

穿山龍

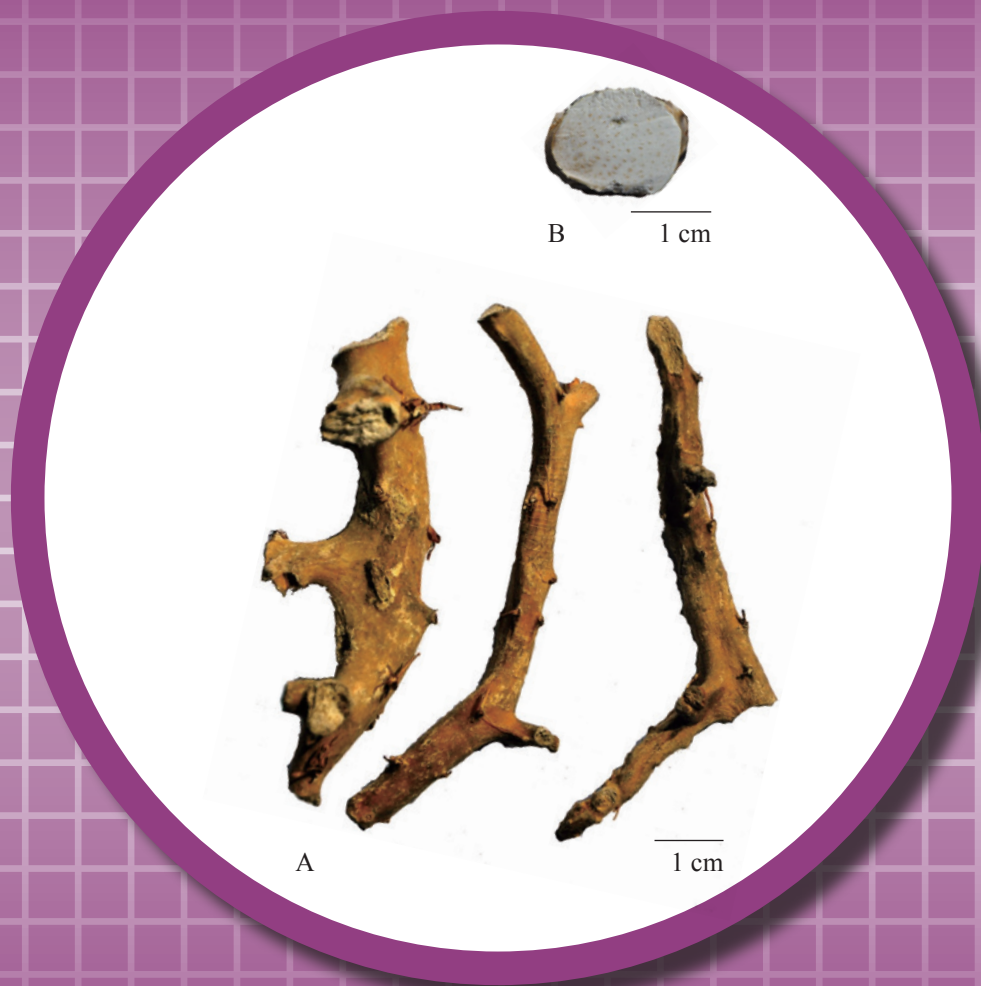


圖 1 穿山龍外觀圖

A. 穿山龍 B. 根莖橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Dioscoreae Nipponicae Rhizoma

中文名：穿山龍

漢語拼音名：Chuanshanlong

2. 來源

本品為薯蕷科植物穿龍薯蕷 *Dioscorea nipponica* Makino 的乾燥根莖。春、秋二季採挖，除去鬚根和雜質，洗淨，曬乾。

3. 性狀

本品呈圓柱形，略彎曲，長 3-30 cm，直徑 4-18 mm。表面黃白色至棕色，有不規則縱溝，具點狀根痕及偏向一側的突起莖痕。偶見殘留的細根。質堅硬，斷面平坦，白色至黃白色，散有淡黃棕色維管束小點。氣微，味苦、澀(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層細胞多列，常脫落，木栓細胞長方形，徑向延伸，緊密排列。皮層較薄。黏液細胞類圓形，內含草酸鈣針晶。中柱寬，散有外韌型維管束(圖 2)。

粉末

淡黃色。澱粉粒甚多，單粒寬卵形、長橢圓形或形狀不規則，直徑 3-18 μm ，臍點裂隙狀，層紋明顯；偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒澱粉粒稀少，由 2-3 分粒組成。草酸鈣針晶散在或成束，長 31-101 μm ；偏光顯微鏡下呈多

彩狀。導管主要為具緣紋孔，直徑 8-61 μm 。木栓細胞棕色，多角形至類方形。木化薄壁細胞淡黃色或黃色，呈長橢圓形、長方形或菱形，紋孔小而稀疏。石細胞常單個散在，長 42-276 μm ，直徑 30-80 μm ，壁厚 9-38 μm ，層紋數列，紋孔及孔溝明顯(圖 3)。

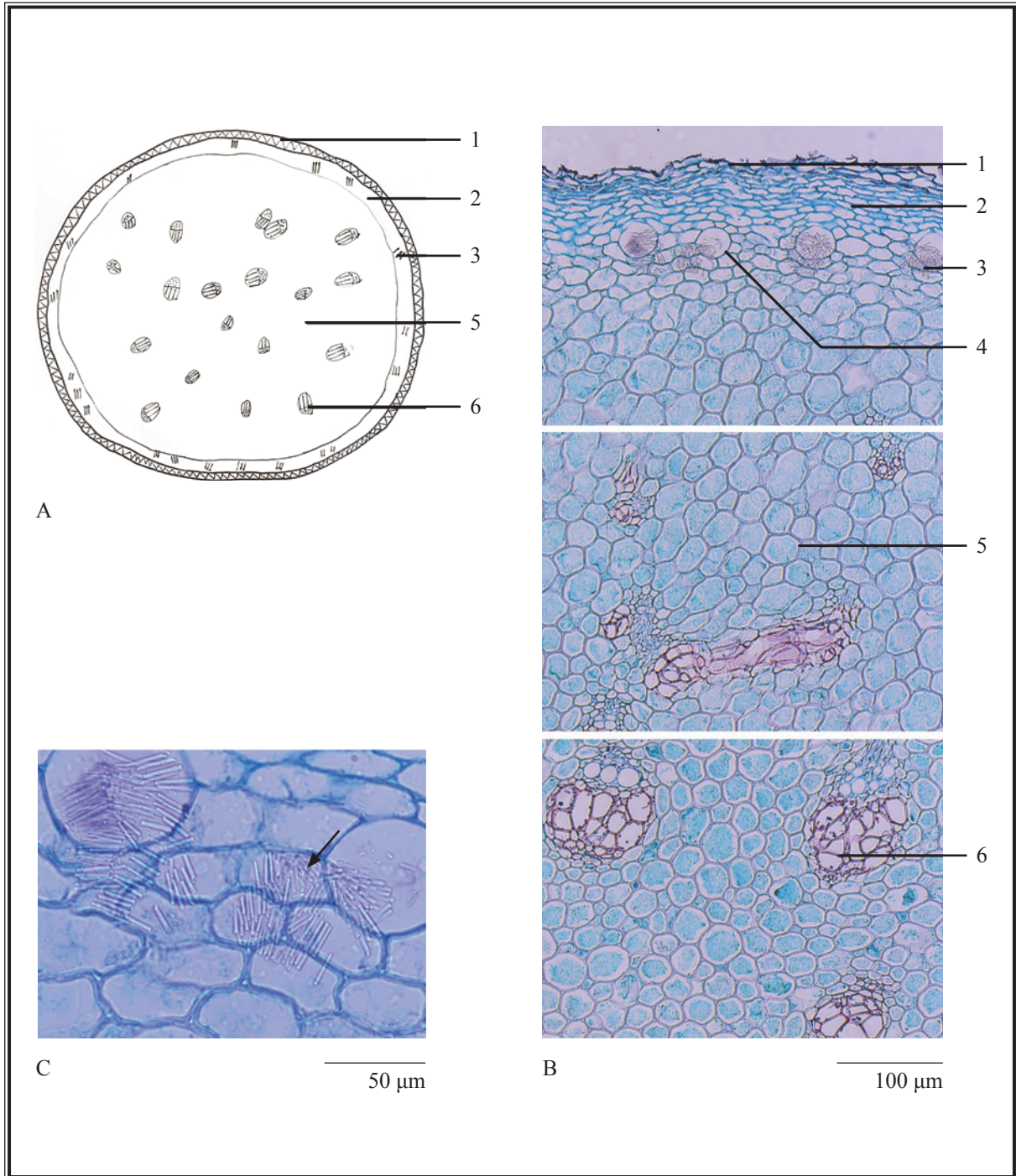


圖 2 穿山龍橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣針晶

1. 木栓層 2. 皮層 3. 草酸鈣針晶 4. 黏液細胞 5. 中柱 6. 維管束

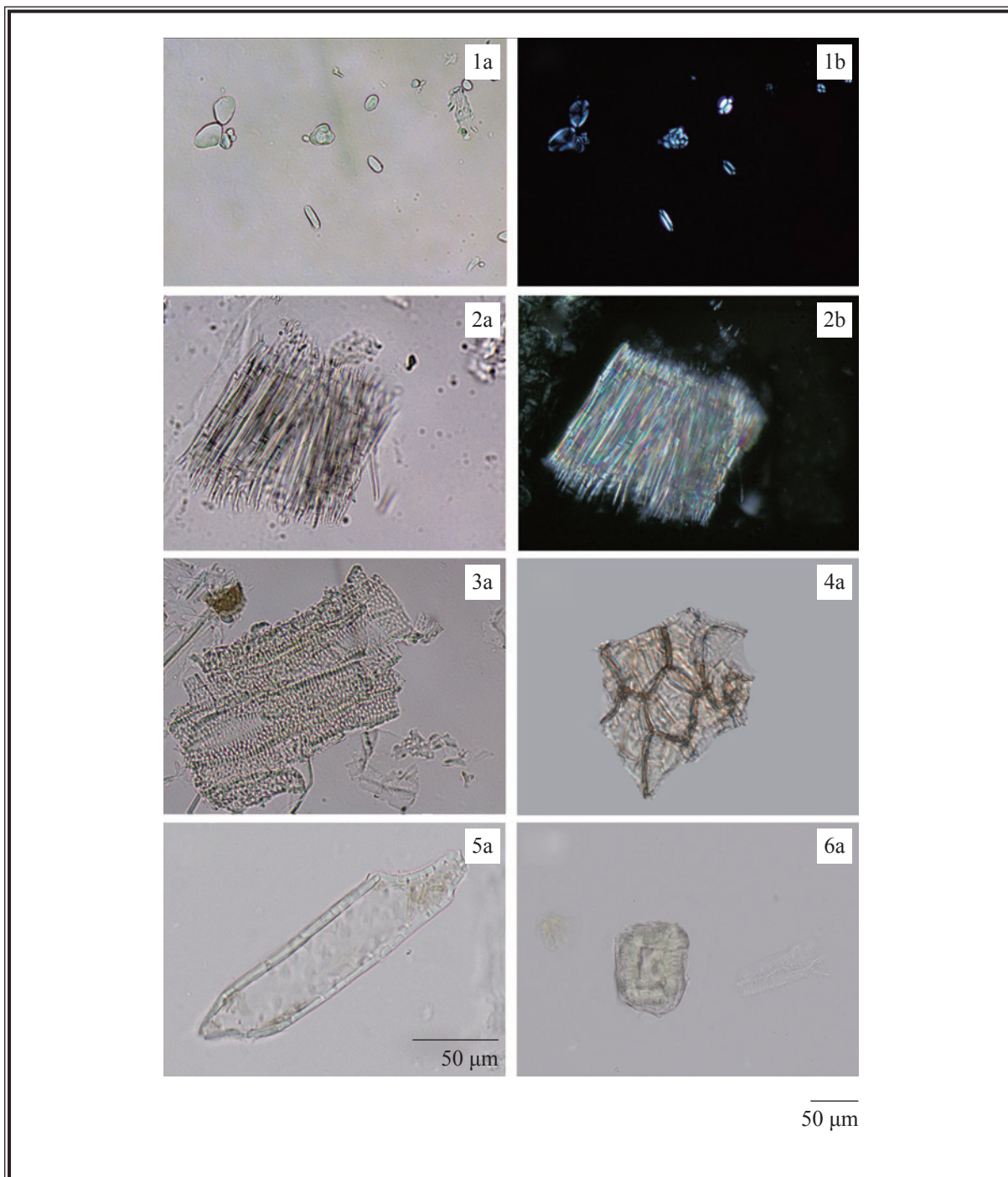


圖 3 穿山龍粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒
2. 草酸鈣針晶
3. 具緣紋孔導管
4. 木栓細胞
5. 木化薄壁細胞
6. 石細胞

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

薯蕷皂苷對照品溶液

取薯蕷皂苷對照品(圖 4) 0.8 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備水 - 正丁醇 - 乙酸乙酯(5:4:1, v/v)的混合溶液，取上層溶液備用。

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 50-mL 離心管中，加 65% 乙醇 20 mL，超聲(350 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4500 × g)，用 0.45- μ m 微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取薯蕷皂苷對照品溶液 1.5 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 6 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱(約 3 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

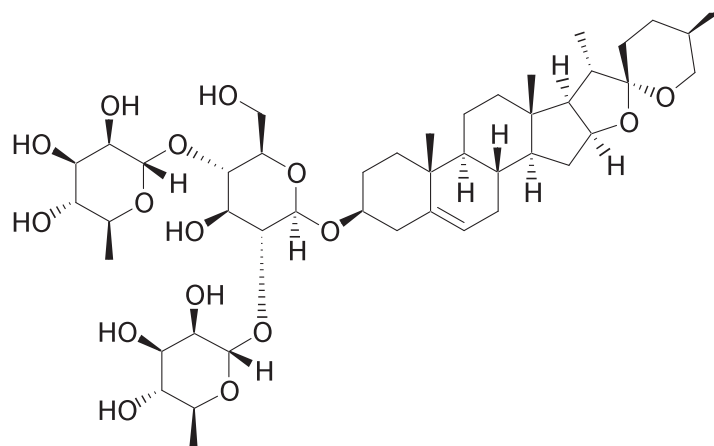


圖 4 薯蕷皂苷化學結構式

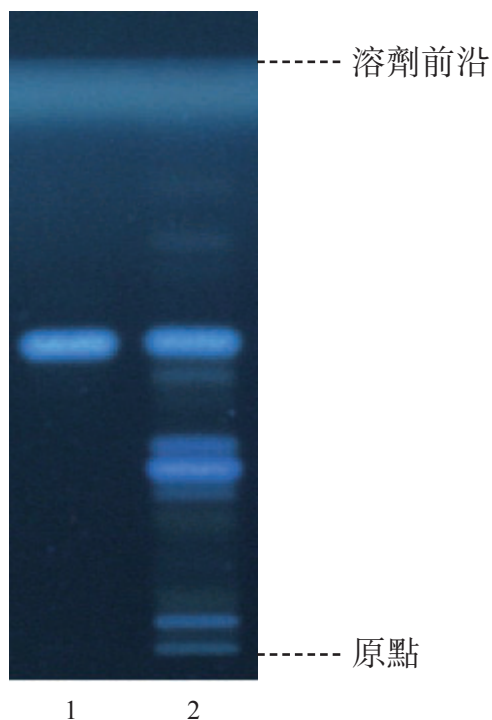


圖 5 穿山龍提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 薯蕷皂苷對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與薯蕷皂苷色澤相同、 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

薯蕷皂苷對照品溶液 *Std-FP* (500 mg/L)

取薯蕷皂苷對照品 0.5 mg，溶解於 1 mL 65% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 65% 乙醇 20 mL，超聲(120 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 $4500 \times g$)，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 203 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)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	50	50	等度
10 – 50	50 → 0	50 → 100	綫性梯度
50 – 60	0	100	等度

系統適用性要求

吸取薯蕷皂苷對照品溶液 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：薯蕷皂苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0 %；薯蕷皂苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0 %；理論塔板數按薯蕷皂苷峰計算應不低於 10000。

供試品測試中 1 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取薯蕷皂苷對照品溶液 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 色譜圖中薯蕷皂苷峰的保留時間，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，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中薯蕷皂苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中薯蕷皂苷峰。二色譜圖中薯蕷皂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。

穿山龍提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 穿山龍提取液 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 (指標成份峰，薯蕷皂苷)	1.00	-
2	2.87	± 0.08
3	3.19	± 0.07

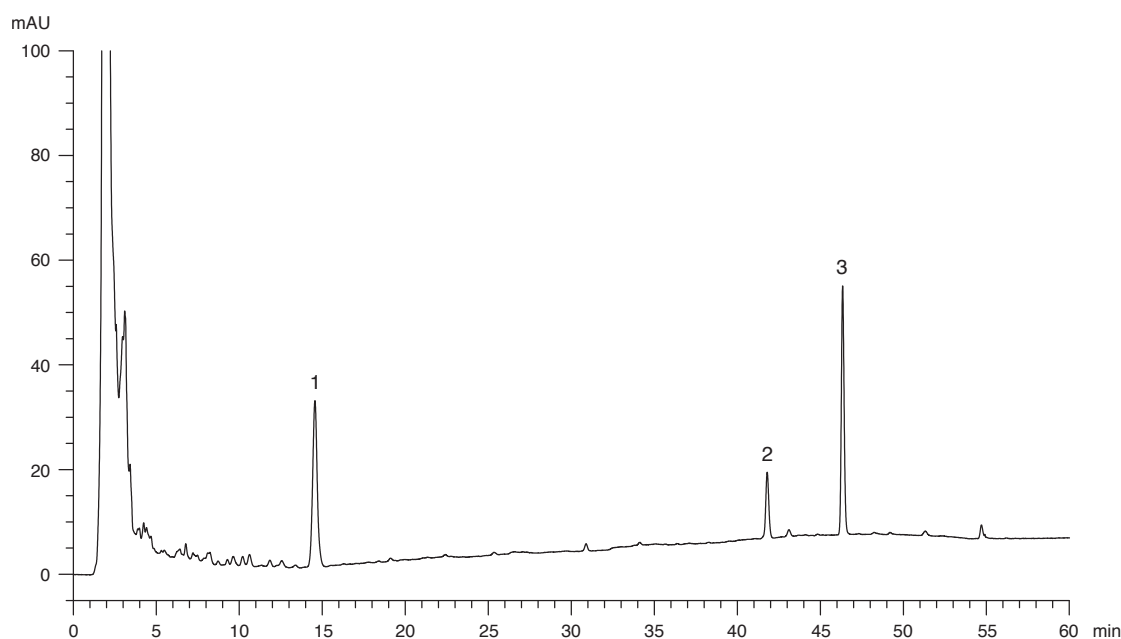


圖 6 穿山龍提取液對照指紋圖譜

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 1.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 4.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

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 32.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 18.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

薯蕷皂苷對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取薯蕷皂苷對照品 2.0 mg，溶解於 2 mL 65% 乙醇中。

薯蕷皂苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取薯蕷皂苷對照品儲備液適量，以 65% 乙醇稀釋製成含薯蕷皂苷分別為 12.5、62.5、180、250、500 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 15-mL 離心管中，加 65% 乙醇 10 mL，超聲(120 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × g)。取上清液轉移於 10-mL 量瓶中，加 65% 乙醇至刻度，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 203 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 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	50	50	等度
10 – 30	50 → 25	50 → 75	綫性梯度

系統適用性要求

將薯蕷皂苷對照品溶液 Std-AS (180 mg/L) 10 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：薯蕷皂苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；薯蕷皂苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按薯蕷皂苷峰計算應不低於 8000。

供試品測試中薯蕷皂苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將薯蕷皂苷對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以薯蕷皂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 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與薯蕷皂苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中薯蕷皂苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中薯蕷皂苷峰。二色譜圖中薯蕷皂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薯蕷皂苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中薯蕷皂苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含薯蕷皂苷 ($C_{45}H_{72}O_{16}$) 不少於 1.3%。