

适当的分离度。优化的 CEC 分离条件是:含 30% 乙腈的 10 mmol/L Tris-15 mmol/L 硼酸盐 (pH8.2);22.5 kV 分离电压、柱温 25℃。使用该方法在 30 min 内使五味子主要成分很好地分离,校正曲线呈线性,在 0.025~1.0 mg/mL 内,相关系数在 0.9951~0.996 之间。日内峰面积重现性 (n=10) 低于

3.9%,日内迁移时间重现性低于 4.2%。CEC 测定五味子种子中的木脂素五味子素、五味子醇 A 和 N 及五味子素 C 与用 RP-HPLC 测定和文献报道的数据具有良好的一致性。但 HPLC 仅可将五味子素 C 完全分离。

(新朝东摘)

资 料

218 美国药典(24版):缬草(Valerian)

本品由败酱科缬草 *Valeriana officinalis* L. 的地下部分,包括根茎、根和生殖根组成。其所含挥发油和缬草烯酸 ($C_{15}H_{22}O_2$) 按干品计分别不少于 0.5% 和 0.05%。

包装和贮存 贮存于遮光、隔湿的密闭容器内。

标签 依次注明拉丁双名、药典名和所含植物部位。

美国药典参比标准(11) USP 缬草粉末标准品, USP 缬草烯酸标准品。

植物学特征

外观 根茎直立,长达 5 cm,粗 3 cm,呈完整的或纵向剖开的,颜色为浅黄灰色至浅灰棕色,基部较长或扁平,被与之结合的大量的根所覆盖;顶端因与地上部分脱离而形成杯状瘢痕,很少留有残茎;根茎纵切面中,髓部系带有横隔的空腔。根众多,为细长圆柱形,颜色与根茎同,长约 10 cm,粗 3 mm,生有少量易断的纤维状次生根。生殖根为浅黄灰色,带有突起的结节,结节被长 2~5 cm、带有纵向条纹的结间部所分隔,断根呈纤维状。

组织学 根有根毛层,一些乳头细胞发育成根毛;外皮层系由 4 角形或多角形细胞构成的单层细胞,它们有栓化的细胞壁并含挥发油小体;外皮由 2~4 层含树脂的、具薄或厚角组织、有时还带有栓化细胞壁的细胞构成;内皮由多层内含淀粉的多角细胞或圆形细胞构成。淀粉粒有简单的和复杂的,简单淀粉粒呈球形,直径 5~15 μm ,有时带有半裂状或星状粒心;复杂淀粉粒含 2~6 种成分,直径达 20 μm 。内皮层由一单层栓化的较长细胞构成,它们是中柱鞘的延续,并充满淀粉;薄壁组织包围着韧皮部;形成层

通常模糊不清;维管束形成一间断的环包围着充满淀粉的细胞。根茎横切面的结构与根不同,其因来自根和生殖根的大量维管束的存在而变得复杂;表皮和外表皮部分地被发育不良的周皮取代;中央髓部较阔,含大小不一的空腔,一些较大的腔被不完全硬化组织隔开。

鉴别

A 取 0.2 g 新鲜缬草粉末于试管中,加 5 mL 二氯甲烷,振摇几次后放置 5 min,过滤。滤饼用 2 mL 二氯甲烷洗涤,合并滤液和洗涤液并在水浴上加热尽可能短的时间以蒸除溶剂,残留物加 0.2 mL 二氯甲烷溶解(注意:保留部分该溶液用于鉴别试验 B)。取约 0.1 mL 该溶液,加入 3 mL 由等体积冰醋酸和 25% 盐酸组成的混合物,振摇,15 min 内呈现蓝色。

B 薄层色谱鉴别试验(201)

薄层板 0.5 mm 厚的硅胶板。

供试品溶液 来自鉴别试验 A。

标准溶液 用 0.2 g USP 缬草粉末标准品制备,制备方法与供试品溶液同。

点样量 取上述两溶液各 20 μL 点于板上,使成 20 mm×3 mm 的带。

展开 以甲苯-乙酸乙酯 (75:25) 混合液展开 2 次,每次使溶剂前沿至原点 10 cm。取出板,记下溶剂前沿并在空气中挥干。用盐酸-乙酸 (8:2) 混合物喷板并在 110℃ 加热 10 min,冷却后观察:供试品溶液和标准品溶液均在 R_f 值约 0.75 处呈现缬草三酯 (valtrate) 和异缬草三酯 (isovaltrate) 的蓝

至蓝黑色带;在 Rf 值约 0.65 处呈现出 didrovaltrate 的浅棕至暗棕色带;在 Rf 值约 0.55 处呈现出缬草醚酯 (acevaltrate) 的蓝至蓝黑色带。

C 在缬草烯酸含量测定试验中,供试品溶液的缬草烯酸峰的保留时间应与标准溶液的一致。

总灰分(561) 不多于 12.0%。

酸不溶灰分(561) 不多于 5.0%。

水分(561) 不多于 12.0%

可提取物质 取缬草 2 g,于 40℃ 小心干燥并研成粗粉,加 12 g 乙醇和 8 g 水,振荡下浸泡 2 h。过滤,取滤液 5 g 于水浴上蒸发至干,残留物再于 105℃ 干燥。干燥后残渣重量不少于 100 mg (20%)。

挥发油(561) 以 100 g 切碎的新鲜缬草测定,不少于 0.5%。

农药残留(561) 符合规定。

其他有机物(561) 不多于 2.0%。

微生物限度(61) 总细菌数不超过 10 000/g,霉菌和酵母菌总数不超过 100/g,沙门菌、大肠杆菌和金葡菌不得检出。

缬草烯酸的含量

流动相 甲醇-0.5% 稀磷酸 (80:20),必要时可调

整它们的比例(621)。

标准溶液 取 USP 缬草烯酸标准品精密称重,加 70% 乙醇溶解,制成 0.05 mg/mL 的溶液。

供试品溶液 取 2 g 粉碎并准确称重的缬草于烧瓶中,加 70% 乙醇 40.0 mL,室温下机械振摇 2 h。离心,取上清液为供试品溶液。

色谱系统(621) 使用带有波长 225 nm 的紫外检测器和 4.6 mm×25 cm L₁柱的液相色谱仪,流速 1.5 mL/min。取标准溶液进样,记录色谱峰。缬草烯酸的拖尾因子不大于 2.0,重复进样的相对标准偏差不大于 2.0%。

测定方法 分别取标准溶液和供试品溶液各 20 μL 进样分析,记录色谱峰并按下式计算缬草烯酸的含量:

$$2000 (C/W) (r_u/r_s)$$

式中 C 为 USP 缬草烯酸标准品(即标准溶液)的浓度,以 mg/mL 计;W 为制备供试品溶液所取缬草的重量,以 mg 计;r_u和 r_s分别为供试品溶液和标准溶液中缬草烯酸的峰面积。样品中缬草烯酸(C₁₅H₂₂O₂)的含量不应低于 0.05%。

219 美国药典(24版):缬草粉(Powderd Valerian)

缬草粉末系缬草细粉,不含草酸钙结晶和外来的淀粉颗粒,所含挥发油不少于 0.3%,缬草烯酸(C₁₅H₂₂O₂)含量不少于 0.04%。

包装和贮存 贮存于很好密闭、遮光、隔湿的容器中。

标签 依次注明拉丁双名、药典名和所含植物部位。美国药典参比标准(11) USP 缬草粉末标准品和 USP 缬草烯酸标准品。

植物学特征

鉴别性结构 含有大量含挥发油小体和淀粉粒的薄壁组织细胞的碎片;含有梯纹和网纹加厚导管和管胞的碎片以及高度液化的细小纤维;含有表皮及带有根毛的根毛层的碎片;含有大量淀粉粒,大多数

淀粉粒含 2~6 种成分,呈球形,平凸;直径 3~20 μm,大多为 8~12 μm;其中央粒心的淀粉粒直径为 7~30 μm。

水分 方法 Ia(921),不多于 5.0%。

重金属(231) 不多于 0.005%。

其他 鉴别试验须呈阳性;总灰分、酸不溶灰分、可提取物质、农药残留和微生物限度等须符合缬草项下的有关规定。

挥发油(561) 以 100 g 样品测试,不应少于 0.3%。

缬草烯酸含量 按照缬草项下缬草烯酸含量测定方法测定,不应少于 0.04%。

(徐 莉)

欢 迎 刊 登 处 方 药 广 告