香加皮

圖 1　香加皮外觀圖

A. 香加皮　B. 根皮外表面放大圖
C. 根皮內表面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Periplocae Cortex

中文名：香加皮

漢語拼音名：Xiangjiapi

2. 來源

本品為蘿藦科植物杠柳*Periploca sepium* Bge. 的乾燥根皮。春、秋二季採挖，剝取根皮，曬乾。

3. 性狀

本品呈捲筒狀或槽狀，少數呈不規則的塊片狀，長2.5-23 cm，寬3-15 mm，厚1-5 mm。外表面灰棕色或黃棕色，栓皮鬆軟常呈鱗片狀，易剝落；內表面淡黃色或淡黃棕色，較平滑，有細縱紋。質脆，體輕，易折斷，斷面不整齊，黃白色。有特異香氣，味苦（圖1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *（附錄III）*

橫切面

木栓層由3-30列棕黃色的細胞組成。皮層寬，散有草酸鈣方晶、石細胞及乳汁管。石細胞方形或類多角形，大多成群。韌皮射線寬1-5列細胞。韌皮部散有草酸鈣方晶。乳汁管分佈於皮層和韌皮部（圖2）。

粉末

淡棕色。石細胞長方形或類多角形，直徑20-123 μm。乳汁管含油狀顆粒。草酸鈣方晶直徑4-37 μm；偏光顯微鏡下呈多彩狀。木栓細胞棕黃色，多角形。澱粉粒眾多，單粒澱粉粒類圓形或長圓形，直徑3-18 μm；複粒由2-6分粒組成（圖 3）。

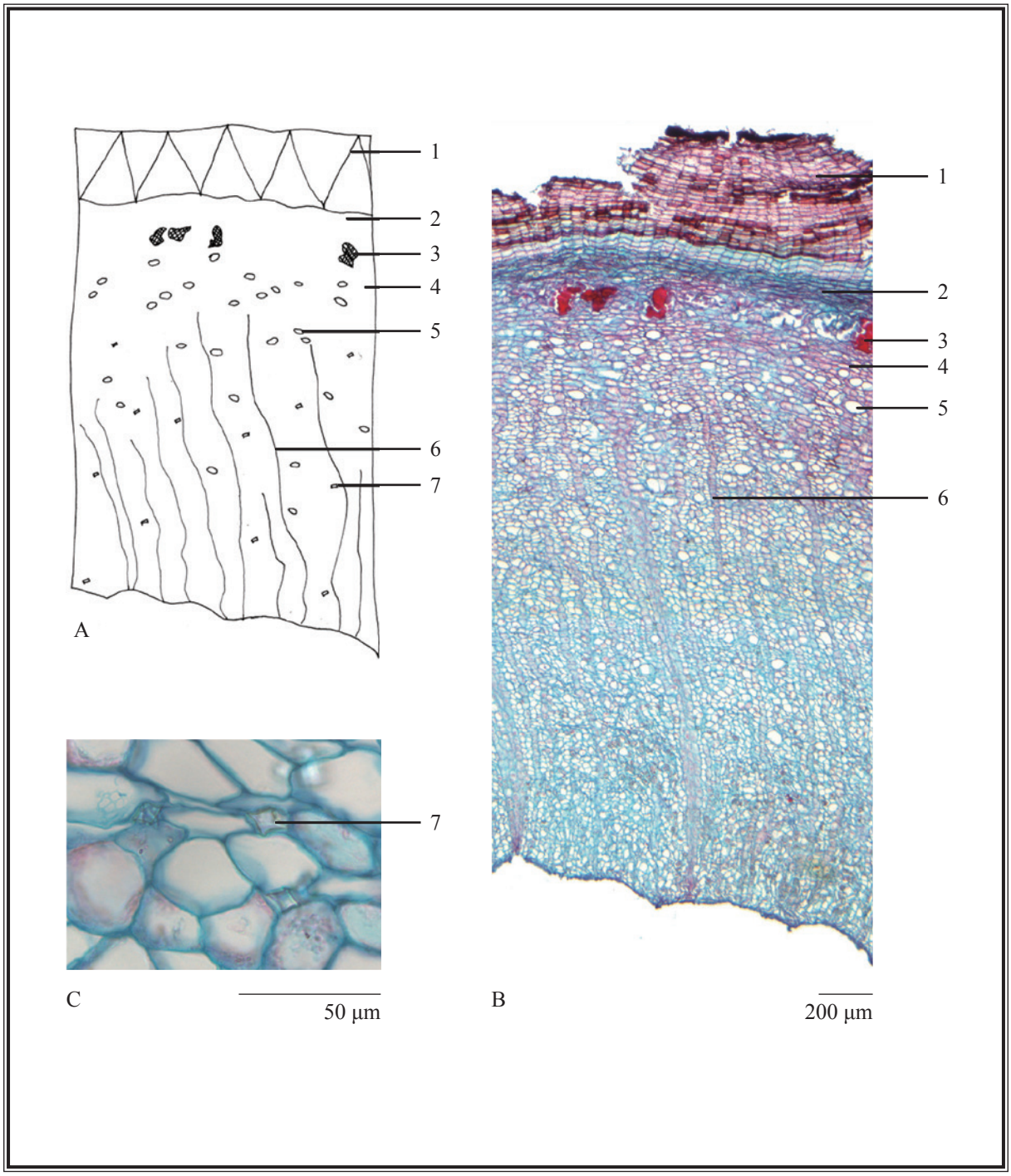


圖 2　香加皮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 橫切面圖　C. 草酸鈣方晶

1. 木栓層　2. 皮層　3. 石細胞　4. 韌皮部　5. 乳汁管　6. 韌皮射線
7. 草酸鈣方晶

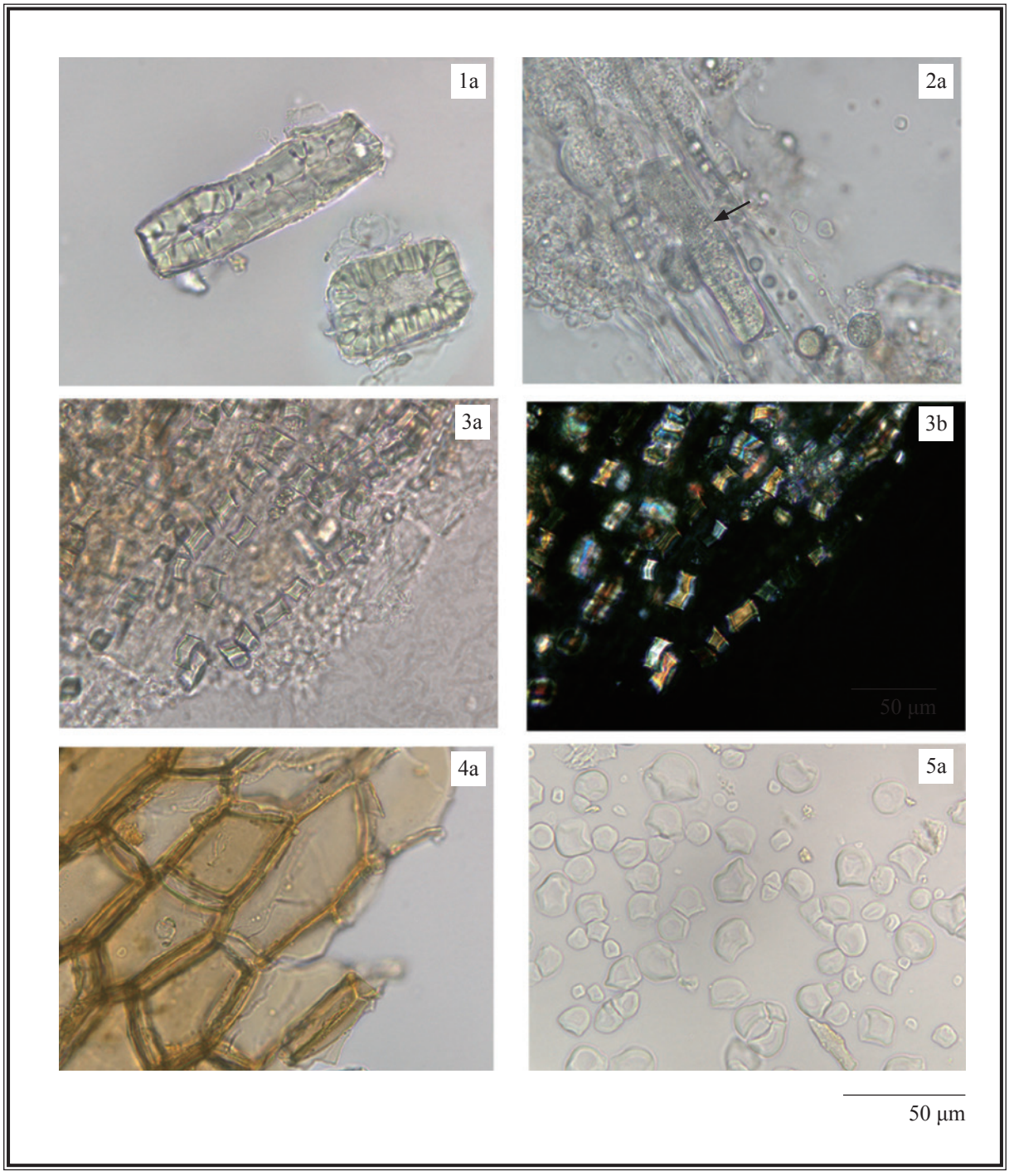


圖 3　香加皮粉末顯微特徵圖

1. 石細胞　2. 乳汁管　3. 草酸鈣方晶　4. 木栓細胞　5. 澱粉粒

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)]*

(Ⅰ)4-甲氧基水楊醛鑒別

對照品溶液

4-甲氧基水楊醛對照品溶液

取4-甲氧基水楊醛對照品（圖 4）2.0 mg，溶解於2 mL乙醇中。

展開劑

製備石油醚（60-80°C）－乙酸乙酯（4:1, v/v）的混合溶液。

顯色劑

取2,4-二硝基苯肼0.1 g，溶解於100 mL乙醇與鹽酸（99:1, v/v）的混合溶液中。

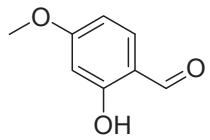
供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置25-mL錐形瓶中，加乙醇10 mL，超聲（150 W）處理30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4-甲氧基水楊醛對照品溶液2 μL和供試品溶液5 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8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，晾乾，直至斑點或條帶清晰可見。置可見光下檢視，並計算R_f值。

(i)



(ii)

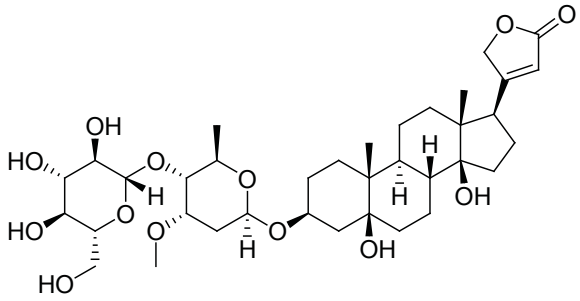


圖4　化學結構式　(i) 4-甲氧基水楊醛　(ii) 杠柳毒苷

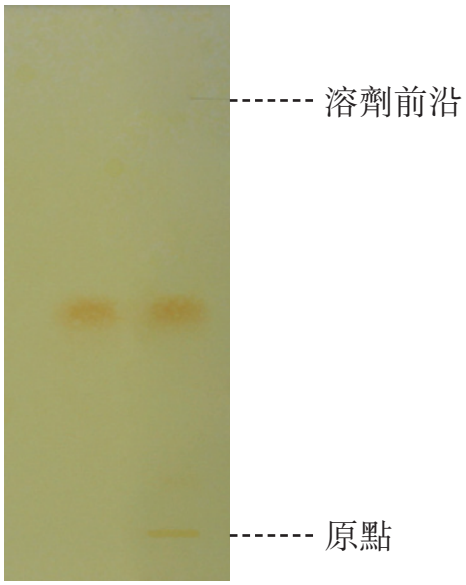


圖5　香加皮提取液對照高效薄層色譜圖（顯色後在可見光下檢視）

1. 4-甲氧基水楊醛對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與4-甲氧基水楊醛色澤相同、R_f值相應的特徵斑點或條帶（圖 5）。

（II）杠柳毒苷鑒別

對照品溶液

杠柳毒苷對照品溶液

取杠柳毒苷對照品（圖 4）1.0 mg，溶解於2 mL 70% 乙醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯–冰醋酸–水（3:1:1, 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25-mL 錐形瓶中，加70% 乙醇5 mL，超聲（150 W）處理30分鐘，濾過，即得。必要時可適當稀釋。

操作程序

照薄層色譜法[附錄 IV（A）]進行。分別吸取杠柳毒苷對照品溶液0.5 μL和供試品溶液5 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8 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5分鐘）。置紫外光（366 nm）下檢視，並計算R_f值。

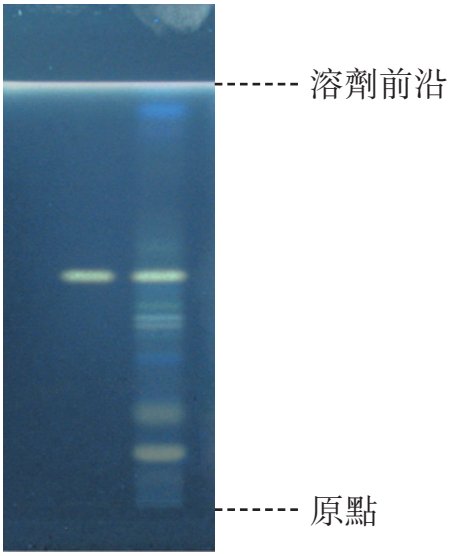


圖6　香加皮提取液對照高效薄層色譜圖（顯色後在紫外光366 nm下檢視）

1. 杠柳毒苷對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與杠柳毒苷色澤相同、R_f值相應的特徵斑點或條帶（圖 6）。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法*（附錄 XII）*

對照品溶液

4-甲氧基水楊醛對照品溶液 Std-FP（30 mg/L）

取4-甲氧基水楊醛對照品 0.3 mg，溶解於10 mL 50%乙醇中。

杠柳毒苷對照品溶液 Std-FP（120 mg/L）

取杠柳毒苷對照品 1.2 mg，溶解於10 mL 50%乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末0.3 g，置50-mL錐形瓶中，加50%乙醇 25 mL，超聲（150 W）處理30分鐘，用0.45-μm微孔濾膜（RC）濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長220 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。色譜洗脫程序如下（表1）：

表1 色譜洗脫條件

時間（分鐘）	三氟乙酸：乙腈（0.03:99.97, v/v）（%, v/v）	0.03% 三氟乙酸（ %, v/v）	洗脫
0 – 18	10 → 20	90 → 80	綫性梯度
18 – 44	20 → 70	80 → 30	綫性梯度
44 – 60	70	30	等度

系統適用性要求

吸取4-甲氧基水楊醛對照品溶液Std-FP和杠柳毒苷對照品溶液Std-FP各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：4-甲氧基水楊醛和杠柳毒苷的峰面積相對標準偏差均應不大於5.0%；4-甲氧基水楊醛峰和杠柳毒苷峰的保留時間相對標準偏差均應不大於2.0%；理論塔板數按4-甲氧基水楊醛峰和杠柳毒苷峰計算分別應不低於200000和250000。

供試品測試中2號峰和3號峰與其鄰近峰之間的分離度均應不低於1.5（圖 7）。

操作程序

分別吸取4-甲氧基水楊醛、杠柳毒苷對照品溶液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4-甲氧基水楊醛峰和杠柳毒苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中3個特徵峰（圖 7）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色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中4-甲氧基水楊醛峰和杠柳毒苷峰。二色譜圖中4-甲氧基水楊醛峰和杠柳毒苷峰的保留時間相差均應不大於2.0%。按附錄XII公式計算特徵峰的相對保留時間。

香加皮提取液3個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 香加皮提取液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	0.38	± 0.03
2 （杠柳毒苷）	0.85	± 0.03
3 （指標成份峰，4-甲氧基水楊醛）	1.00	-

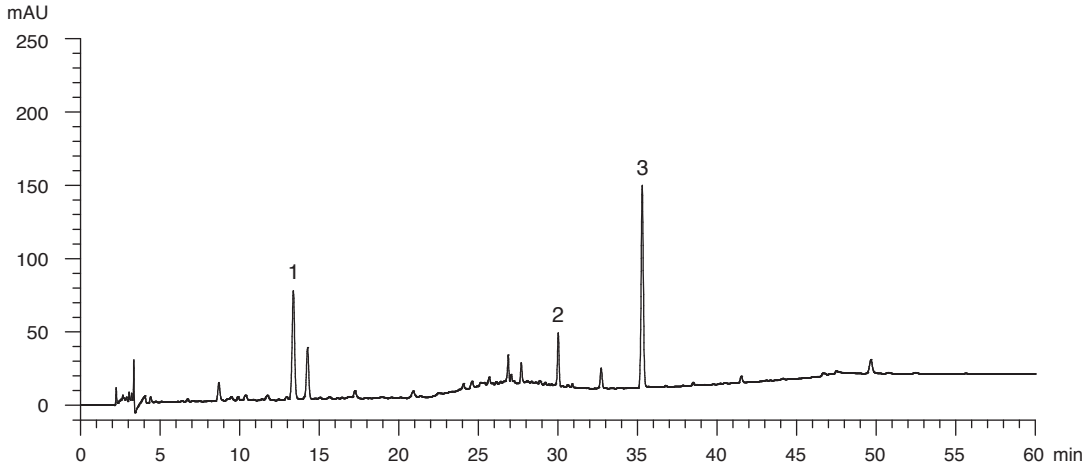


圖7　香加皮提取液對照指紋圖譜

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3個特徵峰（圖 7）。

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1.0%。

5.6 灰分 *（附錄 IX）*

總灰分：不多於10.0%。
酸不溶性灰分：不多於4.0%。

5.7 水分 *（附錄 X）*

烘乾法：不多於13.0%。

6. 浸出物 *(附錄 XI)*

水溶性浸出物（冷浸法）：不少於 19.0%。
醇溶性浸出物（冷浸法）：不少於 19.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV（B）進行。

對照品溶液
4-甲氧基水楊醛對照品儲備液 Std-Stock（125 mg/L）
精密稱取 4-甲氧基水楊醛對照品 1.25 mg，溶解於 10 mL 50% 乙醇中。
4-甲氧基水楊醛對照品溶液 Std-AS
精密吸取 4-甲氧基水楊醛對照品儲備液適量，以 50% 乙醇稀釋製成含 4-甲氧基水楊醛分別為 1、10、40、100、125 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液
精密稱取本品粉末 0.3 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 乙醇 10 mL，超聲（150 W）處理 30 分鍾，離心 5 分鐘（約 3000 × *g*）。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併上清液，加 50% 乙醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜（RC）濾過，即得。

色譜系統
液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 278 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 0.05% 三氟乙酸 − 乙腈（71:29, v/v）的混合溶液；流程約 35 分鐘。

系統適用性要求
將 4-甲氧基水楊醛對照品溶液 Std-AS（40 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：4-甲氧基水楊醛的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；4-甲氧基水楊醛峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按 4-甲氧基水楊醛峰計算應不低於 10000。

供試品測試中 4-甲氧基水楊醛與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將4-甲氧基水楊醛系列對照品溶液Std-AS各5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以4-甲氧基水楊醛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4-甲氧基水楊醛對照品溶液Std-AS色譜圖中4-甲氧基水楊醛峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中4-甲氧基水楊醛峰。二色譜圖中4-甲氧基水楊醛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4-甲氧基水楊醛的濃度（mg/L），並計算樣品中4-甲氧基水楊醛的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含4-甲氧基水楊醛（$C_8H_8O_3$）不少於0.37%。