

骨碎補

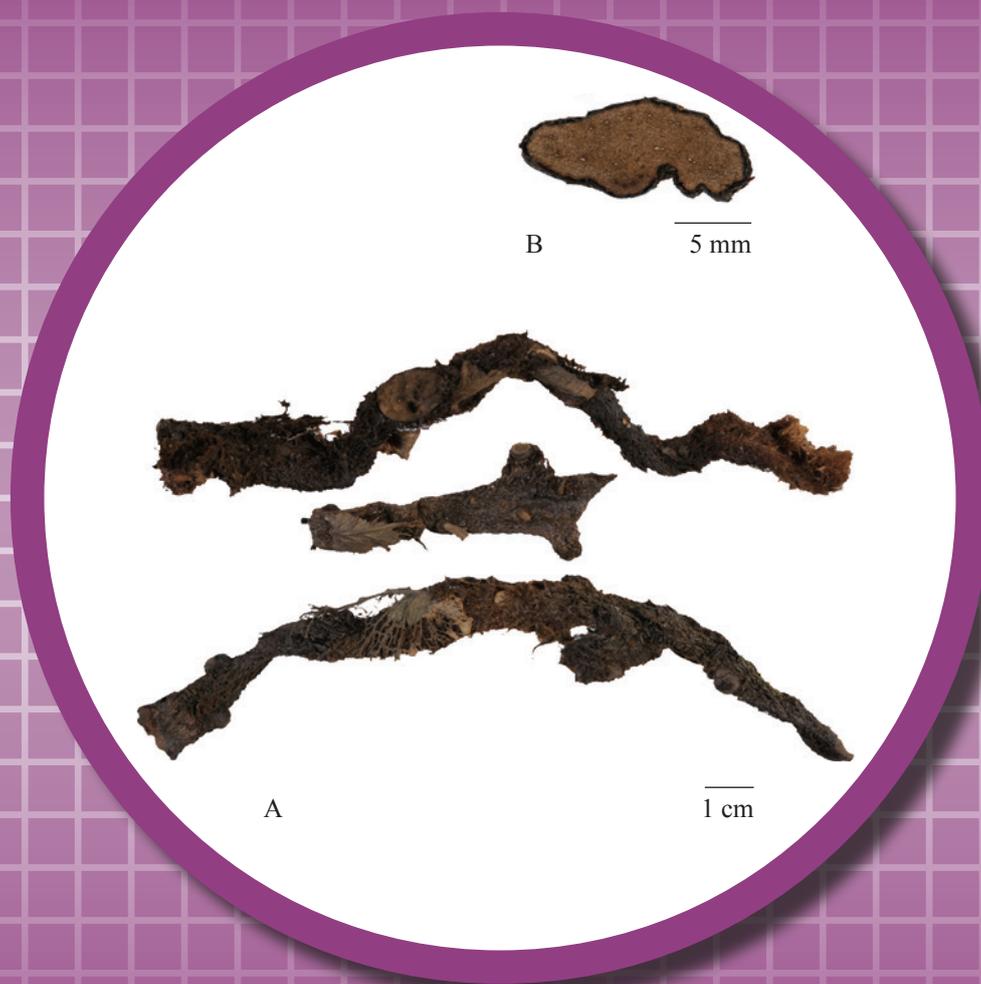


圖 1 骨碎補外觀圖

A. 骨碎補 B. 根莖橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Drynariae Rhizoma

中文名：骨碎補

漢語拼音名：Gusuibu

2. 來源

本品為水龍骨科植物槲蕨 *Drynaria fortunei* (Kunze) J. Sm. 的乾燥根莖。全年均可採挖，除去泥沙，乾燥，或再燎去茸毛(鱗片)。

3. 性狀

本品呈扁平長條狀或對半撕開長條狀，多彎曲，有分枝，長 2-19.5 cm，寬 0.5-2.5 cm，厚 2-8 mm。表面密被深棕色至暗棕色的小鱗片，經火燎者呈棕色或暗棕色；兩側及上表面均具突起或凹下的圓形葉痕，少數有葉柄殘基和鬚根殘留。質脆，體輕，易折斷，斷面紅棕色，維管束呈黃色點狀，排列成環。氣微，味淡、微澀(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

表皮細胞 1 列，類圓形或橢圓形，外壁稍厚。鱗葉基部於表皮的凹陷處，細胞 3-4 列，壁厚，內含紅棕色色素。薄壁細胞類圓形或不規則波狀彎曲。內皮層細胞切向延長，凱氏點不明顯。維管束周韌型，11-28 個，排列成扁圓環。木質部管胞大多網紋，直徑 7-82 μm (圖 2)。

粉末

棕色。鱗片碎片黃棕色或紅棕色，鱗片細胞呈長條形或形狀不規則，有的含紅棕色物。皮層細胞類長方形或類多角形，微木化或非木化，孔溝明顯；近表皮的細胞較小，壁微彎曲，孔溝稀疏；近內皮層的細胞壁厚，孔溝明顯。管胞主要為網紋，無色、黃色或黃棕色，直徑 7-82 μm 。纖維多成束，橙黃色或紅棕色，呈梭形，末端漸尖，壁厚，孔溝大多不明顯(圖 3)。

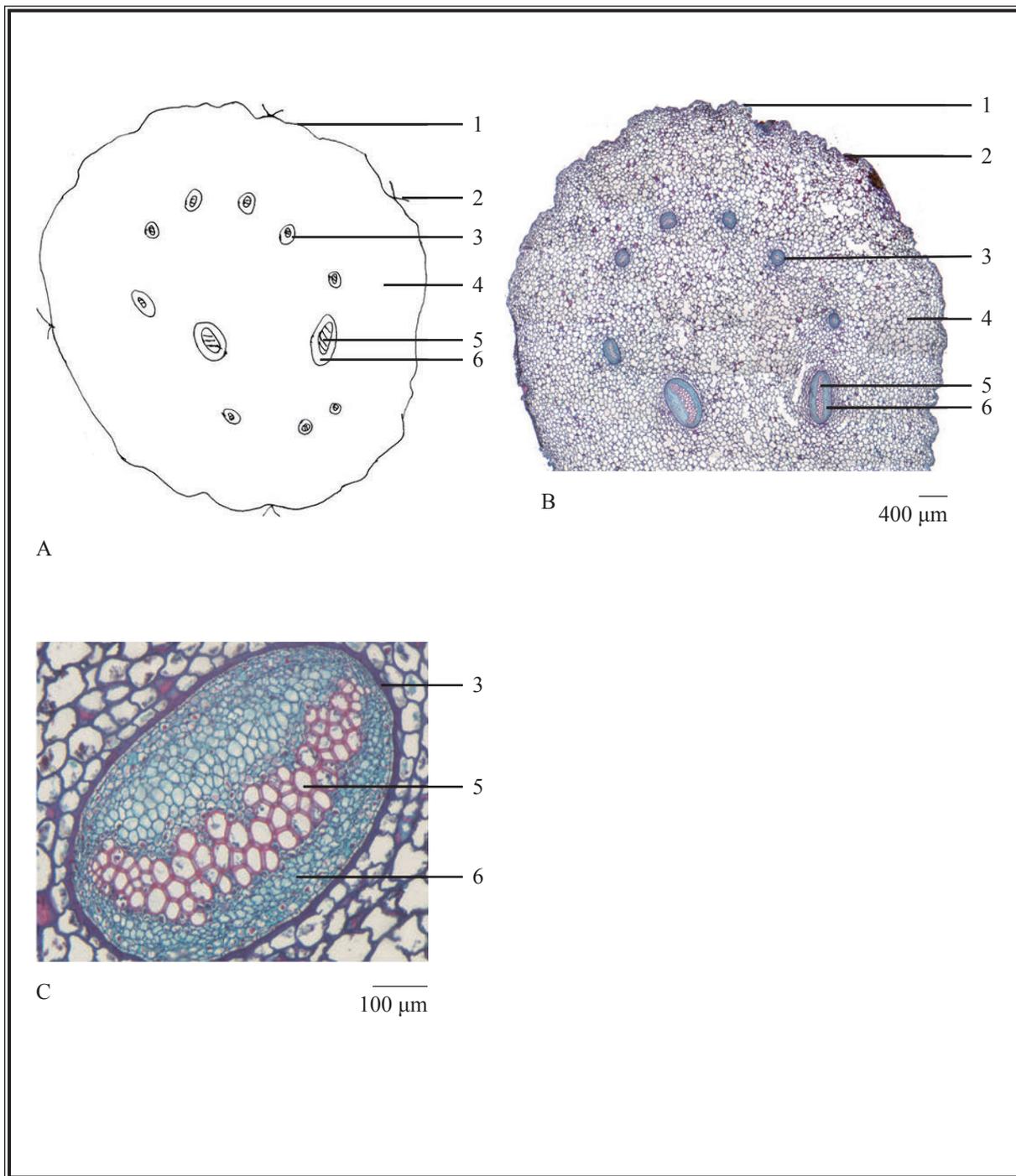


圖 2 骨碎補橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 內皮層和維管束

1. 表皮 2. 鱗葉基部 3. 內皮層 4. 薄壁組織 5. 木質部 6. 韌皮部

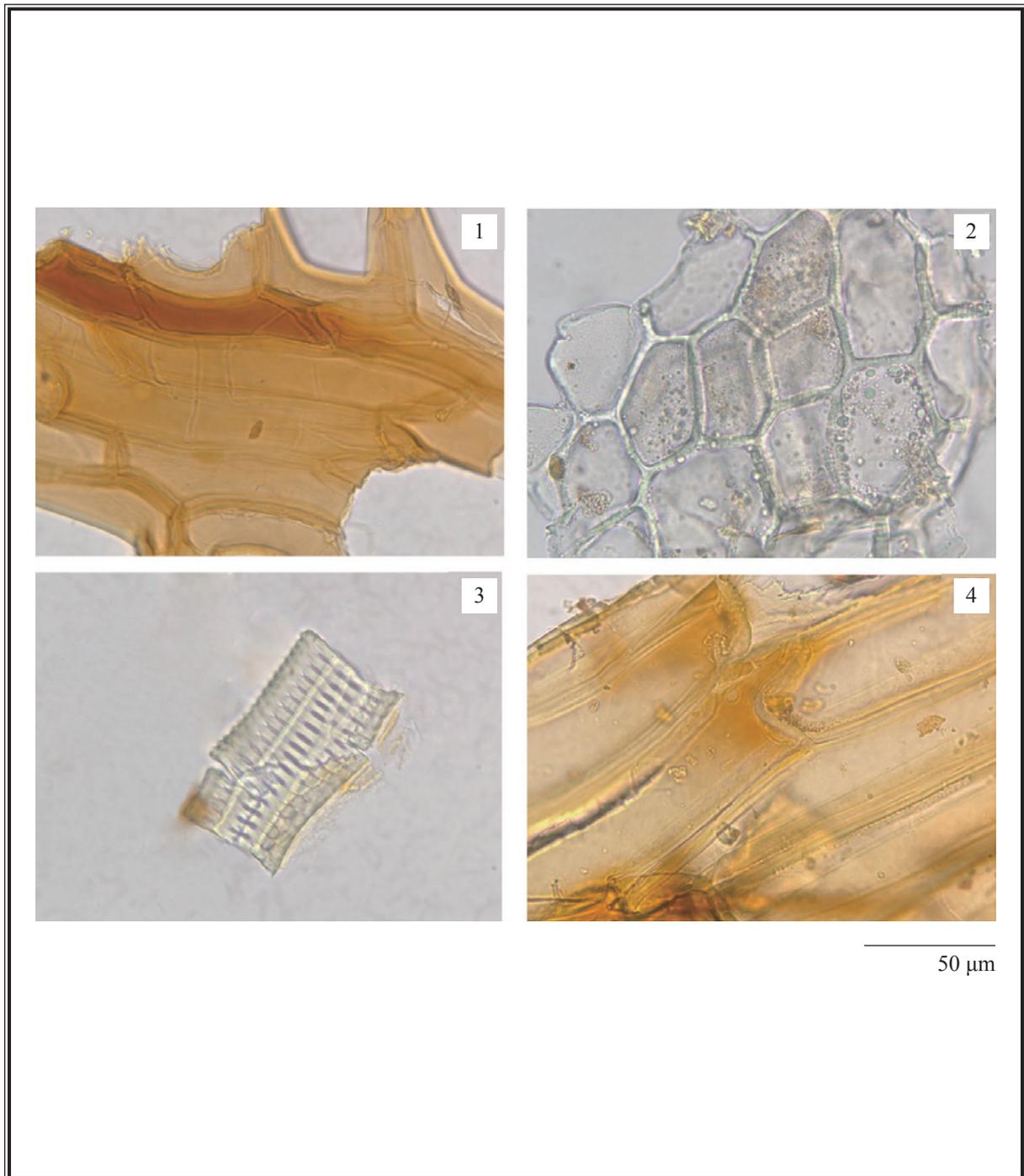


圖 3 骨碎補粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

- 1. 鱗片碎片
- 2. 皮層細胞
- 3. 管胞
- 4. 纖維

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

柚皮苷對照品溶液

取柚皮苷對照品(圖 4) 2.5 mg，溶解於 5 mL 70% 乙醇中。

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 1 g，溶解於 100 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 70% 乙醇 10 mL，超聲(150 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取柚皮苷對照品溶液 1 μL 和供試品溶液 2 μL，點於同一高效矽膠 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 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在 105°C 加熱(約 2 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

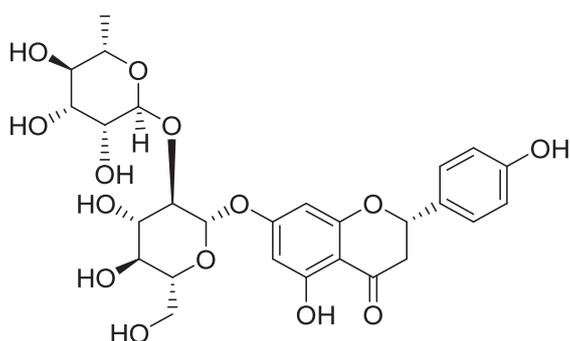


圖 4 柚皮苷化學結構式

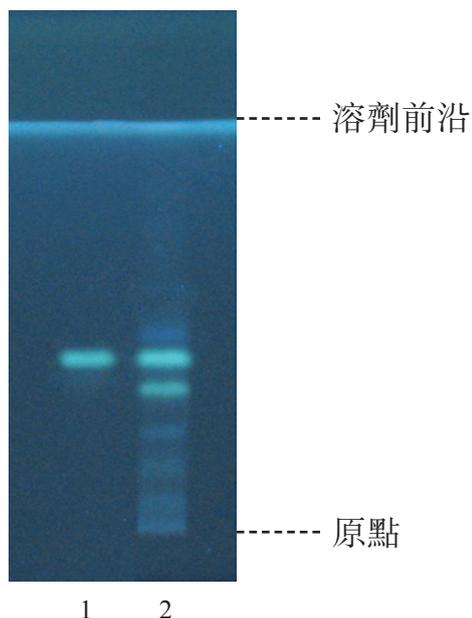


圖 5 骨碎補提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 柚皮苷對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與柚皮苷色澤相同、 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

柚皮苷對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取柚皮苷對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 20 mL，超聲(200 W)處理 1 小時，離心 5 分鐘(約 $3000 \times g$)，用 0.45- μm 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 283 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)	乙腈 (%, v/v)	0.5% 乙酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	5	95	等度
5 – 15	5 → 10	95 → 90	綫性梯度
15 – 50	10 → 25	90 → 75	綫性梯度
50 – 60	25	75	等度

系統適用性要求

吸取柚皮苷對照品溶液 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：柚皮苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；柚皮苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按柚皮苷峰計算應不低於 200000。

供試品測試中 3 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取柚皮苷對照品溶液 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 色譜圖中柚皮苷峰的保留時間，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 色譜圖中柚皮苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中柚皮苷峰。二色譜圖中柚皮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。

骨碎補提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 骨碎補提取液 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	0.35	± 0.03
2	0.87	± 0.03
3 (指標成份峰，柚皮苷)	1.00	-

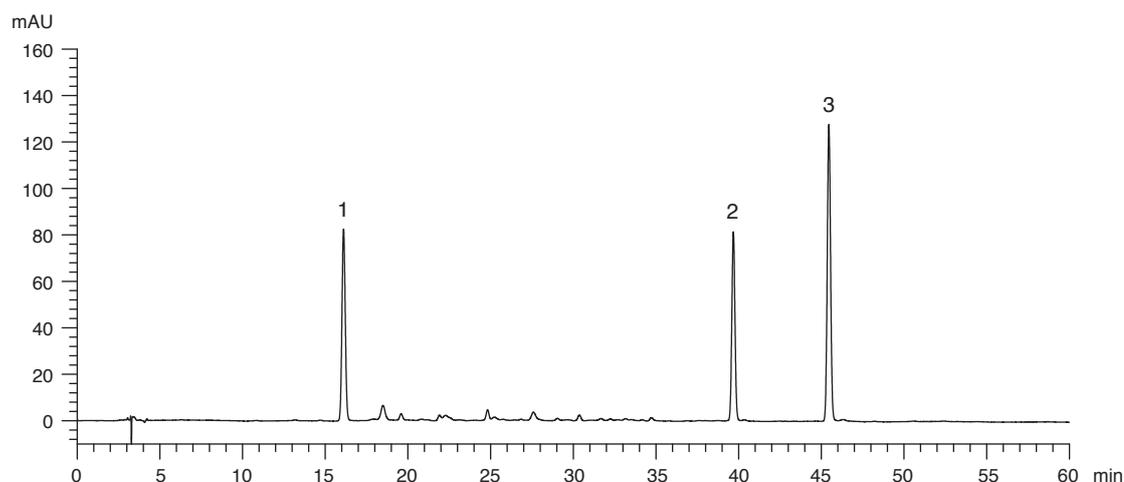


圖 6 骨碎補提取液對照指紋圖譜

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)：除鎘應不多於 2.5 mg/kg 外，其餘元素應符合有關規定。

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 2.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 8.0%。

酸不溶性灰分：不多於 2.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 15.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 9.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 8.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

柚皮苷對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取柚皮苷對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

柚皮苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取柚皮苷對照品儲備液適量，以 70% 乙醇稀釋製成含柚皮苷分別為 5、10、20、50、75 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 70% 乙醇 20 mL，超聲(200 W)處理 1 小時，離心 5 分鐘(約 3000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次。合併上清液，加 70% 乙醇至刻度，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 283 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)	乙腈 (%, v/v)	0.5% 乙酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 20	5 → 50	95 → 50	綫性梯度
20 – 30	50	50	等度

系統適用性要求

將柚皮苷對照品溶液 Std-AS (20 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：柚皮苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；柚皮苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按柚皮苷峰計算應不低於 150000。

供試品測試中柚皮苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將柚皮苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以柚皮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 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與柚皮苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中柚皮苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中柚皮苷峰。二色譜圖中柚皮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柚皮苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中柚皮苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含柚皮苷(C₂₇H₃₂O₁₄) 不少於 0.50%。

8. 警告

此藥材須經適當處理，如煎煮，方可使用。