首烏藤

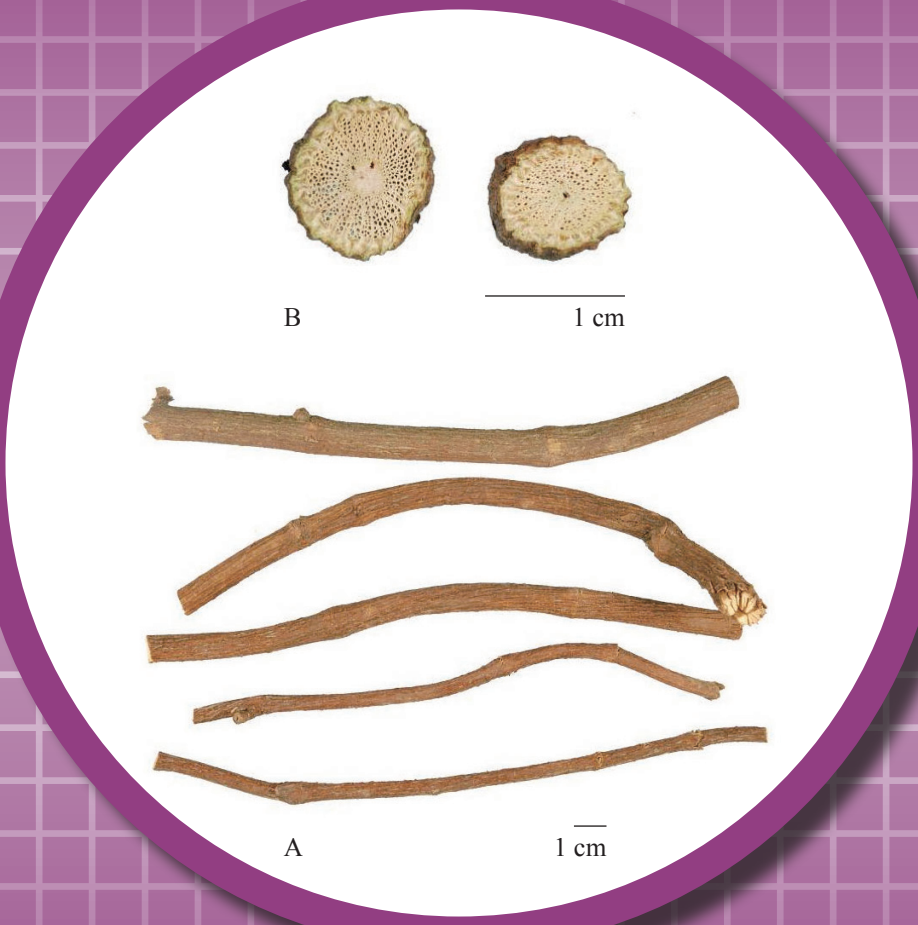


圖 1　首烏藤外觀圖

A. 首烏藤　B. 藤莖橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Polygoni Multiflori Caulis

中文名：首烏藤

漢語拼音名：Shouwuteng

2. 來源

本品為蓼科植物何首烏 *Polygonum multiflorum* Thunb. 的乾燥藤莖。秋、冬兩季採割，除去殘葉，捆成把或趁鮮切段，曬乾或以 45-50°C 烘乾。

3. 性狀

本品呈長圓柱狀，稍扭曲，長短不一，直徑 2-10 mm。表面紫紅色或紫棕色，粗糙，具扭曲的縱皺紋，節部略膨大，有側枝痕，外皮菲薄，可剝離。質脆，易折斷，斷面皮部紫紅色，木部黃白色或淡棕色，導管孔明顯，髓部疏鬆，類白色。氣微，味澀、微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *(附錄 III)*

橫切面

表皮細胞有時殘存。木栓細胞 3-4 列，含棕色色素。皮層較狹窄。中柱鞘纖維束斷續排列成環，纖維壁甚厚，木化；在纖維束間偶有石細胞群。韌皮部較寬。形成層成環。木質部導管類圓形，單個散列或數個成群。射線由 1-3 列細胞組成，含草酸鈣簇晶。髓部較小。薄壁細胞含草酸鈣簇晶(圖 2)。

粉末

黃棕色至紫棕色。木栓細胞紅棕色，類方形或形狀不規則，壁較厚及表面觀呈微波狀彎曲。石細胞多成群，淡黃色，呈長方形、類方形、類三角形或形狀不規則，直徑 16-72 μm，壁薄，胞腔大，紋孔和孔溝明顯。導管多為具緣紋孔導管，直徑可達 213 μm，紋孔排列緊密，紋孔口明顯。草酸鈣簇晶眾多，單個散在或於薄壁組織中排列成行，直徑 12-89 μm，稜角鈍；偏光顯微鏡下呈多彩狀。中柱鞘纖維多成束，淡黃色，直徑 7-32 μm，較長，壁厚，胞腔狹窄，孔溝明顯；偏光顯微鏡下呈亮白色或黃白色(圖 3)。

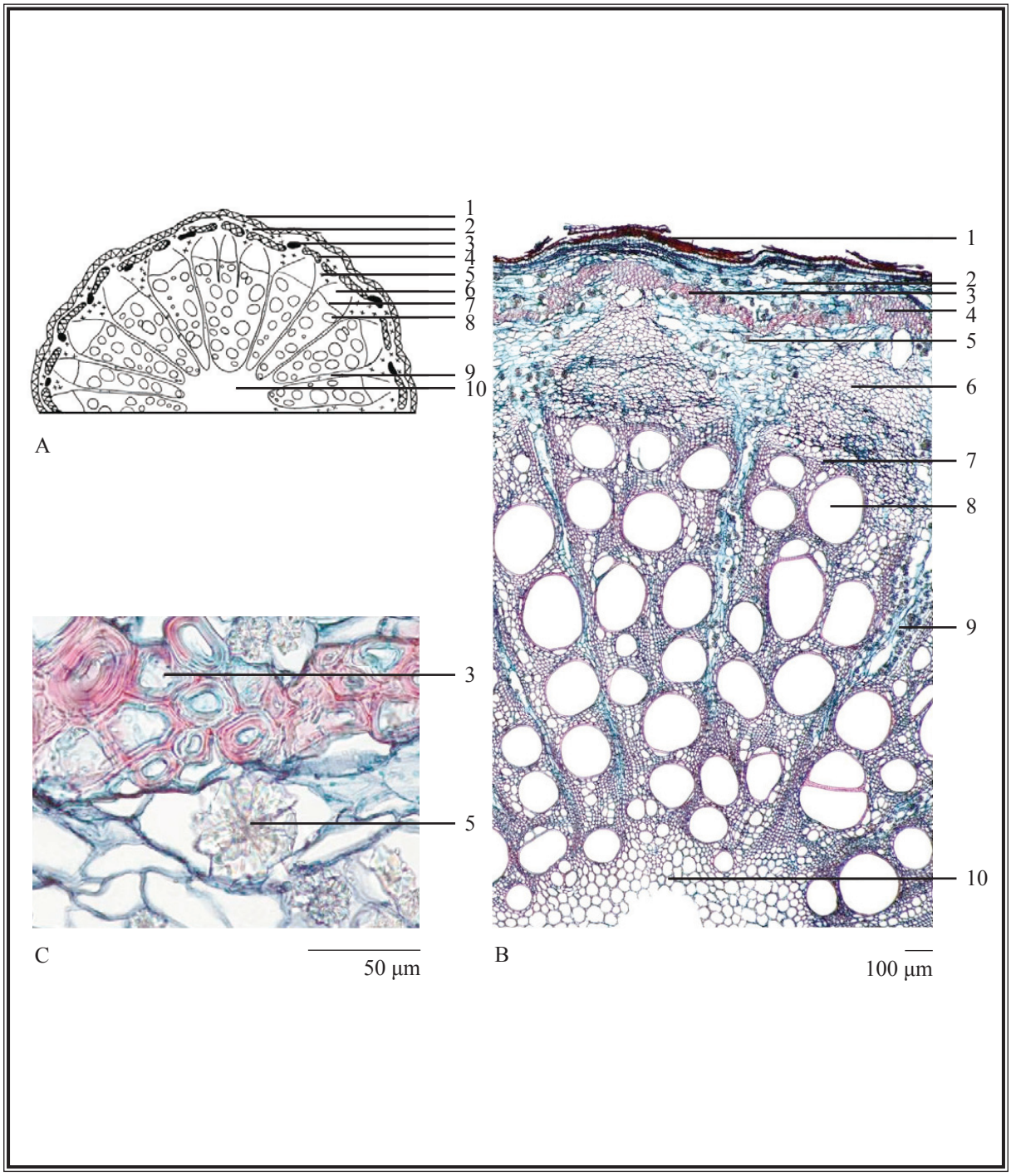


圖 2 首烏藤橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣簇晶及石細胞

1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 中柱鞘纖維束 5. 草酸鈣簇晶 6. 韌皮部
7. 形成層 8. 木質部 9. 射線 10. 髓部

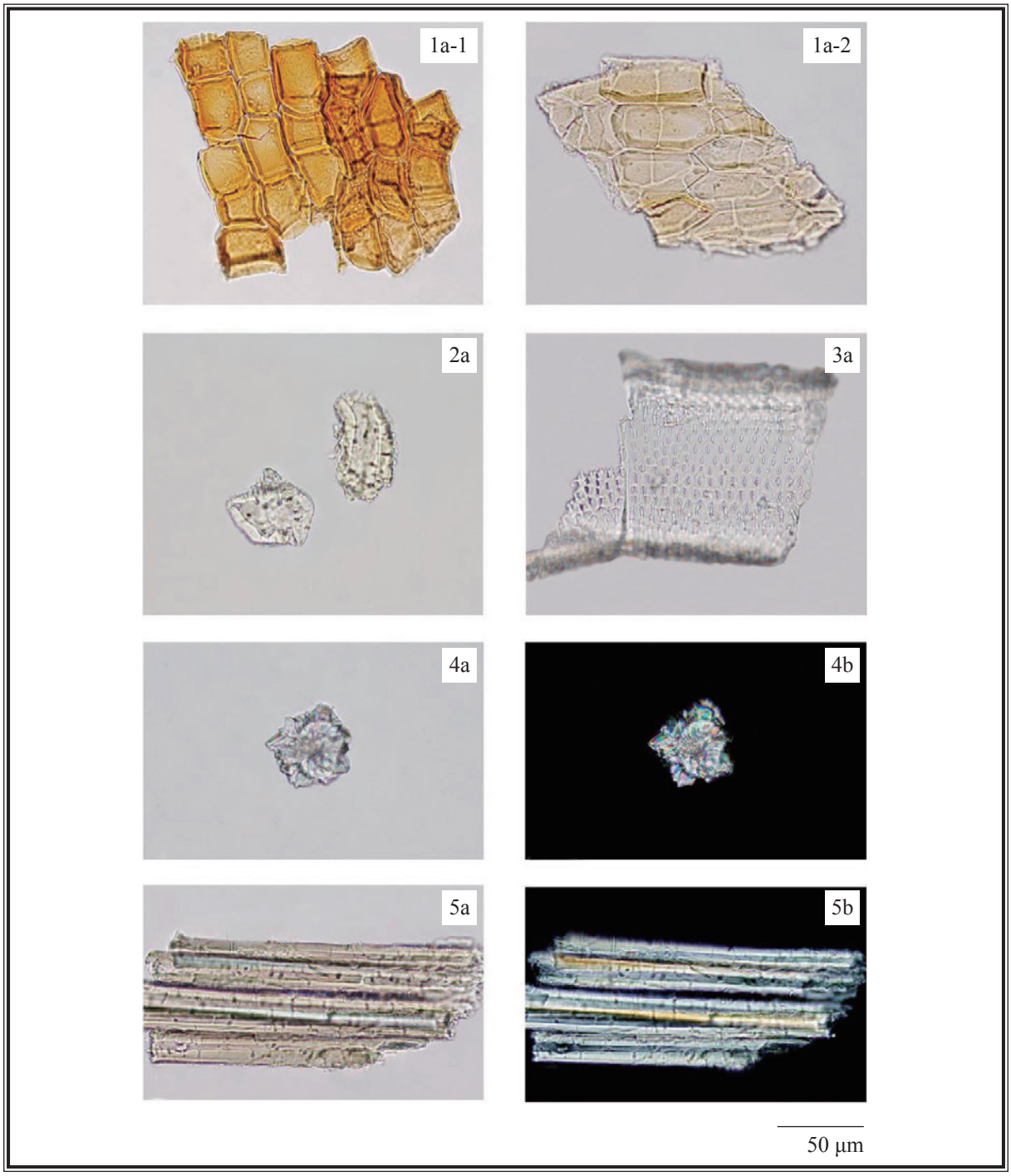


圖 3　首烏藤粉末顯微特徵圖

1. 木栓細胞　2. 石細胞　3. 導管(側面觀)　4. 草酸鈣簇晶　5. 纖維束

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

何首烏苷對照品溶液

取何首烏苷對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 95% 乙醇中。

展開劑

製備二氯甲烷 – 乙醇 – 冰醋酸 (10:5:0.4, v/v) 的混合溶液。

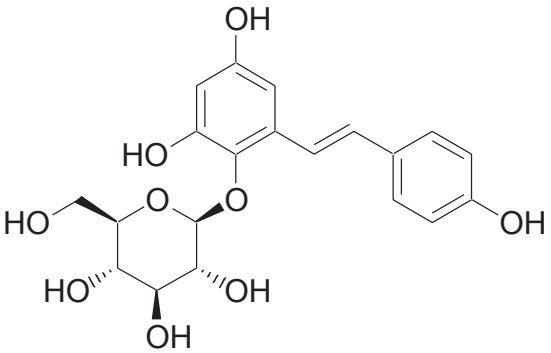
供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 95% 乙醇 10 mL，超聲(400 W)處理 30 分鐘，用 0.45-μm 微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

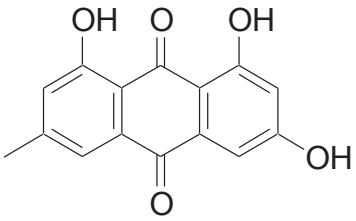
操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取何首烏苷對照品溶液 1 μL 和供試品溶液 2 μL，點於同一高效硅膠 F_{254} 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。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

(i)



(ii)



(iii)

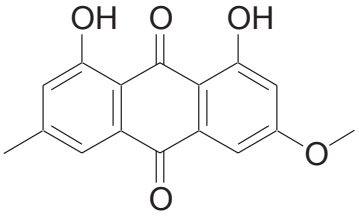


圖 4 化學結構式 (i) 何首烏苷 (ii) 大黃素 (iii) 大黃素甲醚

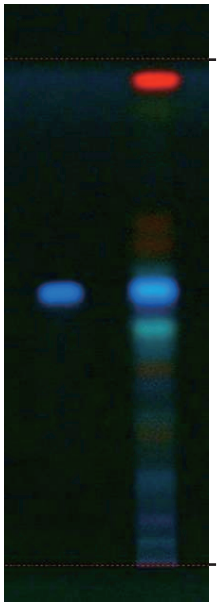


圖 5　首烏藤提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 何首烏苷對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與何首烏苷色澤相同、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

何首烏苷對照品溶液 Std-FP (45 mg/L)

取何首烏苷對照品 0.45 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

大黃素對照品溶液 Std-FP (4 mg/L)

取大黃素對照品(圖 4) 0.2 mg，溶解於 50 mL 甲醇中。

大黃素甲醚對照品溶液 Std-FP (4 mg/L)

取大黃素甲醚對照品(圖 4) 0.2 mg，溶解於 50 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 75% 甲醇 20 mL，超聲(400 W)處理 30 分鐘，離心 10 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 75% 甲醇至刻度，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 290 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；柱溫 35°C；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）	0.5% 甲酸（%, v/v）	乙腈（%, v/v）	洗脫
0 – 18	83	17	等度
18 – 30	83 → 65	17 → 35	綫性梯度
30 – 40	65	35	等度
40 – 50	65 → 5	35 → 95	綫性梯度
50 – 60	5	95	等度

系統適用性要求

吸取何首烏苷對照品溶液 Std-FP、大黃素對照品溶液 Std-FP 和大黃素甲醚對照品溶液 Std-FP 各 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：何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；何首烏苷峰、大黃素峰和大黃素甲醚峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按何首烏苷峰、大黃素峰和大黃素甲醚峰計算分別應不低於 8000、400000 和 400000。

供試品測試中 1 號峰、4 號峰和 5 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5（圖 6）。

操作程序

分別吸取何首烏苷、大黃素、大黃素甲醚對照品溶液 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 色譜圖中何首烏苷峰、大黃素峰和大黃素甲醚峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 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 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中何首烏苷峰、大黃素峰和大黃素甲醚峰。二色譜圖中何首烏苷峰、大黃素峰和大黃素甲醚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。

首烏藤提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 首烏藤提取液 5 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（何首烏苷）	0.30	± 0.03
2	0.66	± 0.03
3	0.69	± 0.03
4（指標成份峰，大黃素）	1.00	-
5（大黃素甲醚）	1.07	± 0.03

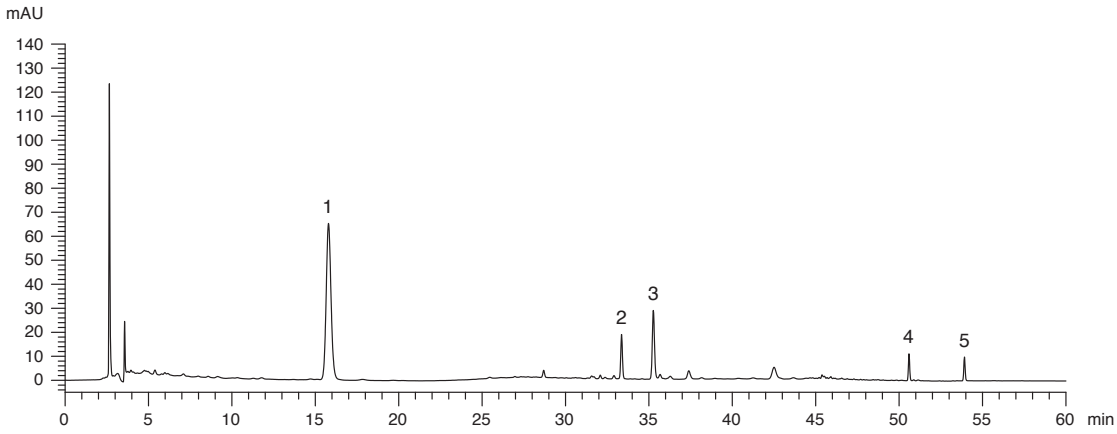


圖 6 首烏藤提取液對照指紋圖譜

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 5 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－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 5.0%。

5.6 灰分*(附錄 IX)*

總灰分：不多於 10.0%。
酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

5.7 水分*(附錄 X)*

烘乾法：不多於 12.0%。

6. 浸出物*(附錄 XI)*

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 9.0%。
醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 12.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B)進行。

對照品溶液
何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚混合對照品儲備液 Std-Stock（何首烏苷 180 mg/L、大黃素和大黃素甲醚各 16 mg/L）
精密稱取何首烏苷對照品 1.8 mg、大黃素對照品 0.16 mg 和大黃素甲醚對照品 0.16 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。
何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚混合對照品溶液 Std-AS
精密吸取何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含何首烏苷分別為 3、6、12、24、45 mg/L；含大黃素和大黃素甲醚分別為 0.2、0.4、1、2、4 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 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 75% 甲醇 20 mL，超聲(400 W)處理 30 分鐘，離心 10 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 75% 甲醇至刻度，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 290 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；柱溫 35°C；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）	0.5% 甲酸（%, v/v）	乙腈（%, v/v）	洗脫
0 – 18	83	17	等度
18 – 30	83 → 65	17 → 35	綫性梯度
30 – 40	65	35	等度
40 – 50	65 → 5	35 → 95	綫性梯度
50 – 60	5	95	等度

系統適用性要求

將何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚混合對照品溶液 Std-AS(何首烏苷 12 mg/L、大黃素和大黃素甲醚各 1 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：何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；何首烏苷峰、大黃素峰和大黃素甲醚峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按何首烏苷峰、大黃素峰和大黃素甲醚峰計算分別應不低於 8000、400000 和 400000。

供試品測試中何首烏苷峰、大黃素峰和大黃素甲醚峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

標準曲綫

將何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚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。與何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中何首烏苷峰、大黃素峰和大黃素甲醚峰。二色譜圖

中何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚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何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚的濃度（mg/L），並計算樣品中何首烏苷、大黃素和大黃素甲醚的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含何首烏苷（$C_{20}H_{22}O_9$）不少於 0.20%；大黃素（$C_{15}H_{10}O_5$）和大黃素甲醚（$C_{16}H_{12}O_5$）的總量不少於 0.034%。