

綿馬貫眾

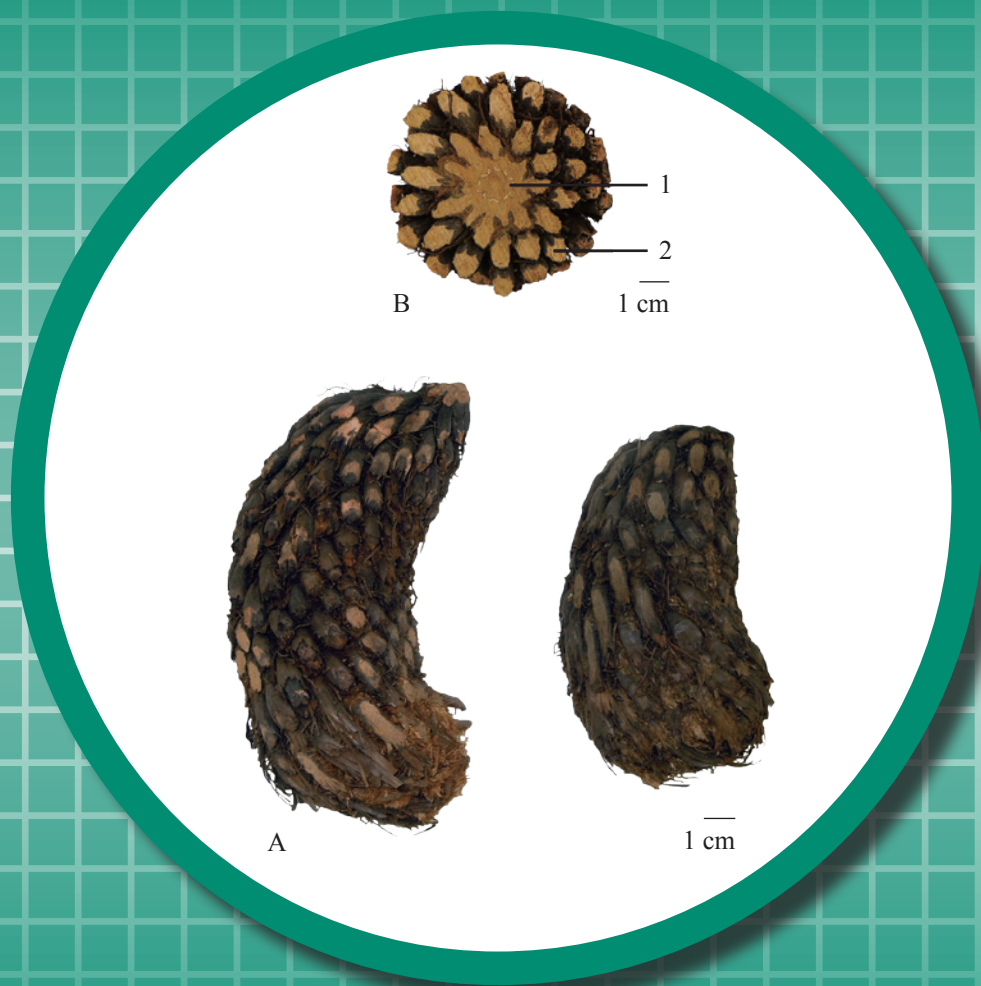


圖 1 綿馬貫眾外觀圖

A. 綿馬貫眾

B. 橫切面圖 (1. 根莖 2. 葉柄殘基)

1. 名稱

藥材正名：*Dryopteridis Crassirhizomatis* Rhizoma

中文名：綿馬貫眾

漢語拼音名：Mianmaguanzhong

2. 來源

本品為鱗毛蕨科植物粗莖鱗毛蕨 *Dryopteris crassirhizoma* Nakai 的乾燥根莖和葉柄殘基。秋季採挖，削去葉柄及鬚根，曬乾。

3. 性狀

本品呈長倒卵形，略彎曲，長 3-17.8 cm，直徑 22-95 mm。外部黃棕色至暗棕色，密被整齊排列的葉柄殘基和鱗片，並有彎曲的鬚根，鱗片易脫落。質硬，斷面略平坦，黃綠色至黃棕色，可見明顯的 5-13 個黃白色分體中柱排列成環，多數葉迹維管束散在於外部。葉柄殘基扁圓形，直徑 2-9 mm。質硬脆，斷面略平坦，黃綠色至黃棕色，5-13 個黃白色分體中柱排列成環。氣特異，味初淡澀，後苦、辛(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

根莖：厚壁組織由數層厚壁細胞組成，棕色至深棕色。基本組織薄壁細胞排列疏鬆，含有黃棕色物和澱粉粒。葉迹維管束散在於基本組織外側。分體中柱周韌型，5-13 個排列成環；每個外圍有一層內皮層細胞，凱氏點明顯。木質部由多角形管胞組成。間隙腺毛存在於細胞間隙，多破碎 [圖 2 (i)]。

葉柄基部：厚壁組織由幾層厚壁細胞組成，棕色至深棕色。基本組織薄壁細胞排列疏鬆，含有黃棕色物和澱粉粒。分體中柱周韌型，5-13個排列成環；每個外圍有一層內皮層細胞，凱氏點明顯。木質部由多角形管胞組成。間隙腺毛存在於細胞間隙，多破碎 [圖 2 (ii)]。

粉末

灰棕色至黃棕色。澱粉粒眾多，單粒類圓形、橢圓形或卵圓形，直徑 2-14 μm ，臍點和層紋不明顯；偏光顯微鏡下呈黑十字狀。厚壁細胞單個散在或成束，黃棕色或棕色，纖維狀，直徑 6-42 μm ；偏光顯微鏡下呈淡黃棕色。間隙腺毛單細胞，多破碎，完整者偶見，橢圓形或長卵圓形，基部延長，有的含有黃棕色分泌物。管胞主要為梯紋，少數為網紋，直徑 7-43 μm (圖 3)。

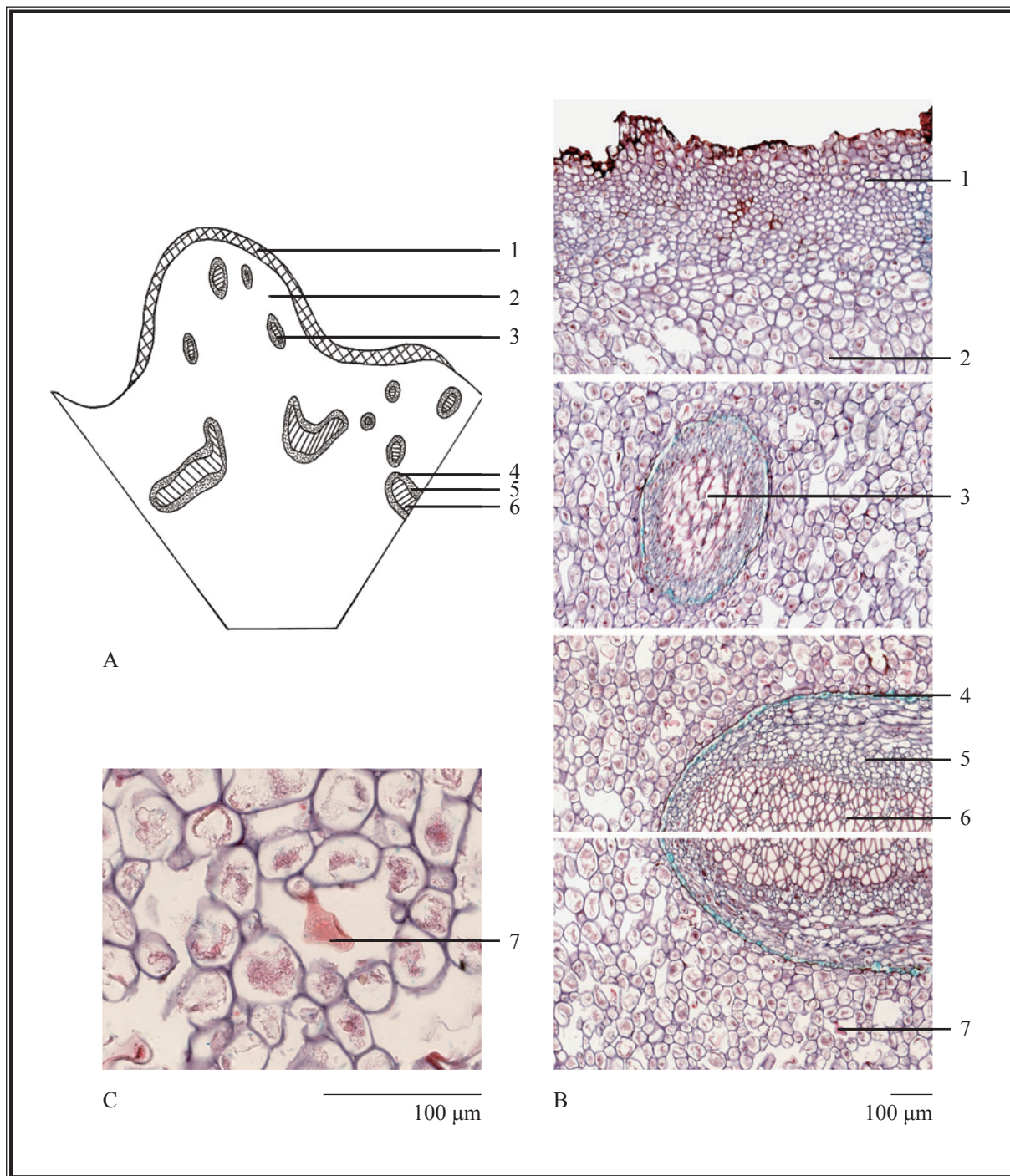


圖 2(i) 綿馬貫眾根莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 間隙腺毛

- 1. 厚壁組織
- 2. 基本組織
- 3. 葉迹維管束
- 4. 內皮層
- 5. 韌皮部
- 6. 木質部
- 7. 間隙腺毛

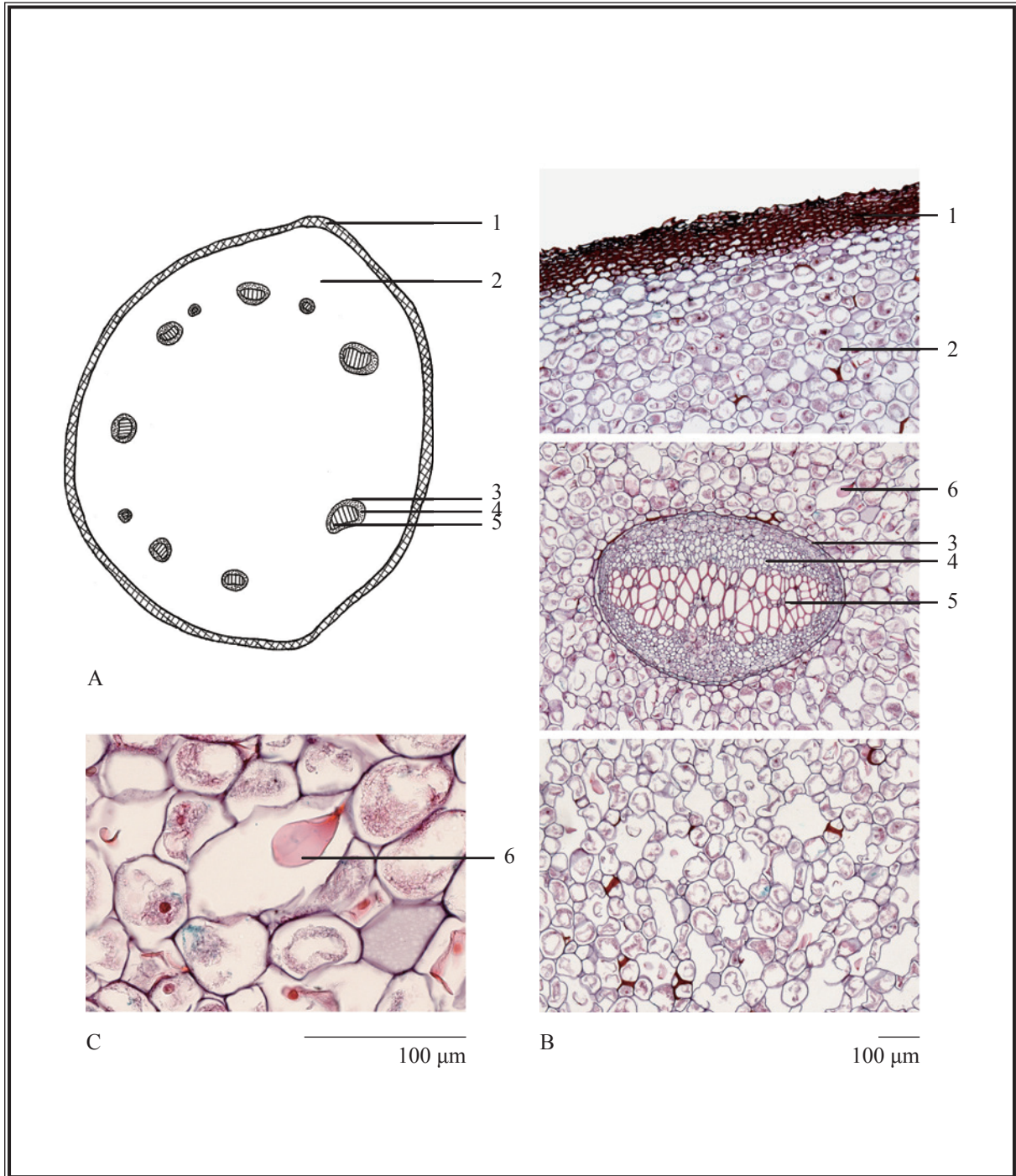


圖 2(ii) 綿馬貫眾葉柄基部橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 間隙腺毛

1. 厚壁組織 2. 基本組織 3. 內皮層 4. 韌皮部 5. 木質部 6. 間隙腺毛

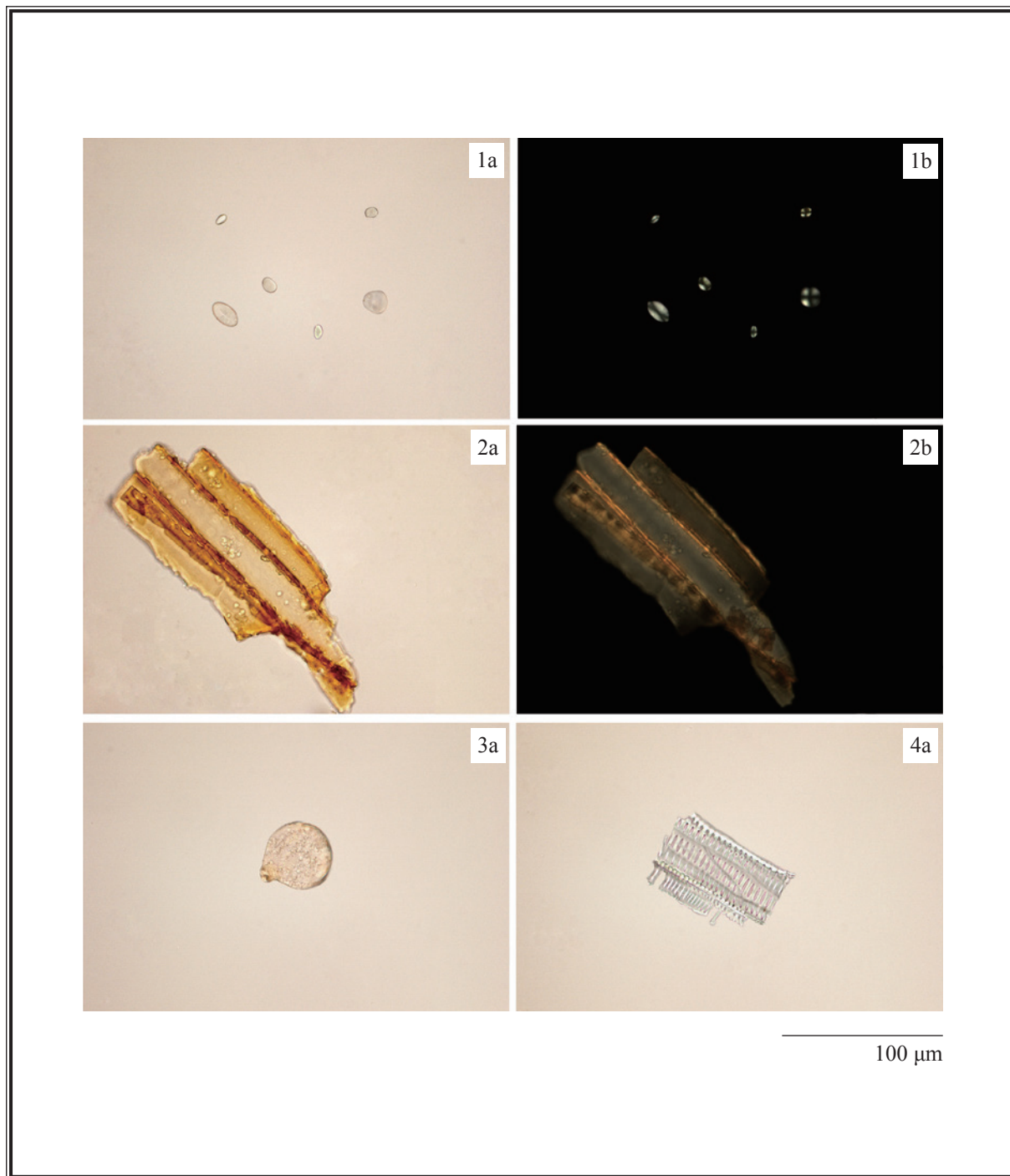


圖 3 綿馬貫眾粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 厚壁細胞 3. 間隙腺毛 4. 管胞

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
綿馬貫眾

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

東北貫眾素對照品溶液

取東北貫眾素對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 乙酸乙酯中。

展開劑

製備石油醚(60-80°C)－乙酸乙酯－冰醋酸(20:5:0.5, 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 0.5 g，置 15-mL 離心管中，加乙酸乙酯 10 mL，超聲(140 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 2800 × g)，用 0.45- μ 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。分別吸取東北貫眾素對照品溶液 4 μ L 和供試品溶液 2 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 6 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 3-5 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

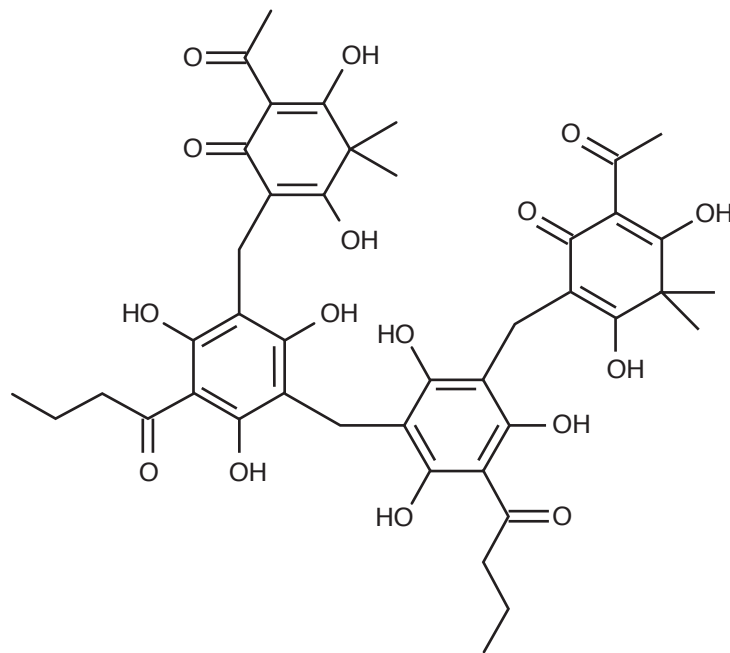


圖 4 東北貫眾素化學結構式

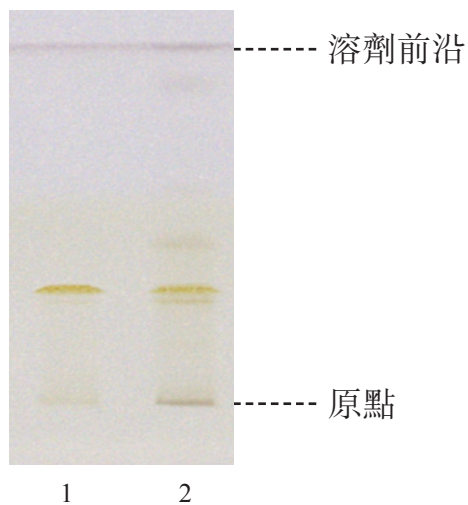


圖 5 綿馬貫眾提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)

1. 東北貫眾素對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與東北貫眾素色澤相同、 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)

試劑

0.1 M 檸檬酸溶液

取檸檬酸 9.6 g，溶解於 500 mL 水中。

0.1 M 磷酸氫二鈉溶液

取磷酸氫二鈉 17.8 g，溶解於 500 mL 水中。

磷酸氫二鈉 - 檸檬酸緩衝溶液 (pH 5.0)

精密吸取 0.1 M 磷酸氫二鈉溶液 50 mL、0.1 M 檸檬酸溶液 50 mL 和水 900 mL，置 1500-mL 燒杯中。用 0.1 M 檸檬酸溶液調 pH 值至 5.0。

提取溶液

取 L- 抗壞血酸 2.5 g，溶解於 100 mL 二甲基亞砷和 400 mL 甲醇的混合溶液中。臨用製備。

對照品溶液

東北貫眾素對照品溶液 Std-FP (100 mg/L)

取東北貫眾素對照品 0.5 mg，置 5-mL 量瓶中，溶解於 1 mL 二甲基亞砷中，加提取溶液至刻度。保持於約 -10°C。

供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加提取溶液 10 mL，超聲 (270 W) 處理 20 分鐘，離心 10 分鐘 (約 1800 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量提取溶液洗滌，離心 10 分鐘 (約 1800 × g)，合併上清液，加提取溶液至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。臨用製備。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 302 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ 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)	甲醇 (%, v/v)	磷酸氫二鈉 - 檸檬 酸緩衝溶液 (pH 5.0) (%, v/v)	洗脫
0 - 60	70 → 100	30 → 0	綫性梯度

系統適用性要求

吸取東北貫眾素對照品溶液 Std-FP 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：東北貫眾素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；東北貫眾素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按東北貫眾素峰計算應不低於 15000。

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

分別吸取東北貫眾素對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中東北貫眾素峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 6 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 色譜圖中東北貫眾素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中東北貫眾素峰。二色譜圖中東北貫眾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。

綿馬貫眾提取液 6 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 綿馬貫眾提取液 6 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	0.73	± 0.03
2	0.84	± 0.03
3	0.91	± 0.03
4（指標成份峰，東北貫眾素）	1.00	-
5	1.15	± 0.03
6	1.68	± 0.03

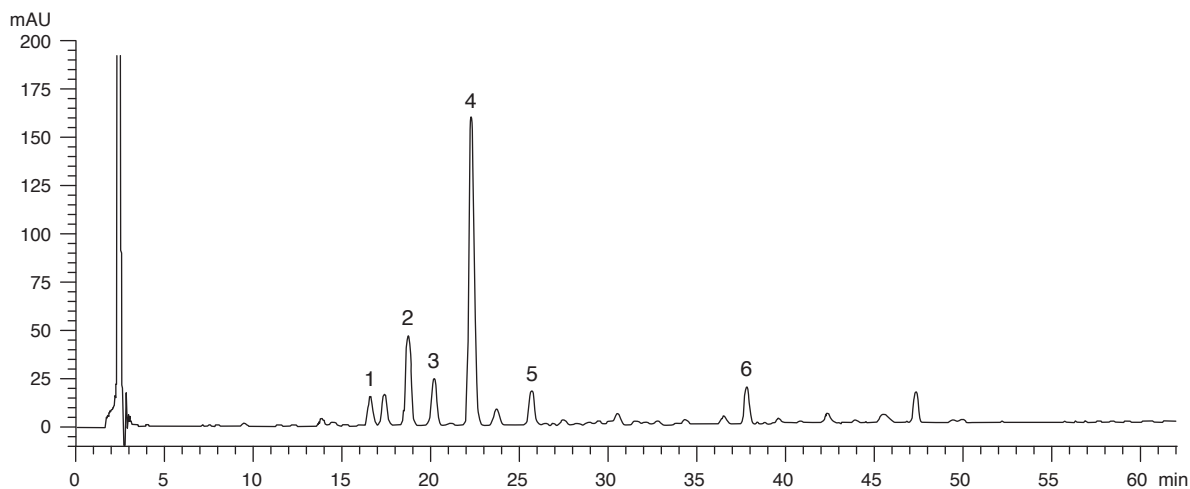


圖 6 綿馬貫眾提取液對照指紋圖譜

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 6 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 4.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

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(熱浸法)：不少於 22.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 28.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

試劑

0.1 M 檸檬酸溶液

取檸檬酸 9.6 g，溶解於 500 mL 水中。

0.1 M 磷酸氫二鈉溶液

取磷酸氫二鈉 17.8 g，溶解於 500 mL 水中。

磷酸氫二鈉－檸檬酸緩衝溶液(pH 5.0)

精密吸取 0.1 M 磷酸氫二鈉溶液 50 mL、0.1 M 檸檬酸溶液 50 mL 和水 900 mL，置 1500-mL 燒杯中。用 0.1 M 檸檬酸溶液調 pH 值至 5.0。

提取溶液

取 L- 抗壞血酸 2.5 g，溶解於 100 mL 二甲基亞砷和 400 mL 甲醇的混合溶液中。臨用製備。

對照品溶液

東北貫眾素對照品儲備液 *Std-Stock* (400 mg/L)

精密稱取東北貫眾素對照品 2.0 mg，置 5-mL 量瓶中，溶解於 1 mL 二甲基亞砷中，加提取溶液至刻度。保持於約 -10°C。

東北貫眾素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取東北貫眾素對照品儲備液適量，以提取溶液稀釋製成含東北貫眾素分別為 20、40、100、200、400 mg/L 系列的對照品溶液。保持於約 -10°C。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加提取溶液 10 mL，超聲(270 W)處理 20 分鐘，離心 10 分鐘(約 1800 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量提取溶液洗滌，離心 10 分鐘(約 1800 × g)，合併上清液，加提取溶液至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。臨用製備。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 302 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm) 填充柱；柱溫 30°C；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)	甲醇 (%, v/v)	磷酸氫二鈉－檸檬 酸緩衝溶液(pH 5.0) (%, v/v)	洗脫
0－60	70 → 100	30 → 0	綫性梯度

系統適用性要求

將東北貫眾素對照品溶液 Std-AS (100 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：東北貫眾素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；東北貫眾素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按東北貫眾素峰計算應不低於 15000。

供試品測試中東北貫眾素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將東北貫眾素系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以東北貫眾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 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與東北貫眾素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中東北貫眾素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中東北貫眾素峰。二色譜圖中東北貫眾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東北貫眾素的濃度(mg/L)，並計算樣品中東北貫眾素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含東北貫眾素(C₄₃H₄₈O₁₆)不少於 2.0%。