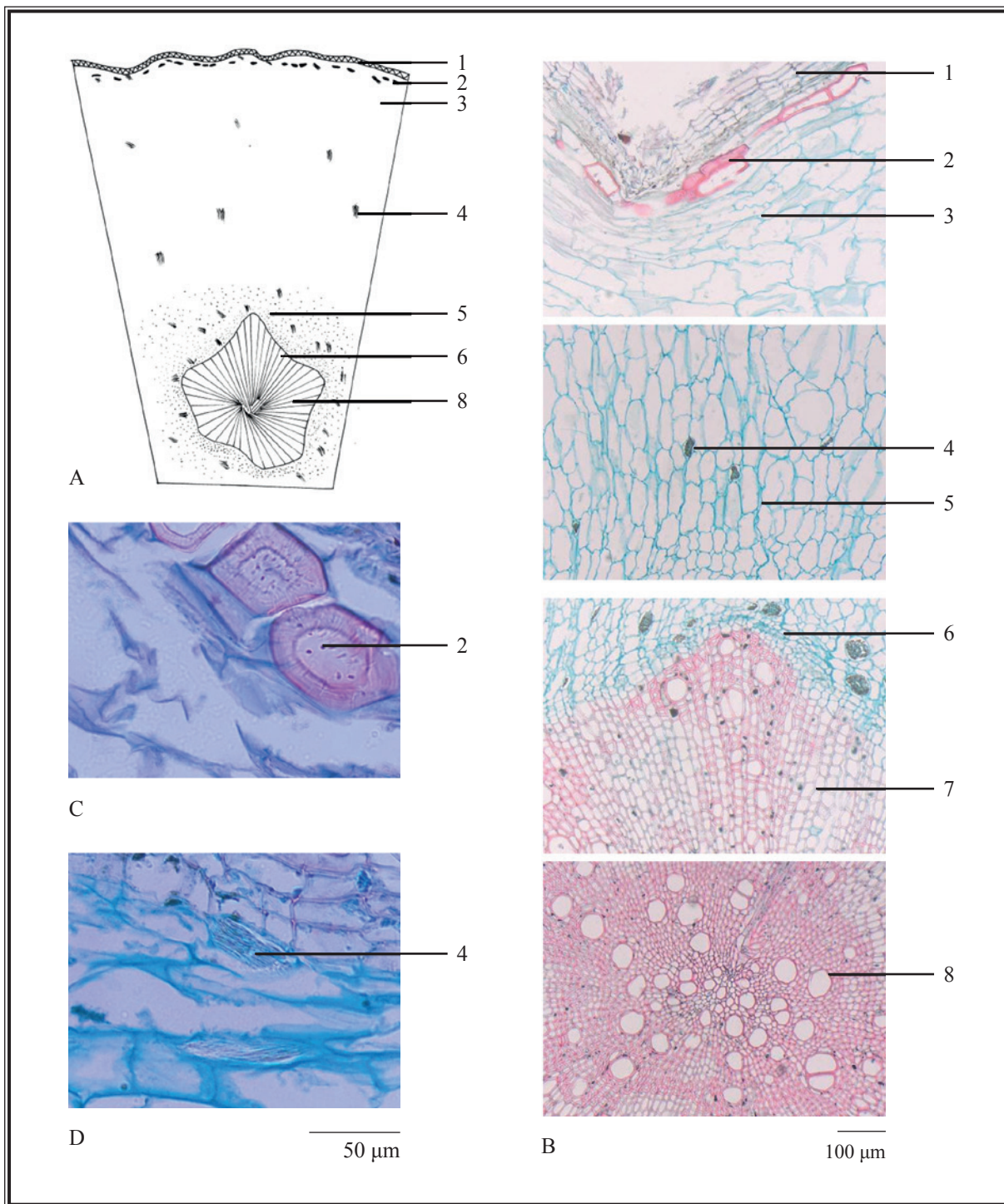


圖 2 巴戟天橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞 D. 草酸鈣針晶

1. 木栓層 2. 石細胞 3. 皮層 4. 草酸鈣針晶 5. 韌皮部 6. 形成層

7. 木射線 8. 木質部

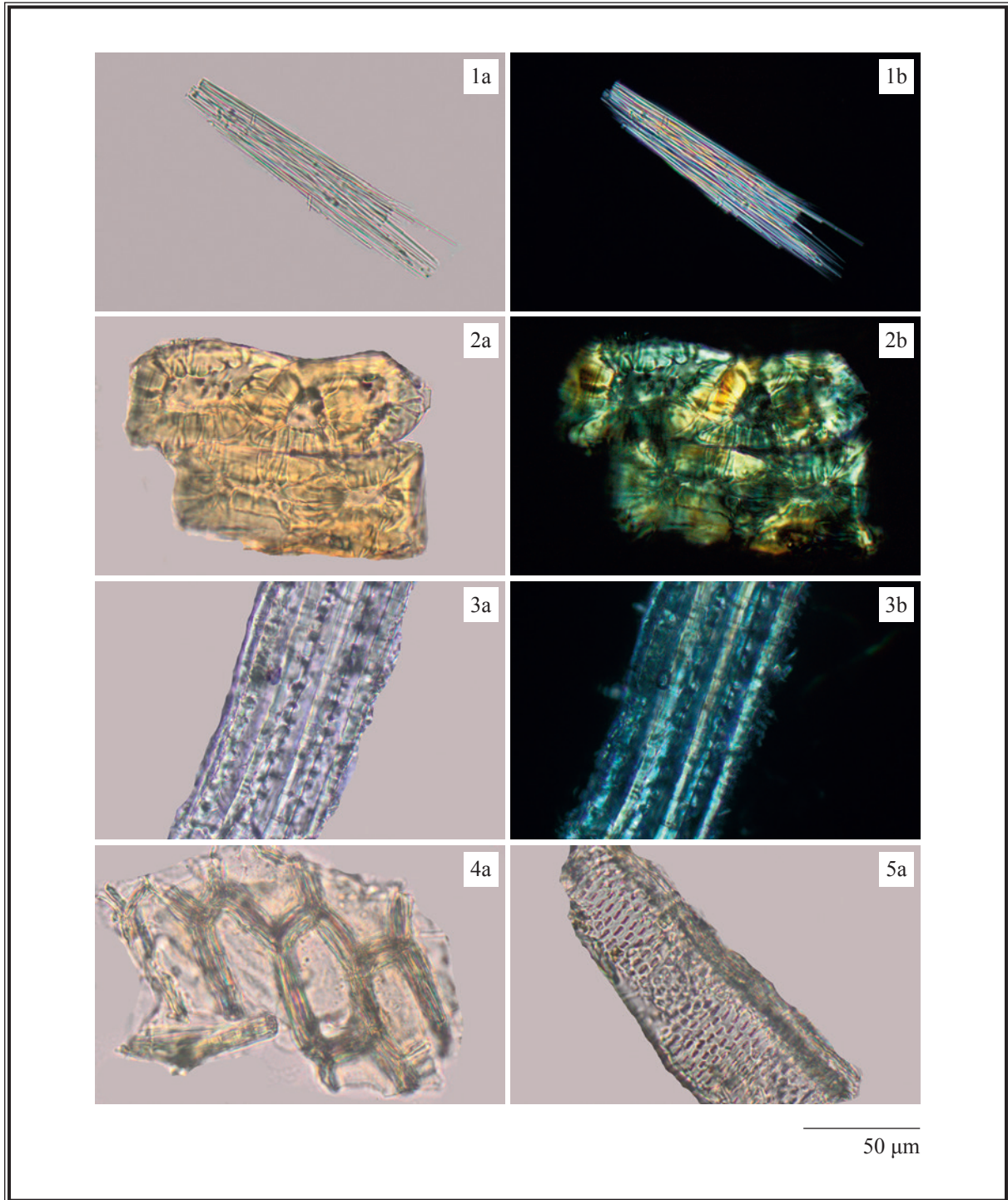


圖 3 巴戟天粉末顯微特徵圖

1. 草酸鈣針晶 2. 石細胞 3. 纖維 4. 木栓細胞 5. 具緣紋孔導管

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

耐斯糖對照品溶液

取耐斯糖對照品(圖 4) 0.5 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－水－甲酸－冰醋酸 (6:3:2:2, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 11 mL，緩緩加至 89 mL 乙醇中，加 α -萘酚 2.75 g 和 7 mL 水。臨用製備。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲 (200 W) 處理 15 分鐘，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取耐斯糖對照品溶液 15 μ L 和供試品溶液 1.5 μ L，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 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 15 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 100°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 3 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與耐斯糖色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

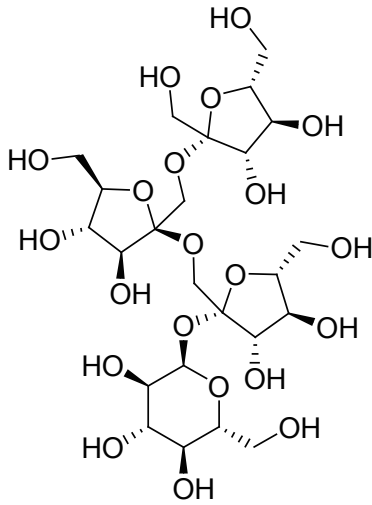


圖 4 耐斯糖化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

耐斯糖對照品溶液 *Std-FP* (300 mg/L)

取耐斯糖對照品 0.6 mg，溶解於 2 mL 60% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 60% 乙醇 20 mL，超聲 (200 W) 處理 15 分鐘，離心 10 分鐘 (約 $4000 \times g$)，用 0.45- μm 微孔濾膜 (nylon) 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：92°C；霧化氣 (N_2) 流速：1.2 L/min]；4.6 \times 250 mm Hydrophilic Interaction Chromatography (HILIC) 色譜柱 (5 μm)；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)	水 (% , v/v)	乙腈 (% , v/v)	洗脫
0 – 18	15 → 28	85 → 72	綫性梯度
18 – 40	28 → 40	72 → 60	綫性梯度

系統適用性要求

吸取耐斯糖對照品溶液 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：耐斯糖的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；耐斯糖峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按耐斯糖峰計算應不低於 10000。

供試品測試中 3 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取耐斯糖對照品溶液 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 色譜圖中耐斯糖峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 12 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 色譜圖中耐斯糖峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中耐斯糖峰。二色譜圖中耐斯糖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。

巴戟天提取液 12 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 巴戟天提取液 12 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	0.67	± 0.03
2	0.86	± 0.03
3 (指標成份峰，耐斯糖)	1.00	-
4	1.13	± 0.03
5	1.26	± 0.03
6	1.38	± 0.03
7	1.49	± 0.03
8	1.59	± 0.03
9	1.67	± 0.03
10	1.75	± 0.03
11	1.83	± 0.03
12	1.89	± 0.03

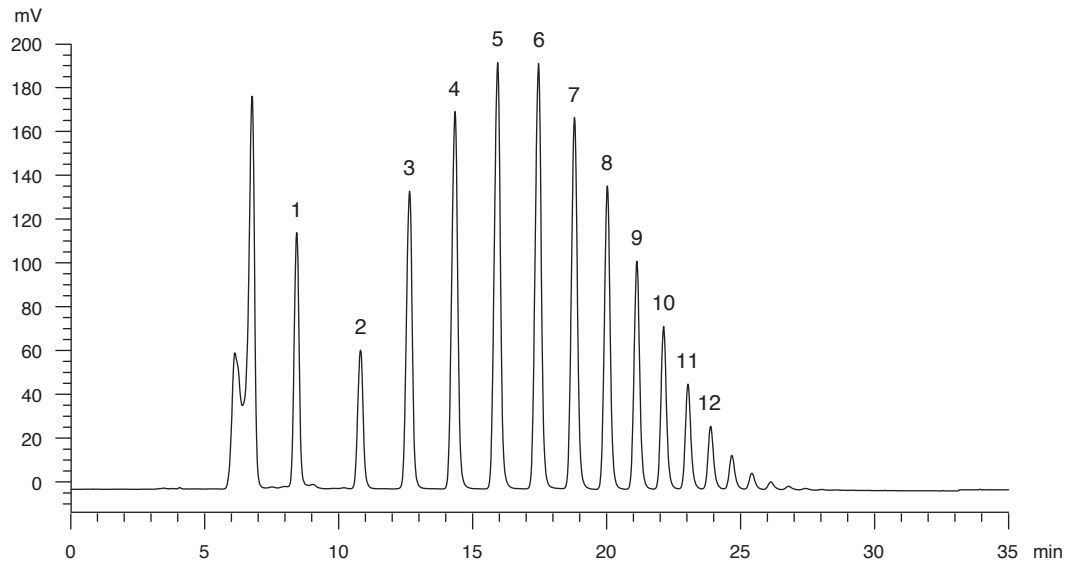


圖 5 巴戟天提取液對照指紋圖譜

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 12 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 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)

烘乾法：不多於 13.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 50.0%。

醇溶性浸出物 (熱浸法)：不少於 60.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

耐斯糖對照品儲備液 *Std-Stock* (2000 mg/L)

精密稱取耐斯糖對照品 4.0 mg，溶解於 2 mL 60% 乙醇中。

耐斯糖對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取耐斯糖對照品儲備液適量，以 60% 乙醇稀釋製成含耐斯糖分別為 160、200、320、600、720 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 錐形瓶中，加 60% 乙醇 10 mL，超聲 (200 W) 處理 15 分鐘。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 60% 乙醇洗滌，合併提取液，加 60% 乙醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (nylon) 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：92°C；霧化氣 (N₂) 流速：1.2 L/min]；4.6 × 250 mm Hydrophilic Interaction Chromatography (HILIC) 色譜柱 (5 μ m)；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)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 18	15 → 28	85 → 72	綫性梯度
18 – 40	28 → 40	72 → 60	綫性梯度

系統適用性要求

將耐斯糖對照品溶液 Std-AS (320 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：耐斯糖的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；耐斯糖峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按耐斯糖峰計算應不低於 10000。

供試品測試中耐斯糖峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將耐斯糖系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以耐斯糖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 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與耐斯糖對照品溶液 Std-AS 色譜圖中耐斯糖峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中耐斯糖峰。二色譜圖中耐斯糖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耐斯糖的濃度 (mg/L)：

$$\text{耐斯糖的濃度 (mg/L)} = e^{[\ln(A) - I]/m}$$

式中 A = 供試品溶液中耐斯糖的峰面積；

I = 耐斯糖 5 點標準曲綫的截距；

m = 耐斯糖 5 點標準曲綫的斜率。

按附錄 IV (B) 公式計算樣品中耐斯糖的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含耐斯糖 (C₂₄H₄₂O₂₁) 不少於 2.3%。