

大薊

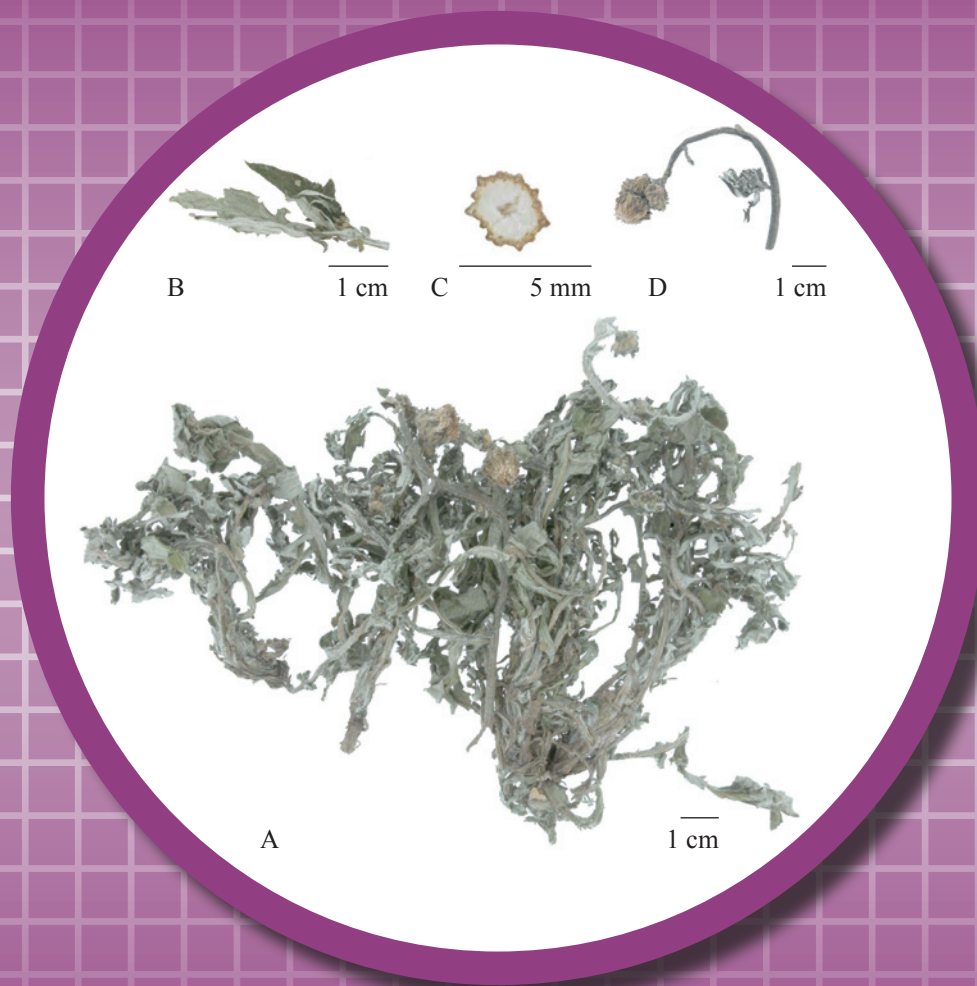


圖 1 大薊外觀圖

- A. 大薊 B. 葉放大圖
C. 莖橫切面放大圖 D. 頭狀花序

1. 名稱

藥材正名：Cirsii Japonici Herba

中文名：大薊

漢語拼音名：Daji

2. 來源

本品為菊科植物薊 *Cirsium japonicum* Fisch. ex DC. 的乾燥地上部分。夏、秋二季花開時採割地上部分，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品莖枝呈圓柱形，基部直徑可達 12 mm。表面灰綠色至綠棕色，有數條縱稜，被絲狀毛；斷面灰白色，髓部疏鬆或中空。葉皺縮，多破碎，完整葉片展平後呈倒披針形或倒卵狀橢圓形，羽狀深裂，邊緣具不等長的針刺；上表面灰綠色或黃棕色，下表面色較淺，兩面均具灰白色絲狀毛。頭狀花序頂生，球形或橢圓形，總苞鐘形，苞片覆瓦狀排列，羽狀冠毛灰白色。氣微，味淡(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

莖：表皮細胞 1 列，大多皺縮。非腺毛易於橫切面處理時脫落。皮層薄壁細胞徑向延長。下皮厚角細胞 3-11 列，於突起處較明顯。形成層不明顯。維管束外韌形。韌皮纖維、導管和木纖維微木化。髓部常中空 [圖 2 (i)]。

葉：葉片細胞通常皺縮。上表皮和下表皮均為 1 列細胞，非腺毛易於橫切面處理時脫落。葉下部波浪狀彎曲，靠近中脈下表皮突起尤其明顯。上下表皮內側各有 2-9 列下皮厚角細胞，於突起處較明顯。維管束外韌形。木纖維和韌皮纖維成束，微木化。草酸鈣結晶聚合成扇形、圓形或形狀不規則，散在於葉肉組織 [圖 2 (ii)]。

粉末

棕綠色至深綠色。非腺毛由 4-18 細胞組成，多斷裂，頂端細胞細長呈鞭狀，彎曲或扭曲，直徑 3-7 μm 。下表皮細胞表面觀類長方形，垂周壁彎曲。氣孔不定式或不等式，副衛細胞 3-5。草酸鈣結晶聚合成扇形、圓形或形狀不規則；偏光顯微鏡下呈藍白色(圖 3)。

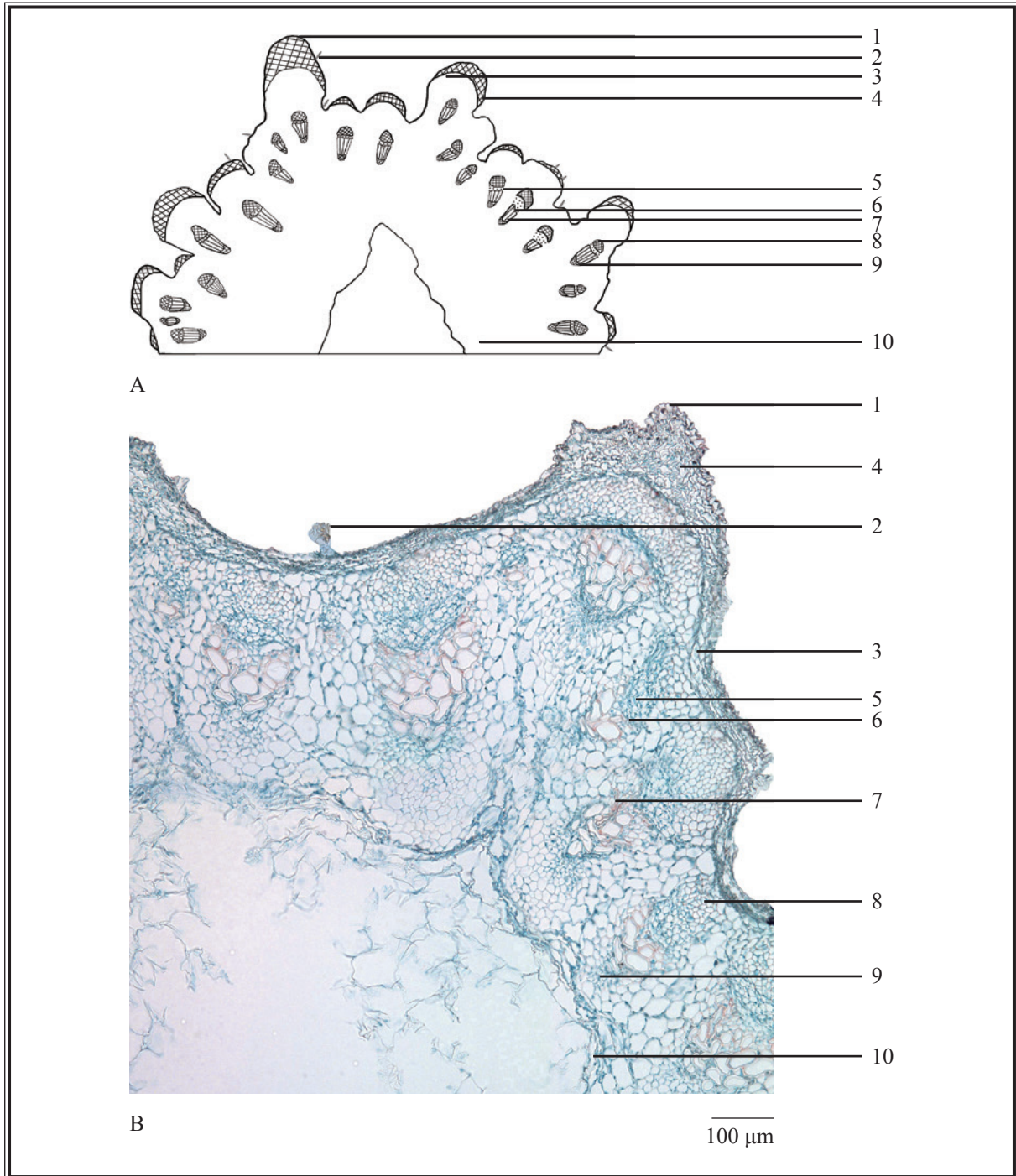


圖 2(i) 大薊莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖

- 1. 表皮 2. 非腺毛 3. 皮層 4. 下皮厚角組織 5. 韌皮部 6. 形成層
- 7. 木質部 8. 韌皮纖維 9. 木纖維 10. 髓

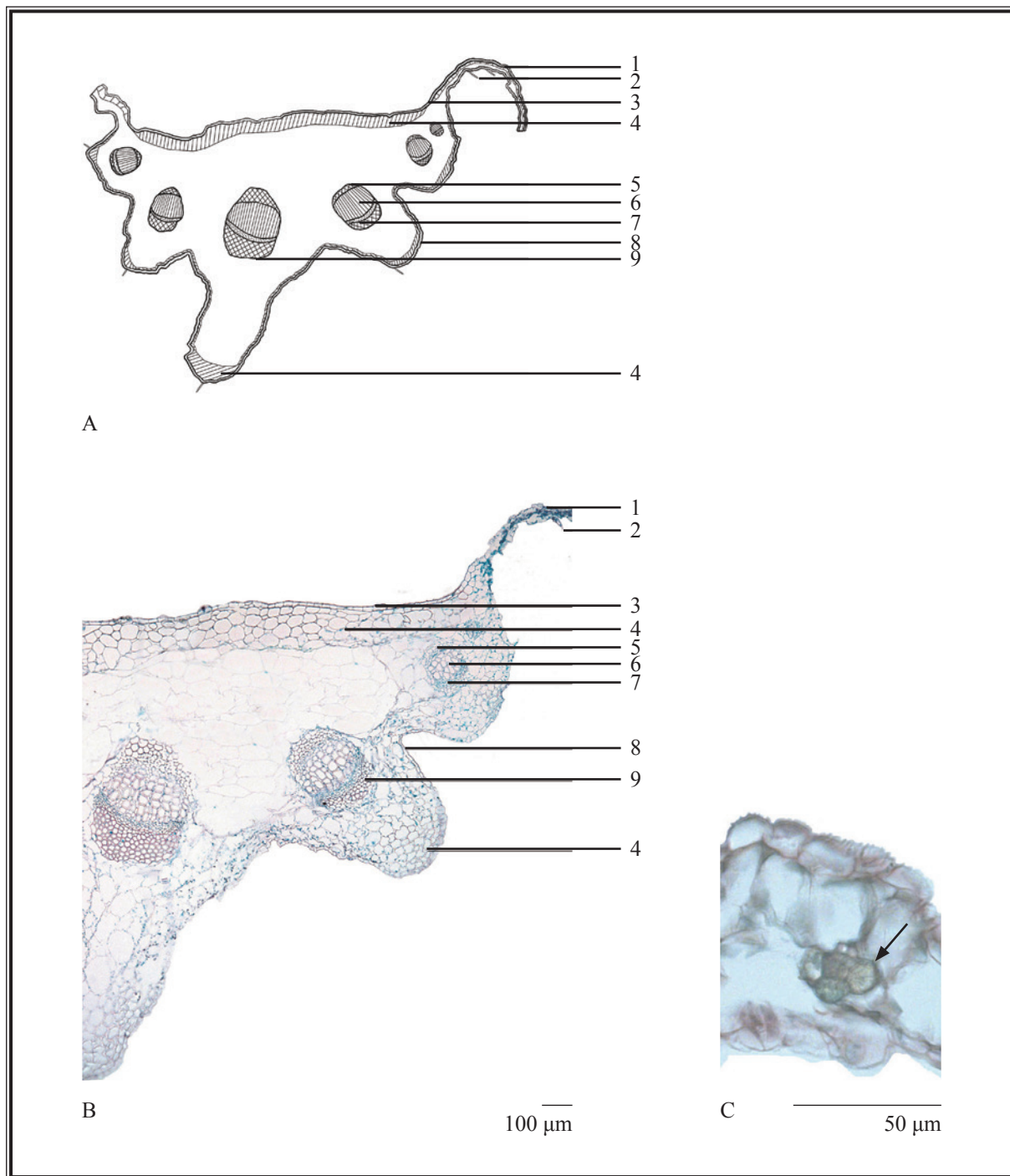


圖 2(ii) 大薊葉橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 (中脈及葉片) C. 草酸鈣結晶

- 1. 葉片 2. 非腺毛 3. 上表皮 4. 厚角組織 5. 木纖維 6. 木質部
- 7. 韌皮部 8. 下表皮 9. 韌皮纖維

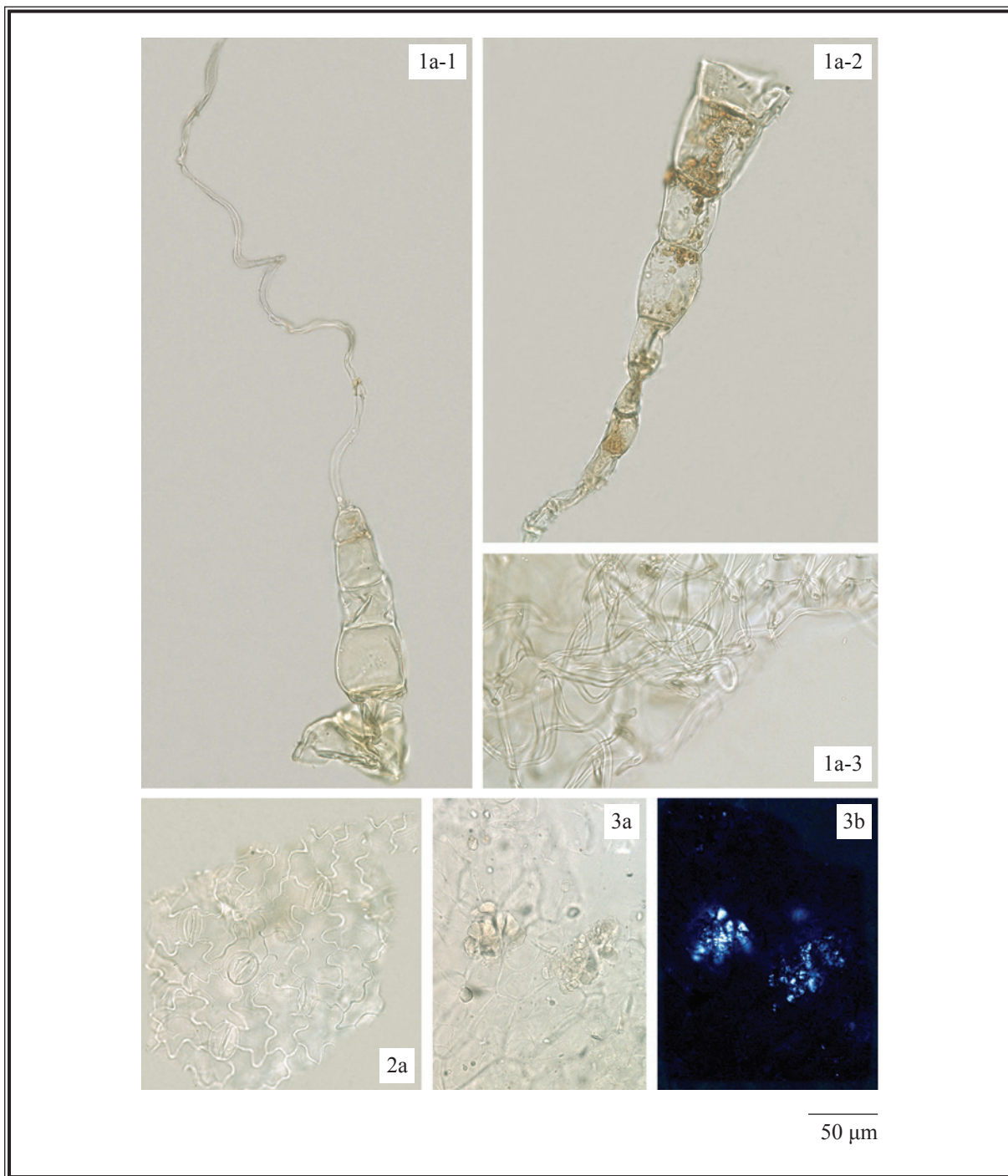


圖 3 大薊粉末顯微特徵圖

1. 非腺毛 (1-1 非腺毛，1-2 基部，1-3 頂端)

2. 下表皮細胞及氣孔 3. 草酸鈣結晶

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

蒙花苷對照品溶液

取蒙花苷對照品(圖 4) 0.2 mg，溶解於 2 mL 乙醇中，置 90°C 水浴中約 1 分鐘。

展開劑

製備乙酸乙酯－甲酸－水(8:1:1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取三氯化鋁 0.5 g，溶解於 50 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加乙醇 5 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 0.5 mL 乙醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取蒙花苷對照品溶液和供試品溶液各 1 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 4 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，晾乾。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

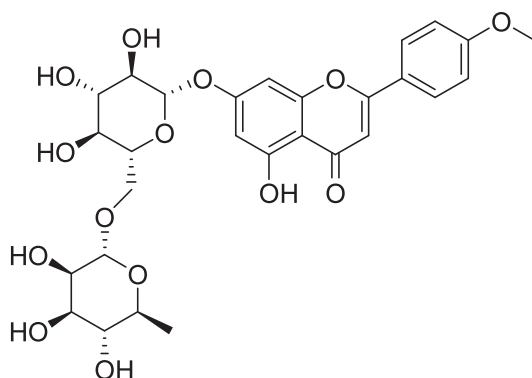


圖 4 蒙花苷化學結構式

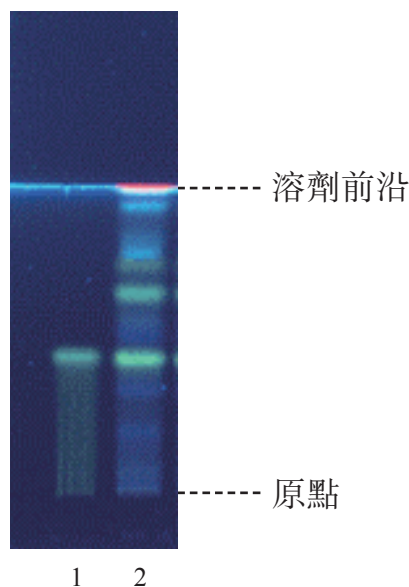


圖 5 大薊提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 蒙花苷對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與蒙花苷色澤相同、 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

蒙花苷對照品溶液 *Std-FP* (160 mg/L)

取蒙花苷對照品 1.6 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中，置 90°C 水浴中約 1 分鐘。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 圓底燒瓶中，加 70% 乙醇 20 mL，加熱回流 1 小時，冷卻至室溫。取提取液轉移於 25-mL 離心管中，離心 10 分鐘(約 2500 × *g*)，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 330 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。色譜洗脫程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	乙腈 (%, v/v)	0.05% 三氟醋酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	13 → 24	87 → 76	綫性梯度
10 – 38	24	76	等度
38 – 50	24 → 75	76 → 25	綫性梯度
50 – 60	75	25	等度

系統適用性要求

吸取蒙花苷對照品溶液 Std-FP 5 μ 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：蒙花苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；蒙花苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按蒙花苷峰計算應不低於 18000。

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

分別吸取蒙花苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中蒙花苷峰的保留時間，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 色譜圖中蒙花苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蒙花苷峰。二色譜圖中蒙花苷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。

大薊提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 大薊提取液 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 (綠原酸)	0.24	\pm 0.03
2 (指標成份峰，蒙花苷)	1.00	-
3	1.48	\pm 0.03

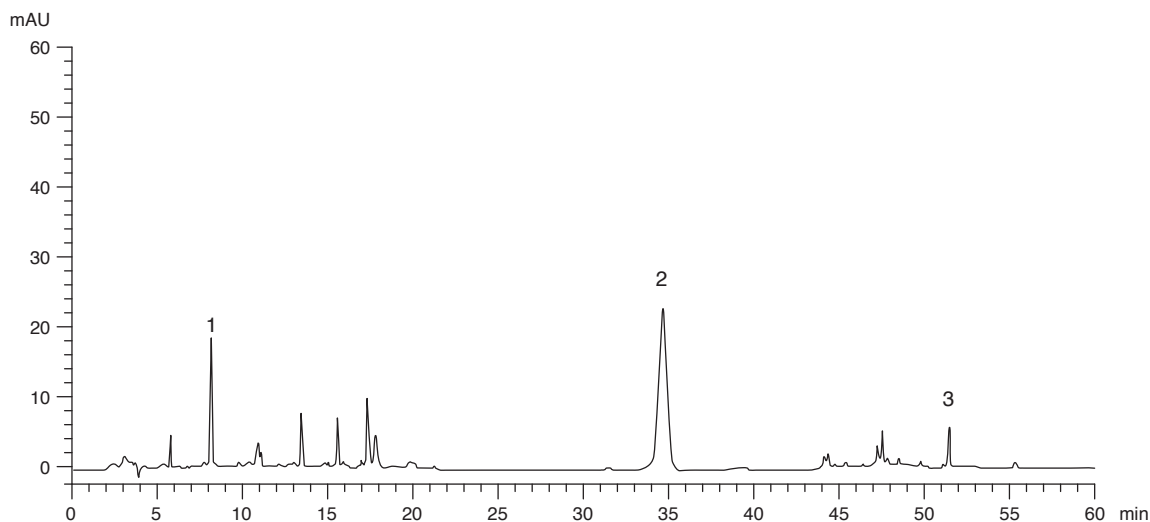


圖 6 大薊提取液對照指紋圖譜

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 2.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 17.0%。

酸不溶性灰分：不多於 3.0%。

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(熱浸法)：不少於 19.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 19.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

蒙花苷對照品儲備液 *Std-Stock* (200 mg/L)

精密稱取蒙花苷對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中，置 90°C 水浴中約 1 分鐘。

蒙花苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取蒙花苷對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含蒙花苷分別為 4、12、20、60、100 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(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 330 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 0.05% 三氟醋酸 - 乙腈(76:24, v/v) 的混合溶液。流程約 35 分鐘。

系統適用性要求

將蒙花苷對照品溶液 *Std-AS* (20 mg/L) 5 μ 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：蒙花苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；蒙花苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按蒙花苷峰計算應不低於 10000。

供試品測試中蒙花苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將蒙花苷系列對照品溶液 Std-AS 各 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以蒙花苷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。與蒙花苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中蒙花苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蒙花苷峰。二色譜圖中蒙花苷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蒙花苷的濃度(mg/L)，並計算樣品中蒙花苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含蒙花苷($\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{O}_{14}$)不少於 0.31%。