

土木香

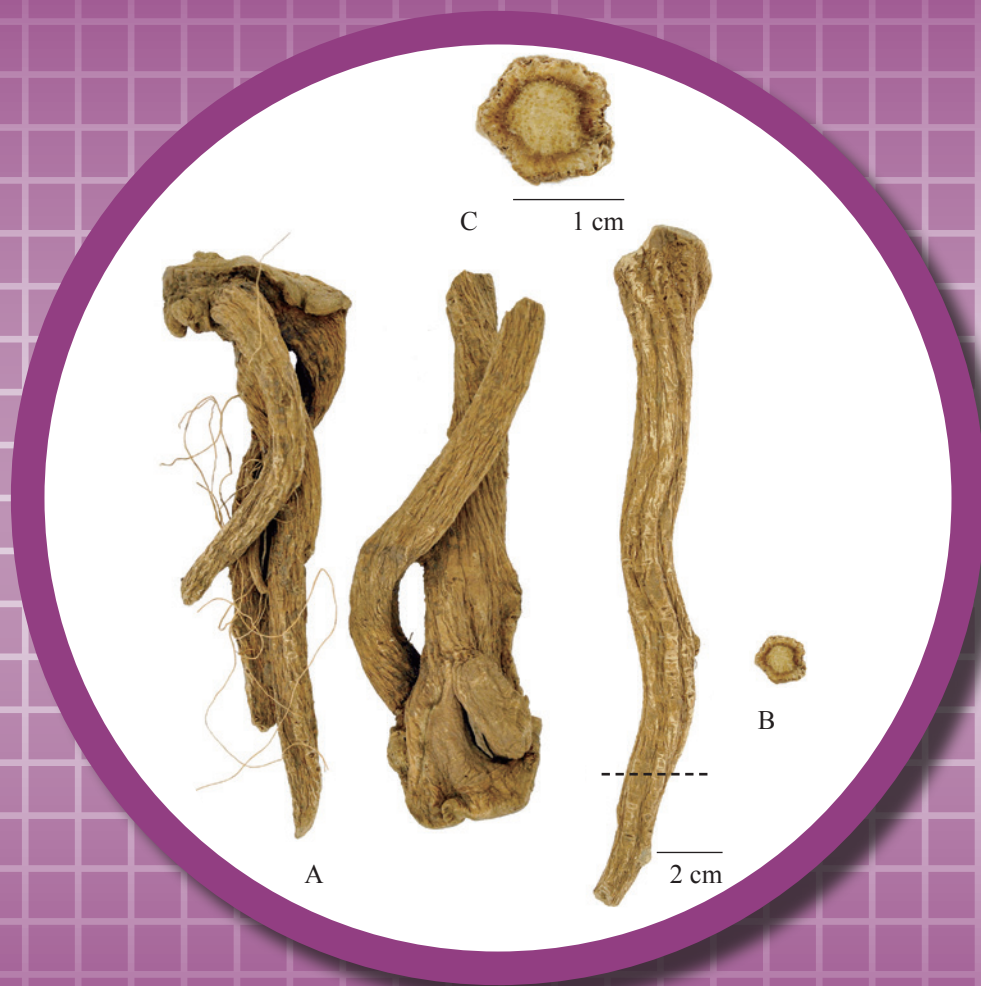


圖 1 土木香外觀圖

A. 土木香 B. 根橫切面圖

C. 根橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Inulae Radix

中文名：土木香

漢語拼音名：Tumuxiang

2. 來源

本品為菊科植物土木香 *Inula helenium* L. 的乾燥根。秋季採挖，除去泥沙，曬乾。

3. 性狀

本品呈圓錐形，略彎曲，長 5-29 cm。表面黃棕色或暗棕色，有縱皺紋及鬚根痕。根頭粗大，頂端有凹陷的莖痕及葉鞘殘基，周圍有圓柱形支根。質堅硬，不易折斷，斷面略平坦，黃白色至淺灰黃色，有凹點狀油室。氣微香，味苦、辛(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層由數列細胞組成。皮層約由十列切向延長的薄壁細胞組成。韌皮部寬廣。形成層排列成環，不明顯。木導管少，單個或數個成群，徑向排列。木纖維少數，成束存在於木質部中心的導管周圍。油室分佈於韌皮部與木質部，直徑 50-350 μm (圖 2)。

粉末

淺黃棕色至棕色。菊糖眾多，無色，呈不規則片狀；偏光顯微鏡下呈白色。導管以網紋為主，直徑 10-83 μm。木栓細胞黃棕色，多角形。油室偶見，多破碎。木纖維長梭形，末端傾斜，具斜紋孔(圖 3)。

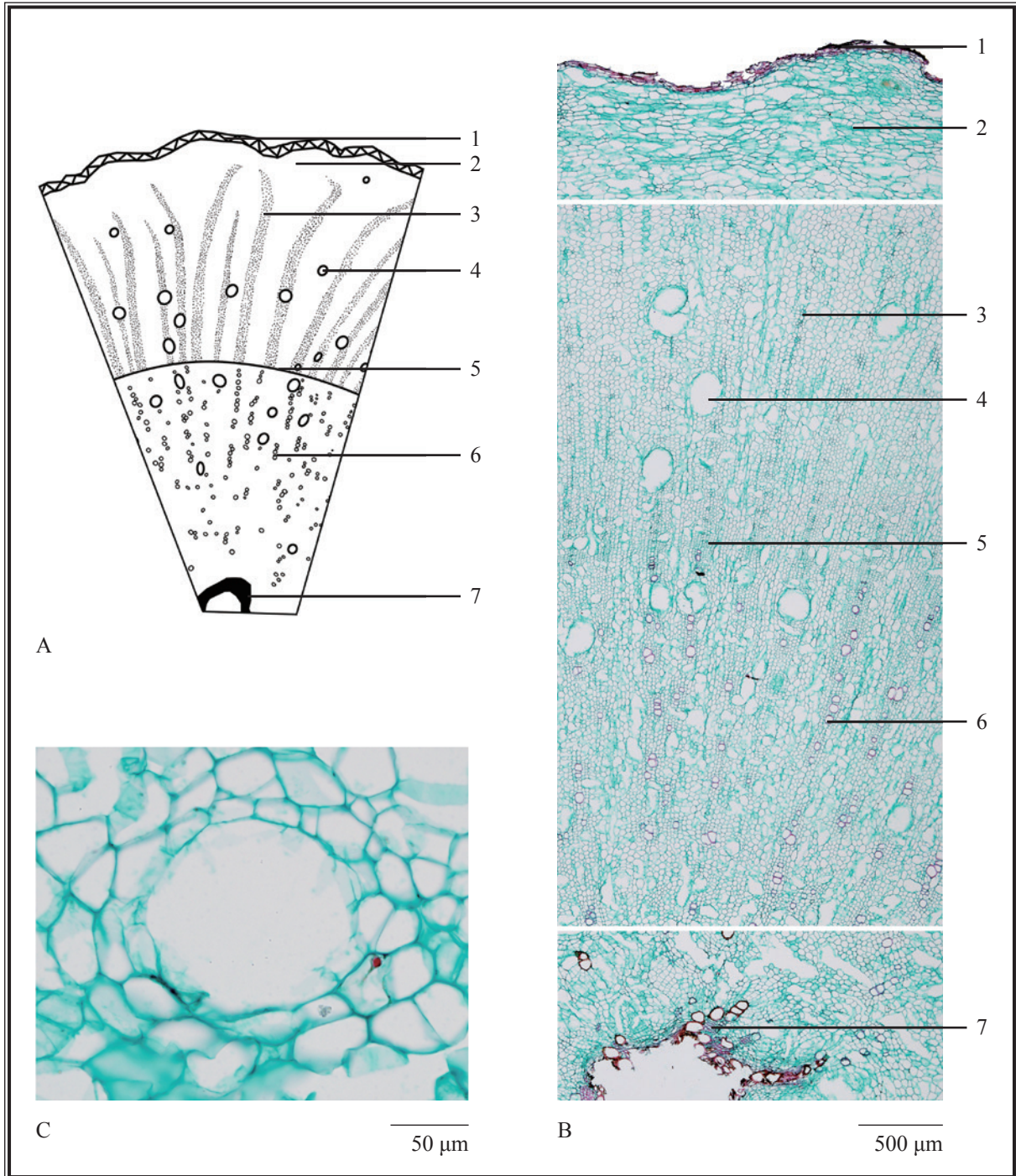


圖 2 土木香橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 油室

1. 木栓層 2. 皮層 3. 韌皮部 4. 油室 5. 形成層 6. 木質部 7. 木纖維

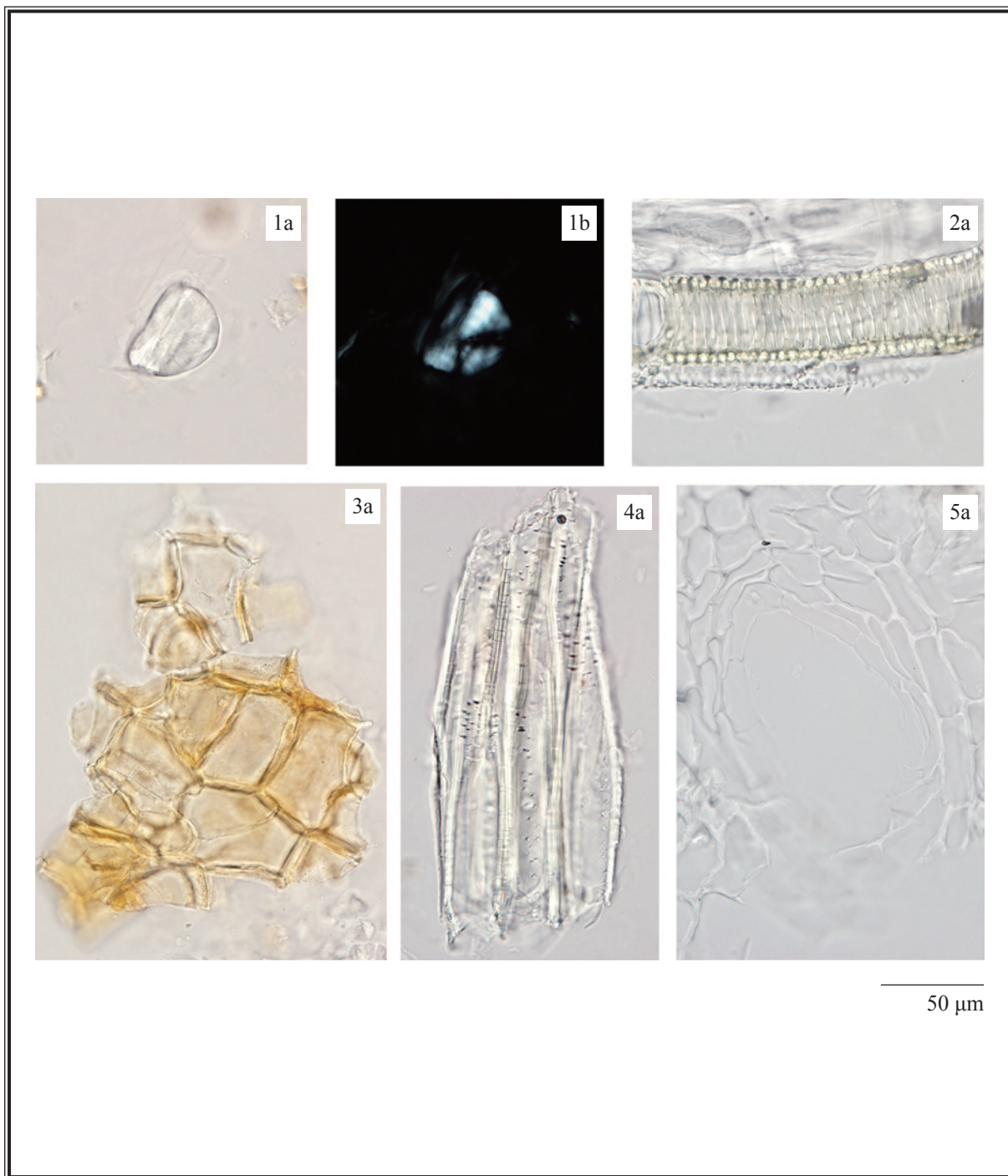


圖 3 土木香粉末顯微特徵圖

1. 菊糖 2. 網紋導管 3. 木栓細胞 4. 木纖維 5. 油室碎片

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

土木香內酯對照品溶液

取土木香內酯對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

異土木香內酯對照品溶液

取異土木香內酯對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備正己烷－乙酸乙酯 (5:1, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取 20% (v/v) 硫酸 25 mL，緩緩加至 25 mL 冰冷的冰醋酸中，加 2.5 mL 4-甲氧基苯甲醛，再加 20% (v/v) 硫酸 50 mL。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 20 mL，超聲(220 W)處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 5 mL 甲醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取土木香內酯對照品溶液 2 μ L、異土木香內酯對照品溶液 2 μ L 和供試品溶液 1 μ L，點於同一用 5% 硝酸銀溶液製備硅膠薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 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 15 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

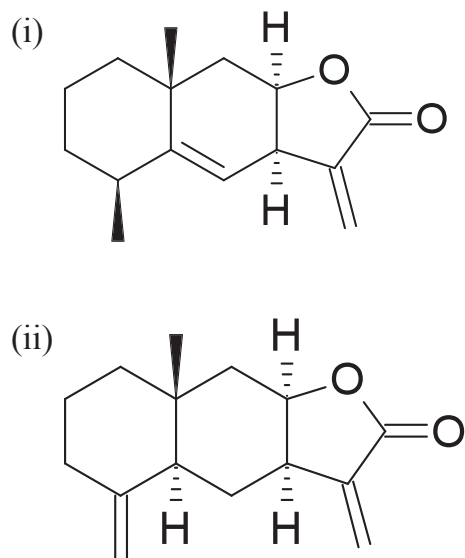


圖 4 化學結構式 (i) 土木香內酯 (ii) 異土木香內酯

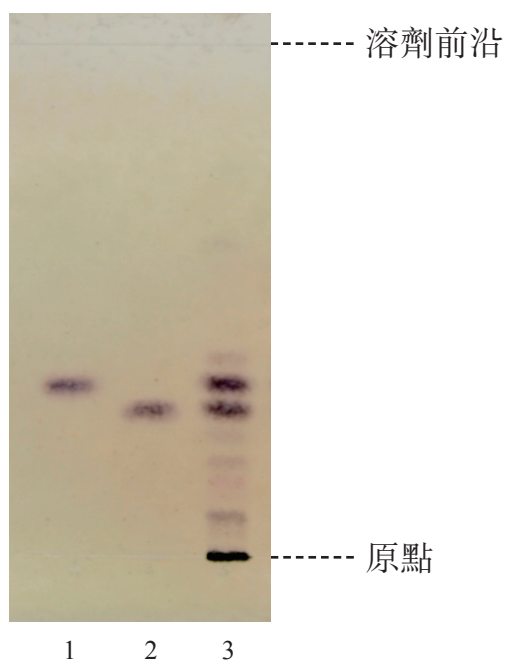


圖 5 土木香提取液對照薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)

1. 土木香內酯對照品溶液
2. 異土木香內酯對照品溶液
3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與土木香內酯和異土木香內酯色澤相同、 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

土木香內酯對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取土木香內酯對照品 0.5 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

異土木香內酯對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取異土木香內酯對照品 0.5 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 25 mL，超聲(220 W)處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，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 194 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% 磷酸－乙腈(45:55, v/v) 的混合溶液；流程約 40 分鐘。

系統適用性要求

吸取土木香內酯對照品溶液 Std-FP 和異土木香內酯對照品溶液 Std-FP 各 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：土木香內酯和異土木香內酯的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；土木香內酯峰和異土木香內酯峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按土木香內酯峰和異土木香內酯峰計算均應不低於 10000。

供試品測試中 2 號峰和 3 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.0 (圖 6)。

操作程序

分別吸取土木香內酯、異土木香內酯對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中土木香內酯峰和異土木香內酯峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中土木香內酯峰和異土木香內酯峰。二色譜圖中土木香內酯峰和異土

木香內酯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。

土木香提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表 1 土木香提取液 4 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 | 0.87 | ± 0.03 |
| 2 (異土木香內酯) | 0.94 | ± 0.03 |
| 3 (指標成份峰, 土木香內酯) | 1.00 | - |
| 4 | 1.16 | ± 0.03 |

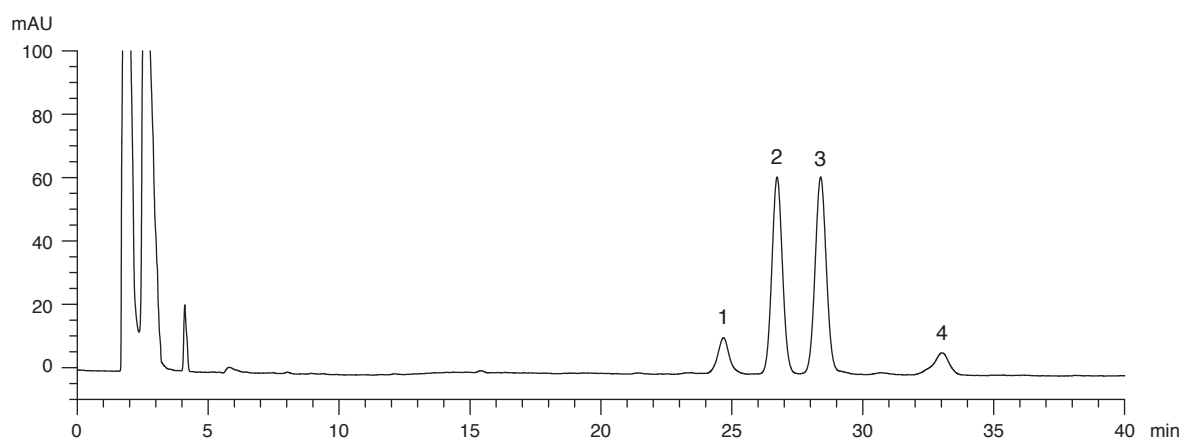


圖 6 土木香提取液對照指紋圖譜

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 4 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 6.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

5.7 水分(附錄 X)

甲苯法：不多於 14.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 51.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 35.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (C) 進行。

對照品溶液

土木香內酯和異土木香內酯混合對照品儲備液 *Std-Stock* (各 200 mg/L)

精密稱取土木香內酯對照品和異土木香內酯對照品各 2.0 mg，溶解於 10 mL 乙酸乙酯中。

土木香內酯和異土木香內酯混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取土木香內酯和異土木香內酯混合對照品儲備液適量，以乙酸乙酯稀釋製成含土木香內酯和異土木香內酯分別為 3、5、10、20、30 mg/L 系列的混合對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 100-mL 錐形瓶中，加乙酸乙酯 30 mL，超聲 (220 W) 處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 100-mL 量瓶中。重複提取 2 次，殘渣用乙酸乙酯洗滌 2 次，每次 5 mL，合併提取液，加乙酸乙酯至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

氣相色譜：火焰離子檢測器；毛細管色譜柱 (HP-5，柱長 30 m，內徑 0.32 mm，交聯 5% 二苯基甲基硅氧烷為固定相，塗膜厚度 0.25 μ m)；進樣口溫度 260 $^{\circ}$ C；檢測器溫度 280 $^{\circ}$ C；分流比 5:1。程序升溫如下 (表 2)：

表 2 程序升溫條件

| 時間 (分鐘) | 溫度 ($^{\circ}$ C) | 速率 ($^{\circ}$ C / 分鐘) |
|------------|-----------------------|----------------------------|
| 0 - 30 | 190 | - |
| 30 - 35 | 190 \rightarrow 240 | 10 |
| 35 - 40 | 240 | - |

系統適用性要求

將土木香內酯和異土木香內酯混合對照品溶液 Std-AS (各 10 mg/L) 1 μ L，注入氣相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：土木香內酯和異土木香內酯的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；土木香內酯峰和異土木香內酯峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按土木香內酯峰和異土木香內酯峰計算均應不低於 30000。

供試品測試中土木香內酯峰和異土木香內酯峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

標準曲線

將土木香內酯和異土木香內酯系列混合對照品溶液 Std-AS 各 1 μ L，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以土木香內酯和異土木香內酯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 1 μ L，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。與土木香內酯和異土木香內酯混合對照品溶液 Std-AS 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土木香內酯峰和異土木香內酯峰。二色譜圖中土木香內酯和異土木香內酯相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式分別計算供試品溶液中土木香內酯和異土木香內酯的濃度 (mg/L)，並計算樣品中土木香內酯和異土木香內酯的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含土木香內酯 ($C_{15}H_{20}O_2$) 和異土木香內酯 ($C_{15}H_{20}O_2$) 的總量不少於 2.3%。