北葶藶子

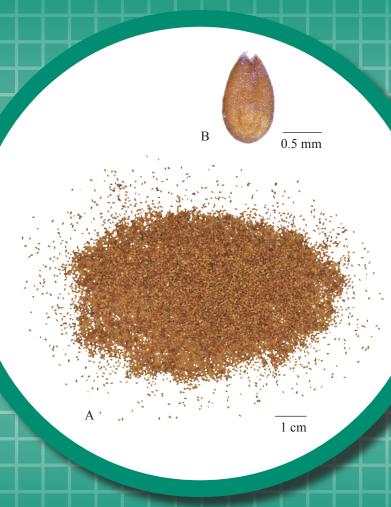


圖1 北葶藶子外觀圖

A. 北葶藶子 B. 種子放大圖

Alpiniae Oxyphyllae Fructus

olygoni Orientalis Fructus

胡黄連

北葶藶子

1. 名稱

藥材正名:Lepidii Semen

中文名:北葶藶子

漢語拼音名:Beitinglizi

2. 來源

本品為十字花科植物獨行菜 Lepidium apetalum Willd. 的乾燥成熟種子。夏季果實成熟時採集,曬乾,收集種子,除去雜質。

3. 性狀

本品呈卵形,略扁,長 0.9-1.2 mm,寬 0.6-0.9 mm。表面棕色至紅棕色,略有光澤,有多數細小顆粒狀突起和兩條淺縱溝,其中一條較為明顯。一端鈍圓,另一端尖而微凹,種臍不明顯。氣微,味微辛辣,黏性較強(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

横切面

種皮外表皮由 1 列黏液細胞組成,內壁增厚向外延伸出纖維素柱。纖維素柱傾斜,延長,邊緣可見黏液質紋理,種皮內表皮由 1 列類方形的細胞組成,內壁與側壁增厚,強木化。胚乳由 1 列扁平的細胞組成,含糊粉粒。子葉 2 片,與胚根一同佔種子的主要部分(圖 2)。

Rosae Laevigatae Fructus

Buddlejae Flos 密蒙花 覆盆子

Sennae Foliu 番瀉葉

豬牙皂

川裸丁
Toosendan Fructus

Cyathulae Radix 川牛膝

北葶藶子

粉末

黄棕色。種皮外表皮細胞由 1 列黏液細胞組成,無色或淡黄色,側面觀長方形,內壁增厚,向外延伸成纖維素柱,纖維素柱長 15-46 μm,頂端傾斜、延長或平截,外圍可見黏液質紋理;表面觀圓多角形,直徑 25-56 μm,可見纖維素柱位於中心,外圍可見黏液質紋理。種皮內表皮細胞側面觀 1 列,黄色或紅棕色,側壁不均匀增厚;表面觀多角形、類方形,有時呈長多角形,直徑 14-40 μm,壁厚 2-6 μm,胞腔類圓形至多角形。胚乳細胞無色,斷面觀呈扁平方形,表面觀多角形,壁微增厚,含糊粉粒和油滴。子葉細胞呈不規則多角形(圖 3)。

Cristatae Flos

Genkwa Flos Ac

canthopanacis Cortex

北葶藶子

Alpiniae Oxyphyllae Fructus

水紅花子

icrorhizae Rhizoma

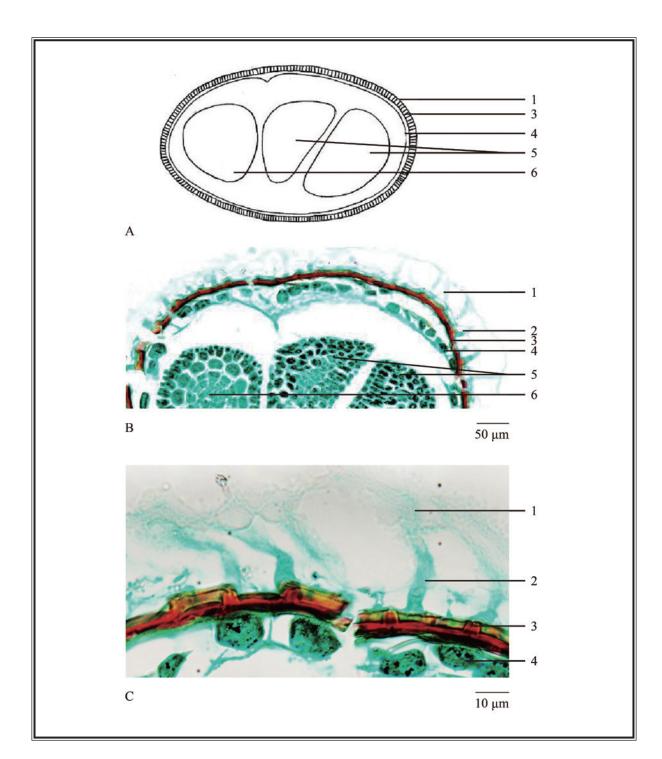
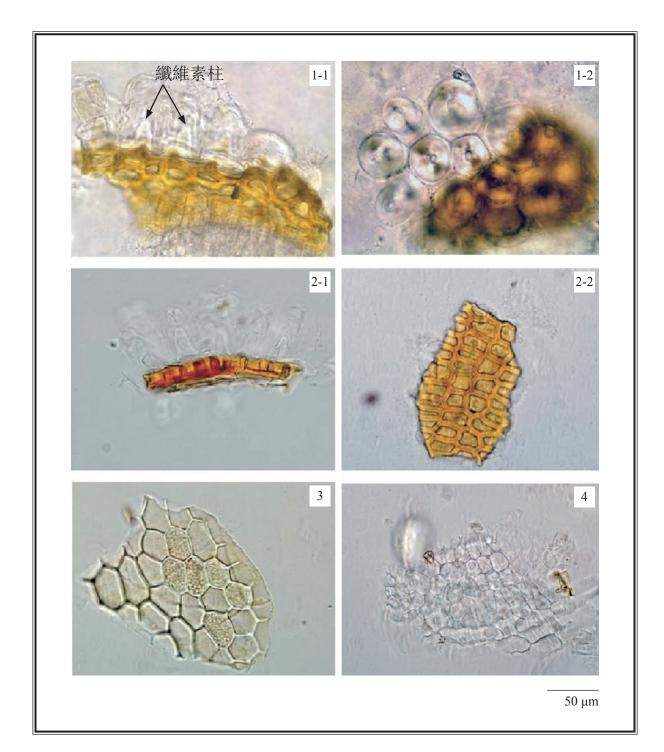


圖 2 北葶藶子橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 種皮放大圖
- 1. 種皮外表皮 2. 纖維素柱 3. 種皮內表皮 4. 胚乳 5. 子葉 6. 胚根

北葶藶子



北葶藶子粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

- 1. 種皮外表皮細胞(1-1 側面觀, 1-2 表面觀)
- 2. 種皮內表皮細胞(2-1 側面觀, 2-2 表面觀)
- 3. 胚乳細胞 4. 子葉細胞

北葶藶子

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

芥子酸對照品溶液

取芥子酸對照品(圖 4) 1.0 mg,溶解於 10 mL 甲醇中。

展開劑

製備正己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(10:6:1, v/v)的混合溶液。

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 (220 W) 處理 30 分鐘。濾過,取濾液轉移於 <math>250-mL 圓底燒瓶中,用旋轉蒸發器減壓蒸乾,殘渣溶於 1 mL 甲醇,即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取芥子酸對照品溶液 3 μ L 和供試品溶液 4 μ L,點於同一高效硅膠 F_{254} 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 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_{ϵ} 值。

圖4 化學結構式 (i)槲皮素 (ii)芥子酸

Buddlejae Flo 密蒙花 覆盆子

J Sen :us

ennae Foliur 番瀉葉

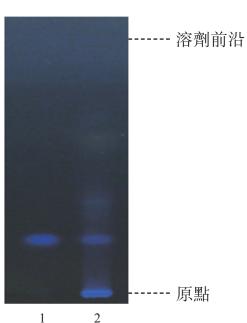
豬牙皂

川楝丁

Cyathulae Radix 川牛膝

北葶藶子





- **圖 5** 北葶藶子提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 366 nm 下檢視)
- 1. 芥子酸對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與芥子酸色澤相同、 $R_{\rm f}$ 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

芥子酸對照品溶液 Std-FP (50 mg/L) 取芥子酸對照品 0.5 mg ,溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g,置 50-mL 錐形瓶中,加 50% 甲醇 20 mL,超聲 (180 W) 處理 30 分鐘。濾過,取濾液轉移於 <math>25-mL 量瓶中,加 50% 甲醇至刻度,用 0.45-um 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 324 nm;4.6 × 250 mm 十八 烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱;流速約 1.0 mL/min。流動相為 0.1% 醋酸 – 乙腈(87:13, ν v) 的混合溶液;流程約 60 分鐘。

系統適用性要求

吸取芥子酸對照品溶液 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:芥子酸的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%;芥子酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%;理論塔板數按芥子酸峰計算應不低於10000。

供試品測試中2號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.0(圖6)。

操作程序

分別吸取芥子酸對照品溶液 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 色譜圖中芥子酸峰的保留時間,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,與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中芥子酸峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中芥子酸峰。二色譜圖中芥子酸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。

北葶藶子提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表1 北葶藶子提取液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	0.74	± 0.03
2 (指標成份峰,芥子酸)	1.00	-
3	1.15	± 0.03

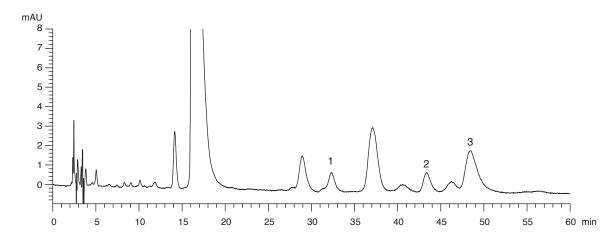


圖 6 北葶藶子提取液對照指紋圖譜

Buddlejae Flo 密蒙花 覆盆子

Sennae Foliu 番瀉葉

豬牙皂

ハイ木 J Toosendan Fructus Cyathulae Radix 川牛膝

北葶藶子

ileditsiae Spina Gleditsiae Fructus Abnormalis

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 黃曲霉毒素 (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 7.0%。
- 5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分:不多於 7.5%。

酸不溶性灰分:不多於 3.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法:不多於 9.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法): 不少於 8.0%。 醇溶性浸出物(冷浸法): 不少於 10.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液

槲皮素對照品儲備液 Std-Stock (100 mg/L) 精密稱取槲皮素對照品(圖 4) 0.5 mg,溶解於 5 mL 甲醇中。

5

馬貫眾 Gonkwa E

Acanthopanacis Corte

肉木

Fructus

Alpiniae Oxyphyllae Fruct

llygoni Orientalis Fructus 水紅花子

icrorhizae Rhizoma

北葶藶子

槲皮素對照品溶液 Std-AS

精密吸取槲皮素對照品儲備液適量,以甲醇稀釋製成含槲皮素分別為1、10、20、30、40 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 100-mL 圓底燒瓶中,加甲醇 30 mL 和鹽酸 0.5 mL,加熱回流 2 小時,冷卻至室溫。濾過,取濾液轉移於 50-mL 量瓶中,殘渣用甲醇洗滌 2 次,每次 10 mL。濾過,合併濾液,加甲醇至刻度,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 370 nm; 4.6×250 mm 十八烷基 鍵合硅膠($5 \mu m$) 填充柱;流速約 1.0 mL/min。流動相為 0.4% 磷酸 – 甲醇 (50:50, v/v)的混合溶液;流程約 25 分鐘。

系統適用性要求

將槲皮素對照品溶液 Std-AS (20 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: 槲皮素的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%; 槲皮素峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%; 理論塔板數按槲皮素峰計算應不低於5000。

供試品測試中槲皮素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將槲皮素系列對照品溶液 Std-AS 各 $10~\mu L$,注入液相色譜儀,並記錄色譜圖。以槲皮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。與槲皮素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中槲皮素峰的保留時間比較, 鑒定供試品溶液色譜圖中槲皮素峰。二色譜圖中槲皮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槲皮素的濃度(mg/L), 並計算樣品中槲皮素的百分含量。

限度

按乾燥品計算,本品含槲皮素 $(C_{15}H_{10}O_7)$ 不少於 0.10%。