

白及

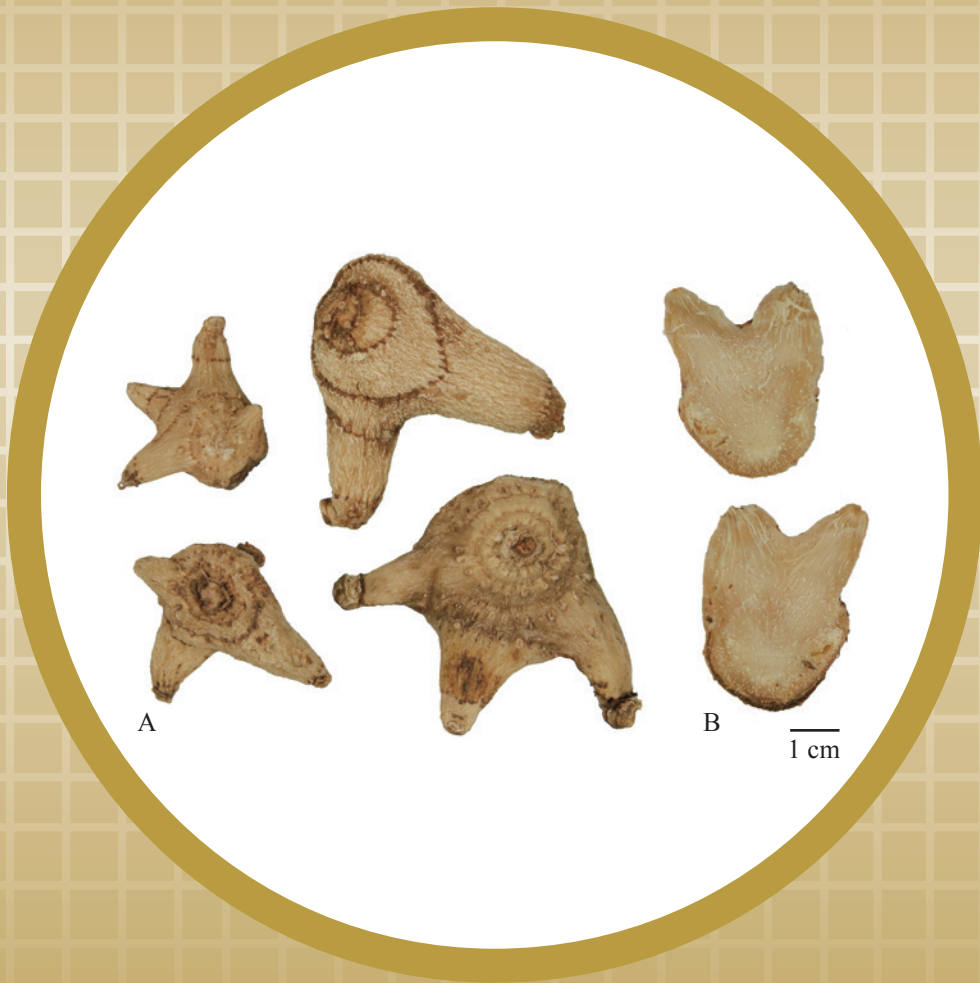


圖 1 白及外觀圖

A. 白及 B. 塊莖切面圖

1. 名稱

藥材正名：Bletillae Rhizoma

中文名：白及

漢語拼音名：Baiji

2. 來源

本品為蘭科植物白及 *Bletilla striata* (Thunb.) Reichb. f. 的乾燥塊莖。夏、秋二季採挖，除去鬚根，洗淨，置沸水中煮或蒸至無白心，曬至半乾，除去外皮(栓皮層)，曬乾。

3. 性狀

本品呈不規則扁圓形，多有 2-3 個爪狀分枝，長 2.3-6.7 cm，厚 0.6-2.5 cm。表面黃白色、黃棕色至黑棕色，有細皺紋，有數圈同心環節和棕色點狀鬚根痕，上面有突起的莖痕，下面有連接另一塊莖的痕跡。質硬，不易折斷，切面類白色，角質樣。氣微，味苦，嚼之有黏性(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

表皮由 1 列類圓形或類長方形細胞組成，外被角質層。薄壁組織由形狀不規則細胞組成，散有大量的黏液細胞及糊化澱粉團塊。黏液細胞大，有時含有草酸鈣針晶。中柱散生多數閉鎖並立型維管束，主為單個，偶有二個相連或並排；纖維成束，帽型，排列於維管束外側，有些纖維束周圍小細胞含有硅質塊(圖 2)。

Amomi Fructus
砂仁

苦地丁
Corydalis Bungeanae Herba

Ginseng Radix et Rhizoma Rubra
紅參

Garcinia Resina (unprocessed)
藤黃(生)

千年健
Homalomenae Rhizoma

天冬
Asparagi Radix

Bletillae Rhizoma
白及

毛冬青
Ilicis Pubescentis Radix et Caulis

Elephantopi Herba
地膽草

Glechomae Herba
連錢草

枳椇子
Hoveniae Semen
白及

粉末

淡黃白色至淡黃棕色。纖維成束，直徑 20-51 μm ，壁木化，具橢圓形紋孔；偏光顯微鏡下呈亮白色；有些纖維束周圍小細胞含有硅質塊。草酸鈣針晶隨處散在或存在於黏液細胞中；針晶纖細，長 21-78 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。黏液細胞大，類圓形或橢圓形，直徑 98-325 μm 。表皮細胞形狀不規則，壁波狀彎曲，略增厚，木化，孔溝明顯。糊化澱粉團塊無色，眾多。導管主為梯紋，直徑 15-49 μm ；螺紋導管稀少(圖 3)。

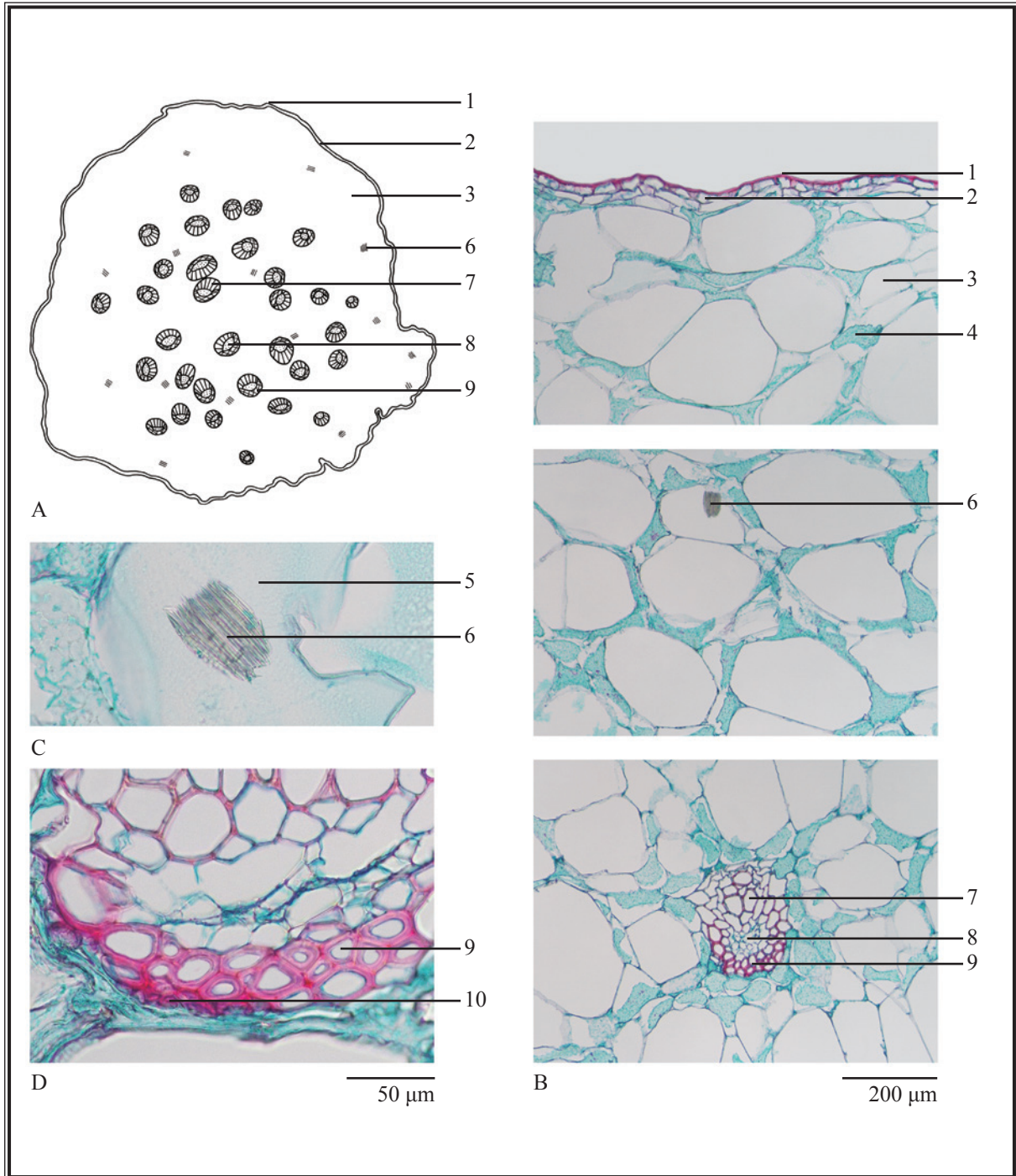


圖 2 白及橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 黏液細胞中的草酸鈣針晶 D. 維管束

- 1. 角質層 2. 表皮 3. 薄壁組織 4. 糊化澱粉團塊 5. 黏液細胞
- 6. 草酸鈣針晶 7. 木質部 8. 韌皮部 9. 纖維 10. 硅質塊

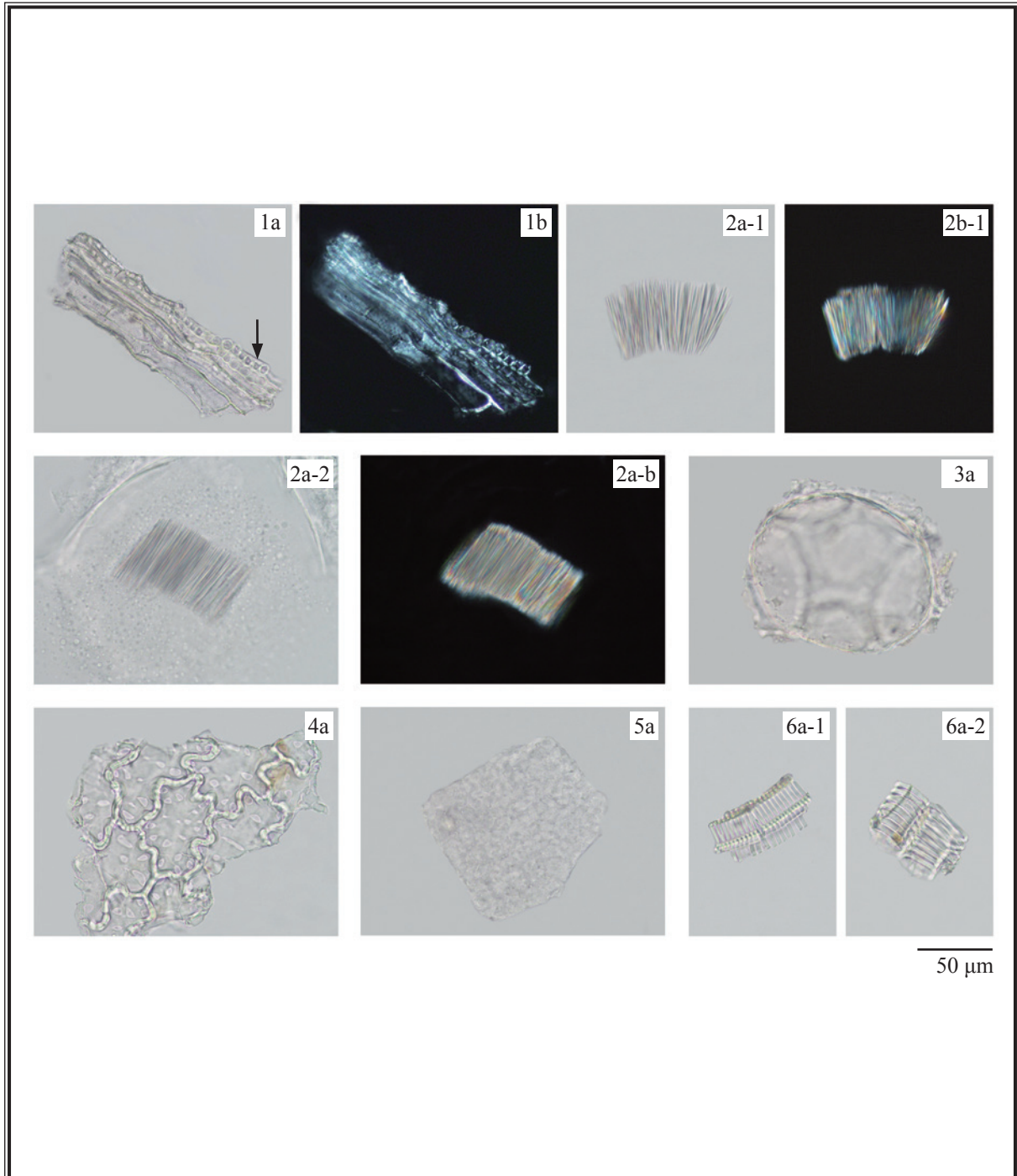


圖 3 白及粉末顯微特徵圖

1. 周圍細胞含硅質塊的纖維束 (硅質塊 →)
2. 草酸鈣針晶 (2-1 隨處散在, 2-2 存在於黏液細胞中)
3. 黏液細胞
4. 表皮細胞
5. 糊化澱粉團塊
6. 導管 (6-1 梯紋導管, 6-2 螺紋導管)

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

1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苜基]-2- 異丁基蘋果酸酯對照品溶液

取 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苜基]-2- 異丁基蘋果酸酯對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備正丁醇 - 乙酸乙酯 - 水 (4:1:5, 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 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲 (400 W) 處理 30 分鐘，濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 甲醇，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 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苜基]-2- 異丁基蘋果酸酯對照品溶液 5 μ L 和供試品溶液 2 μ L，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，在約 105°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 8 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

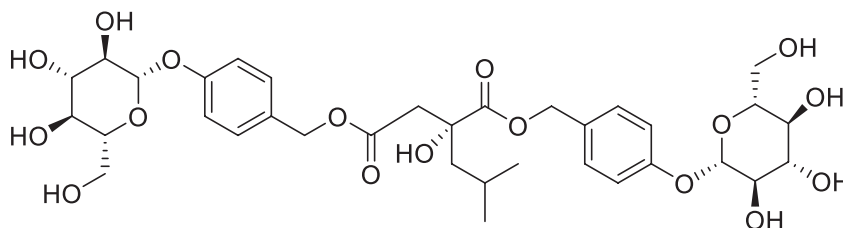


圖 4 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯化學結構式

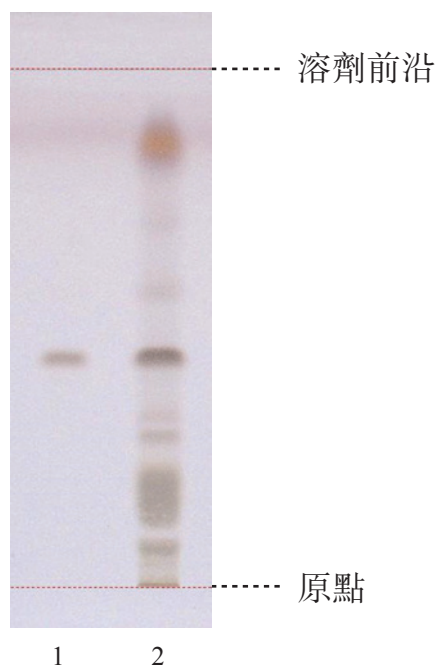


圖 5 白及提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)

- 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯對照品溶液
- 供試品溶液

供試品色譜應顯出與 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯色澤相同、 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

1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯對照品溶液 *Std-FP*
(32 mg/L)

取 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯對照品 0.32 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇 30 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 100-mL 量瓶中，重複提取 2 次，合併上清液，加 50% 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 223 nm；4.6 \times 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 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	90	10	等度
5 – 20	90 \rightarrow 75	10 \rightarrow 25	綫性梯度
20 – 30	75 \rightarrow 60	25 \rightarrow 40	綫性梯度
30 – 60	60 \rightarrow 45	40 \rightarrow 55	綫性梯度

系統適用性要求

吸取 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯對照品溶液 Std-FP 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：1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯峰計算應不低於 100000。

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 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯對照品溶液 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 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯峰的保留時間，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，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯峰。二色譜圖中 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯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。

白及提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 白及提取液 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	0.78	± 0.03
2	0.82	± 0.03
3 (指標成份峰, 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯)	1.00	-

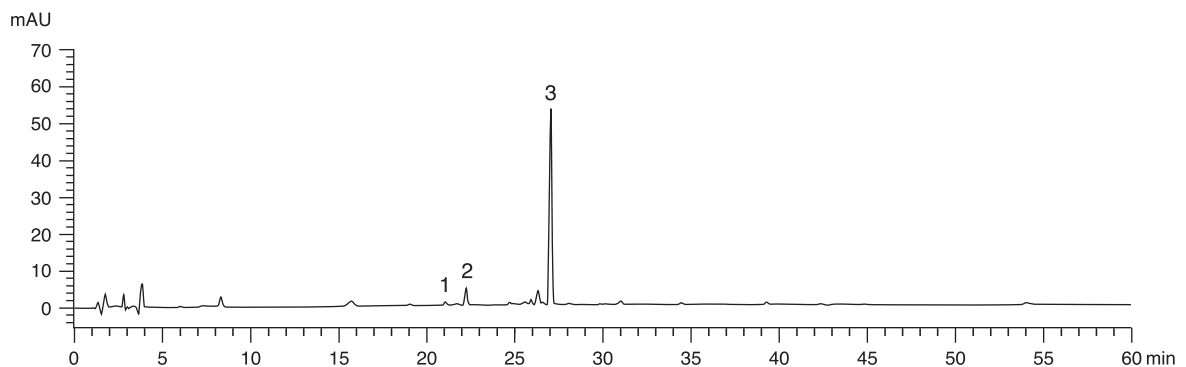


圖 6 白及提取液對照指紋圖譜

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 XVI)：不多於 400 mg/kg。

5.5 雜質(附錄 VIII)：不多於 3.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 3.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

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 6.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

1,4- 二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2- 異丁基蘋果酸酯對照品儲備液 *Std-Stock*
(500 mg/L)

精密稱取 1,4- 二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2- 異丁基蘋果酸酯對照品 5.0 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

1,4- 二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2- 異丁基蘋果酸酯對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取 1,4- 二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2- 異丁基蘋果酸酯對照品儲備液適量，以 50% 甲醇稀釋製成含 1,4- 二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2- 異丁基蘋果酸酯分別為 4、8、16、32、64 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 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇 30 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 100-mL 量瓶中，重複提取 2 次，合併上清液，加 50% 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 223 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 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	90	10	等度
5 – 20	90 → 75	10 → 25	綫性梯度
20 – 30	75 → 60	25 → 40	綫性梯度
30 – 60	60 → 45	40 → 55	綫性梯度

系統適用性要求

將 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯對照品溶液 Std-AS (16 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：1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯峰計算應不低於 100000。

供試品測試中 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 7)。

標準曲綫

將 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以 1,4- 二 [4- (葡萄糖氧) 苄基] -2- 異丁基蘋果酸酯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 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯對照品溶液 Std-AS 色譜圖中 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯峰(圖 7)。二色譜圖中 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯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 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯的濃度(mg/L)，並計算樣品中 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含 1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-異丁基蘋果酸酯($\text{C}_{34}\text{H}_{46}\text{O}_{17}$)不少於 1.9%。

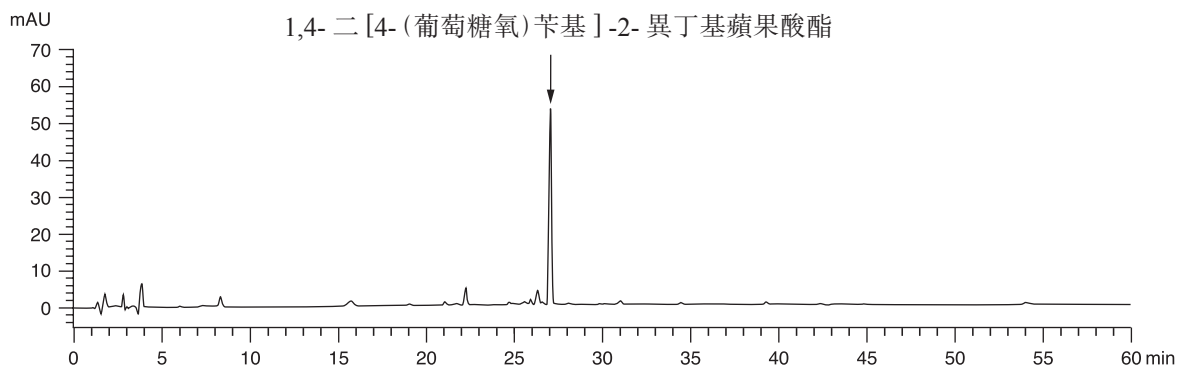


圖 7 白及提取液對照含量測定色譜圖