

# 首烏藤

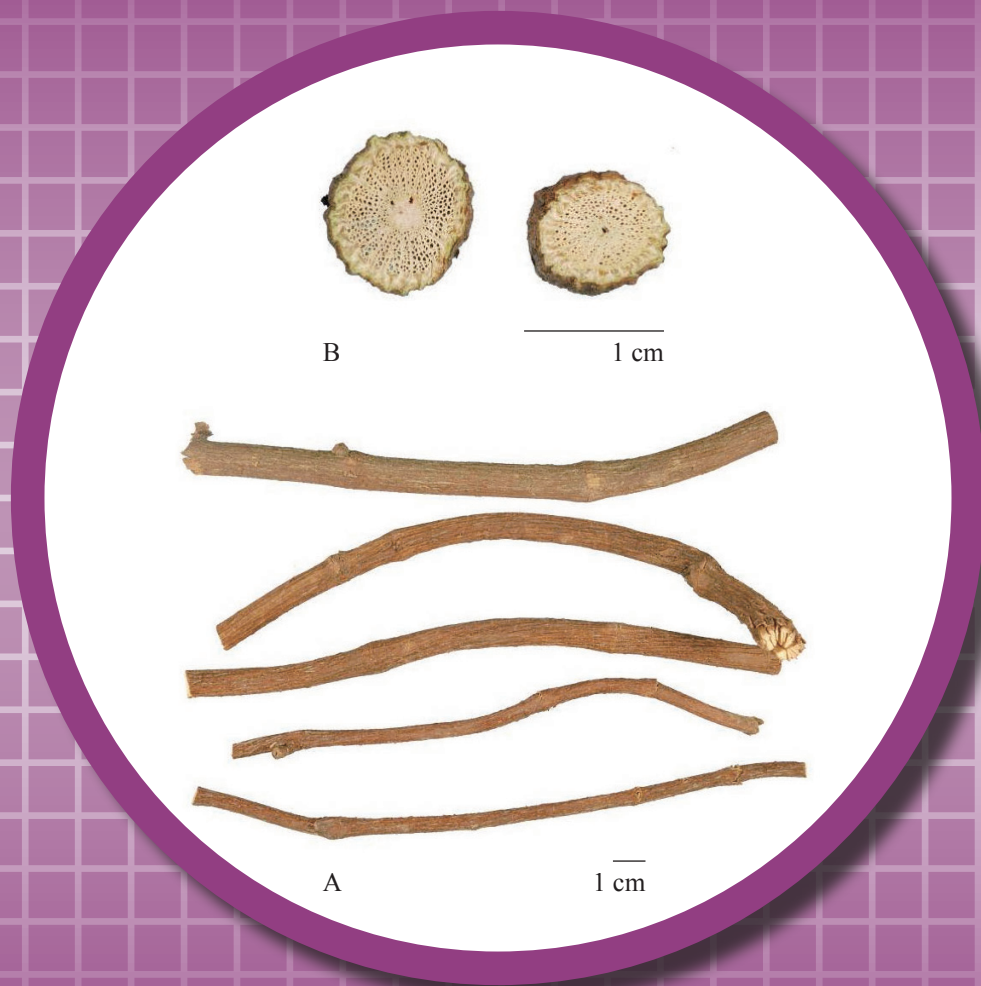


圖 1 首烏藤外觀圖

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  $\mu\text{m}$ ，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  $\mu\text{m}$ ，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  $\mu\text{m}$ ，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  $\mu\text{m}$ ，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)。

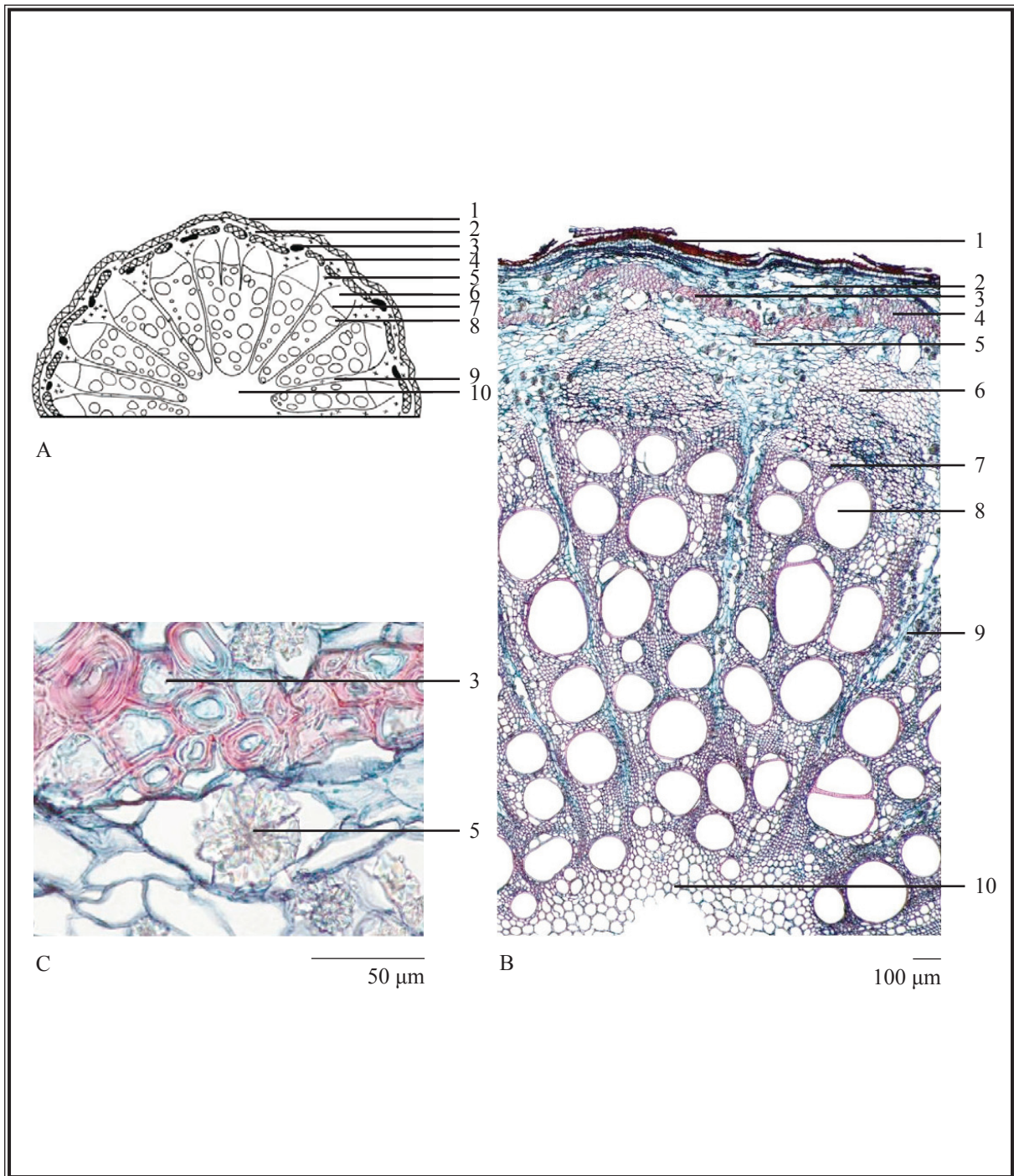


圖 2 首烏藤橫切面顯微特徵圖

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

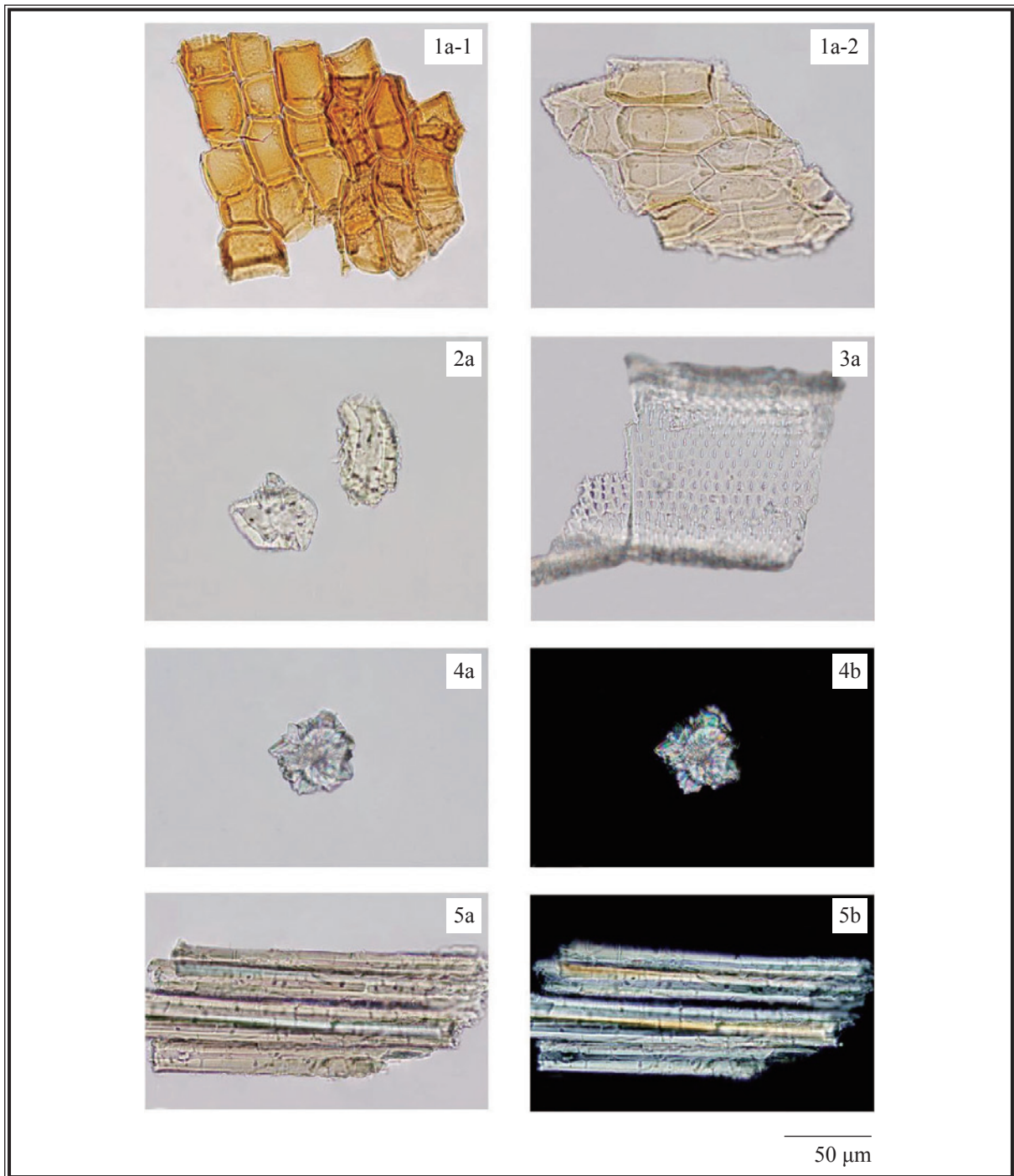


圖 3 首烏藤粉末顯微特徵圖

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。

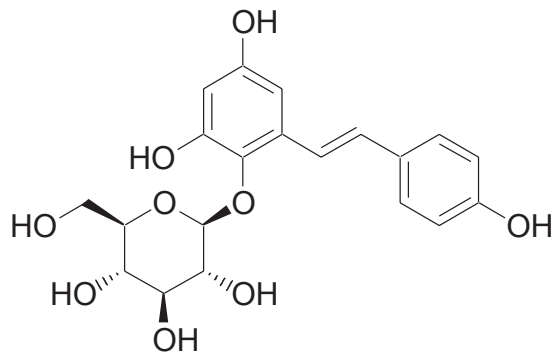
### 供試品溶液

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- $\mu\text{m}$  微孔濾膜(nylon) 濾過，即得。

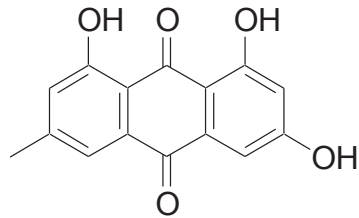
### 操作程序

照薄層色譜法 [ 附錄 IV (A) ] 進行。分別吸取何首烏苷對照品溶液 1  $\mu\text{L}$  和供試品溶液 2  $\mu\text{L}$ ，點於同一高效硅膠 F<sub>254</sub> 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)

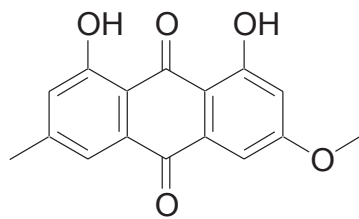


圖 4 化學結構式 (i) 何首烏苷 (ii) 大黃素 (iii) 大黃素甲醚

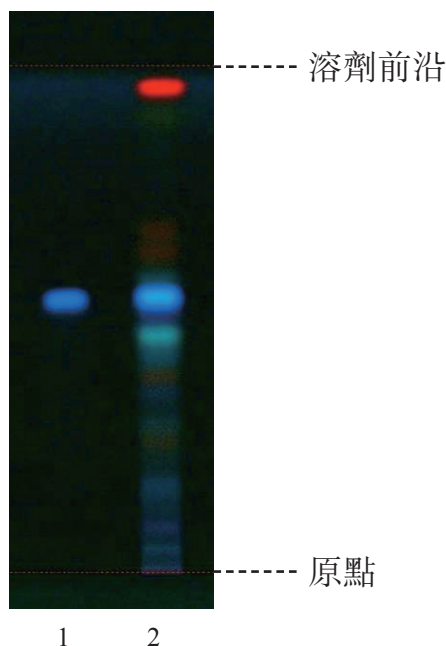


圖 5 首烏藤提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 366 nm 下檢視)

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  $3000 \times g$ )。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  $0.45\text{-}\mu\text{m}$  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 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

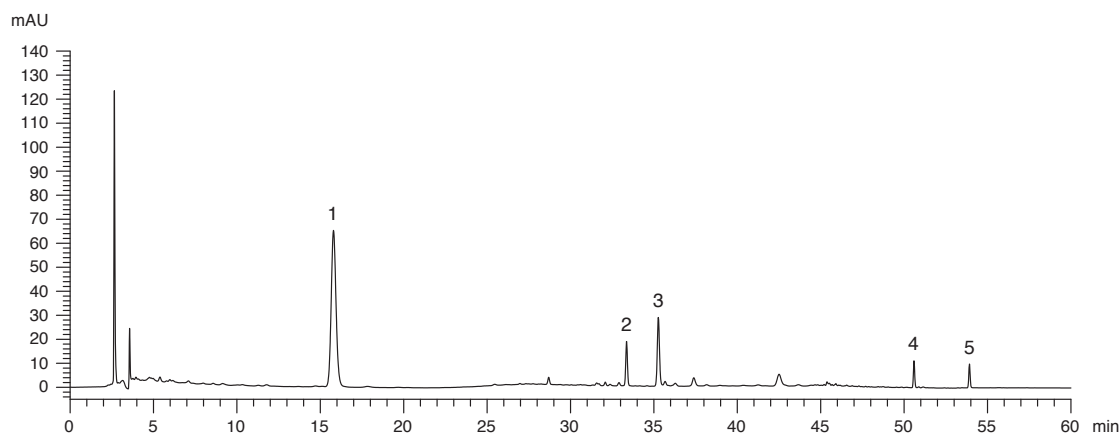


圖 6 首烏藤提取液對照指紋圖譜

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(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- $\mu$ 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 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%。