

# 藤黃(生)

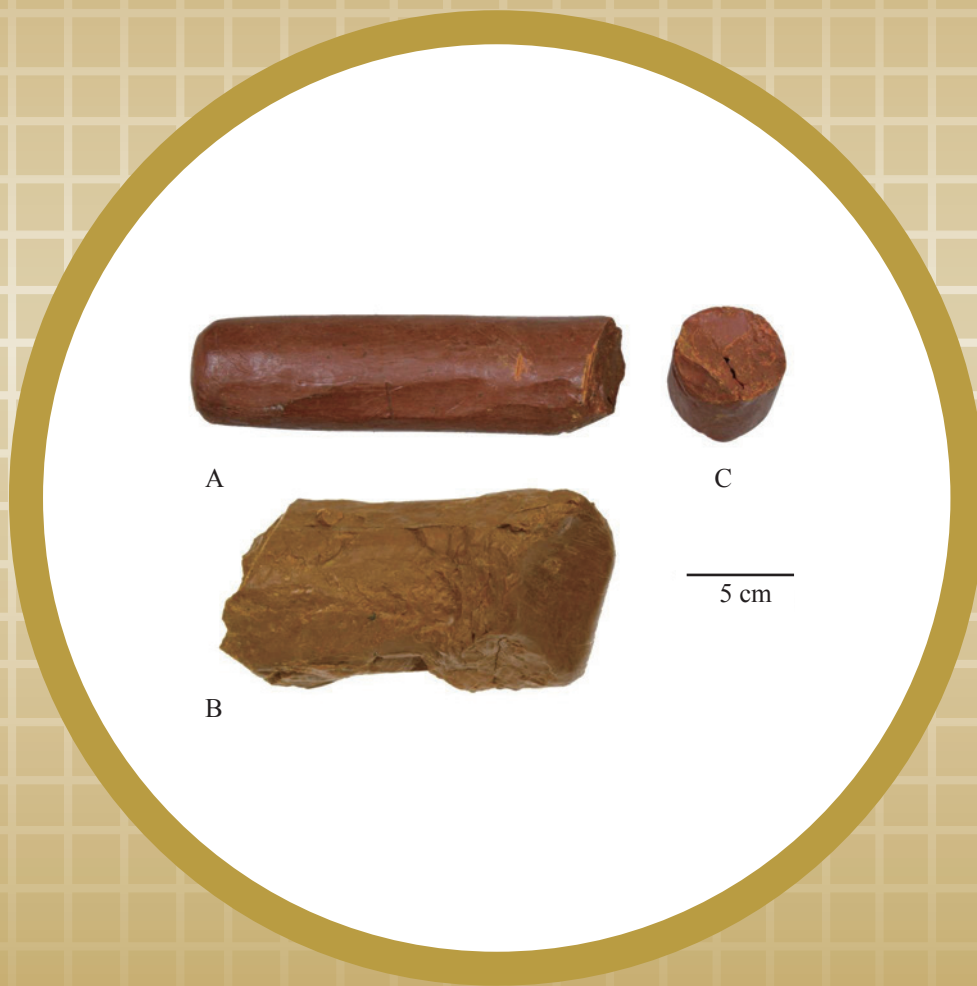


圖 1 藤黃(生)外觀圖

- A. 藤黃(生) (圓柱形)
- B. 藤黃(生) (不規則塊狀)
- C. 斷面

## 1. 名稱

藥材正名：Garciniae Resina (unprocessed)

中文名：藤黃(生)

中文拼音名：Tenghuang (Sheng)

## 2 來源

本品為藤黃科植物藤黃 *Garcinia hanburyi* Hook. f. 未經炮製的膠質樹脂。在 8-9 月花開之前採收。在藤黃植株莖幹 3 米以上處的皮部呈螺線形割傷，使其滲出乳狀液，收集後凝固曬乾，放入鍋中煮溶，倒入模具凝成筒柱狀或其他形狀，取出曬乾。

## 3. 性狀

本品呈圓柱形或不規則塊狀，長可達 34 cm，直徑 3-16 cm。表面紅黃色至橙黃色，有時外被黃綠色粉霜，握之微黏手。質脆，斷面光滑，呈紅黃色至橙黃色，具蠟樣光澤，有的中央有空腔。氣微香（圖 1）。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別(附錄 III)

無明顯鑒別特徵。

## 4.2 薄層色譜鑒別 [ 附錄 IV (A) ]

### 對照品溶液

#### 新藤黃酸對照品溶液

取新藤黃酸對照品(圖 2) 2.0 mg，溶解於 2 mL 乙酸乙酯中。

#### 藤黃酸對照品溶液

取藤黃酸對照品(圖 2) 2.0 mg，溶解於 2 mL 乙酸乙酯中。

註：藤黃酸對照品為 *R*- 和 *S*- 異構體混合物

### 展開劑

製備環己烷－乙酸乙酯－甲醇－二乙胺 (5:3:2:1, v/v) 的混合溶液。

### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 150-mL 錐形瓶中，加乙酸乙酯 50 mL，超聲 (160 W) 處理 30 分鐘，靜置 10 分鐘，濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [ 附錄 IV (A) ] 進行。分別吸取新藤黃酸對照品溶液、藤黃酸對照品溶液和供試品溶液各 6  $\mu$ L，點於同一高效硅膠 F<sub>254</sub> 薄層板 [ 預先浸入甲醇，晾乾，在 105°C 加熱 30 分鐘 ]。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 1 小時，再將展開劑小心傾入置薄層板的槽中，展開約 15 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光 (254 nm) 下檢視，並計算  $R_f$  值。

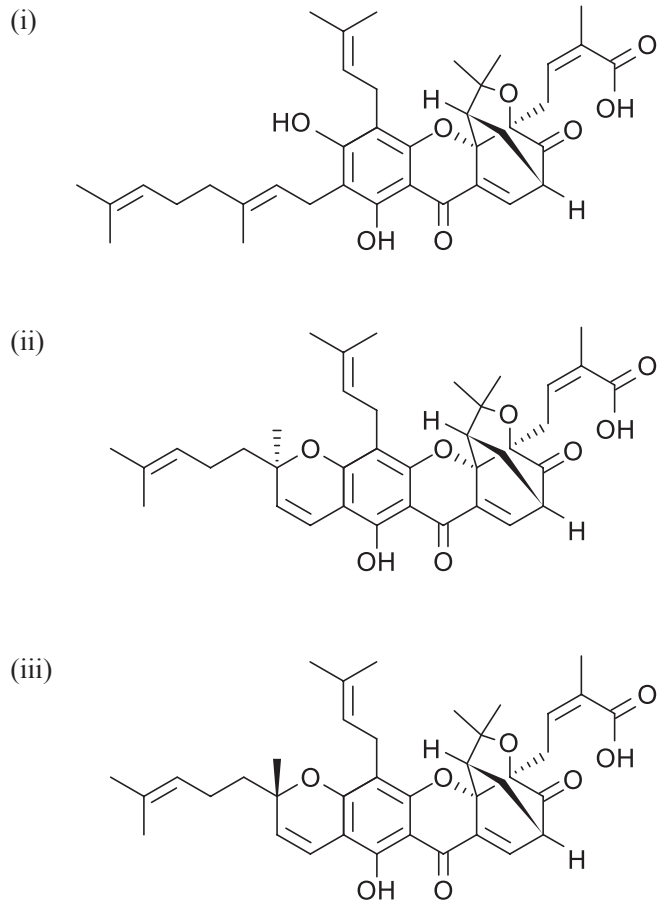


圖 2 化學結構式 (i) 新藤黃酸 (ii) *R*- 藤黃酸 (iii) *S*- 藤黃酸(表藤黃酸)

註：藤黃酸對照品為 *R*- 和 *S*- 異構體混合物

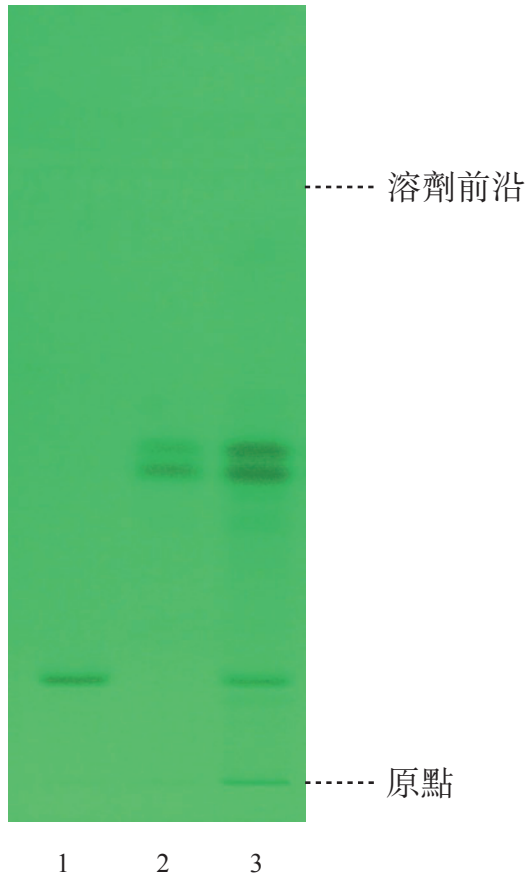


圖 3 藤黃(生)提取液對照高效薄層色譜圖 (在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 新藤黃酸對照品溶液
2. 藤黃酸對照品溶液 (較低位置點為 *R*-藤黃酸 ; 較高位置點為 *S*-藤黃酸)
3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與新藤黃酸和藤黃酸色澤相同、 $R_f$  值相應的特徵斑點或條帶 (圖 3)。

### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

#### 對照品溶液

新藤黃酸對照品溶液 Std-FP (75 mg/L)

取新藤黃酸對照品 1.5 mg，溶解於 20 mL 乙腈中。

藤黃酸對照品溶液 Std-FP (200 mg/L)

取藤黃酸對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 乙腈中。

註：藤黃酸對照品為 *R*- 和 *S*- 異構體混合物

#### 供試品溶液

取本品粉末 0.15 g，置 100-mL 錐形瓶中，加乙腈 30 mL，超聲 (160 W) 處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中，殘渣用乙腈洗滌 4 次，每次 5 mL。合併提取液，加乙腈至刻度。精密吸取 1 mL 溶液置 10-mL 量瓶中，加乙腈至刻度。用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

#### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 360 nm；4.6  $\times$  150 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；柱溫 28°C；流速約 1.0 mL/min。流動相為 0.1% 甲酸 – 乙腈 (27.5:72.5, v/v) 的混合溶液；流程約 45 分鐘。

#### 系統適用性要求

吸取新藤黃酸對照品溶液 Std-FP 和藤黃酸對照品溶液 Std-FP 各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。藤黃酸對照品溶液 Std-FP 色譜圖中藤黃酸洗脫為 *R*- 藤黃酸和 *S*- 藤黃酸兩個異構體峰。系統適用性參數的要求如下：新藤黃酸、*R*- 藤黃酸和 *S*- 藤黃酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；新藤黃酸峰、*R*- 藤黃酸峰和 *S*- 藤黃酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按新藤黃酸峰、*R*- 藤黃酸峰和 *S*- 藤黃酸峰計算均應不低於 6000。

供試品測試中 2 號峰、3 號峰和 4 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 4)。

### 操作程序

分別吸取新藤黃酸、藤黃酸對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10  $\mu\text{L}$ ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中新藤黃酸峰、*R*-藤黃酸峰和 *S*-藤黃酸峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰（圖 4）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新藤黃酸峰、*R*-藤黃酸峰和 *S*-藤黃酸峰。二色譜圖中新藤黃酸峰、*R*-藤黃酸峰和 *S*-藤黃酸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。

藤黃(生)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 藤黃(生)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	0.54	$\pm 0.03$
2 (指標成份峰，新藤黃酸)	1.00	-
3 ( <i>R</i> -藤黃酸)	1.75	$\pm 0.03$
4 ( <i>S</i> -藤黃酸)	1.86	$\pm 0.03$

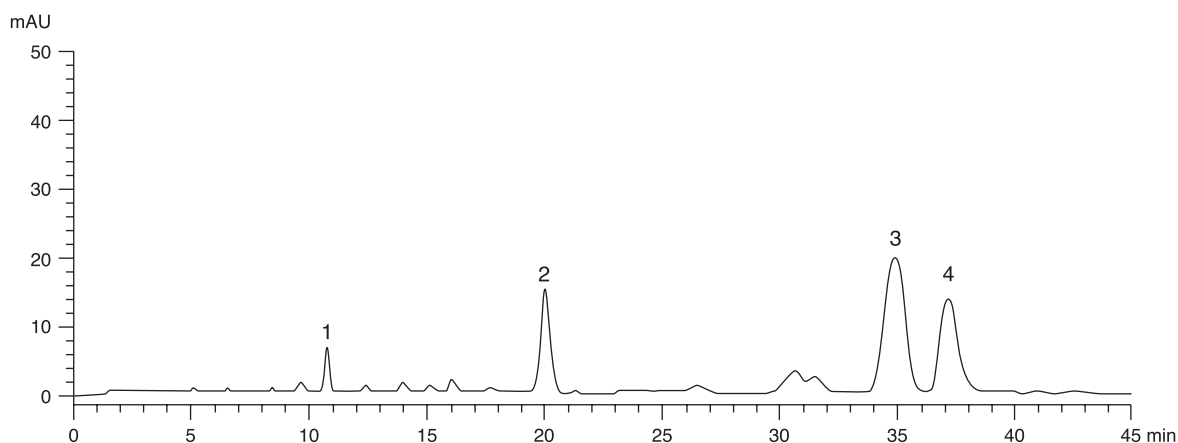


圖 4 藤黃(生)提取液對照指紋圖譜

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 4）。

## 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)：**應符合有關規定。

**5.5 雜質(附錄 VIII)**

註：因藤黃為樹脂，故未有建議其有關規定。

**5.6 灰分(附錄 IX)**

總灰分：不多於 0.5%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

**5.7 水分(附錄 X)**

烘乾法：不多於 7.0%。

## 6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 37.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 69.0%。



## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

新藤黃酸和藤黃酸混合對照品儲備液 *Std-Stock* (新藤黃酸 400 mg/L 和藤黃酸 1000 mg/L)

精密稱取新藤黃酸對照品 4.0 mg 和藤黃酸對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 乙腈中。

新藤黃酸和藤黃酸混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取新藤黃酸和藤黃酸混合對照品儲備液適量，以乙腈稀釋製成含新藤黃酸分別為 10、40、80、120、200 mg/L 和含藤黃酸分別為 25、100、200、300、500 mg/L 系列的混合對照品溶液。

註：藤黃酸對照品為 *R*- 和 *S*- 異構體混合物

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.15 g，置 100-mL 錐形瓶中，加乙腈 30 mL，超聲 (160 W) 處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中，殘渣用乙腈洗滌 4 次，每次 5 mL。合併提取液，加乙腈至刻度。精密吸取 1 mL 溶液置 10-mL 量瓶中，加乙腈至刻度。用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 360 nm；4.6  $\times$  150 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；柱溫 28°C；流速約 1.0 mL/min。流動相為 0.1% 甲酸 – 乙腈 (27.5:72.5, v/v) 的混合溶液；流程約 45 分鐘。

### 系統適用性要求

將新藤黃酸和藤黃酸混合對照品溶液 *Std-AS* (新藤黃酸 80 mg/L 和藤黃酸 200 mg/L) 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。新藤黃酸和藤黃酸混合對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中藤黃酸洗脫為 *R*- 藤黃酸和 *S*- 藤黃酸兩個異構體峰。系統適用性參數的要求如下：新藤黃酸、*R*- 藤黃酸和 *S*- 藤黃酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；新藤黃酸峰、*R*- 藤黃酸峰和 *S*- 藤黃酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按新藤黃酸峰、*R*- 藤黃酸峰和 *S*- 藤黃酸峰計算均應不低於 6000。

供試品測試中新藤黃酸峰、*R*- 藤黃酸峰和 *S*- 藤黃酸峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 5)。

### 標準曲線

將新藤黃酸和藤黃酸系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10  $\mu\text{L}$ ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以新藤黃酸的峰面積、*R*-藤黃酸和 *S*-藤黃酸的總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 10  $\mu\text{L}$ ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與新藤黃酸和藤黃酸混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中新藤黃酸、*R*-藤黃酸和 *S*-藤黃酸相應峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中新藤黃酸峰、*R*-藤黃酸峰和 *S*-藤黃酸峰（圖 5）。二色譜圖中新藤黃酸、*R*-藤黃酸和 *S*-藤黃酸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新藤黃酸和藤黃酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中新藤黃酸和藤黃酸的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含新藤黃酸 ( $\text{C}_{38}\text{H}_{46}\text{O}_8$ ) 和藤黃酸 ( $\text{C}_{38}\text{H}_{44}\text{O}_8$ ) 的總量不少於 38%。

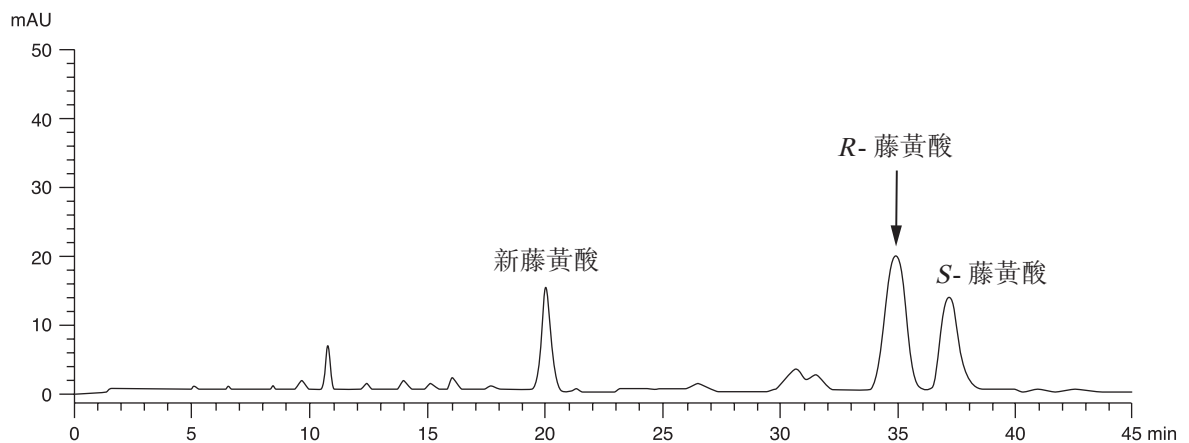


圖 5 藤黃(生)提取液對照含量測定色譜圖

## 8. 警告

此為烈性 / 毒性藥材，應按照由註冊中醫開出的處方使用。