

地骨皮



圖 1 地骨皮外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Lycii Cortex

中文名：地骨皮

漢語拼音名：Digupi

2. 來源

本品為茄科植物枸杞 *Lycium chinense* Mill. 的乾燥根皮。春初或秋後採挖根部，洗淨，剝去根皮，曬乾。

3. 性狀

本品呈筒狀、槽狀或形狀不規則，長 3-12 cm，直徑 5-30 mm，厚 1-5 mm。外表面灰黃色至棕黃色，粗糙，疏鬆，有不規則縱裂紋，表皮易剝落。內表面黃白色至灰黃色，較平坦，有細縱紋。體輕，質脆，易折斷，斷面不平坦，外層黃棕色，內層灰白色。氣微。味微甘而後苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

外層為較厚的落皮層，木栓層為 4-10 餘列扁平的細胞，切向延長。皮層窄，細胞長圓形，有裂隙。韌皮部寬，韌皮射線大多 1 列細胞寬。纖維偶見，大多單個散在，壁厚，木化。薄壁細胞含大量草酸鈣砂晶(圖 2)。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花

沙苑子 Astragali Complanati Semen

Solidaginis Herba
一枝黃花

Buddlejæ Flos
密蒙花

覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺 Gleditsiæ Spina

Sennæ Folium
番瀉葉

鬱金 Curcumæ Radix

豬牙皂

Gleditsiæ Fructus Abnormalis

川楝子

Toosendan Fructus

Cyathulæ Radix
川牛膝

地骨皮

粉末

灰白色。澱粉粒眾多，單粒類圓形或橢圓形，直徑 2-10 μm ；偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒通常由 2 或多個分粒組成。草酸鈣砂晶眾多，散在或存於薄壁細胞中，略呈箭頭狀，極微細；偏光顯微鏡下呈藍色或亮白色。纖維單個散在或成束，淡黃色或淡棕色，梭形或細長梭形，直徑 5-29 μm 。木栓細胞淡棕色或棕色，多角形或方形(圖 3)。

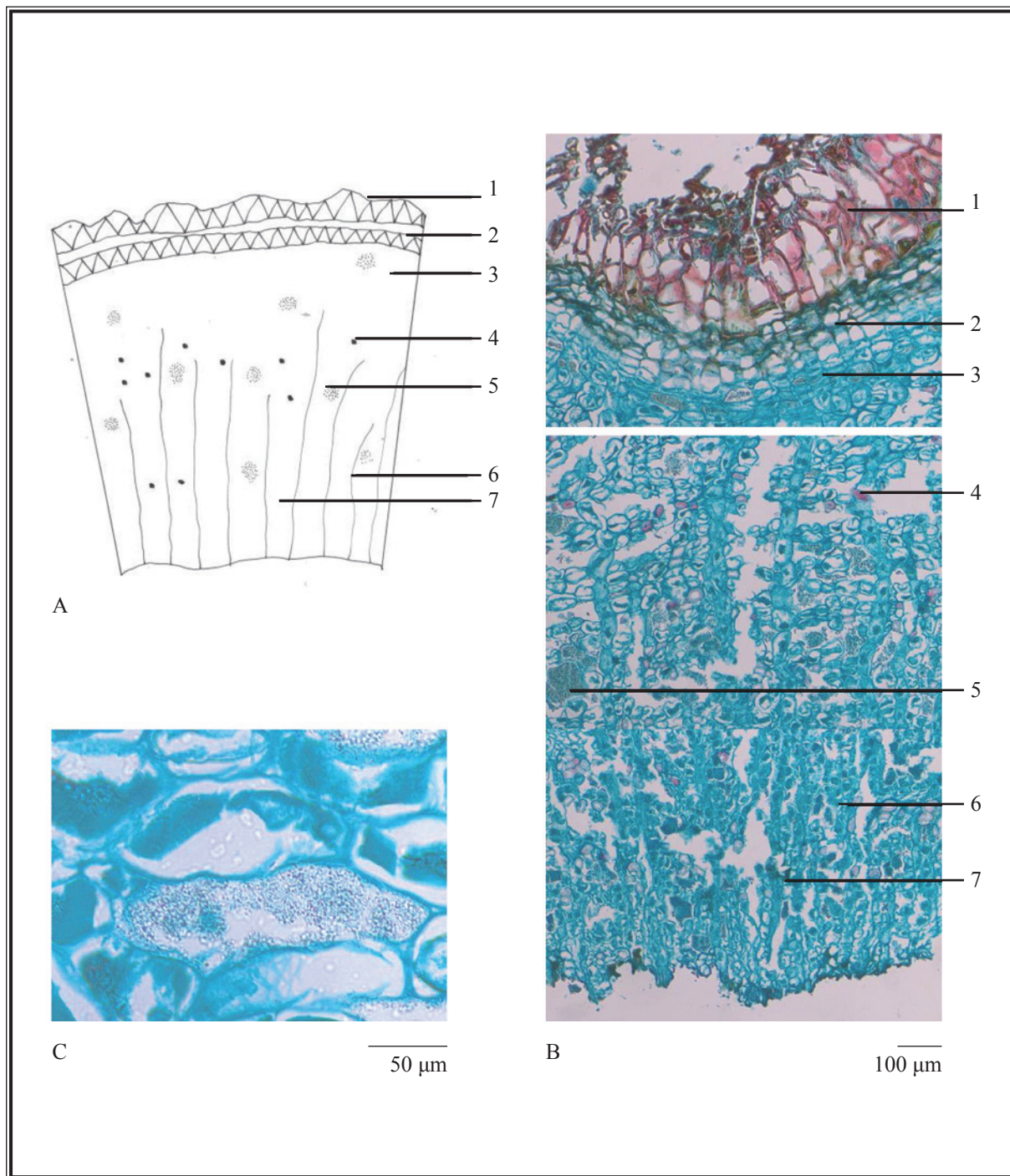


圖 2 地骨皮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣砂晶

- 1. 落皮層
- 2. 木栓層
- 3. 皮層
- 4. 纖維
- 5. 草酸鈣砂晶
- 6. 韌皮射線
- 7. 韌皮部

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

Gleditsiae Fructus Abnormalis

鬱金 Curcumae Radix

豬牙皂

沙苑子 Astragali Complanati Semen

川楝子

Toosendan Fructus

Solidaginis Herba

一枝黃花

Cyathulae Radix

川牛膝

地骨皮

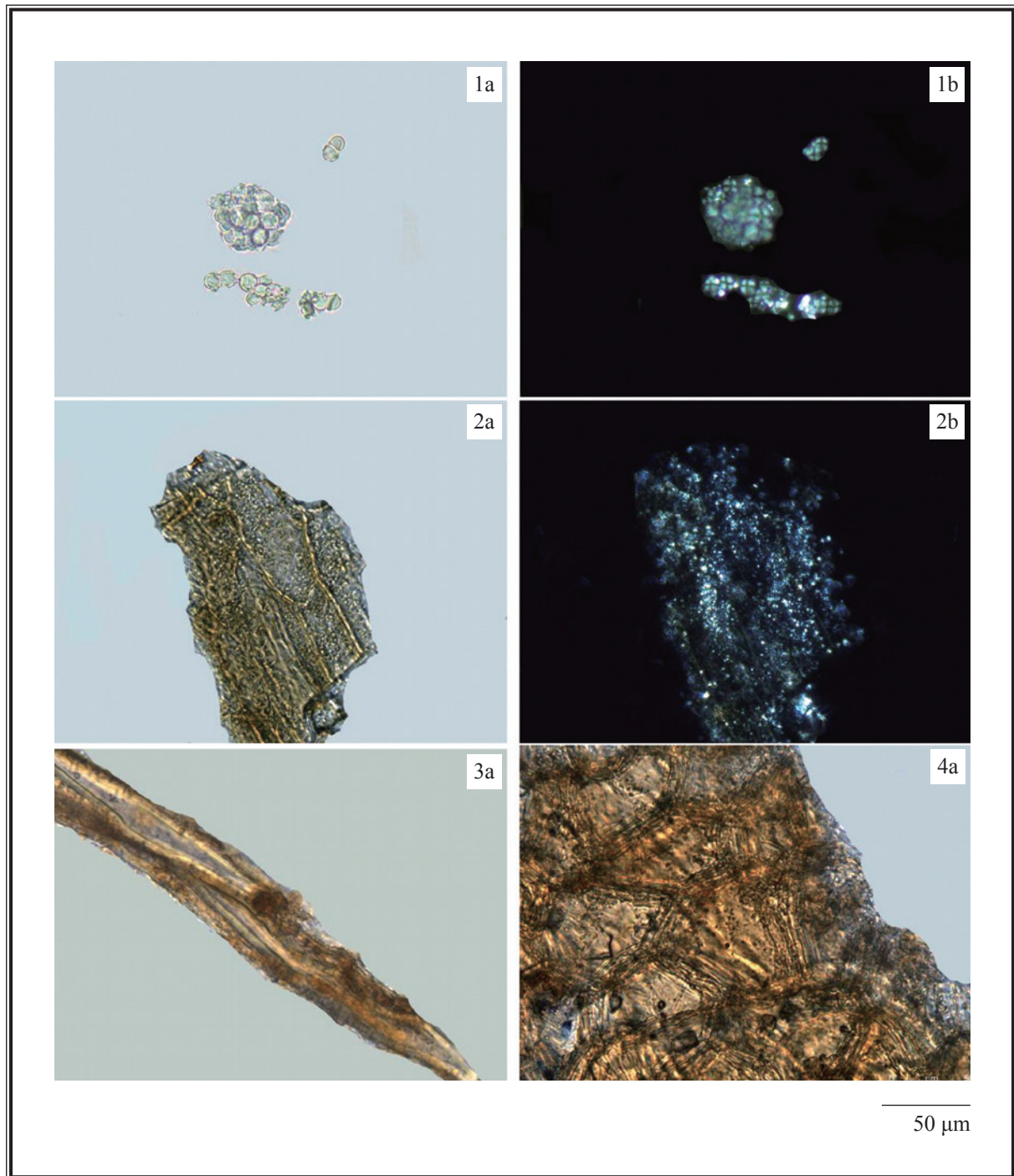


圖 3 地骨皮粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 草酸鈣砂晶 3. 纖維 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

東莨菪素對照品溶液

取東莨菪素對照品(圖 4) 0.5 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－環己烷－冰醋酸 (6:5:0.2, v/v) 的混合溶液。

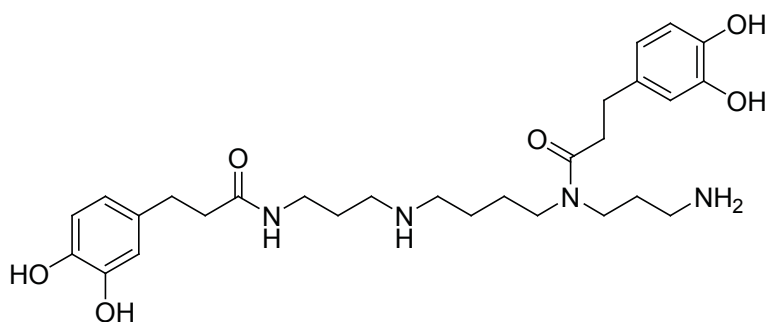
供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲(350 W) 處理 30 分鐘，濾過。取濾液轉移於 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，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取東莨菪素對照品溶液 2 μ L 和供試品溶液 5 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。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

(i)



(ii)

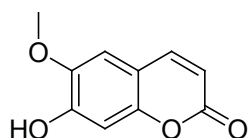


圖 4 化學結構式 (i) 地骨皮乙素 (ii) 東莨菪素

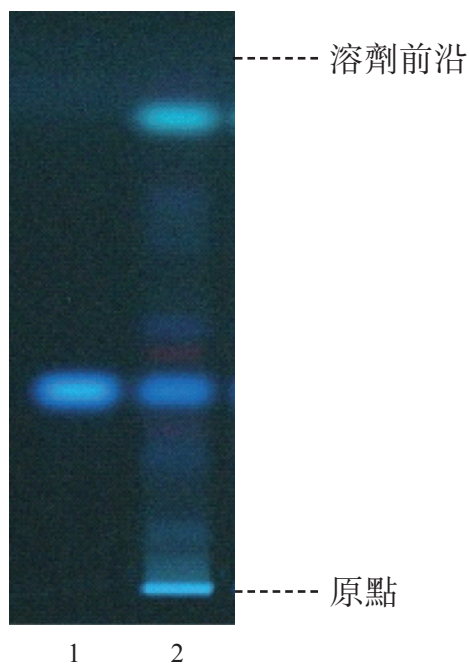


圖 5 地骨皮提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 東莨菪素對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與東莨菪素色澤相同、 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

地骨皮乙素對照品溶液 *Std-FP* (370 mg/L)

取地骨皮乙素對照品(圖 4) 3.7 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇和 0.5% 醋酸的混合溶液中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇和 0.5% 醋酸的混合溶液 20 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 280 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 填充柱；柱溫 40°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)	0.15% 三氟乙酸 (%, v/v)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	88	12	等度
10 – 20	88 → 84	12 → 16	綫性梯度
20 – 40	84	16	等度
40 – 60	84 → 78	16 → 22	綫性梯度

系統適用性要求

吸取地骨皮乙素對照品溶液 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：地骨皮乙素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；地骨皮乙素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按地骨皮乙素峰計算應不低於 10000。

供試品測試中 2 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取地骨皮乙素對照品溶液 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 色譜圖中地骨皮乙素峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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 色譜圖中地骨皮乙素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中地骨皮乙素峰。二色譜圖中地骨皮乙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。

地骨皮提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 地骨皮提取液 4 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	0.47	± 0.03
2 (指標成份峰, 地骨皮乙素)	1.00	-
3 (地骨皮甲素)	1.11	± 0.03
4	1.26	± 0.03

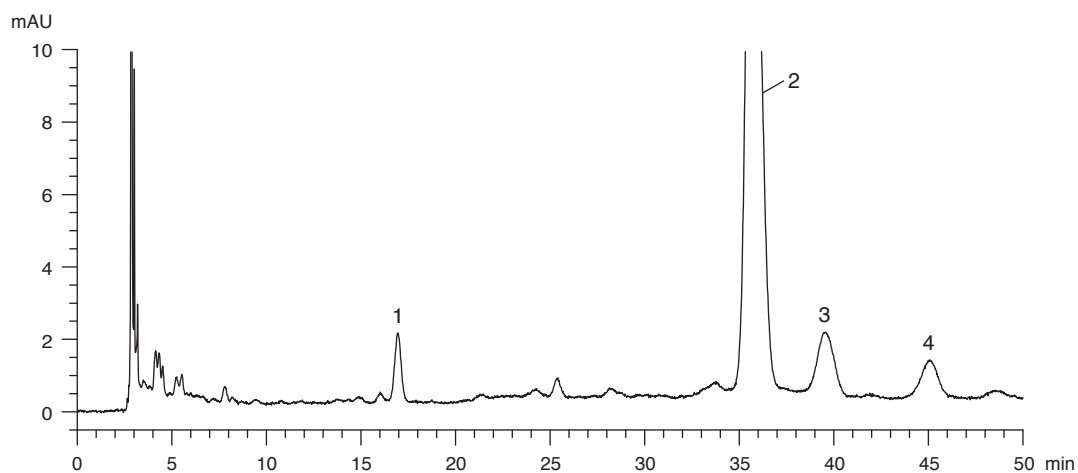


圖 6 地骨皮提取液對照指紋圖譜

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 4 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 3.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 19.0%。

酸不溶性灰分：不多於 4.5%。

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(熱浸法)：不少於 9.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 6.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

地骨皮乙素對照品儲備液 *Std-Stock* (2000 mg/L)

精密稱取地骨皮乙素對照品 2.0 mg，溶解於 1 mL 50% 甲醇和 0.5% 醋酸的混合溶液中。

地骨皮乙素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取地骨皮乙素對照品儲備液適量，以 50% 甲醇和 0.5% 醋酸的混合溶液稀釋製成含地骨皮乙素分別為 40、60、80、180、360 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 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇和 0.5% 醋酸的混合溶液 7 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 2 次，殘渣用適量 50% 甲醇和 0.5% 醋酸的混合溶液洗滌，合併提取液，加 50% 甲醇和 0.5% 醋酸的混合溶液至刻度，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 280 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；柱溫 40°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)	0.15% 三氟乙酸 (%, v/v)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	88	12	等度
10 – 20	88 → 84	12 → 16	綫性梯度
20 – 40	84	16	等度
40 – 60	84 → 78	16 → 22	綫性梯度

系統適用性要求

將地骨皮乙素對照品溶液 Std-AS (80 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：地骨皮乙素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；地骨皮乙素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按地骨皮乙素峰計算應不低於 10000。

供試品測試中地骨皮乙素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將地骨皮乙素系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以地骨皮乙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。與地骨皮乙素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中地骨皮乙素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中地骨皮乙素峰。二色譜圖中地骨皮乙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地骨皮乙素的濃度(mg/L)，並計算樣品中地骨皮乙素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含地骨皮乙素(C₂₈H₄₂N₄O₆)不少於 1.0%。