

小薊



圖 1 小薊外觀圖

- A. 小薊 B. 葉 C. 頭狀花序
D. 帶花的頭狀花序放大圖

1. 名稱

藥材正名：Cirsii Herba

中文名：小薊

漢語拼音名：Xiaoji

2. 來源

本品為菊科植物刺兒菜 *Cirsium setosum* (Willd.) MB. 的乾燥地上部分。夏、秋二季開花時採割地上部分，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品莖呈圓柱形，有的上部分枝，長 5-30 cm，直徑 2-5 mm。表面灰綠色至紫色，具縱稜及白色柔毛；質脆，易折斷，斷面中空。單葉互生，無柄或有短柄，葉片皺縮或破碎，完整者展平後呈長橢圓形至長圓狀披針形，長 3-12 cm，寬 5-30 mm，全緣或微齒裂至羽狀深裂，齒尖具針裂，上表面綠棕色，下表面灰綠色，兩面均被白色柔毛。頭狀花序單個或數個鬆散頂生，總苞鐘狀，苞片 5-8 層，黃綠色；花紫紅色。氣微，味微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

莖：表皮由 1 列細胞組成。下皮厚角組織存在於邊角處。皮層由數列至 10 多列細胞組成。中柱纖維成束，微木化。韌皮部由數列小方形薄壁細胞組成。形成層不明顯。木質部導管位於木質部的中下方。髓多中空 [圖 2(i)]。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus
密蒙花
Buddlejae Flos

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
小蘗

葉：上下表皮各由1列細胞組成，非腺毛容易在橫切面製片過程中脫落。葉肉主要由海綿細胞組成，木纖維成束，位於導管的上部。維管束外韌形。韌皮部由數列小的薄壁細胞組成。韌皮纖維成束。草酸鈣結晶散在於葉中 [圖 2 (ii)]。

粉末

棕綠色至深綠色。表皮細胞表面觀呈多角形，垂周壁平直，上下表皮均有氣孔及非腺毛，氣孔不定式或不等式。非腺毛由3-10餘個細胞組成，頂端細胞呈細長鞭狀，皺縮扭曲。草酸鈣結晶散在於葉肉細胞中，直徑1-25 μm ；偏光顯微鏡下呈藍色。花粉粒類球形，直徑30-50 μm ，外壁有刺(圖 3)。

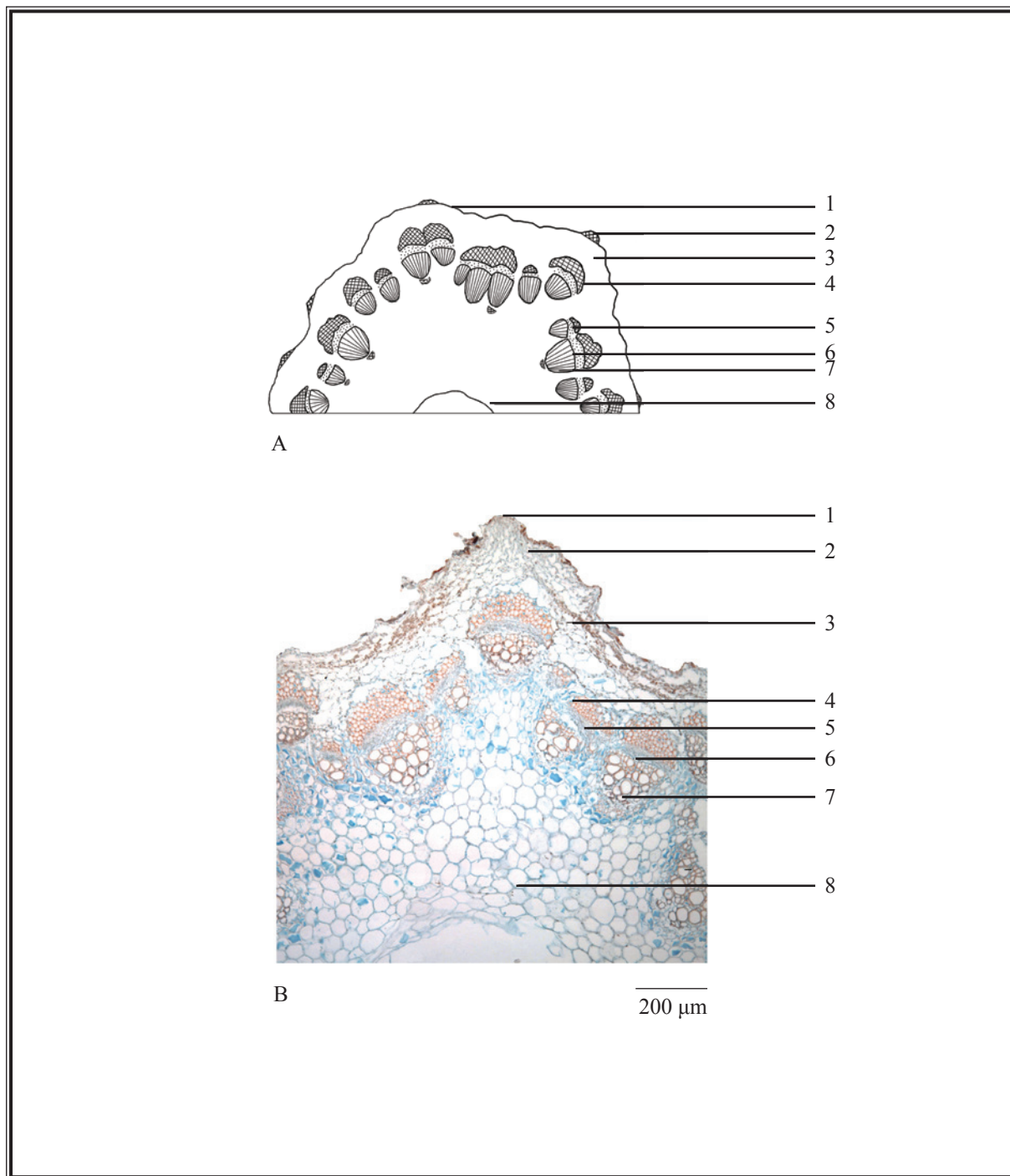


圖 2(i) 小薊莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖

- 1. 表皮 2. 下皮厚角組織 3. 皮層 4. 中柱鞘纖維 5. 韌皮部 6. 形成層
- 7. 木質部 8. 髓

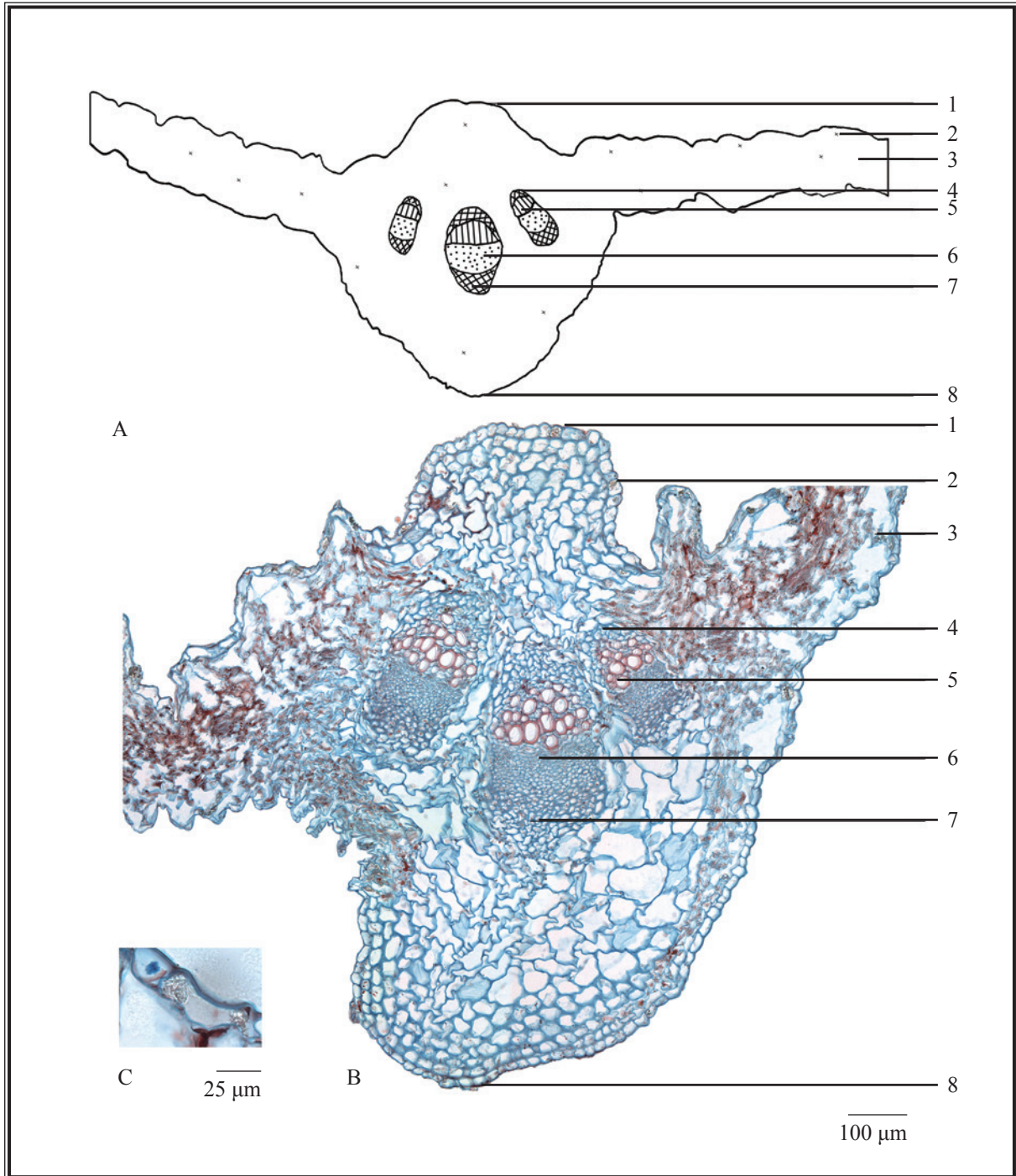


圖 2(ii) 小薊葉橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣結晶

- 1. 上表皮 2. 草酸鈣結晶 3. 葉肉組織 4. 木纖維 5. 木質部 6. 韌皮部
- 7. 韌皮纖維 8. 下表皮

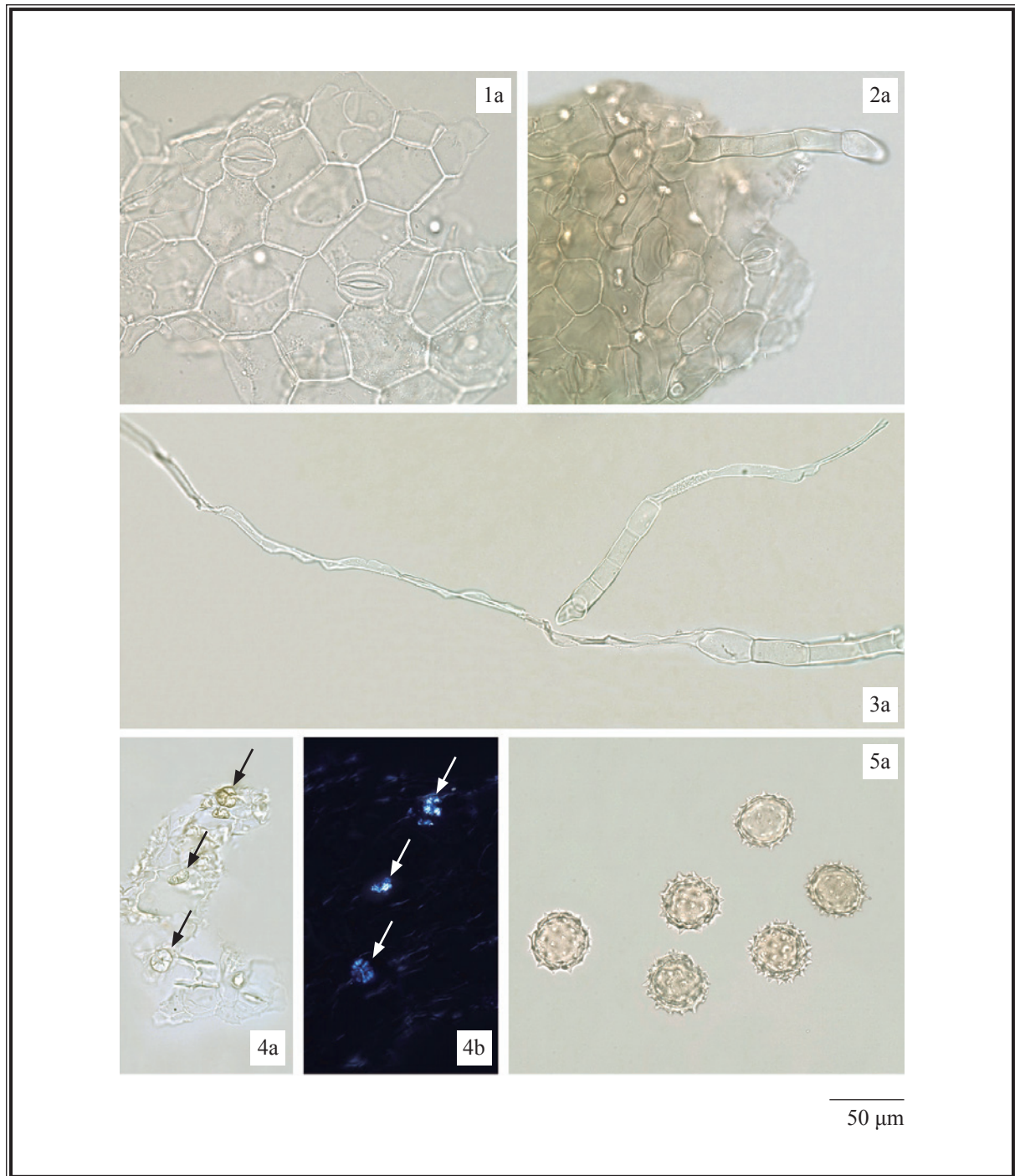


圖 3 小薊粉末顯微特徵圖

1. 表皮細胞和氣孔 2. 表皮細胞和非腺毛 3. 非腺毛 4. 草酸鈣結晶 5. 花粉粒

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus
密蒙花
Buddlejae Flos

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
小蘗

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

蒙花苷對照品溶液

取蒙花苷對照品(圖 4) 0.2 mg，溶解於 2 mL 乙醇中，置 90°C 水浴中約 1 分鐘。

展開劑

製備乙酸乙酯－甲酸－水(8:1:1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取三氯化鋁 0.5 g，溶解於 50 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 5 mL 乙醇，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 2 mL 乙醇，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取蒙花苷對照品溶液和供試品溶液各 1 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 4 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，晾乾直至斑點或條帶清晰可見。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

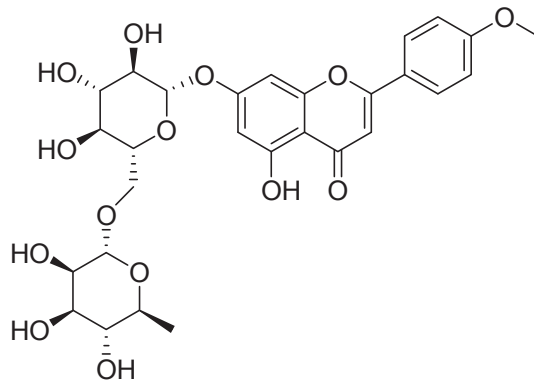


圖 4 蒙花昔化學結構式

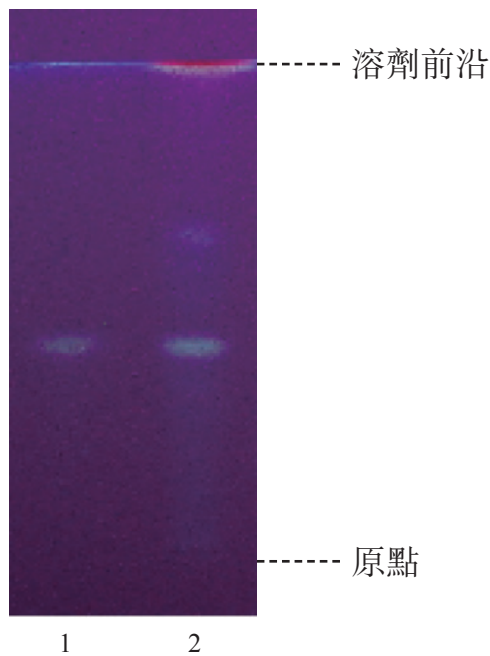


圖 5 小薊提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 蒙花昔對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與蒙花昔色澤相同、 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

蒙花苷對照品溶液 *Std-FP* (160 mg/L)

取蒙花苷對照品 1.6 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中，置 90°C 水浴中約 1 分鐘。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 圓底燒瓶中，加 70% 乙醇 20 mL，加熱回流 1 小時，冷卻至室溫。取提取液轉移於 25-mL 離心管中，離心 10 分鐘 (約 2500 × g)，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 330 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。色譜洗脫程序如下 (表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	乙腈 (%, v/v)	0.05% 三氟乙酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	13 → 24	87 → 76	綫性梯度
10 – 38	24	76	等度
38 – 50	24 → 75	76 → 25	綫性梯度
50 – 60	75	25	等度

系統適用性要求

吸取蒙花苷對照品溶液 *Std-FP* 5 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：蒙花苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；蒙花苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按蒙花苷峰計算應不低於 20000。

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 6)。

操作程序

分別吸取蒙花苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中蒙花苷峰的保留時間，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 色譜圖中蒙花苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蒙花苷峰。二色譜圖中蒙花苷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。

小薊提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 小薊提取液 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 (綠原酸)	0.24	± 0.03
2	0.39	± 0.03
3 (指標成份峰，蒙花苷)	1.00	-
4	1.45	± 0.03

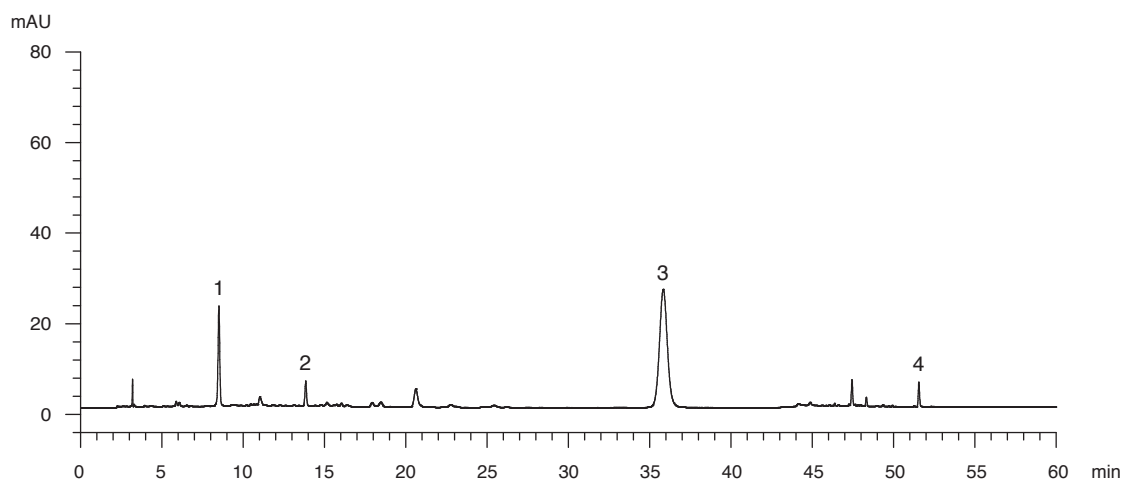


圖 6 小薊提取液對照指紋圖譜

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(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 19.5%。

酸不溶性灰分：不多於 4.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 12.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 18.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 9.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

蒙花苷對照品儲備液 *Std-Stock* (200 mg/L)

精密稱取蒙花苷對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中，置 90°C 水浴中約 1 分鐘。

蒙花苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取蒙花苷對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含蒙花苷分別為 20、60、100、140、180 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 10 mL，超聲(150 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)，取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併上清液，加甲醇至刻度，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 330 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 0.05 % 三氟乙酸－乙腈(76:24, v/v)的混合溶液。流程約 35 分鐘。

系統適用性要求

將蒙花苷對照品溶液 Std-AS (100 mg/L) 5 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：蒙花苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；蒙花苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按蒙花苷峰計算應不低於 10000。

供試品測試中蒙花苷與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將蒙花苷系列對照品溶液 Std-AS 各 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以蒙花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 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與蒙花苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中蒙花苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蒙花苷峰。二色譜圖中蒙花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蒙花苷的濃度(mg/L)，並計算樣品中蒙花苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含蒙花苷(C₂₈H₃₂O₁₄)不少於 0.82%。