

1. 名稱

藥材正名:Albiziae Cortex

中文名: 合歡皮

漢語拼音名:Hehuanpi

2. 來源

本品為豆科植物合歡 Albizia julibrissin Durazz. 的乾燥樹皮。夏、秋二季剝取, 除去雜質,曬乾。

3. 性狀

本品呈捲曲筒狀或半筒狀,長 40-80 cm,厚 1-3 mm。外表面灰棕色,有時 有縱皺紋或淺裂紋,有明顯的橢圓形橫向皮孔,棕色至紅棕色,偶有突起的 横棱或較大的圓形枝痕,常附有地衣斑;內表面淡黄棕色至黄白色,平滑, 有細密縱紋。質硬而脆,易折斷,斷面呈纖維性片狀,淡黃棕色至黃白色。 氣微香,味微澀、稍刺舌,而後喉頭有不適感(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

横切面

木栓細胞層數不一,多的可至20多層。皮層細胞切向延長,有石細胞 群及草酸鈣方晶散在。多數石細胞聚集成群。中柱鞘有石細胞形成斷續 的條帶狀。石細胞及纖維束周圍細胞含有較多的草酸鈣方晶。韌皮射線 寬 1-4 列細胞, 微彎曲。韌皮部外側散有石細胞。韌皮纖維成束, 斷續 排列成 10 數列,周圍的薄壁細胞含草酸鈣方晶,形成晶纖維(圖 2)。

沙苑子 Astragali Complanati Semen

Solidaginis Herba 一枝黄花

Rosae Laevigatae Fructus

Buddlejae Flo 密蒙花 覆盆子

Sennae Foliu 番瀉葉

豬牙皂

Toosendan Fructus

Cyathulae Radix 川牛膝

合歡皮

粉末

淡黄色。纖維常成束,細長,直徑 7-22 μm,周圍的薄壁細胞含草酸鈣方晶,形成晶纖維;偏光顯微鏡下呈多彩狀。韌皮部薄壁細胞類長方形或形狀不規則,壁增厚或連珠狀增厚,可見紋孔。草酸鈣方晶直徑可至 18 μm;偏光顯微鏡下呈亮白色或多彩狀。石細胞類長圓形、類圓形、長方形或形狀不規則,直徑 16-58 μm,壁較厚,孔溝明顯,有的分枝;偏光顯微鏡下呈亮白色。木栓細胞淡黄棕色,表面觀多角形(圖 3)。

Allii Tuberosi Semen 菲菜子 R 馬貫眾 る る お 知 デ

Genkwa Flos 芫花 canthopanacis Cortex

胡黃連

合歡皮

В 50 μm 100 μm

圖 2 合歡皮橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞,草酸鈣方晶和纖維
- 1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞群帶 4. 草酸鈣方晶 5. 石細胞
- 6. 韌皮部 7. 韌皮射線 8. 纖維束

0 50 μm

圖3 合歡皮粉末顯微特徵圖

- 1. 晶纖維 2. 韌皮部薄壁細胞 3. 草酸鈣方晶 4. 石細胞 5. 木栓細胞(表面觀)
- 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

(-)-丁香樹脂酚-4-O- β -D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ - β -D-吡喃葡萄糖苷對照品 溶液

取(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)-β-D-吡喃葡萄糖苷對 照品(圖 4) 0.5 mg,溶解於 1 mL 50% 乙醇中。

展開劑

製備二氯甲烷 - 甲醇 - 水(7:3:1, v/v) 的混合溶液。置 10°C 以下冰箱中 不少於 10 小時,取下層溶液 10 mL 和甲酸 0.1 mL,混合。

顯色劑

取磷鉬酸 2.5 g,溶解於 50 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 50% 乙醇 10 mL,超聲(270 W) 處理 30 分鐘,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 0.5 mL 50% 乙醇,即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取(-) -丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1→2)-β-D-吡喃葡萄糖苷對照品溶液 1 μL 和供試品溶液 $2\,\mu L$,點於同一高效硅膠 F_{254} 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6cm,取出,標記溶劑前沿,晾乾。均 匀噴上顯色劑,在約110℃加熱,直至斑點或條帶清晰可見(約5-10分 鐘)。置可見光下檢視,並計算 $R_{\rm f}$ 值。

Rosae Laevigatae Fructus

Buddlejae Flo 密蒙花 覆盆子

Sennae Foliu 番瀉葉

豬牙皂

川 (本丁 Toosendan Fructu Cyathulae Radix 川牛膝

合歡皮

有刺 Gleditsiae Spina Gleditsiae Fructus Abnormali

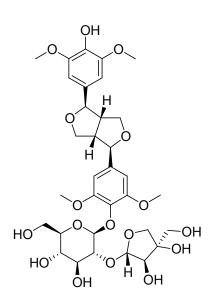


圖4 (-)-丁香樹脂酚-4-*O*-β-D-呋喃芹糖基-(1→2)-β-D-吡喃葡萄糖苷 化學結構式

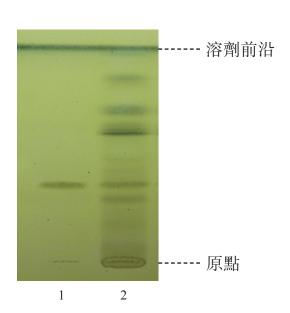


圖5 合歡皮提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1.(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)-β-D-吡喃葡萄糖苷對照品溶液 2.供試品溶液

供試品色譜應顯出與(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D- 呋喃芹糖基 - $(1 \rightarrow 2)$ -β-D- 吡喃葡萄糖苷色澤相同、 $R_{\rm f}$ 值相應的特徵斑點或條帶(圖 5)。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

(-)-丁香樹脂酚-4-O- β -D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ - β -D-吡喃葡萄糖苷對照品 溶液 Std-FP (50 mg/L)

取(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)-β-D-吡喃葡萄糖苷對 照品 2.5 mg,溶解於 50 mL 50% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 2.0 g, 置 50-mL 離心管中, 加 50% 甲醇 10 mL, 超聲 (270 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50%甲醇至刻度,用0.45-μm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 204 nm; 4.6 × 250 mm 十八 烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱;流速約 0.8 mL/min。色譜洗脱程序如下 (表 1):

色譜洗脱條件 表 1

時間 (分鐘)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脱
0 - 40	82 → 60	18 → 40	綫性梯度

系統適用性要求

吸取(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)-β-D-吡喃葡萄糖苷對 照品溶液 Std-FP 10 uL,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:(-)- 丁香樹脂酚 -4-O-β-D- 呋喃芹糖基 - (1 \rightarrow 2) -β-D-吡喃葡萄糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%; (-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基 - (1→2) -β-D-吡喃葡萄糖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(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1→2)-β-D- 吡喃葡萄糖苷峰計算應不低於 20000。

供試品測試中2號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5(圖6)。

沙苑子 Astragali Complanati Semer

Solidaginis Herba 一枝黄花

osae Laevigatae Fructus Buddlejae Flo 宓 羑 龙 覆盆子 Rubi Fructus

Sennae Foliu 番瀉葉

豬牙皂

ハイ木 J Toosendan Fructus Cyathulae Radix 川牛膝

合歡皮

操作程序

分別吸取 (-) -丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D- 吡喃葡萄糖苷對照品溶液 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(-) -丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷峰的保留時間,及供試品溶液色譜圖中 3 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下,與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中(-) -丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基 - $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中(-) -丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基 - $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷峰。二色譜圖中(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基 - $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷峰的保留時間比較,整定供試品溶液色譜圖中(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基 - $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷峰的保留時間,

合歡皮提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 合歡皮提取液 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	0.56	± 0.03
2 [指標成份峰,(-)-丁香樹脂酚 -4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1→2)- β-D-吡喃葡萄糖苷]	1.00	-
3	1.92	± 0.05

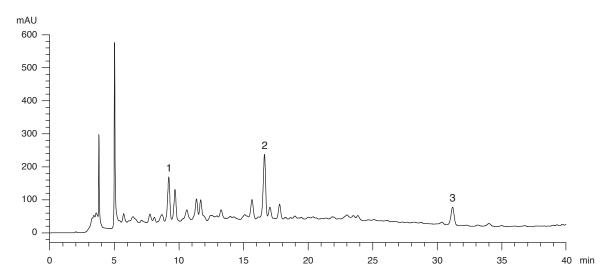


圖 6 合歡皮提取液對照指紋圖譜

Allii Tuberosi Semen 菲菜子

Alpiniae Oxyphyllae Fructus

Polygoni Orientalis Fructus

胡黄連

合歡皮

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6)。

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 3.0%。
- 5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分:不多於 6.0%。

酸不溶性灰分:不多於 1.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法:不多於 10.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法):不少於 4.0%。 醇溶性浸出物(冷浸法):不少於 4.0%。

覆盆子

番瀉葉

豬牙皂

Toosendan Fructus

Cyathulae Radix 川牛膝

合歡皮

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液

(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷對照品儲 備液 Std-Stock (1000 mg/L)

精密稱取(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷對照品 5.0 mg,溶解於 5 mL 50% 甲醇中。

(-)-丁香樹脂酚-4-O- β -D-呋喃芹糖基-(1 → 2)- β -D-吡喃葡萄糖苷對照品溶液 Std-AS

精密吸取(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷對照品儲備液適量,以 50% 甲醇稀釋製成含(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷分別為 5、10、25、50、70 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 50% 甲醇 $10\,m$ L,超聲 $(270\,W)$ 處理 $30\,分鐘$,離心 $5\,分鐘$ (約 $5000\times g$)。濾過,取濾液轉移於 25-mL 量瓶中,重複提取 1 次,合併濾液,加 50% 甲醇至刻度,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 204 nm; 4.6×250 mm 十八烷基 鍵合硅膠 $(5 \mu m)$ 填充柱;流速約 0.8 mL/min。色譜洗脱程序如下(表 3):

表3 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脱
0 - 40	$82 \rightarrow 60$	$18 \rightarrow 40$	綫性梯度

系統適用性要求

將(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷對照品溶液 Std-AS (25 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:(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%;(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-

Alpiniae Oxvphvllae Fructu

olygoni Orientalis Fructus 水紅花子

crorhizae Rhizoma

呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖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(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷峰計算應不低於 20000。

供試品測試中(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)-β-D-吡喃葡萄糖苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL,注入液相色譜儀,並記錄色譜圖。以(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)-β-D-吡喃葡萄糖苷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(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷峰。二色譜圖中(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷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(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷的濃度 (mg/L),並計算樣品中(-)-丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷的高糖苷的高糖苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算,本品含(-) -丁香樹脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基- $(1 \rightarrow 2)$ -β-D-吡喃葡萄糖苷 $(C_{33}H_{44}O_{17})$ 不少於 0.030%。