

皂角刺

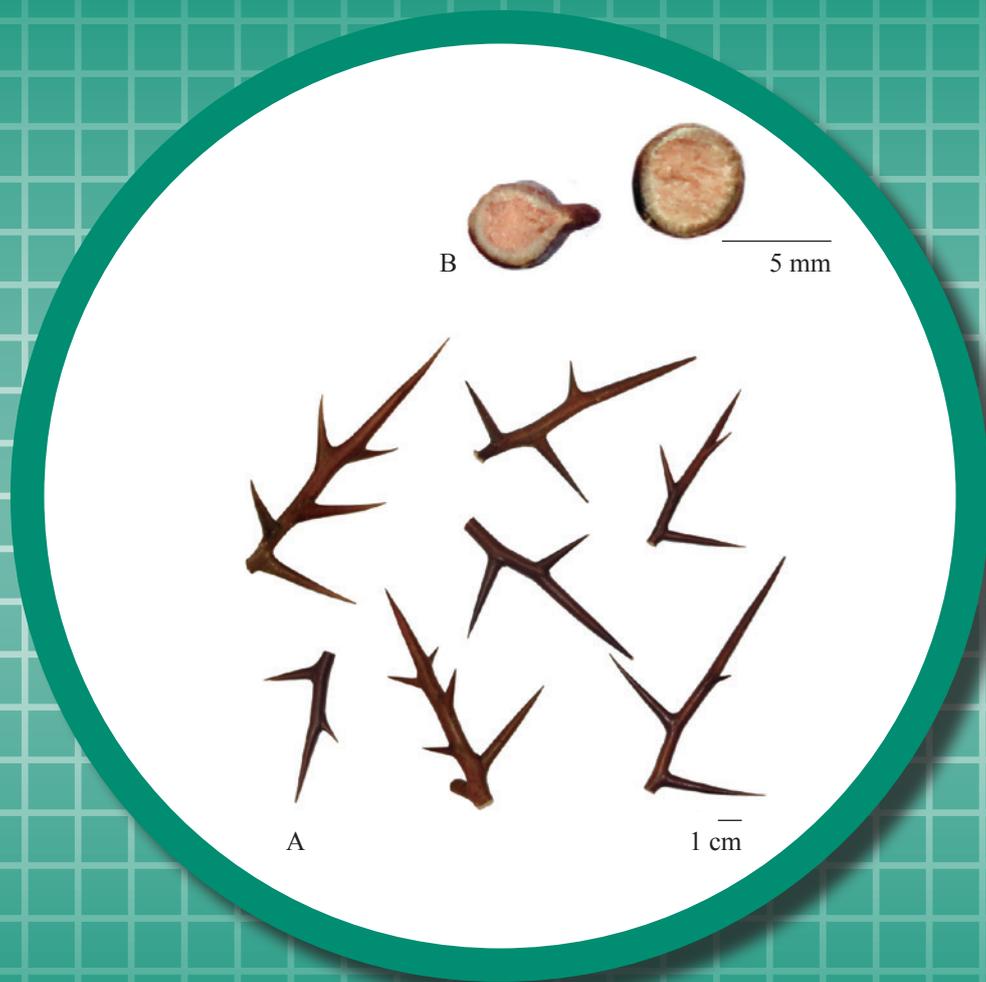


圖 1 皂角刺外觀圖

A. 皂角刺 B. 主刺橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Gleditsiae Spina

中文名：皂角刺

漢語拼音名：Zaojiaoci

2. 來源

本品為豆科植物皂莢 *Gleditsia sinensis* Lam. 的乾燥棘刺。全年均可採收，曬乾；或趁鮮切片，曬乾。

3. 性狀

本品棘刺(主刺和1-2次分枝)，紅棕色至暗棕色。主刺長圓錐形，長0.5-17.2 cm，直徑1-9 mm，刺端尖銳。分枝刺長0.3-6.4 cm。表面光滑或有細皺紋。斷面纖維性，木部黃白色至黃棕色，髓部疏鬆，呈淡紅棕色。質硬而輕。氣微，味淡(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

表皮細胞1列，外被角質層，單細胞非腺毛偶見。皮層由2-3層薄壁細胞組成，有的含紅棕色物。中柱鞘纖維束斷續成環，周圍的薄壁細胞有的含草酸鈣方晶，草酸鈣簇晶少見。石細胞單個散在或2-3個成群。韌皮部窄。木質部由木化細胞組成，木射線由1-2列細胞組成。髓部寬廣，部分薄壁細胞含紅棕色物(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
皂角刺

粉末

黃棕色至紅棕色。草酸鈣方晶類長方形或形狀不規則，直徑 3-22 μm ；偏光顯微鏡下呈亮白色或多彩狀。草酸鈣簇晶偶見；偏光顯微鏡下呈多彩狀。石細胞散在或 2-3 個成群，長圓形或類圓形，長 17-120 μm ，直徑 11-58 μm ，壁增厚，孔溝明顯，可見層紋；偏光顯微鏡下呈亮白色或黃白色。纖維單個或成束，單個纖維細長，直徑 4-35 μm ，部分纖維束旁的細胞含有草酸鈣方晶，形成晶纖維；偏光顯微鏡下呈黃白色。表皮細胞表面觀呈類方形或多角形，內含黃棕色物。非腺毛偶見，單細胞，表面有疣狀突起。導管少見，主要為螺紋導管(圖 3)。

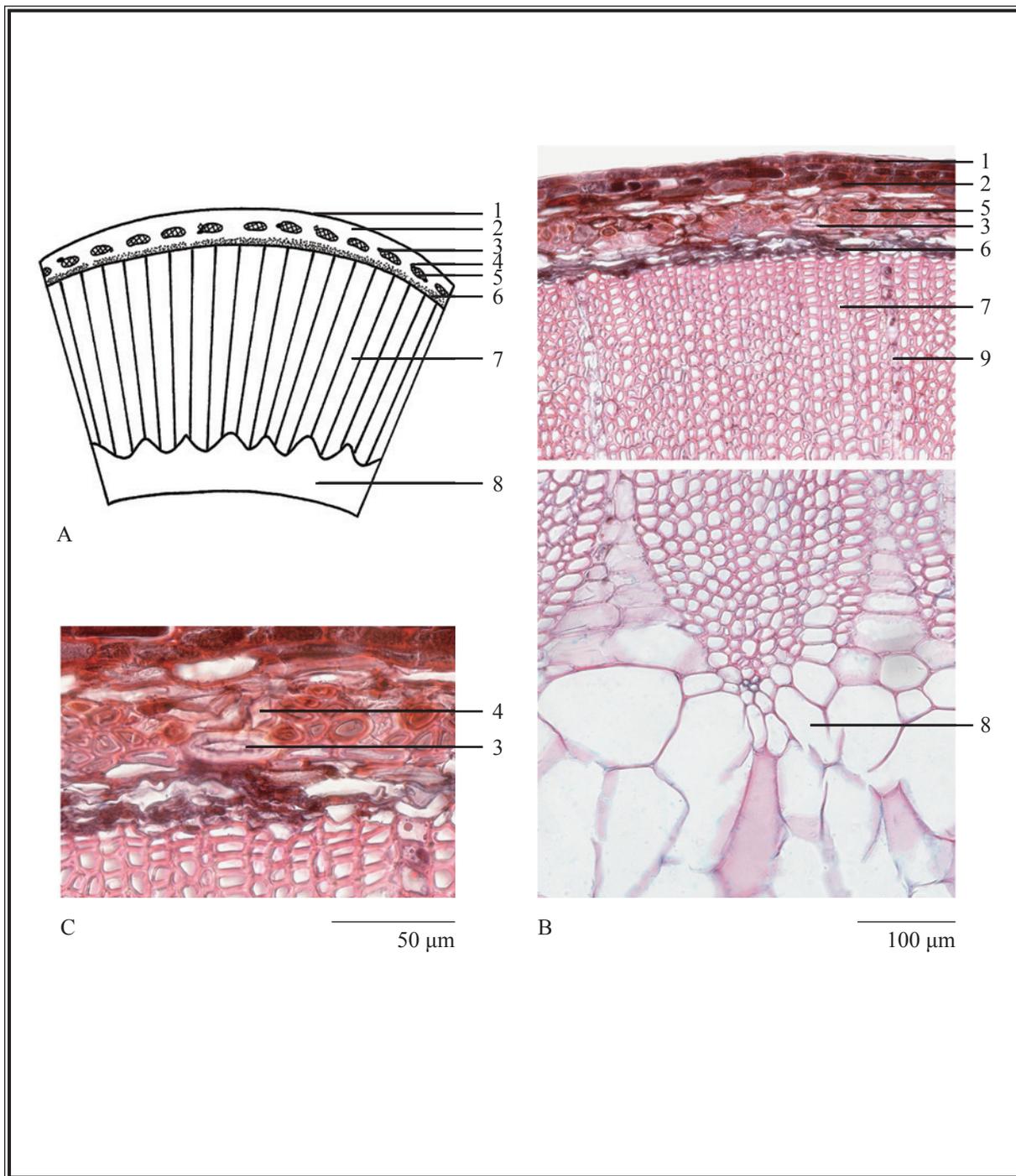


圖 2 皂角刺橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣方晶和石細胞

- 1. 表皮 2. 皮層 3. 石細胞 4. 草酸鈣方晶 5. 中柱鞘纖維束
- 6. 韌皮部 7. 木質部 8. 髓 9. 木射線

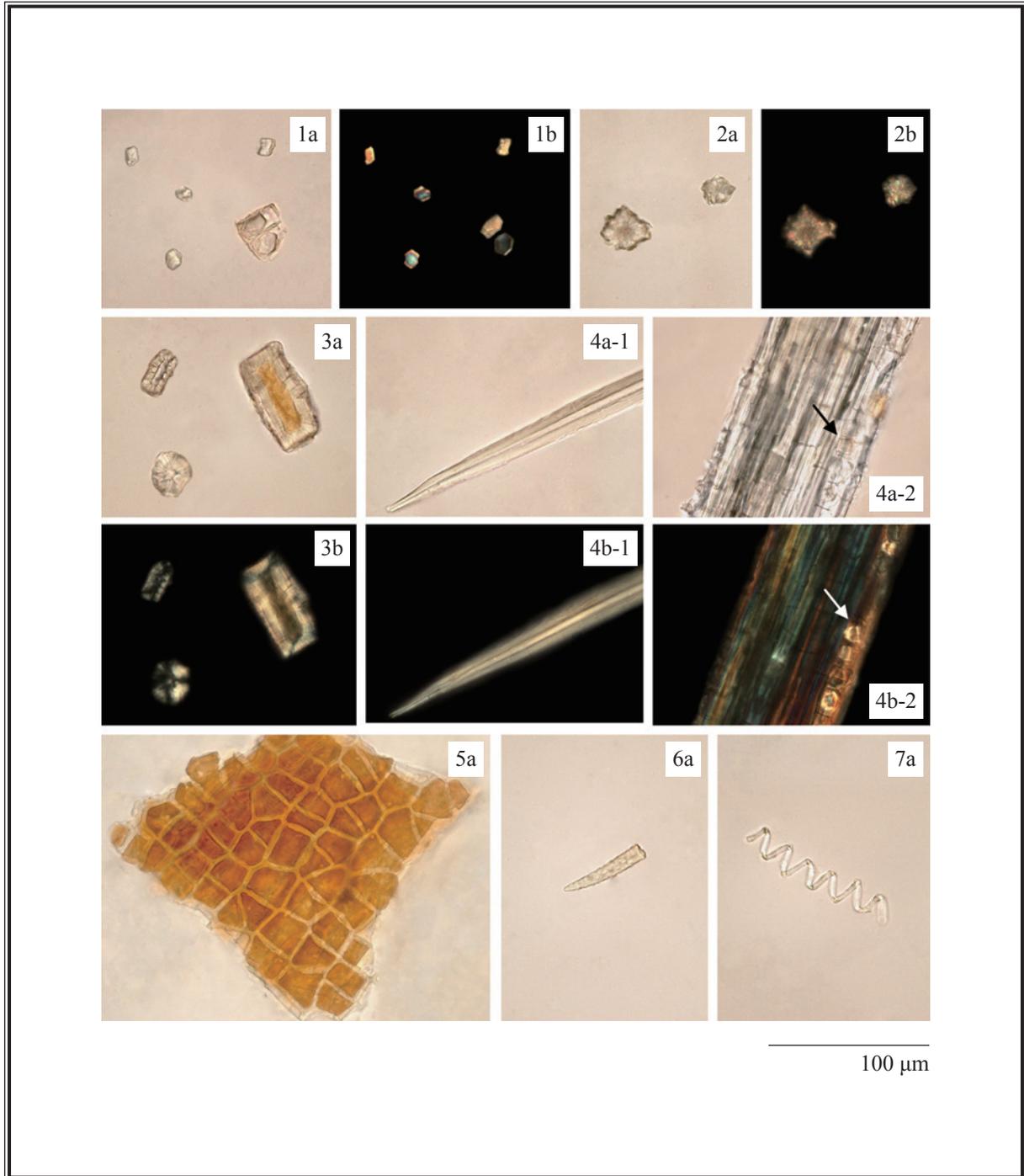


圖 3 皂角刺粉末顯微特徵圖

1. 草酸鈣方晶 2. 草酸鈣簇晶 3. 石細胞
4. 纖維 (4-1 纖維, 4-2 晶纖維, 草酸鈣方晶 →)
5. 表皮細胞 6. 非腺毛 7. 導管

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

花旗松素對照品溶液

取花旗松素對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－正己烷－冰醋酸(15:10:1, v/v)的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 5.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 40 mL，超聲(140 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 $2800 \times g$)。取上清液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 10 mL 水，轉移於 50-mL 離心管中，加乙酸乙酯 10 mL，離心 10 分鐘(約 $2800 \times g$)。取上清液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 甲醇，用 0.45- μm 微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取花旗松素對照品溶液和供試品溶液各 4 μL ，點於同一高效硅膠 F_{254} 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。置紫外光(254 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

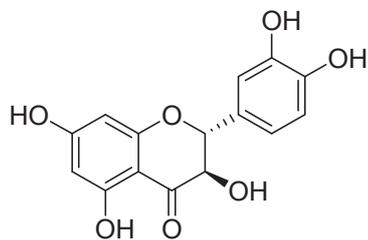


圖 4 花旗松素化學結構式

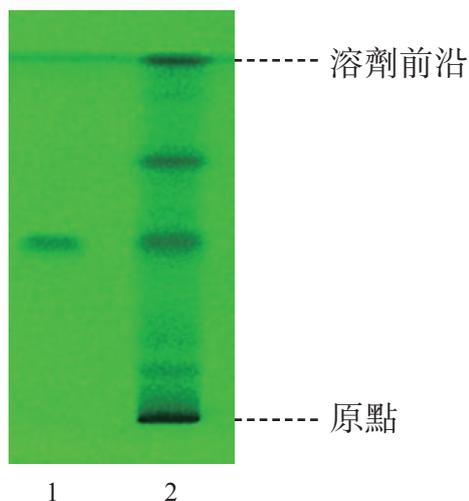


圖 5 皂角刺提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 花旗松素對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與花旗松素色澤相同、 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)

對照品溶液

花旗松素對照品溶液 *Std-FP* (10 mg/L)

取花旗松素對照品 0.5 mg，溶解於 50 mL 70% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 甲醇 10 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 $3500 \times g$)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 70% 甲醇洗滌，離心 10 分鐘(約 $3500 \times g$)，合併上清液，加 70% 甲醇至刻度，用 0.45- μm 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 288 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 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 – 50	88 → 75	12 → 25	綫性梯度

系統適用性要求

吸取花旗松素對照品溶液 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：花旗松素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；花旗松素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按花旗松素峰計算應不低於 20000。

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 6)。

操作程序

分別吸取花旗松素對照品溶液 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 色譜圖中花旗松素峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 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 色譜圖中花旗松素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中花旗松素峰。二色譜圖中花旗松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。

皂角刺提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 皂角刺提取液 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，花旗松素)	1.00	-
2	1.05	± 0.03
3	1.10	± 0.03

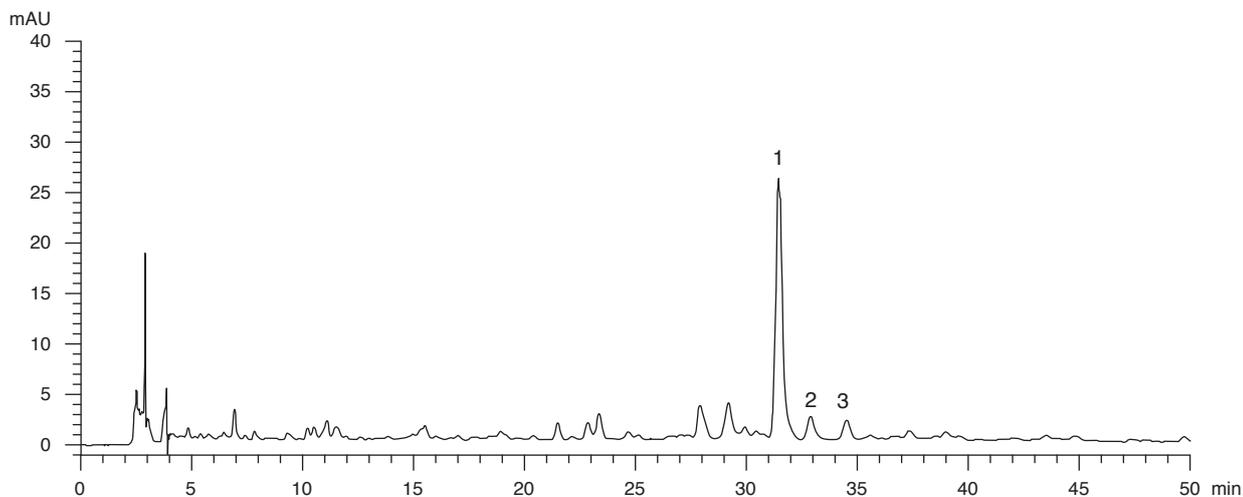


圖 6 皂角刺提取液對照指紋圖譜

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 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 3.0%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 14.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 4.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 4.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

花旗松素對照品儲備液 *Std-Stock* (500 mg/L)

精密稱取花旗松素對照品 5.0 mg，溶解於 10 mL 70% 甲醇中。

花旗松素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取花旗松素對照品儲備液適量，以 70% 甲醇稀釋製成含花旗松素分別為 2.5、5、10、50、100 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 甲醇 10 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 3500 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 70% 甲醇洗滌，離心 10 分鐘(約 3500 × g)，合併上清液，加 70% 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 288 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 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 50	88 → 75	12 → 25	綫性梯度

系統適用性要求

將花旗松素對照品溶液 Std-AS (10 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：花旗松素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；花旗松素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按花旗松素峰計算應不低於 20000。

供試品測試中花旗松素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲線

將花旗松素系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以花旗松素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。與花旗松素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中花旗松素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中花旗松素峰。二色譜圖中花旗松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花旗松素的濃度 (mg/L)，並計算樣品中花旗松素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含花旗松素 ($C_{15}H_{12}O_7$) 不少於 0.063%。