

# 威靈仙

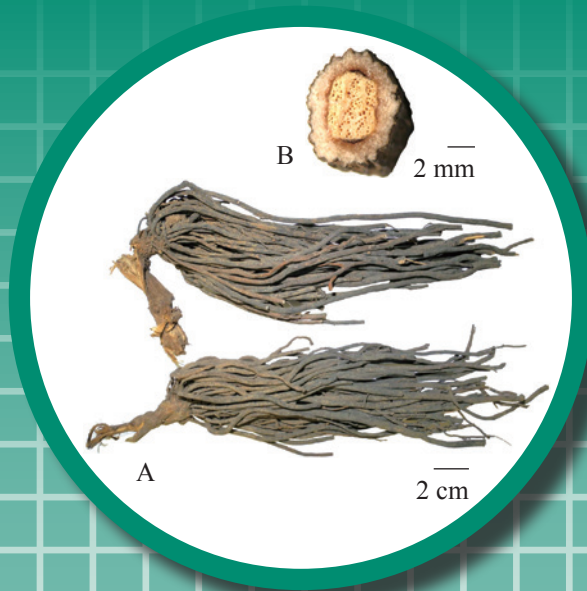


圖 1(i) 威靈仙乾燥根和根莖外觀圖

A. 根和根莖 B. 根橫切面放大圖



圖 1(ii) 東北鐵綫蓮乾燥根和根莖外觀圖

A. 根和根莖 B. 根橫切面放大圖

## 1. 名稱

藥材正名：Clematidis Radix et Rhizoma

中文名：威靈仙

漢語拼音名：Weilingxian

## 2. 來源

本品為毛茛科植物威靈仙 *Clematis chinensis* Osbeck 或東北鐵綫蓮 *Clematis manshurica* Rupr. 的乾燥根和根莖。秋季採挖，除去泥沙，曬乾。

### 第一部份 威靈仙的乾燥根和根莖

## 3. 性狀

根呈細長圓柱形，稍彎曲，長 5-30 cm，直徑 1-5 mm。表面灰棕色或棕色，有細縱紋，有的皮部脫落，露出黃白色木部；質硬脆，易折斷，斷面皮部較厚，木部黃白色，略呈方形，皮部與木部間常有裂隙。根莖呈不平坦柱狀，長 1.5-3.5 cm (偶至 10 cm)，直徑 2.5-25 mm。表面淡棕灰色，頂端殘留莖基，下側着生多數細根。質地較韌，斷面纖維狀。氣微，味淡 [圖 1 (i)]。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 橫切面

**根：**表皮細胞外壁增厚，棕黑色。皮層寬，均為薄壁細胞，細胞含澱粉粒。外皮層和內皮層明顯。韌皮部外側有韌皮纖維束及石細胞群。形成層明顯。木質部為二原型，方形，全部木化(圖 2)。

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  
威靈仙

### 粉末

灰棕色或棕色。澱粉粒眾多，單粒類圓形，直徑 4-19  $\mu\text{m}$ ，臍點點狀；偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒眾多，由 2-6 分粒組成。表皮細胞表面觀呈類長方形，長 36-154  $\mu\text{m}$ ，寬 20-48  $\mu\text{m}$ ，外平周壁深棕色。導管為具緣紋孔，直徑 11-60  $\mu\text{m}$ ，具緣紋孔稀密不一。纖維單個散在或成束，呈長梭形，末端漸尖或呈尾狀，直徑 11-45  $\mu\text{m}$ ，壁厚及木化，孔溝較密（圖 3）。

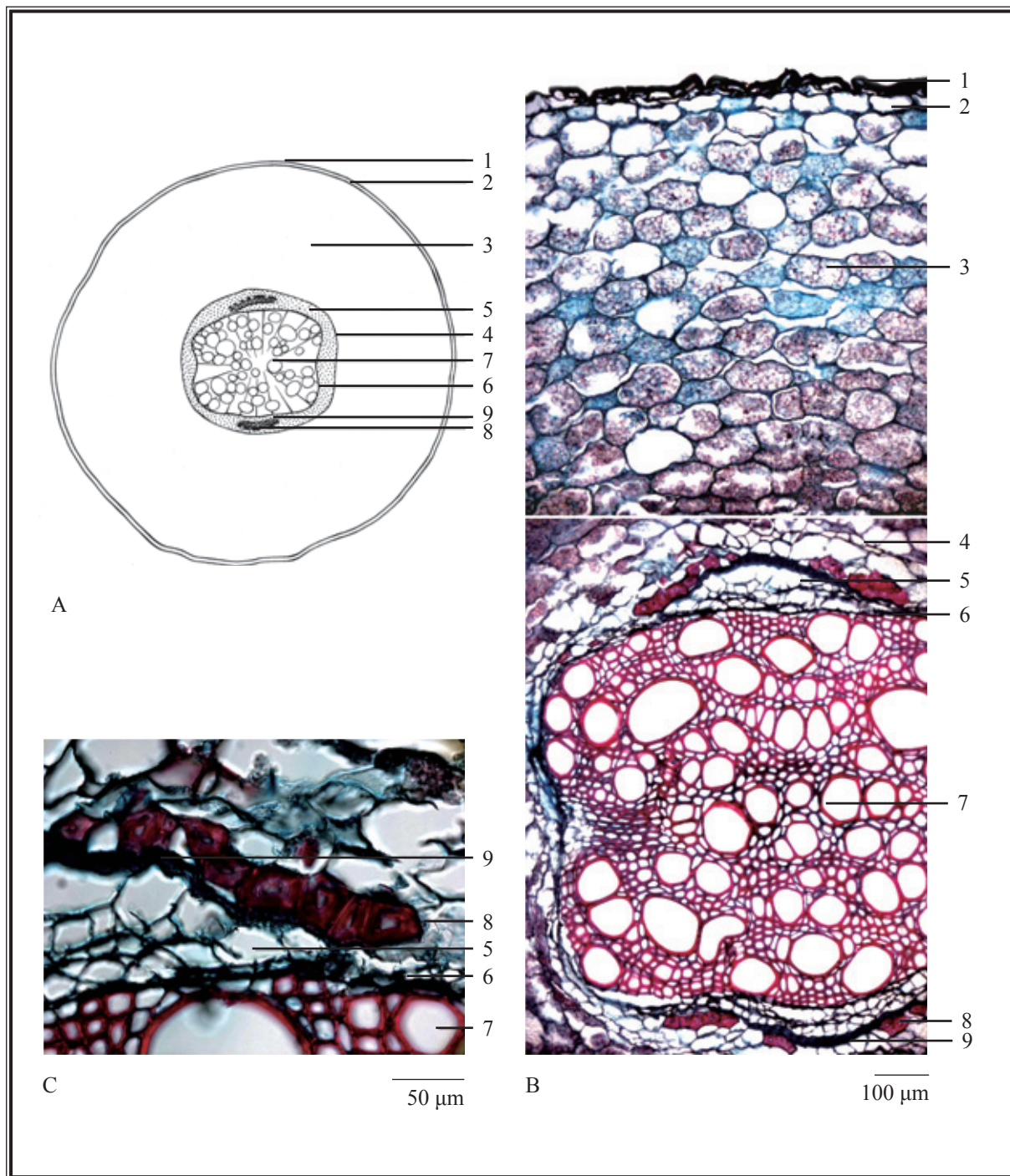


圖 2 威靈仙根橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 韌皮纖維束及石細胞

- 1. 表皮 2. 外皮層 3. 皮層 4. 內皮層 5. 韌皮部 6. 形成層 7. 木質部
- 8. 石細胞 9. 韌皮纖維

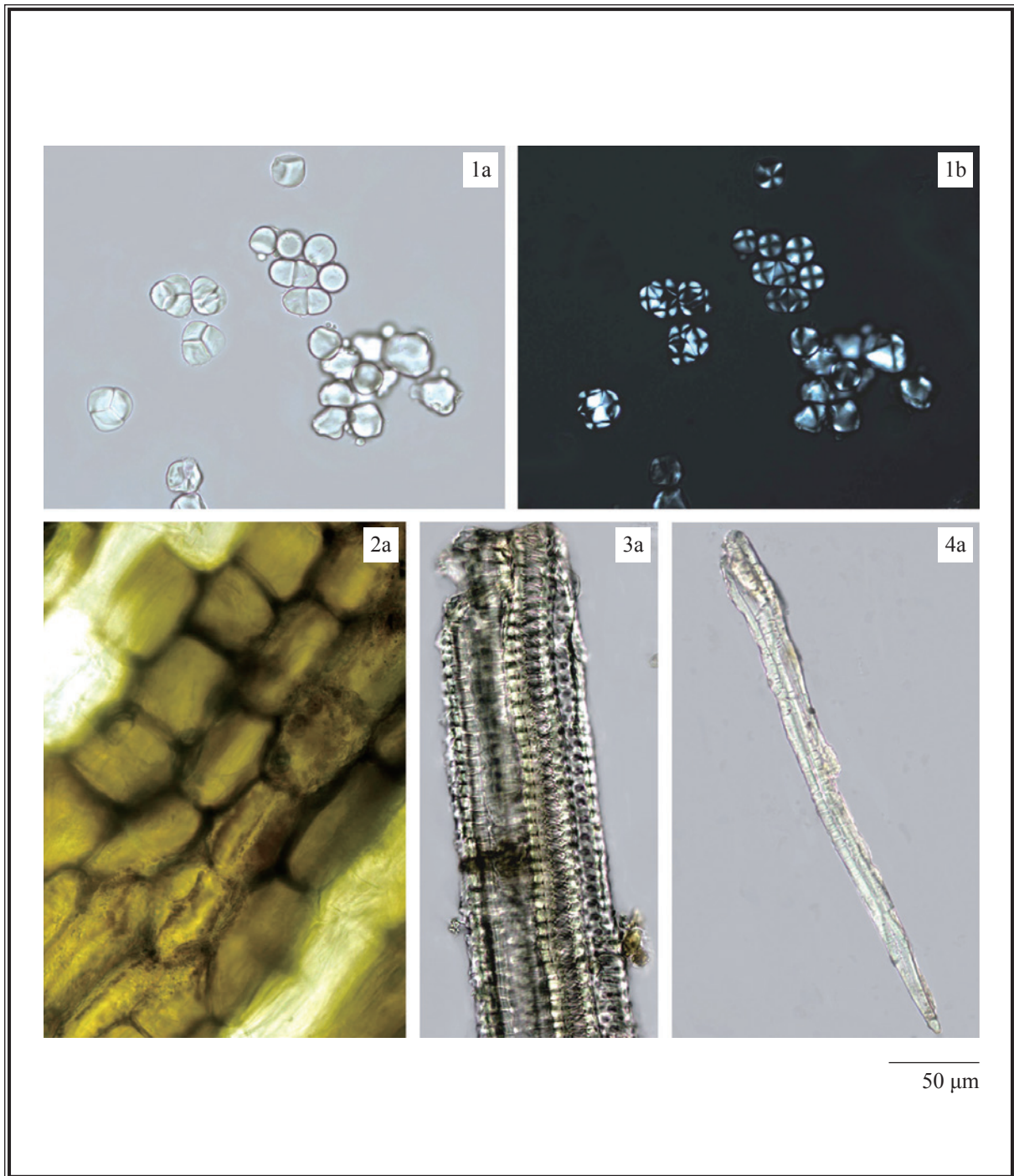


圖 3 威靈仙乾燥根和根莖粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 表皮細胞 3. 具緣紋孔導管 4. 纖維

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

常春藤皂苷元對照品溶液

取常春藤皂苷元對照品 (圖 4) 0.5 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

齊墩果酸對照品溶液

取齊墩果酸對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

### 展開劑

製備環己烷 - 乙酸乙酯 - 甲酸 (5:3:0.1, v/v) 的混合溶液。

### 顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中。

### 供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置於纖維素提取套管中，纖維素提取套管置於索氏提取器中，加乙酸乙酯 100 mL 至 250-mL 圓底燒瓶中，索氏提取 2 小時，收集及晾乾殘渣，殘渣轉移於 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 25 mL，超聲 (100 W) 處理 30 分鐘，濾過。取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複超聲 2 次，合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 7.3% (w/v) 鹽酸 30 mL，加熱回流 2 小時，冷卻至室溫，取溶液轉移於 250-mL 分液漏斗中，用乙酸乙酯振搖提取 3 次，每次 30 mL。合併乙酸乙酯提取液，轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [ 附錄 IV (A) ] 進行。分別吸取常春藤皂苷元、齊墩果酸對照品溶液和供試品溶液各 5  $\mu$ L，點於同一高效矽膠 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 7 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 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<sub>f</sub> 值。

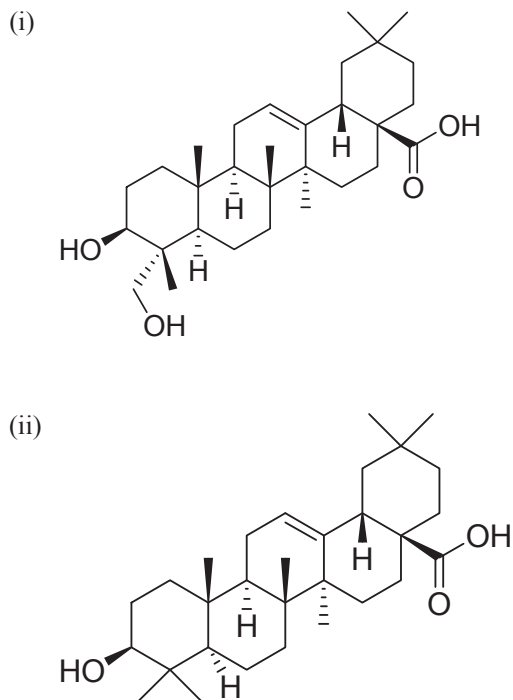


圖 4 化學結構式 (i) 常春藤皂昔元 (ii) 齊墩果酸

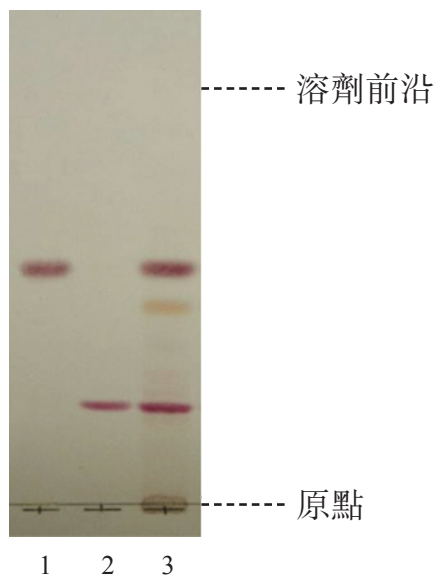


圖 5 威靈仙乾燥根及根莖提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 齊墩果酸對照品溶液 2. 常春藤皂昔元對照品溶液 3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與常春藤皂昔元和齊墩果酸色澤相同、 $R_f$  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

常春藤皂苷元對照品溶液 *Std-FP* (220 mg/L)

取常春藤皂苷元對照品 2.2 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

齊墩果酸對照品溶液 *Std-FP* (240 mg/L)

取齊墩果酸對照品 1.2 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 75% 甲醇 25 mL，超聲 (100 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 7.3% (w/v) 鹽酸 30 mL，加熱回流 2 小時，冷卻至室溫，取溶液轉移於 250-mL 分液漏斗中，用乙酸乙酯振搖提取 3 次，每次 30 mL。合併乙酸乙酯提取液，轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ 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 205 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；柱溫 30°C；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 – 25	60	40	等度
25 – 45	60 → 10	40 → 90	綫性梯度
45 – 60	10	90	等度

#### 系統適用性要求

吸取常春藤皂苷元對照品溶液 *Std-FP* 和齊墩果酸對照品溶液 *Std-FP* 各 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：常春藤皂苷元和齊墩果酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；常春



金櫻子  
Rosae Laevigatae Fructus  
Buddlejae Flos  
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

威靈仙

藤皂苷元峰和齊墩果酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按常春藤皂苷元峰和齊墩果酸峰計算分別應不低於 200000 和 150000。

供試品測試中 3 號峰和 4 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.0 (圖 6)。

### 操作程序

分別吸取常春藤皂苷元、齊墩果酸對照品溶液 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 色譜圖中常春藤皂苷元峰和齊墩果酸峰的保留時間，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，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中常春藤皂苷元峰和齊墩果酸峰。二色譜圖中常春藤皂苷元峰和齊墩果酸峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

威靈仙乾燥根及根莖提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 威靈仙乾燥根及根莖提取液 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	0.54	$\pm 0.03$
2	0.57	$\pm 0.03$
3 (指標成份峰，常春藤皂苷元)	1.00	-
4 (齊墩果酸)	1.19	$\pm 0.03$

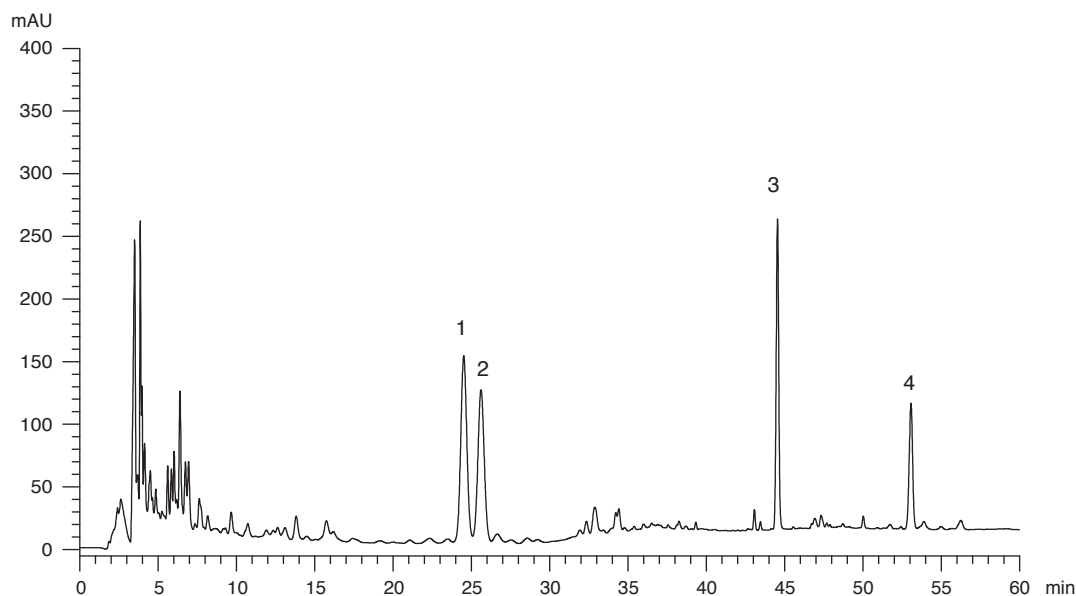


圖 6 威靈仙乾燥根及根莖提取液對照指紋圖譜

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 4.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 9.0%。

酸不溶性灰分：不多於 5.0%。

## 5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法：不多於 15.0%。

## 6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (熱浸法)：不少於 19.0%。

醇溶性浸出物 (熱浸法)：不少於 5.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

常春藤皂苷元和齊墩果酸混合對照品儲備液 *Std-Stock* (常春藤皂苷元 2000 mg/L 和齊墩果酸 2340 mg/L)

精密稱取常春藤皂苷元對照品 10.0 mg 和齊墩果酸對照品 11.7 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

常春藤皂苷元和齊墩果酸混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取常春藤皂苷元和齊墩果酸混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含常春藤皂苷元分別為 200、500、1000、1500、2000 mg/L 和齊墩果酸分別為 117、234、585、1170、1755 mg/L 系列的混合對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置於纖維素提取套管中，纖維素提取套管置於索氏提取器中，加乙酸乙酯 100 mL 至 250-mL 圓底燒瓶中，索氏提取 2 小時，收集及晾乾殘渣，殘渣轉移於 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 25 mL，超聲 (100 W) 處理 30 分鐘，濾過。取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複超聲 2 次，合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 7.3% (w/v) 鹽酸 30 mL，加熱回流 2 小時，冷卻至室溫，取溶液轉移於 250-mL 分液漏斗中，用乙酸乙酯振搖提取 3 次，每次 30 mL。合併乙酸乙酯提取液，轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ 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 205 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)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% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	35	65	等度
10 – 20	35 → 15	65 → 85	綫性梯度
20 – 30	15	85	等度

## 系統適用性要求

將常春藤皂苷元和齊墩果酸混合對照品溶液 Std-AS (常春藤皂苷元 1000 mg/L 和齊墩果酸 585 mg/L) 5 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：常春藤皂苷元和齊墩果酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；常春藤皂苷元峰和齊墩果酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按常春藤皂苷元峰和齊墩果酸峰計算分別應不低於 2400 和 10000。

供試品測試中常春藤皂苷元峰和齊墩果酸峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

## 標準曲綫

將常春藤皂苷元和齊墩果酸系列混合對照品溶液 Std-AS 各 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以常春藤皂苷元和齊墩果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 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與常春藤皂苷元和齊墩果酸混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中常春藤皂苷元峰和齊墩果酸峰。二色譜圖中常春藤皂苷元和齊墩果酸相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式分別計算供試品溶液中常春藤皂苷元和齊墩果酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中常春藤皂苷元和齊墩果酸的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，威靈仙乾燥根及根莖含常春藤皂苷元(C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>4</sub>)不少於 0.54% 和齊墩果酸(C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>3</sub>)不少於 0.39%。

## 第二部份 東北鐵綫蓮的乾燥根和根莖

### 3. 性狀

根呈細長圓柱形，長 5-20 cm，直徑 1-3 mm。表面棕黑色；斷面木部類圓形或略呈方形，類白色。根莖呈不規則塊狀，着生多數細根。味辛辣[圖 1(ii)]。

### 4. 鑒別

#### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

##### 橫切面

**根：**表皮細胞外壁增厚，棕黑色。皮層寬，均為薄壁細胞，細胞含澱粉粒。外皮層和內皮層明顯。韌皮纖維成束，韌皮部外側無木化的石細胞。形成層明顯。木質部為二原型，方形，全部木化(圖 7)。

##### 粉末

棕色。澱粉粒眾多，單粒類圓形，直徑 3-16 μm，臍點狀；偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒由 2-6 分粒組成。表皮細胞表面觀呈類長方形，長 36-111 μm，寬 14-40 μm，外平周壁深棕色。導管為具緣紋孔，直徑 12-58 μm，具緣紋孔稀密不一。纖維單個散在或成束，呈長梭形，末端漸尖或呈尾狀，直徑 11-42 μm，壁厚及木化，孔溝較密(圖 8)。

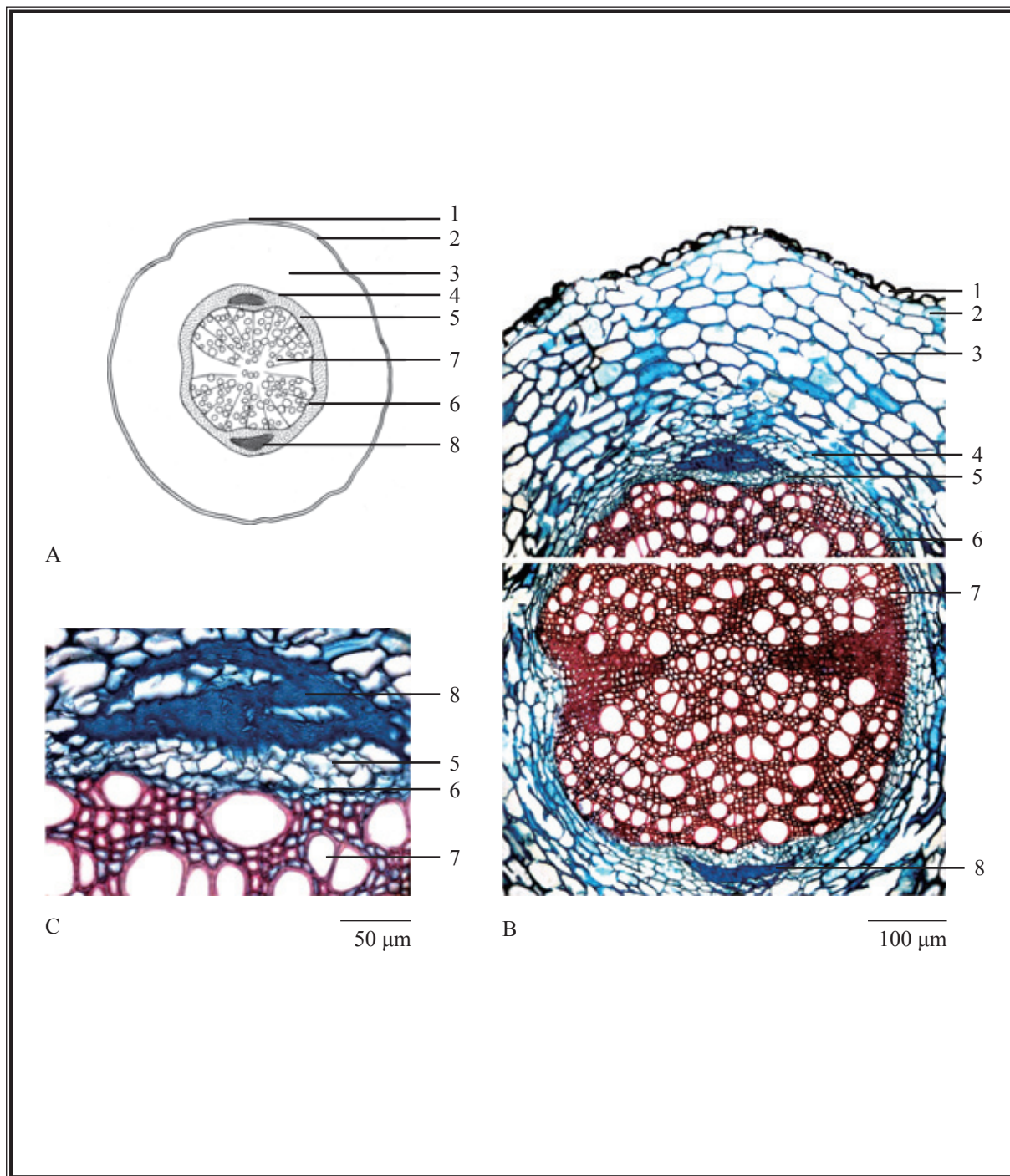


圖 7 東北鐵綫蓮根橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 韌皮纖維

- 1. 表皮 2. 外皮層 3. 皮層 4. 內皮層 5. 韌皮部 6. 形成層 7. 木質部
- 8. 韌皮纖維

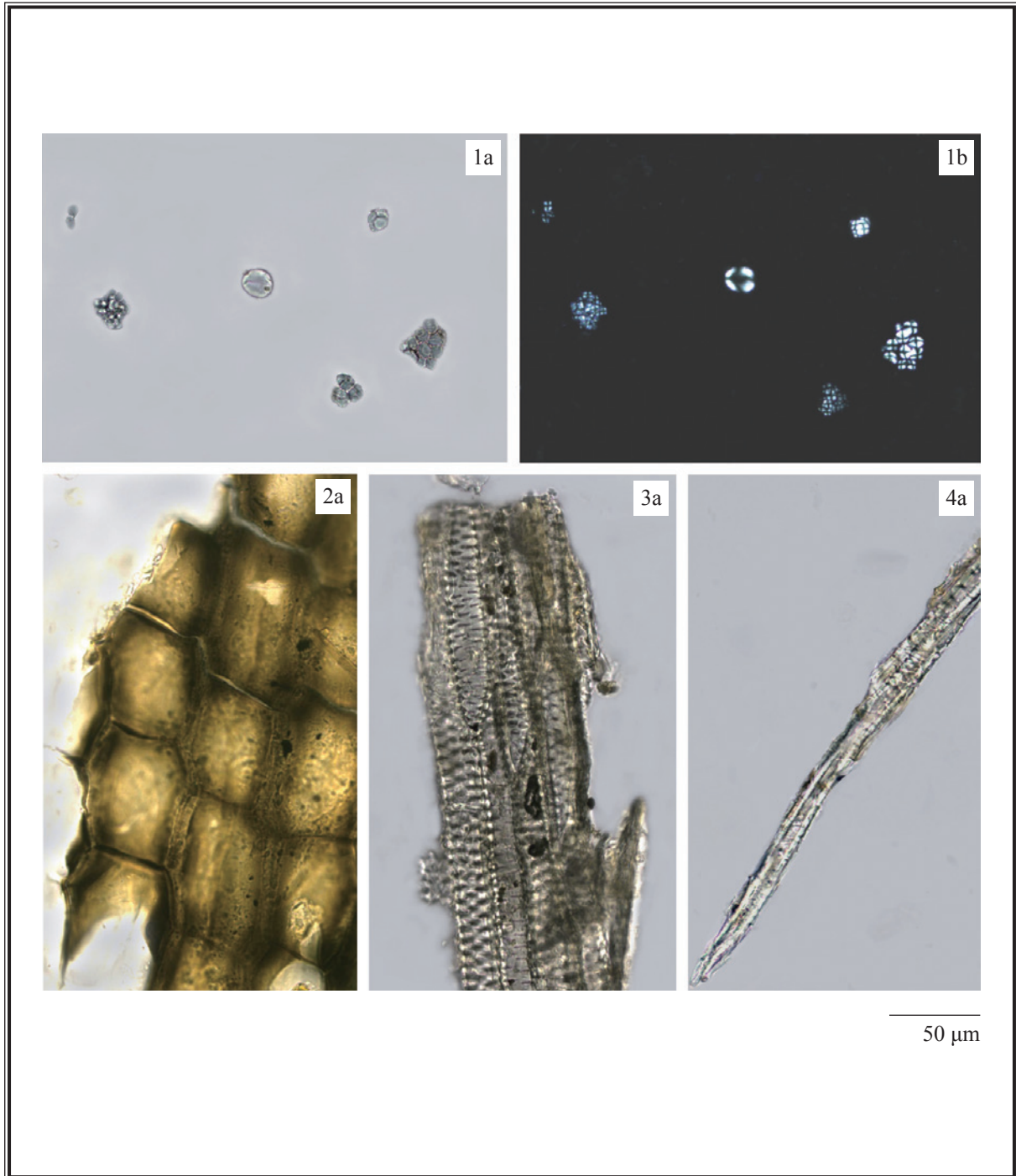


圖 8 東北鐵綫蓮乾燥根和根莖粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 表皮細胞 3. 具緣紋孔導管 4. 纖維

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

#### 齊墩果酸對照品溶液

取齊墩果酸對照品(圖 9) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

### 展開劑

製備環己烷－乙酸乙酯－甲酸(5:3:0.1, v/v)的混合溶液。

### 顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中。

### 供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置於纖維素提取套管中，纖維素提取套管置於索氏提取器中，加乙酸乙酯 100 mL 至 250-mL 圓底燒瓶中，索氏提取 2 小時，收集及晾乾殘渣，殘渣轉移於 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 25 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，濾過。取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複超聲 2 次，合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 7.3% (w/v) 鹽酸 30 mL，加熱回流 2 小時，冷卻至室溫，取溶液轉移於 250-mL 分液漏斗中，用乙酸乙酯振搖提取 3 次，每次 30 mL。合併乙酸乙酯提取液，轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取齊墩果酸對照品溶液和供試品溶液各 5  $\mu$ L，點於同一高效矽膠 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 7 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 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<sub>f</sub> 值。



金櫻子

Rosae Laevigatae Fructus

Buddlejae Flos

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

川棟子

Toosendan Fructus

Solidaginis Herba

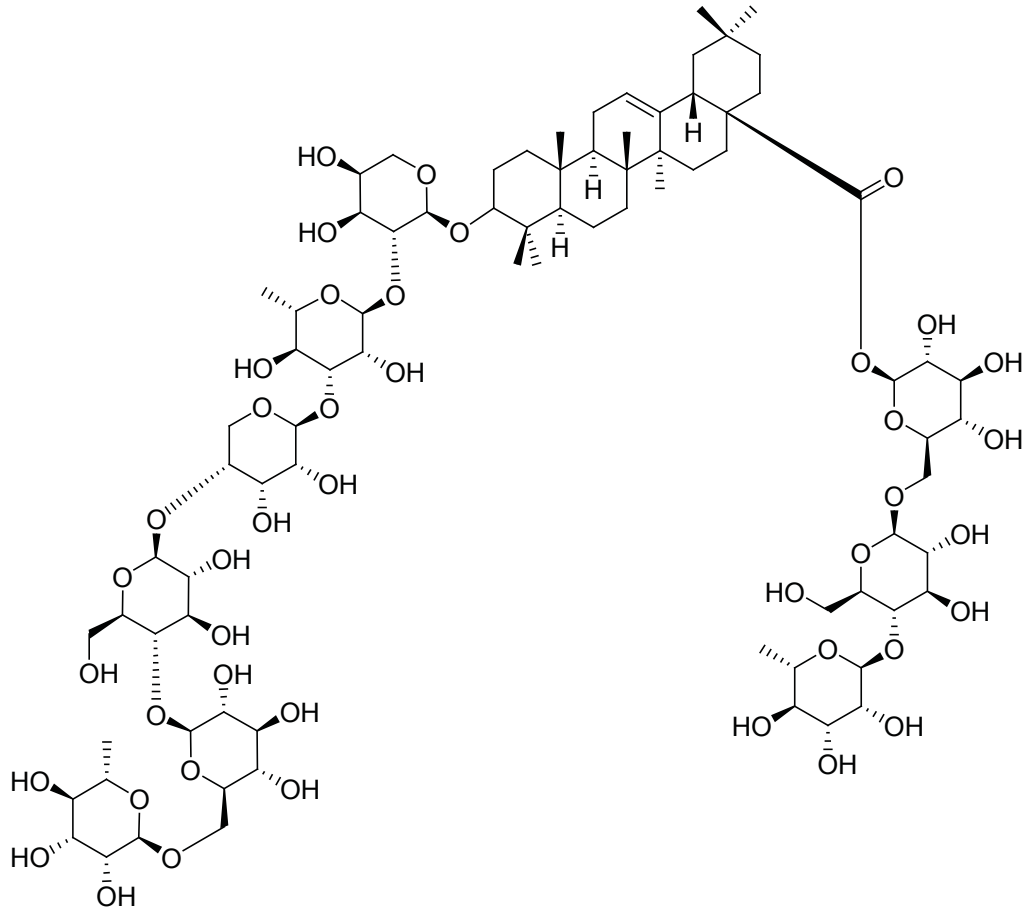
一枝黃花

Cyathulae Radix

川牛膝

威靈仙

(i)



(ii)

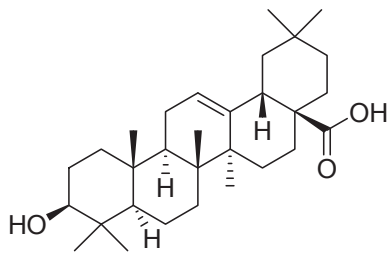


圖 9 化學結構式 (i) 靈仙新苷 (ii) 齊墩果酸



圖 10 東北鐵綫蓮乾燥根及根莖對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 齊墩果酸對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與齊墩果酸色澤相同、 $R_f$  值相應的特徵斑點或條帶(圖 10)。

### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

#### 對照品溶液

靈仙新苷對照品溶液 *Std-FP* (1000 mg/L)

取靈仙新苷對照品(圖 9) 1.0 mg, 溶解於 1 mL 甲醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 0.3 g, 置 50-mL 離心管中, 加甲醇 10 mL, 超聲(100 W)處理 30 分鐘, 離心 5 分鐘(約  $3000 \times g$ ), 用 0.45- $\mu\text{m}$  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 205 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 4)：

表 4 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	乙腈 (%, v/v)	水 (%, v/v)	洗脫
0 – 40	20 → 35	80 → 65	綫性梯度
40 – 60	35	65	等度

## 系統適用性要求

吸取靈仙新苷對照品溶液 Std-FP 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：靈仙新苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；靈仙新苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按靈仙新苷峰計算應不低於 80000。

供試品測試中 3 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.0 (圖 11)。

## 操作程序

分別吸取靈仙新苷對照品溶液 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 色譜圖中靈仙新苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 11)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 色譜圖中靈仙新苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中靈仙新苷峰。二色譜圖中靈仙新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。

東北鐵綫蓮乾燥根及根莖提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 5。

表 5 東北鐵綫蓮乾燥根及根莖提取液 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	0.61	± 0.03
2	0.91	± 0.03
3 (指標成份峰, 靈仙新苷)	1.00	-
4	1.19	± 0.03

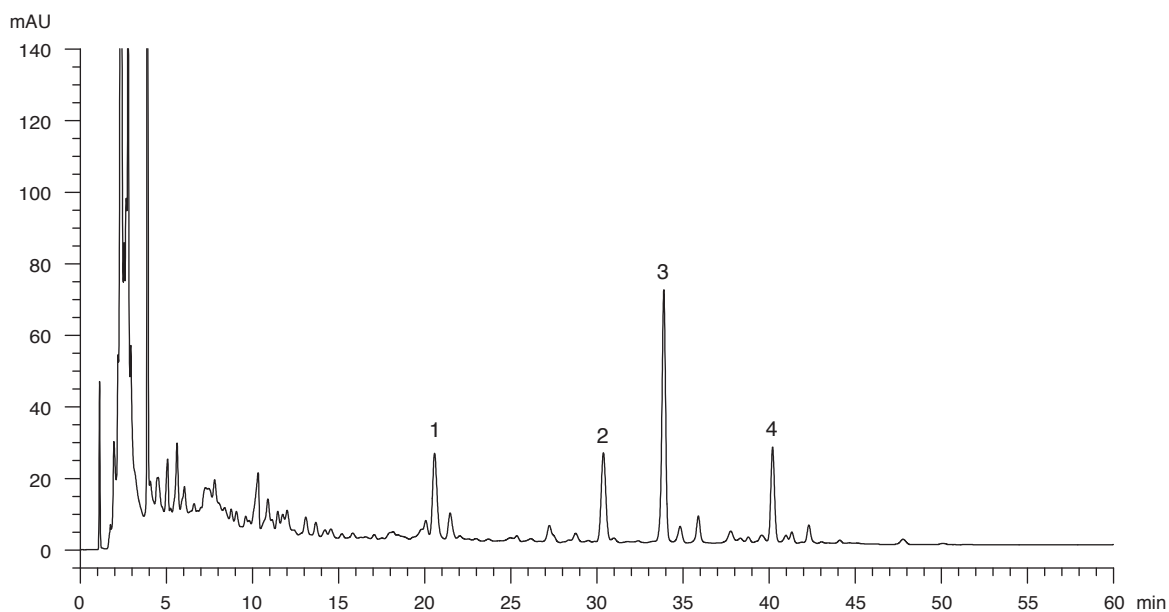


圖 11 東北鐵綫蓮乾燥根及根莖提取液對照指紋圖譜

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 11)。

## 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 4.0%。

## 5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 9.0%。  
酸不溶性灰分：不多於 5.0%。

## 5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 15.0%。

## 6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 19.0%。  
醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 5.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

齊墩果酸對照品儲備液 *Std-Stock* (2340 mg/L)

精密稱取齊墩果酸對照品 11.7 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

齊墩果酸對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取齊墩果酸對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含齊墩果酸分別為 117、234、585、1170、1755 mg/L 系列的對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置於纖維素提取套管中，纖維素提取套管置於索氏提取器中，加乙酸乙酯 100 mL 至 250-mL 圓底燒瓶中，索氏提取 2 小時，收集及晾乾殘渣，殘渣轉移於 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 25 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，濾過。取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複超聲 2 次，合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 7.3% (w/v) 鹽酸 30 mL，加熱回流 2 小時，冷卻至室溫，取溶液轉移於 250-mL 分液漏斗中，用乙酸乙酯振搖提取 3 次，每次 30 mL。合併乙酸乙酯提取液，轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ 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 205 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 6)：

表 6 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	35	65	等度
10 – 20	35 → 15	65 → 85	綫性梯度
20 – 30	15	85	等度

## 系統適用性要求

將齊墩果酸對照品溶液 Std-AS (585 mg/L) 5 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：齊墩果酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；齊墩果酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按齊墩果酸峰計算應不低於 10000。

供試品測試中齊墩果酸峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

## 標準曲綫

將齊墩果酸系列對照品溶液 Std-AS 各 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以齊墩果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 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與齊墩果酸對照品溶液 Std-AS 色譜圖中齊墩果酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中齊墩果酸峰。二色譜圖中齊墩果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齊墩果酸的濃度(mg/L)，並計算樣品中齊墩果酸的百分含量。

## 限度

按乾燥品計算，東北鐵綫蓮乾燥根及根莖含齊墩果酸(C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>3</sub>)不少於 0.47%。