

# 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）。

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

Buddlejae Flos  
密蒙花

覆盆子  
Rubi Fructus  
皂角刺 Gleditsiae Spina

Sennae Folium  
番瀉葉

鬱金 Curcumae Radix

豬牙皂

Gleditsiae Fructus Abnormalis

川楝子

Toosendan Fructus

Cyathulae Radix  
川牛膝

香加皮

## 粉末

淡棕色。石細胞長方形或類多角形，直徑20-123  $\mu\text{m}$ 。乳汁管含油狀顆粒。草酸鈣方晶直徑4-37  $\mu\text{m}$ ；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  $\mu\text{m}$ ；複粒由2-6分粒組成（圖3）。

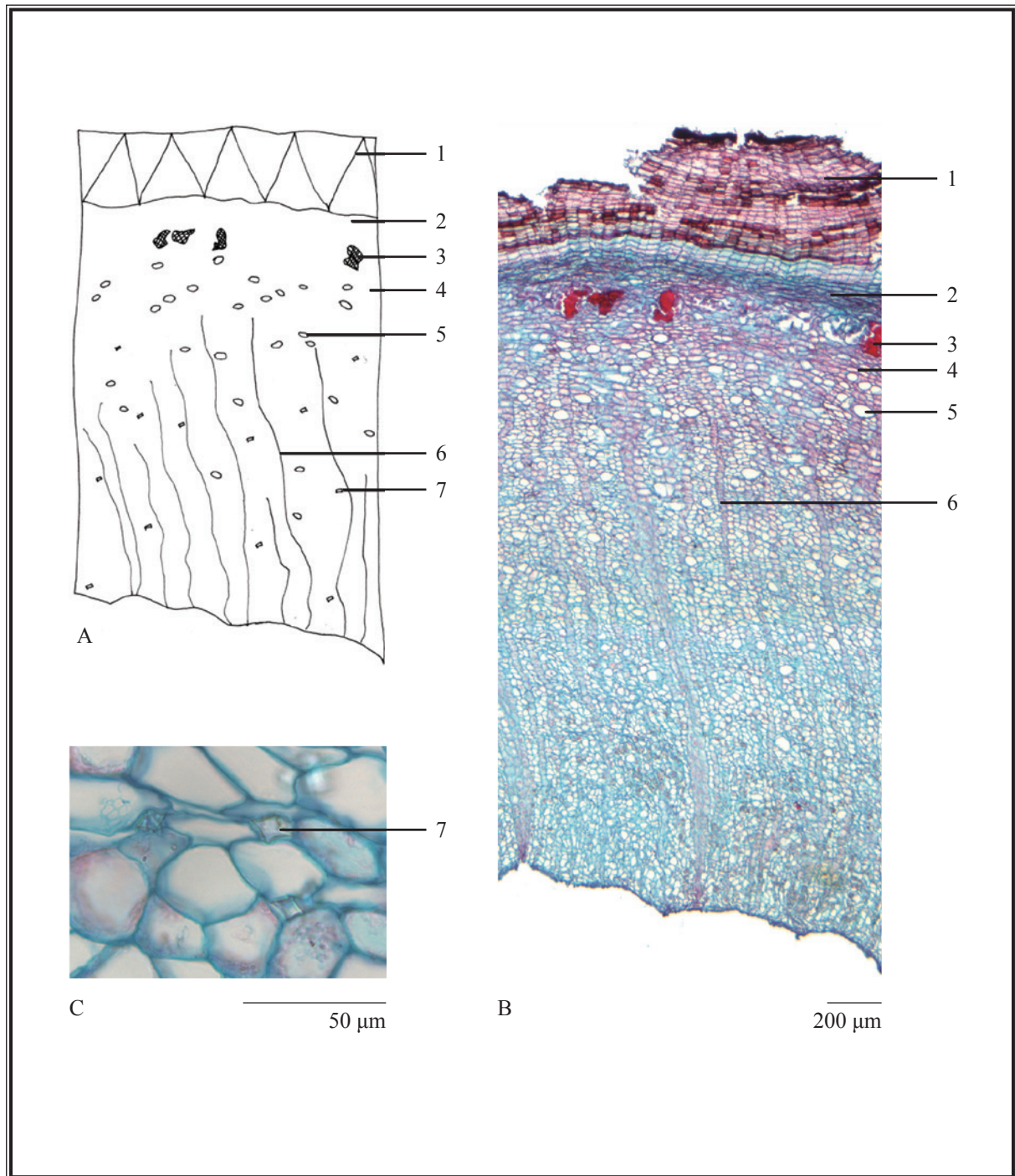


圖 2 香加皮橫切面顯微特徵圖

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

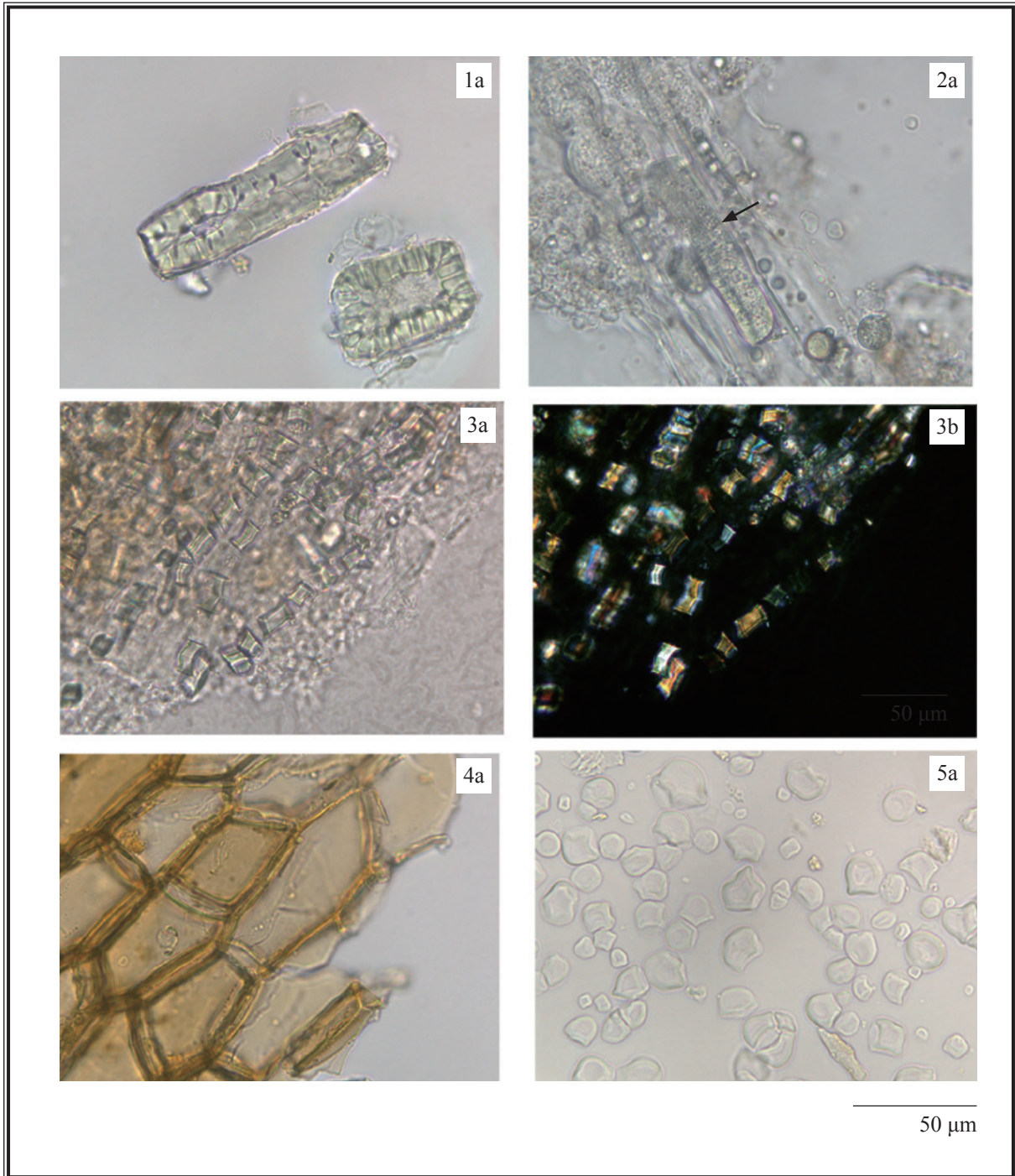


圖 3 香加皮粉末顯微特徵圖

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  $\mu$ L 和供試品溶液 5  $\mu$ L, 點於同一高效硅膠 F<sub>254</sub> 薄層板上。將薄層板置雙槽層析缸一槽中, 加上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<sub>f</sub> 值。

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  
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

香加皮

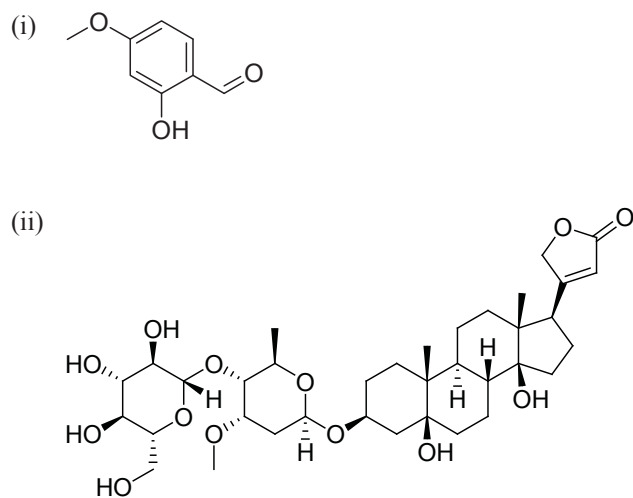


圖4 化學結構式 (i) 4-甲氧基水楊醛 (ii) 杠柳毒苷

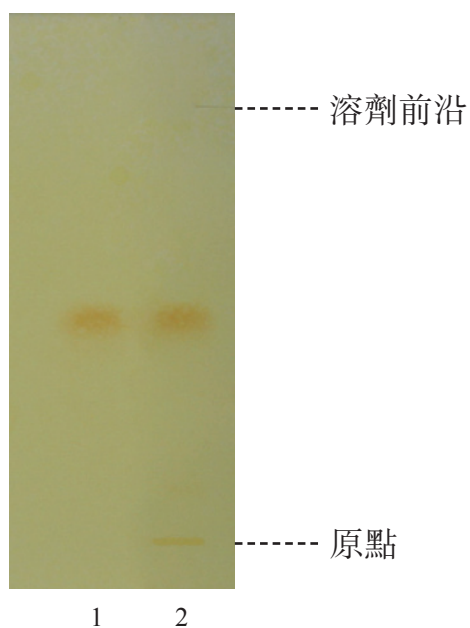


圖5 香加皮提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)

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  $\mu$ L 和供試品溶液 5  $\mu$ L，點於同一高效硅膠 F<sub>254</sub> 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<sub>f</sub> 值。



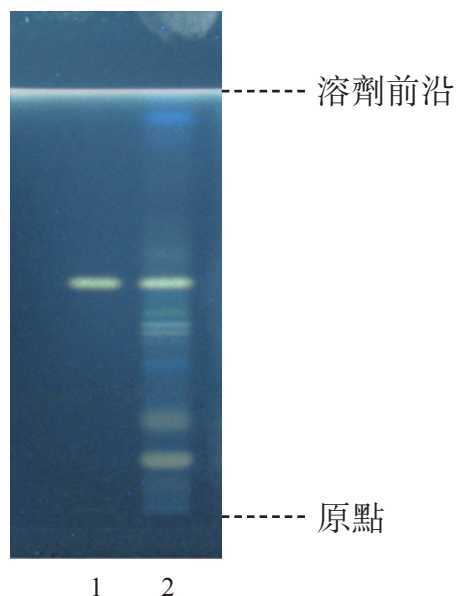


圖6 香加皮提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在紫外光366 nm下檢視)

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- $\mu$ m 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  $\mu$ m) 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	-

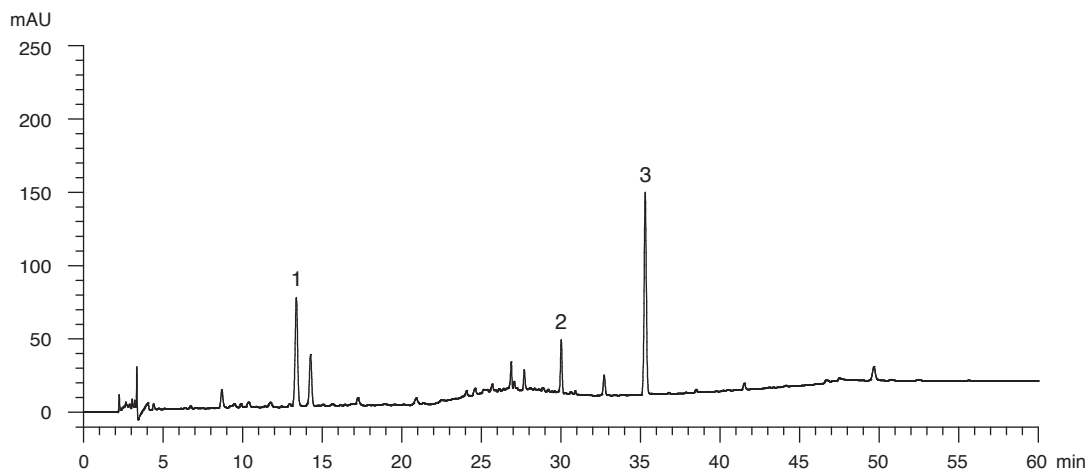


圖7 香加皮提取液對照指紋圖譜

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(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 分鐘，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- $\mu$ m 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  $\mu$ m) 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  $\mu$ 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：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。

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

香加皮

### 標準曲線

將4-甲氧基水楊醛系列對照品溶液 Std-AS 各5  $\mu\text{L}$ ，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點的標準曲線得斜率、截距與相關系數。

### 操作程序

將供試品溶液5  $\mu\text{L}$ ，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 ( $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$ ) 不少於0.37%。