

# 拳參



圖 1 拳參外觀圖

A. 拳參 B. 根莖橫切面圖

## 1. 名稱

藥材正名：Bistortae Rhizoma

中文名：拳參

漢語拼音名：Quanshen

## 2. 來源

本品為蓼科植物拳參 *Polygonum bistorta* L. 的乾燥根莖。春初發芽時或秋季莖葉將枯萎時採挖，除去泥沙，曬乾，去鬚根。

## 3. 性狀

本品呈扁圓柱形，常彎曲成蝦狀，兩端鈍圓或略細，長 2-11 cm，直徑 8-25 mm。表面紫棕色至深棕色，粗糙，一面隆起，一面稍平坦或略具凹槽，全體密具粗環紋，有殘留鬚根或根痕。質硬，斷面略圓或近紡錘形，淺棕色至棕色，維管束呈黃白色點狀，斷續排列成環。氣微香。味苦、澀(圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 橫切面

木栓層由數列棕色細胞組成，含棕色物。皮層約佔根莖橫切面的 1/4。維管束外韌型，排成斷續的環。韌皮部狹窄。木質部含導管和木纖維。髓部寬，薄壁細胞含草酸鈣簇晶(圖 1)。

金櫻子  
Rosae Laevigatae Fructus

Gentianae Macrophyllae Radix  
秦艽

Celosiae Cristatae Flos  
雞冠花

沙苑子 Astragali Complanati Semen

Solidaginis Herba  
一枝黃花

Buddlejae Flos  
密蒙花

覆盆子  
Rubi Fructus  
皂角刺 Gleditsiae Spina

Sennae Folium  
番瀉葉

鬱金 Curcumae Radix

豬牙皂

Gleditsiae Fructus Abnormalis

川楝子  
Toosendan Fructus

Cyathulae Radix  
川牛膝

拳參

## 粉末

淡棕紅色。澱粉粒較多，寬卵形、長橢圓形或類圓形，直徑 2-13  $\mu\text{m}$ ，臍點點狀、人字狀或縫狀，層紋明顯；偏光顯微鏡下呈黑色十字狀，複粒稀少，由 2-3 分粒組成。草酸鈣簇晶眾多，單個散在，直徑 19-65  $\mu\text{m}$ ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。主為具緣紋孔導管，螺紋導管偶見，直徑 10-55  $\mu\text{m}$ 。纖維散在或成束，直徑 6-30  $\mu\text{m}$ ，壁較厚，孔溝明顯。木栓細胞類方形，含棕紅色物(圖 3)。

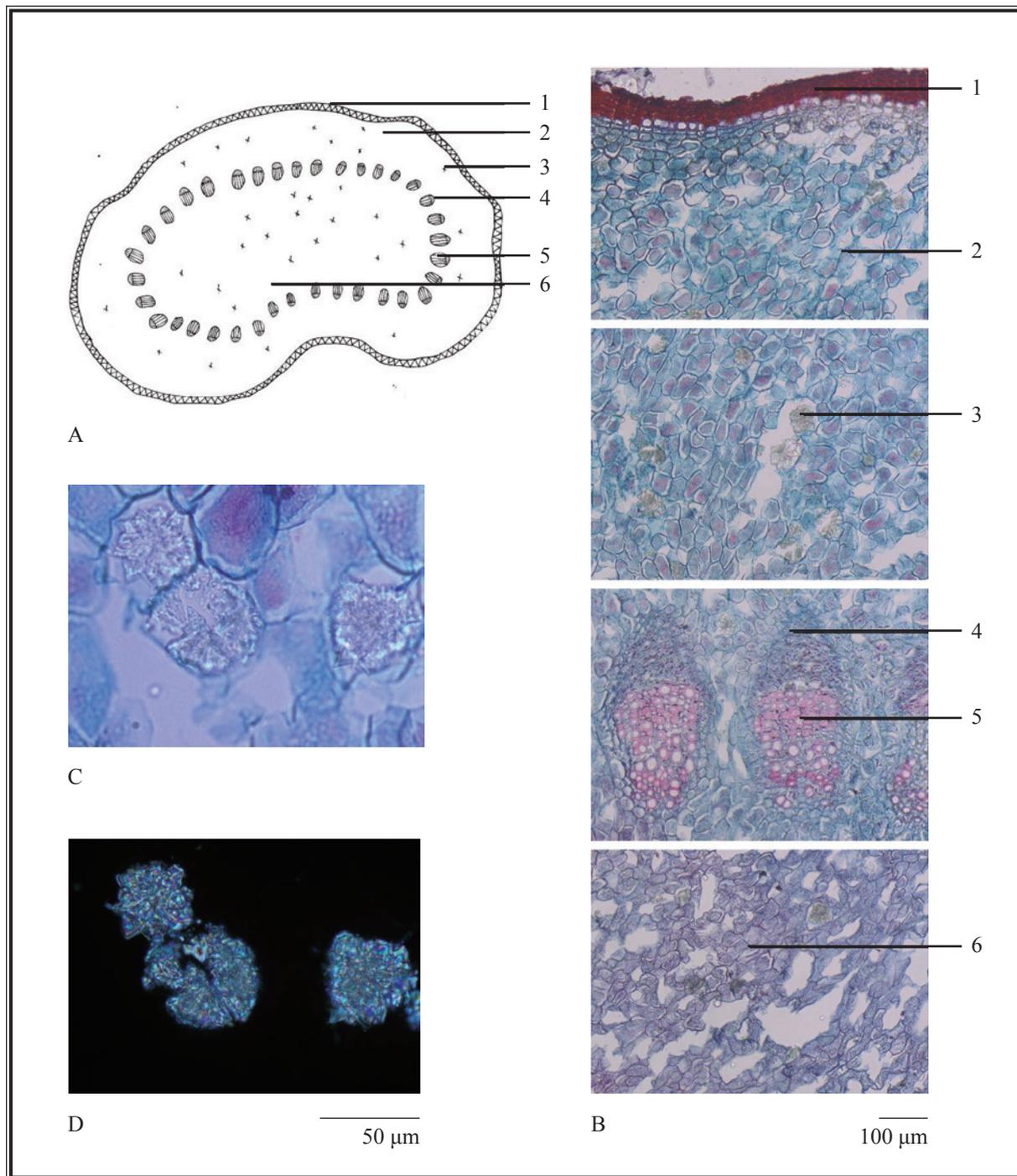


圖 2 拳參橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣簇晶 D. 草酸鈣簇晶(偏光顯微鏡下)

1. 木栓層 2. 皮層 3. 草酸鈣簇晶 4. 韌皮部 5. 木質部 6. 髓



圖 3 拳參粉末顯微特徵圖

- 1. 澱粉粒
- 2. 草酸鈣簇晶
- 3. 具緣紋孔導管
- 4. 螺紋導管
- 5. 纖維
- 6. 木栓細胞

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

#### 綠原酸對照品溶液

取綠原酸對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

### 展開劑

製備乙酸乙酯－丙酮－水－甲酸(20:3:1.5:1.5, v/v) 的混合溶液。

### 顯色劑

氨溶液。

### 供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 30% 甲醇 10 mL，超聲(350 W)處理 30 分鐘，濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取綠原酸對照品溶液 4  $\mu$ L 和供試品溶液 5  $\mu$ L，點於同一高效硅膠 F<sub>254</sub> 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 5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。在氨蒸氣中燻約 1 分鐘，直至斑點或條帶清晰可見。置紫外光(254 nm)下檢視，並計算  $R_f$  值。

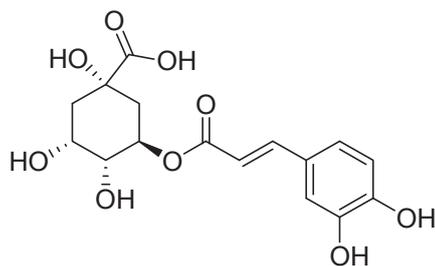


圖 4 綠原酸化學結構式

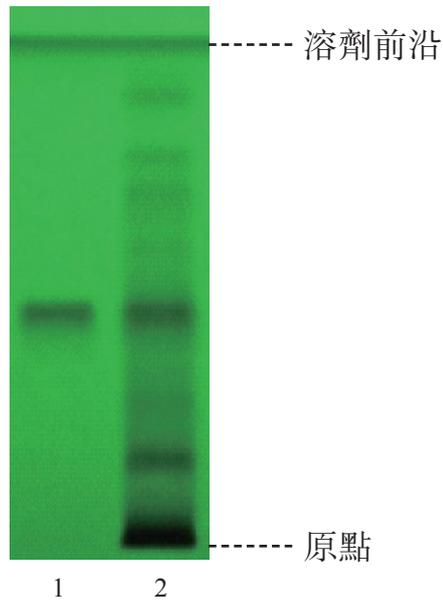


圖 5 拳參提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 綠原酸對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與綠原酸色澤相同、 $R_f$ 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

綠原酸對照品溶液 *Std-FP* (70 mg/L)

取綠原酸對照品 0.7 mg，溶解於 10 mL 30% 甲醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 30% 甲醇 20 mL，超聲(350 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約  $4000 \times g$ )，用 0.45- $\mu\text{m}$  微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

#### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 270 nm；4.6  $\times$  250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5  $\mu\text{m}$ ) 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)	0.2% 甲酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	96.5	3.5	等度
10 – 20	96.5 → 93	3.5 → 7	綫性梯度
20 – 30	93 → 92	7 → 8	綫性梯度
30 – 60	92	8	等度

### 系統適用性要求

吸取綠原酸對照品溶液 Std-FP 10  $\mu$ 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：綠原酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；綠原酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰計算應不低於 30000。

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 6)。

### 操作程序

分別吸取綠原酸對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中綠原酸峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中綠原酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中綠原酸峰。二色譜圖中綠原酸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。

拳參提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 拳參提取液 4 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 (沒食子酸)	0.23	$\pm 0.03$
2	0.28	$\pm 0.03$
3 (3-O-甲基沒食子酸)	0.72	$\pm 0.05$
4 (指標成份峰，綠原酸)	1.00	-

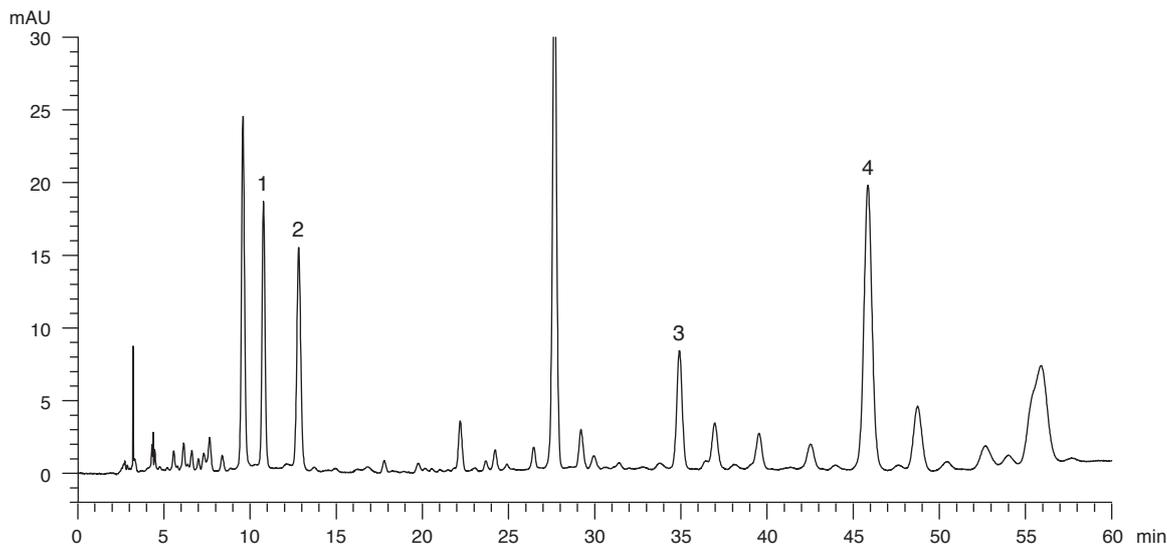


圖 6 拳參提取液對照指紋圖譜

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 4 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 - 黃曲霉毒素(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 9.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 13.0%。

## 6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 29.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 21.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

綠原酸對照品儲備液 *Std-Stock* (100 mg/L)

精密稱取綠原酸對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 30% 乙醇中。

綠原酸對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取綠原酸對照品儲備液適量，以 30% 乙醇稀釋製成含綠原酸分別為 1、5、10、50、100 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 30% 乙醇 10 mL，超聲(350 W) 處理 15 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 30% 乙醇洗滌，合併提取液，加 30% 乙醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜(nylon) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 326 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5  $\mu$ m) 填充柱；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)	0.2% 甲酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	93	7	等度
10 – 20	93 → 91	7 → 9	綫性梯度
20 – 40	91	9	等度

金櫻子  
Rosae Laevigatae Fructus  
密蒙花

Gentianae Macrophyllae Radix  
秦艽  
覆盆子  
Rubi Fructus  
皂角刺 Gleditsiae Spina

Celosiae Cristatae Flos  
雞冠花  
Sennae Folium  
番瀉葉  
鬱金 Curcumae Radix  
豬牙皂  
Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子 Astragali Complanati Semen  
川楝子  
Toosendan Fructus

Solidaginis Herba  
一枝黃花  
Cyathulae Radix  
川牛膝  
拳參

### 系統適用性要求

將綠原酸對照品溶液 Std-AS (10 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：綠原酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；綠原酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰計算應不低於 20000。

供試品測試中綠原酸峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

### 標準曲綫

將綠原酸系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以綠原酸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。與綠原酸對照品溶液 Std-AS 色譜圖中綠原酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中綠原酸峰。二色譜圖中綠原酸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綠原酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中綠原酸的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含綠原酸 (C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>) 不少於 0.10%。