

白頭翁

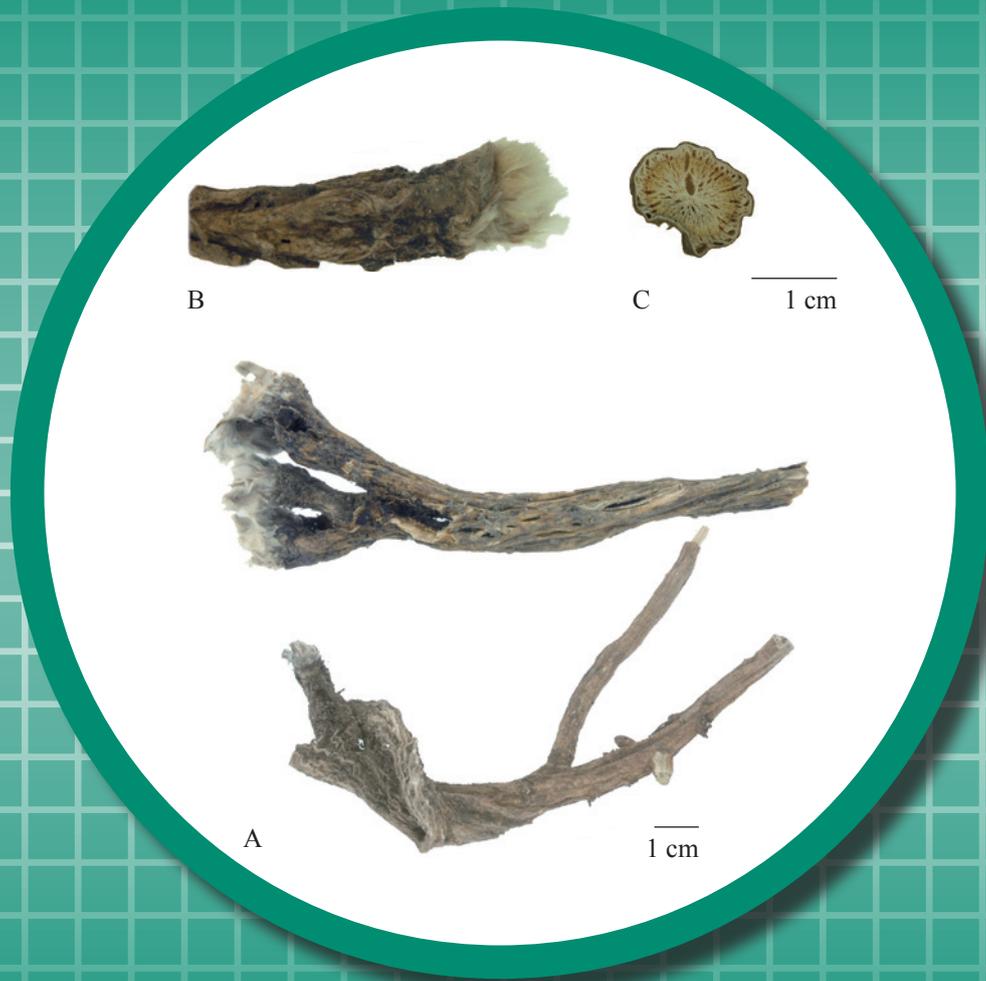


圖 1 白頭翁外觀圖

A. 白頭翁 B. 根頭白色絨毛放大圖
C. 根橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Pulsatillae Radix

中文名：白頭翁

漢語拼音名：Baitouweng

2. 來源

本品為毛茛科植物白頭翁 *Pulsatilla chinensis* (Bge.) Regel 的乾燥根。春、秋二季採挖，除去泥沙，曬乾。

3. 性狀

本品呈類圓柱形或圓錐形，微扭曲，長 6-20 cm，直徑 5-20 mm。表面黃棕色，棕色至暗棕色，具不規則縱皺紋或縱溝，皮部易脫落，露出黃色的木部，有的有網狀裂紋及裂隙，近根頭部常有朽狀凹洞。根頭部稍膨大，有白色絨毛，有的可見鞘狀葉柄殘基。質硬，斷面皮部黃白色至淡黃棕色，木部淡黃色。氣微，味微苦澀(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

皮層通常脫落。韌皮部寬廣。韌皮部外層細胞棕色，壁木栓化。韌皮纖維單個或數個成群。形成層明顯。導管單個或數個成群。射線寬廣，寬至約 20 列細胞(圖 2)。

粉末

灰棕色。導管為具緣紋孔，網紋和螺紋，直徑 10-60 μm。韌皮纖維梭形或紡錘形，長 100-300 μm，直徑 16-35 μm，壁木化。非腺毛單細胞，直徑 9-21 μm，基部略擴大，壁大多木化，有些具螺紋或雙螺紋(圖 3)。

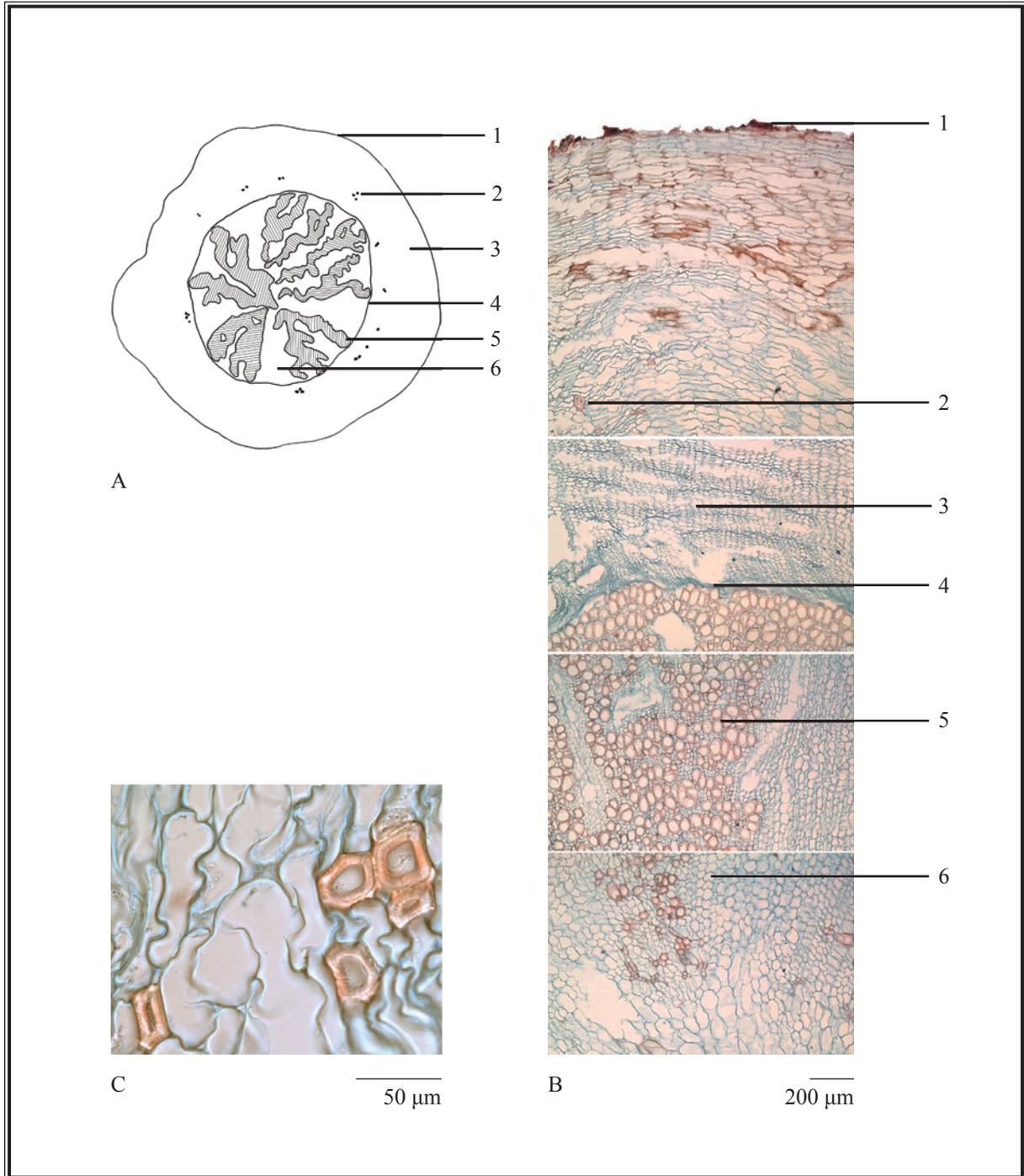


圖 2 白頭翁橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 纖維

1. 韌皮部細胞壁木栓化 2. 韌皮纖維 3. 韌皮部 4. 形成層 5. 木質部 6. 射線

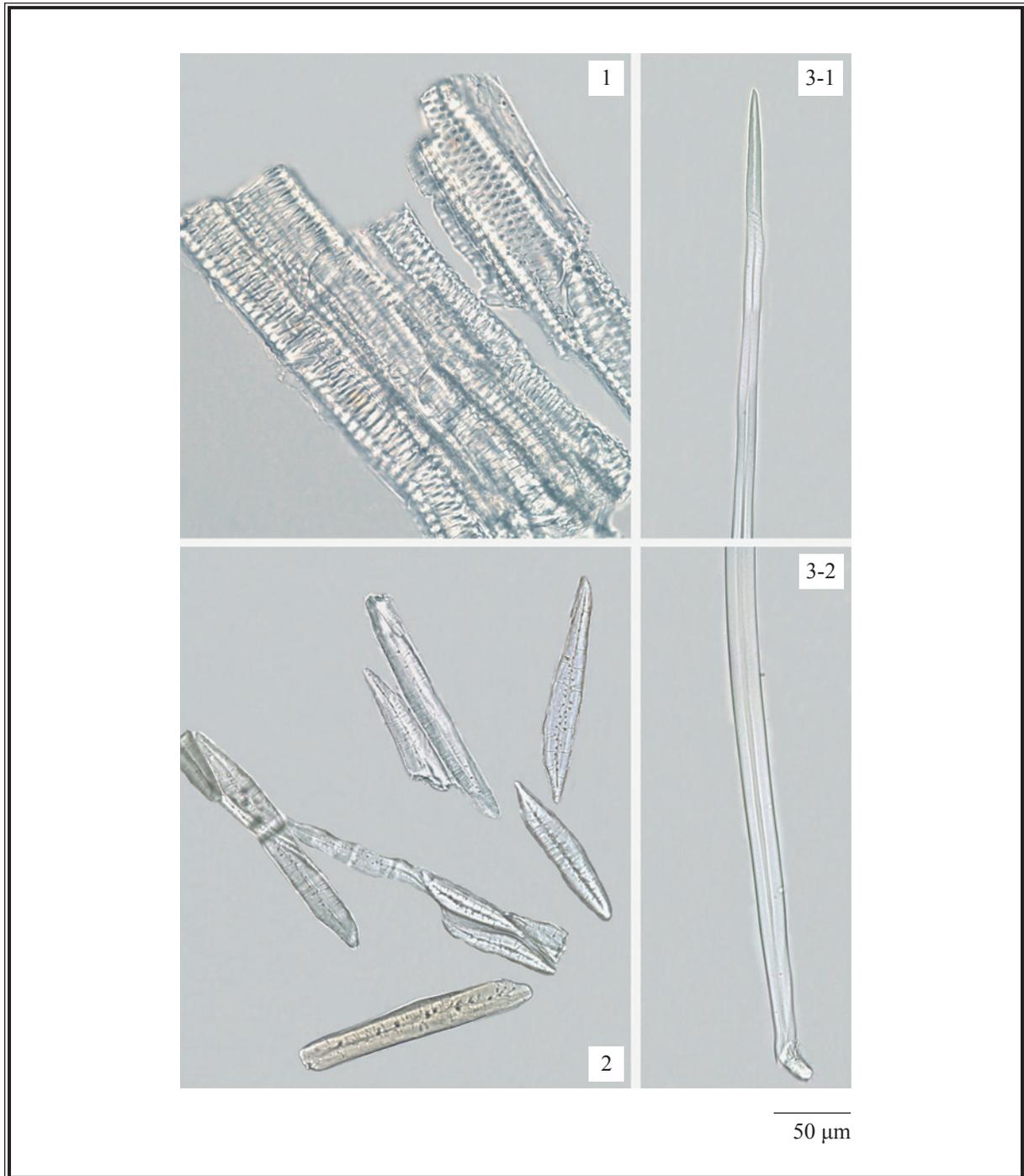


圖 3 白頭翁粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

1. 導管 2. 韌皮纖維 3. 非腺毛(3-1 頂端, 3-2 底部)

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

白頭翁皂苷 B4 對照品溶液

取白頭翁皂苷 B4 對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 乙醇中。

展開劑

製備正丁醇 - 水 - 冰醋酸 (6:2:1, 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 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加乙醇 10 mL，超聲(270 W)處理 10 分鐘，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取白頭翁皂苷 B4 對照品溶液 3 μ L 和供試品溶液 2 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 5 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 5-10 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

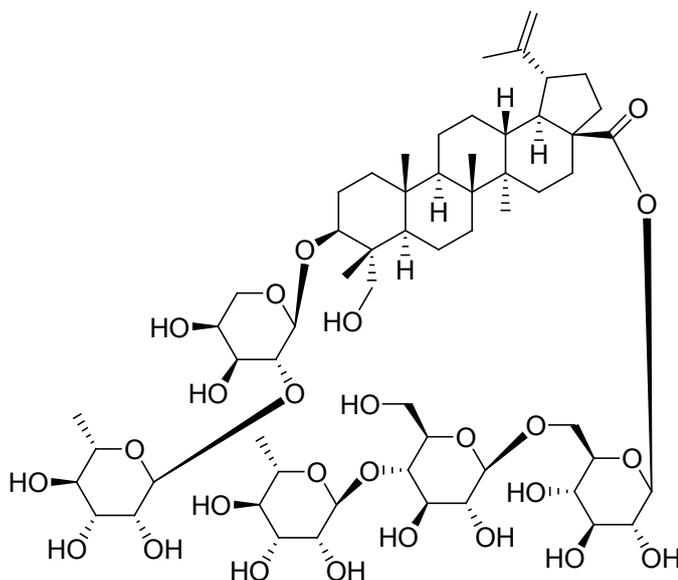


圖 4 白頭翁皂苷 B4 化學結構式

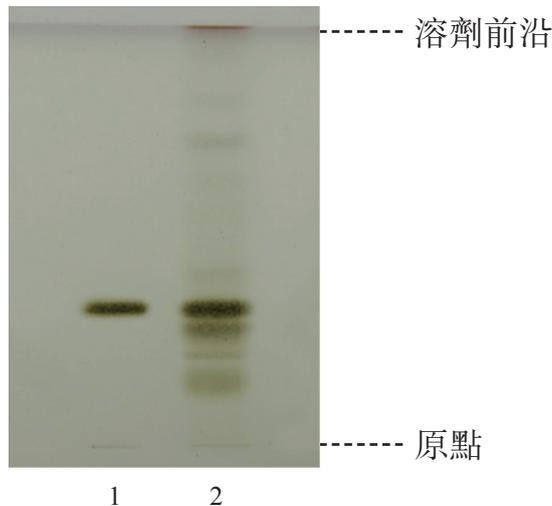


圖 5 白頭翁提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 白頭翁皂苷 B4 對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與白頭翁皂苷 B4 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

白頭翁皂苷 B4 對照品溶液 *Std-FP* (500 mg/L)

取白頭翁皂苷 B4 對照品 5.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 10 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 $5000 \times g$)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加甲醇至刻度，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 201 nm；4.6 × 250 mm Hydrophilic Interaction Chromatography (HILIC) 色譜柱 (5 μm)；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) | 水 (%, v/v) | 乙腈 (%, v/v) | 洗脫 |
|------------|---------------|----------------|------|
| 0 – 30 | 10 → 20 | 90 → 80 | 綫性梯度 |
| 30 – 45 | 20 → 10 | 80 → 90 | 綫性梯度 |

系統適用性要求

吸取白頭翁皂苷 B4 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：白頭翁皂苷 B4 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；白頭翁皂苷 B4 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按白頭翁皂苷 B4 峰計算應不低於 9000。

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

分別吸取白頭翁皂苷 B4 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 色譜圖中白頭翁皂苷 B4 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 色譜圖中白頭翁皂苷 B4 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中白頭翁皂苷 B4 峰。二色譜圖中白頭翁皂苷 B4 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。

白頭翁提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 白頭翁提取液 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 | 0.65 | ± 0.03 |
| 2 (指標成份峰，白頭翁皂苷 B4) | 1.00 | - |
| 3 | 1.50 | ± 0.05 |

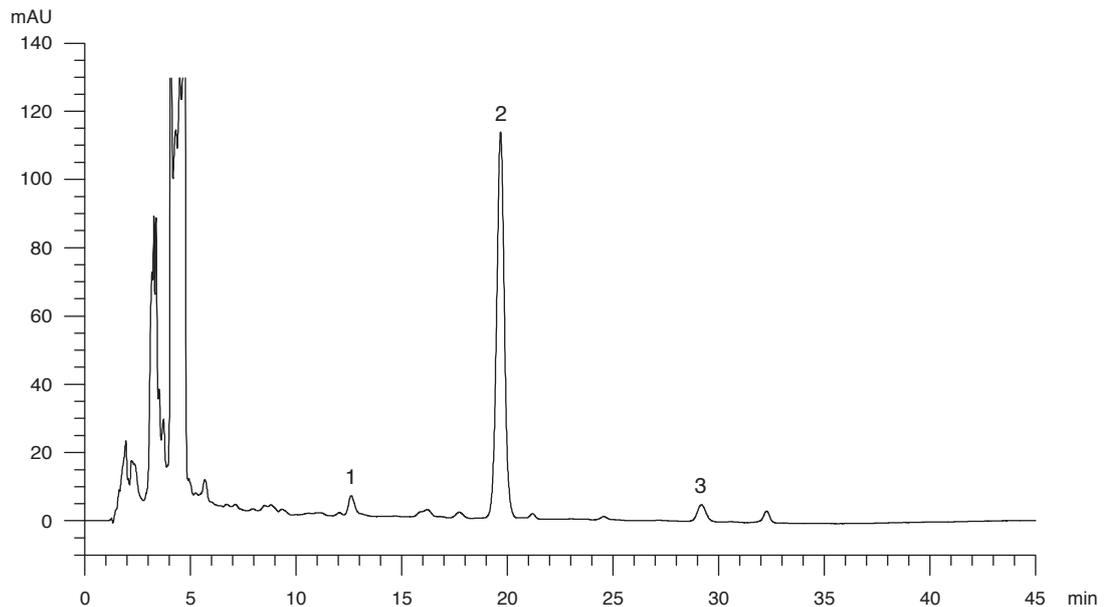


圖 6 白頭翁提取液對照指紋圖譜

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 3.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 11.0%。

酸不溶性灰分：不多於 5.0%。

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 21.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

白頭翁皂苷 B4 對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取白頭翁皂苷 B4 對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

白頭翁皂苷 B4 對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取白頭翁皂苷 B4 對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含白頭翁皂苷 B4 分別為 10、200、500、800、1000 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，加甲醇 10 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 5000 × g)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加甲醇至刻度，用 0.45- μ 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 201 nm；4.6 × 250 mm Hydrophilic Interaction Chromatography (HILIC) 色譜柱 (5 μ m)；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) | 水 (%, v/v) | 乙腈 (%, v/v) | 洗脫 |
|------------|---------------|----------------|------|
| 0 – 30 | 10 → 20 | 90 → 80 | 綫性梯度 |
| 30 – 45 | 20 → 10 | 80 → 90 | 綫性梯度 |

系統適用性要求

將白頭翁皂苷 B4 對照品溶液 Std-AS (500 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：白頭翁皂苷 B4 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；白頭翁皂苷 B4 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按白頭翁皂苷 B4 峰計算應不低於 9000。

供試品測試中白頭翁皂苷 B4 峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將白頭翁皂苷 B4 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。以白頭翁皂苷 B4 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。與白頭翁皂苷 B4 對照品溶液 Std-AS 色譜圖中白頭翁皂苷 B4 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中白頭翁皂苷 B4 峰。二色譜圖中白頭翁皂苷 B4 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白頭翁皂苷 B4 的濃度 (mg/L)，並計算樣品中白頭翁皂苷 B4 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含白頭翁皂苷 B4 ($C_{59}H_{96}O_{26}$) 不少於 6.2%。