

川牛膝

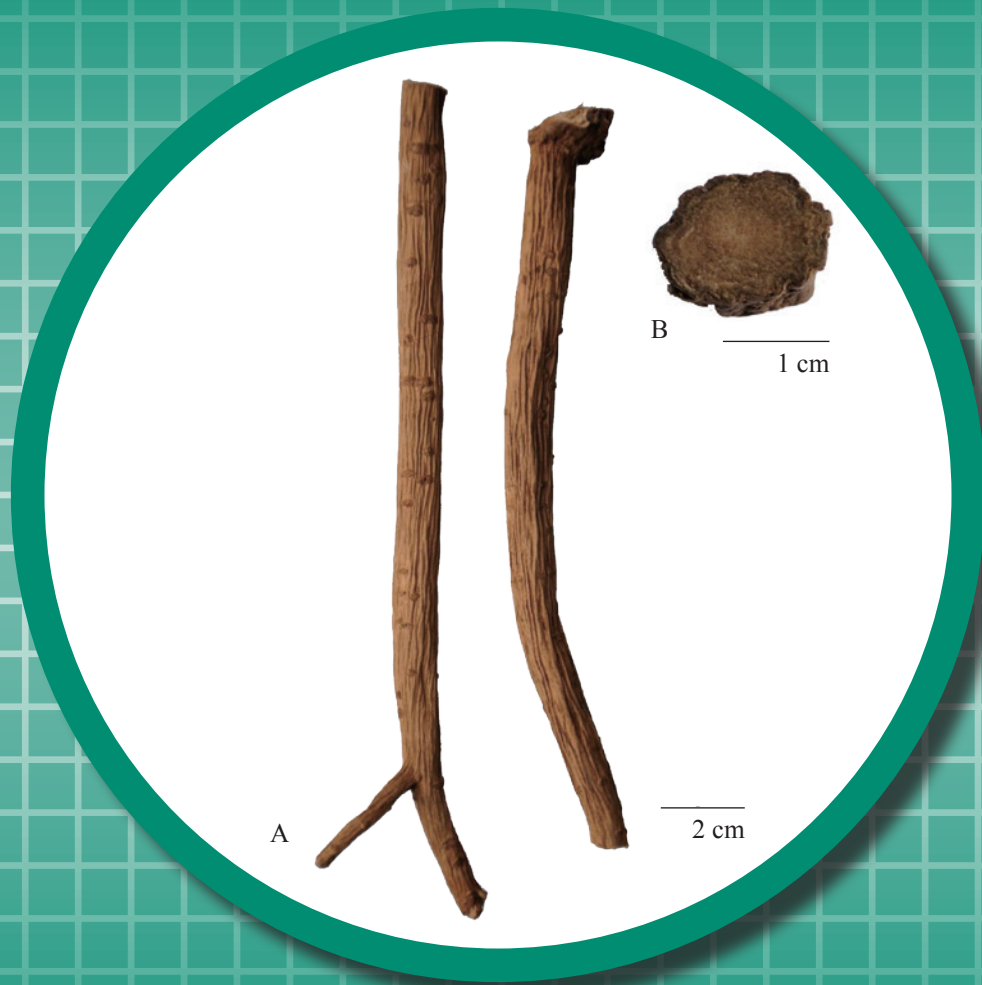


圖 1 川牛膝外觀圖

A. 川牛膝 B. 根橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名： *Cyathulae Radix*

中文名：川牛膝

漢語拼音名：Chuanniuxi

2. 來源

本品為莧科植物川牛膝 *Cyathula officinalis* Kuan 的乾燥根，冬季採挖，除去蘆頭、鬚根及泥沙，烘或曬至半乾，堆放，再烘乾或曬乾。

3. 性狀

本品呈圓柱形，直或微扭曲，上部較寬，向下略細或偶有分枝，長 14-54 cm，直徑 5-15 mm。表面黃棕色，具微扭曲的細縱皺紋、橫長皮孔樣突起和分佈稀疏的支根痕。質韌，不易折斷，斷面淺黃色至棕黃色，維管束多數散在，呈點狀，排列成數輪，黃白色；外側的維管束較小，中央的維管束較大。氣微，味甜(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓細胞由數列細胞組成。皮層較窄，薄壁細胞長形切向排列。維管束排列成數個不連續的環，在外側的維管束較小，有時僅 1 至數個導管，在外側的形成層幾乎排列成環。木質部由導管和小的木纖維組成。中心木質部聚合成 2 至多組。薄壁細胞含草酸鈣砂晶(圖 2)。

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

川牛膝

粉末

灰棕色至棕色。草酸鈣砂晶於薄壁細胞中散在，三角狀、箭頭狀、類方形或形狀不規則，直徑 1-12 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。纖維多成束，長條形，末端彎曲及漸尖，直徑 6-49 μm ，壁略增厚，紋孔傾斜或人字形，可見具緣紋孔，孔溝明顯及寬度不一；偏光顯微鏡下呈淡藍色或多彩狀。導管主要為具緣紋孔，直徑 12-73 μm 。木栓細胞類方形或類長方形（圖 3）。

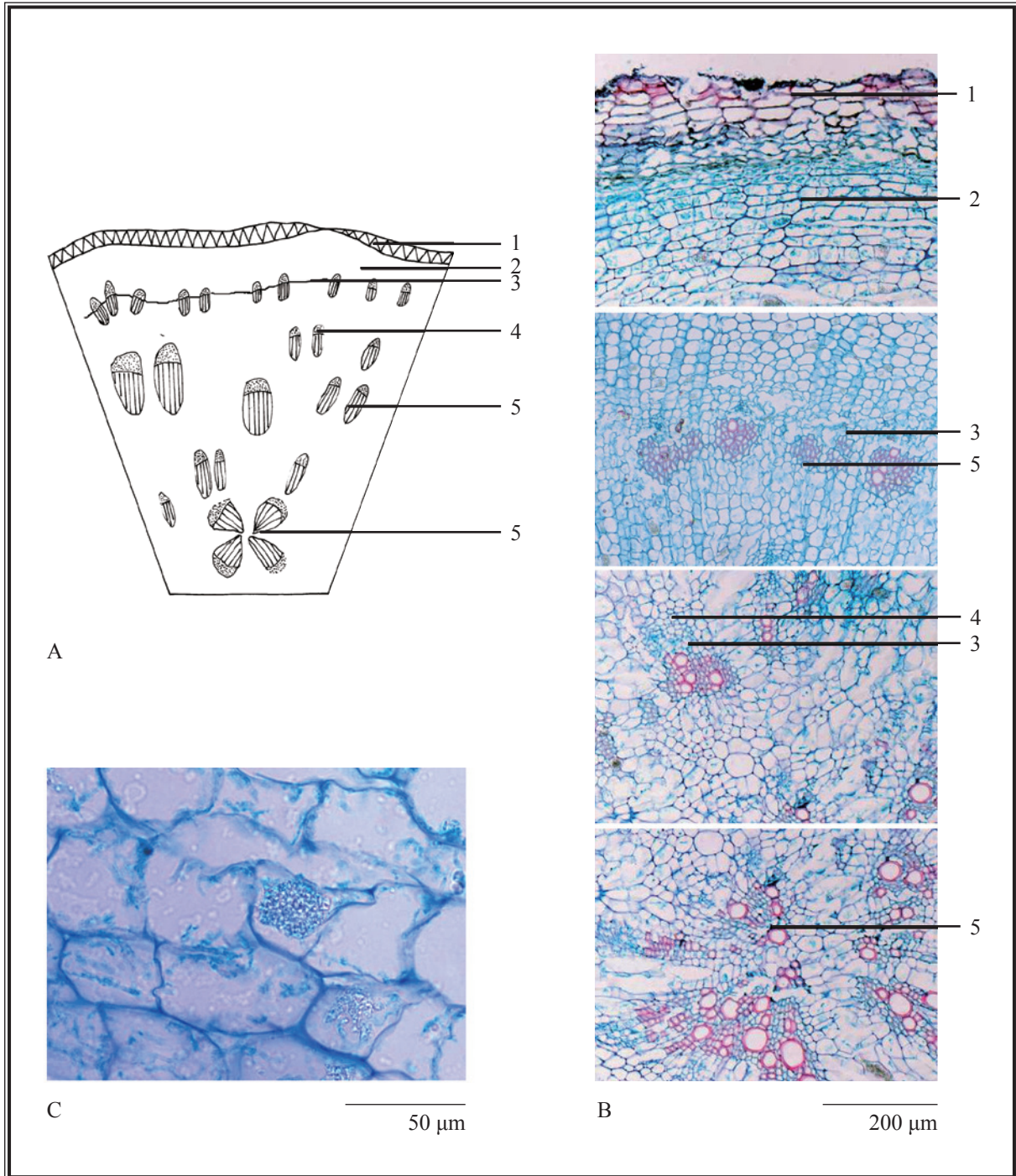


圖 2 川牛膝橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣砂晶

1. 木栓層 2. 皮層 3. 形成層 4. 韌皮部 5. 木質部

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

川牛膝

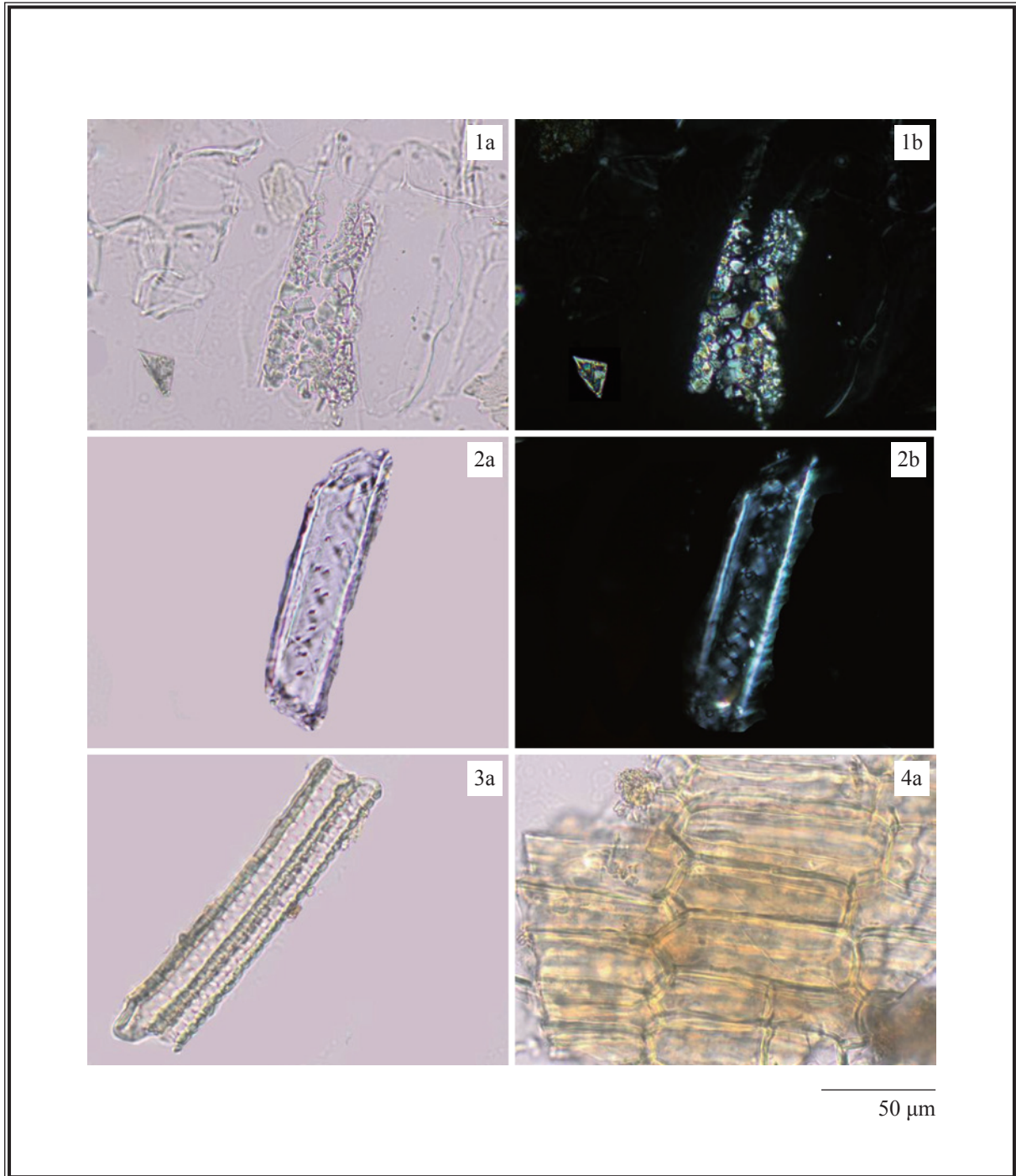


圖 3 川牛膝粉末顯微特徵圖

1. 草酸鈣砂晶 2. 纖維 3. 具緣紋孔導管 4. 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

杯萹甾酮對照品溶液

取杯萹甾酮對照品(圖 4) 0.05 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－環己烷－甲醇－冰醋酸(4:3:1.5:0.2, 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 2.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 20 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。分別吸取杯萹甾酮對照品溶液 20 μ L 和供試品溶液 10 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 8.5 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 4 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

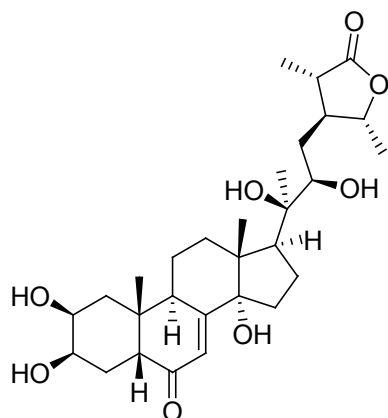


圖 4 杯萹甾酮化學結構式

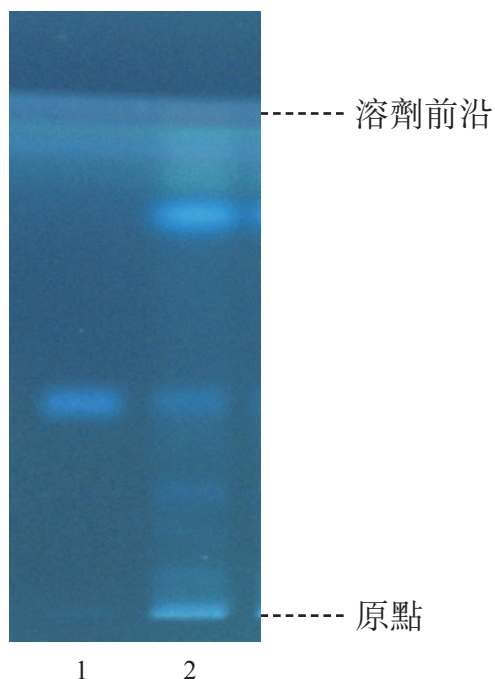


圖 5 川牛膝提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 杯莧甾酮對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與杯莧甾酮色澤相同、 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

杯莧甾酮對照品溶液 *Std-FP* (50 mg/L)

取杯莧甾酮對照品 0.5 mg，溶解於 10 mL 80% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 80% 甲醇 10 mL，超聲(350 W)處理 30 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：二極管陣列檢測器，檢測波長 246 nm；4.6 × 150 mm 十八烷基鍵合硅膠(2.6 μm)填充柱；柱溫 27°C；流速約 0.5 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)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	90	10	等度
5 – 15	90 → 66	10 → 34	綫性梯度
15 – 48	66	34	等度
48 – 60	66 → 55	34 → 45	綫性梯度

系統適用性要求

吸取杯菟甾酮對照品溶液 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：杯菟甾酮的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；杯菟甾酮峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按杯菟甾酮峰計算應不低於 40000。

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)。

操作程序

分別吸取杯菟甾酮對照品溶液 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 色譜圖中杯菟甾酮峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 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 色譜圖中杯菟甾酮峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中杯菟甾酮峰。二色譜圖中杯菟甾酮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。

川牛膝提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 川牛膝提取液 5 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	0.97	± 0.03
2 (指標成份峰, 杯萇甾酮)	1.00	-
3	1.03	± 0.03
4	1.24	± 0.03
5	1.28	± 0.03

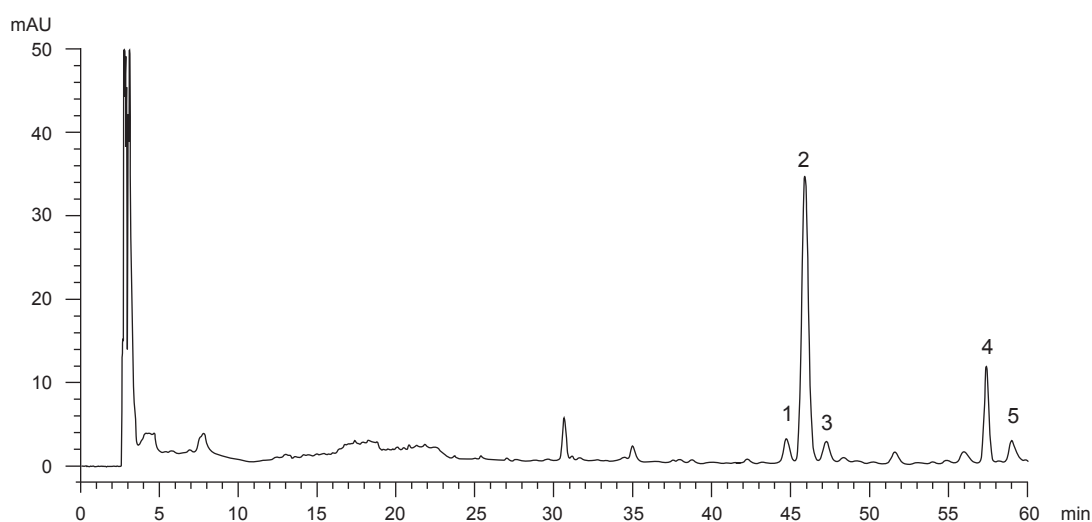


圖 6 川牛膝提取液對照指紋圖譜

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 5 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 7.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 11.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 65.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 54.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

杯萸甾酮對照品儲備液 *Std-Stock* (200 mg/L)

精密稱取杯萸甾酮對照品 1.0 mg，溶解於 5 mL 80% 甲醇中。

杯萸甾酮對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取杯萸甾酮對照品儲備液適量，以 80% 甲醇稀釋製成含杯萸甾酮分別為 4、8、16、32、48 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.8 g，置 50-mL 離心管中，加 80% 甲醇 10 mL，超聲 (350 W) 處理 30 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 80% 甲醇洗滌，合併提取液，加 80% 甲醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜(nylon) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 246 nm；4.6 × 150 mm 十八烷基鍵合硅膠(2.6 μ m) 填充柱；柱溫 27°C；流速約 0.5 mL/min。流動相為水－甲醇(68:32, v/v) 的混合溶液；流程約 45 分鐘。

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

川牛膝

系統適用性要求

將杯萵甾酮對照品溶液 Std-AS (16 mg/L) 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：杯萵甾酮的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；杯萵甾酮峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按杯萵甾酮峰計算應不低於 10000。

供試品測試中杯萵甾酮峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲線

將杯萵甾酮系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以杯萵甾酮的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲線得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與杯萵甾酮對照品溶液 Std-AS 色譜圖中杯萵甾酮峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中杯萵甾酮峰。二色譜圖中杯萵甾酮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杯萵甾酮的濃度 (mg/L)，並計算樣品中杯萵甾酮的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含杯萵甾酮 ($C_{29}H_{44}O_8$) 不少於 0.046%。