

# 血竭

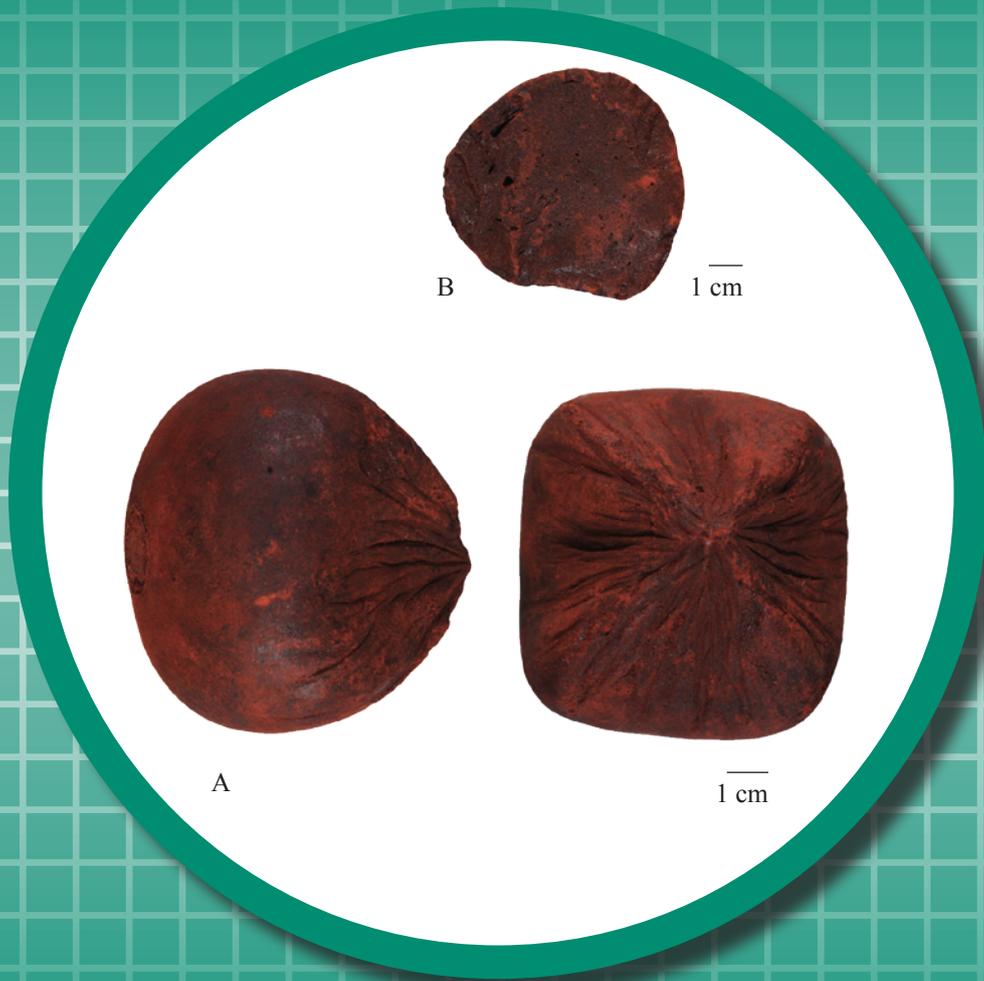


圖 1 血竭外觀圖

A. 血竭 B. 橫切面

## 1. 名稱

藥材正名：Draconis Sanguis

中文名：血竭

漢語拼音名：Xuejie

## 2. 來源

本品為棕櫚科植物麒麟竭 *Daemonorops draco* Bl. 果實滲出的樹脂經加工製成。採收帶有密生硬鱗片的成熟果實，紅色樹脂從鱗片滲出；曬乾，除去雜質，放入熱水中使軟化，取出後放陰涼處即得原裝血竭。然後混合輔料達瑪樹膠（龍腦香科樹木的樹脂）。

## 3. 性狀

本品呈類圓球形至立方形，直徑 60-80 mm，高 7-8 cm。表面暗紅色，有光澤，附有因磨擦而成的紅粉。質硬而脆，破碎面紅色，研粉為磚紅色。氣微，味淡。在水中不溶，在熱水中軟化（圖 1）。

## 4. 鑒別

### 4.1 薄層色譜鑒別 [ 附錄 IV (A) ]

#### 對照品溶液

#### 血竭素高氯酸鹽對照品溶液

取血竭素高氯酸鹽對照品（圖 2）2.5 mg，溶解於 5 mL 乙醇中。

#### 展開劑

製備乙酸乙酯－乙醇（20:1, v/v）的混合溶液。

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

Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子 Astragali Complanati Semen

鬱金 Curcumae Radix

豬牙皂

川楝子

Toosendan Fructus

Solidaginis Herba

一枝黃花

Cyathulae Radix

川牛膝

血竭

### 供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 25-mL 錐形瓶中，加乙醇 10 mL，超聲(150 W)處理 10 分鐘，濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [ 附錄 IV (A) ] 進行。分別吸取血竭素高氯酸鹽對照品溶液 0.5  $\mu$ L 和供試品溶液 10  $\mu$ 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 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算  $R_f$  值。

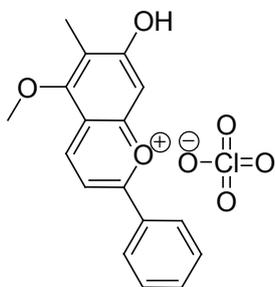


圖 4 血竭素高氯酸鹽化學結構式

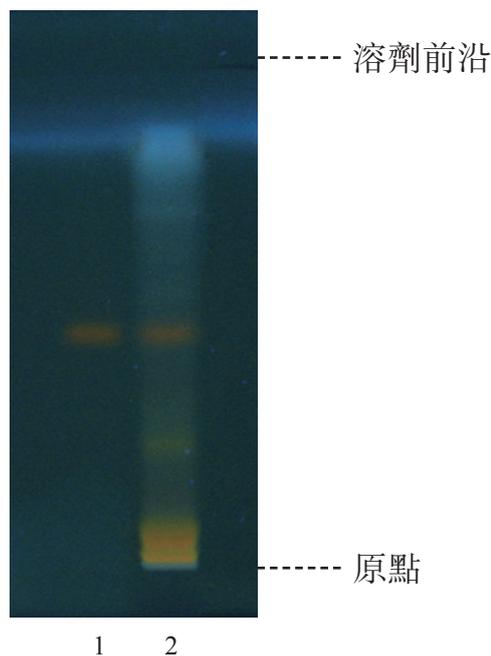


圖 3 血竭提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 血竭素高氯酸鹽對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與血竭素色澤相同、 $R_f$  值相應的特徵斑點或條帶(圖 3)。

## 4.2 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

### 對照品溶液

血竭素高氯酸鹽對照品溶液 *Std-FP* (20 mg/L)

取血竭素高氯酸鹽對照品 0.2 mg，溶解於 10 mL 乙醇中。

### 供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加乙醇 25 mL，超聲(150 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 440 nm；4.6 × 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)	乙腈 (%, v/v)	0.1% 三氟乙酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 40	15 → 80	85 → 20	綫性梯度
40 – 60	80	20	等度

### 系統適用性要求

吸取血竭素高氯酸鹽對照品溶液 Std-FP 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：血竭素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；血竭素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按血竭素峰計算應不低於 100000。

供試品測試中 1 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5（圖 4）。

### 操作程序

分別吸取血竭素高氯酸鹽對照品溶液 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 色譜圖中血竭素峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 個特徵峰（圖 4）的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中血竭素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中血竭素峰。二色譜圖中血竭素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。

血竭提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 血竭提取液 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（指標成份峰，血竭素）	1.00	-
2	2.05	± 0.03
3	2.22	± 0.03

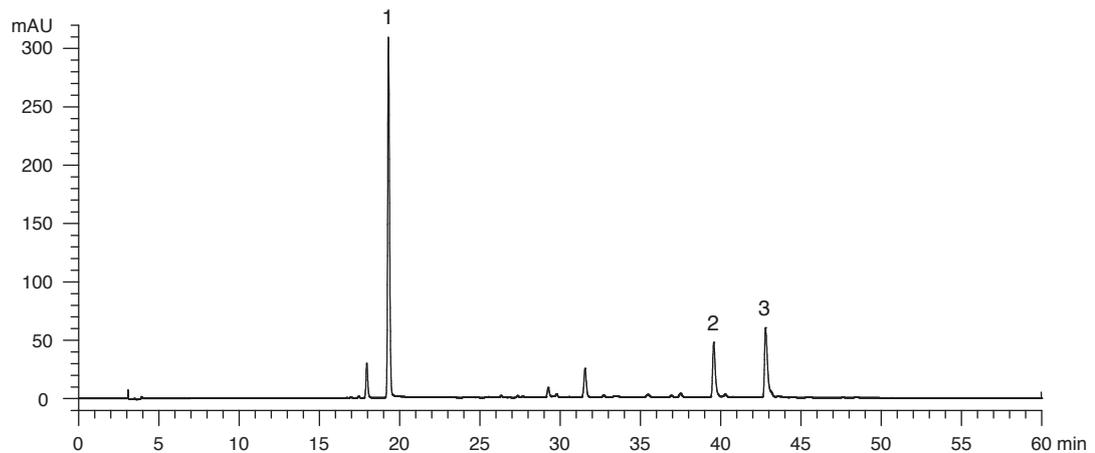


圖 4 血竭提取液對照指紋圖譜

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 3 個特徵峰(圖 4)。

## 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 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 3.0%。

酸不溶性灰分：不多於 2.0%。

5.6 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 7.0%。

## 5.7 醇不溶物

取本品粉末 2.0 g，置已稱定纖維素提取套管中，纖維素提取套管置索氏提取器中，加 200 mL 乙醇至 500-mL 圓底燒瓶中，進行索氏提取直至提取液無色，放冷至室溫。收集纖維素提取套管，在約 105°C 乾燥 4 小時。精密稱定纖維素提取套管，按乾燥品計算醇不溶物的百份比。本品含醇不溶物不多於 25.0%。

## 5.8 松香限度檢查

取本品粉末 0.1 g，置試管中，加石油醚(60-80°C) 10 mL，振搖 10 分鐘。濾過，取濾液 5 mL 轉移於另一試管中，加臨用製備 0.5% (w/v) 醋酸銅溶液 5 mL，靜置 10 分鐘。本品上層溶液不得顯綠色。

## 6. 浸出物(附錄 XI)

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 39.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

血竭素高氯酸鹽對照品儲備液 *Std-Stock* (400 mg/L)

精密稱取血竭素高氯酸鹽對照品 2.0 mg，溶解於 5 mL 乙醇中。

血竭素高氯酸鹽對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取血竭素高氯酸鹽對照品儲備液適量，以乙醇稀釋製成含血竭素高氯酸鹽分別為 10、40、100、200、400 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 100-mL 圓底燒瓶中，加乙醇 20 mL。加熱回流 1 小時，放冷至室溫，取提取液轉移於 50-mL 離心管中，離心 10 分鐘(約 3000 × g)，取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，殘渣用適量乙醇洗滌，合併提取液，加乙醇至刻度，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 440 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。流動相為 0.1% 三氟乙酸－乙腈 (63:37, v/v) 的混合溶液；流程約 15 分鐘。

## 系統適用性要求

將血竭素高氯酸鹽對照品溶液 Std-AS (100 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：血竭素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；血竭素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按血竭素峰計算應不低於 10000。

供試品測試中血竭素與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

## 標準曲綫

將血竭素高氯酸鹽系列對照品溶液 Std-AS 各 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以血竭素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。與血竭素高氯酸鹽對照品溶液 Std-AS 色譜圖中血竭素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中血竭素峰。二色譜圖中血竭素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血竭素的濃度 (mg/L)，並計算樣品中血竭素的百分含量 (血竭素高氯酸鹽的百分含量乘以換算系數 0.726，0.726 是血竭素和血竭素高氯酸鹽的摩爾質量比例)。

## 限度

按乾燥品計算，本品含血竭素 (C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>) 不少於 1.0%。