

白鮮皮 Dictamni Cortex Arctii Fructus 牛蒡子 湖北貝母 Fritillariae Hupe仙茅Bulbus

积實 Artemisia Aurantii Fructus Immaturus

砒霜 Arsenicum Scrophulariae Radix 玄参

大青葉 Isatidis Foliur senolite 砒石 Corni

山茱萸 Corni Fructus

Atractylodis Rhizoma

1. 名稱

藥材正名: Curculiginis Rhizoma

中文名:仙茅

漢語拼音名: Xianmao

2. 來源

本品為石蒜科植物仙茅 Curculigo orchioides Gaertn. 的乾燥根莖。秋、冬二季採挖,除去根頭和鬚根,洗淨,曬乾。

3. 性狀

本品呈圓柱形,微彎曲,長1.7-9.7 cm,直徑2-12 mm。表面棕色至深棕色,粗糙,有細孔狀的鬚根痕及橫皺紋。質硬而脆,易折斷,斷面不平坦,灰白色至棕色,近中心處深棕色。氣微香,味微苦、辛(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

横切面

木栓層由數列細胞組成。皮層寬廣,有少數根跡維管束;黏液細胞眾多, 散於薄壁組織中,類圓形,含草酸鈣針晶。內皮層明顯。中柱維管束散 列,周木型或外韌型,於中柱鞘處較多,向內逐漸減少(圖 2)。

粉末

灰棕色。草酸鈣針晶眾多,散在或成束,長 43-188 μm ,偏光顯微鏡下呈多彩狀。單粒澱粉粒類圓形,直徑 1-90 μm ,臍點不明顯,複粒由 2-5分粒組成,偏光顯微鏡下呈黑十字狀。黏液細胞眾多,類圓形或橢圓形,直徑 56-399 μm ,富含草酸鈣針晶,偏光顯微鏡下呈多彩狀。木栓細胞類多角形,壁增厚(圖 3)。

前胡 Peucedani Radix 蛇床于 Cnidii Fructus Barbatae Herba 半枝蓮 horae Flavescentis Radix

Schisandrae Chinensis Fructus

紅粉 Isatidis Radix Hydrargyri Oxydum Rubrum **仙茅** 板藍根

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

仙茅苷對照品溶液

取仙茅苷對照品(圖 4) 1.0 mg,溶解於 1 mL 70% 乙醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯-乙醇-甲酸(8:1:0.1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

溶液A

取鐵氰化鉀 0.2 g,溶解於 10 mL 水中。

溶液B

取氯化鐵 0.2 g,溶解於 10 mL 水中。

顯色劑

取溶液 A 5 mL 和溶液 B 5 mL 置 50-mL 錐形瓶中,混合。

供試品溶液

取本品粉末 2.0 g,置 50-mL 錐形瓶中,加 10 mL 70% 乙醇,超聲 (90 W) 處理 10 分鐘,濾過,即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取仙茅苷對照品溶液和供試品溶液各 $5\,\mu$ L,點於同一高效硅膠 G60 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。均匀噴上顯色劑,晾乾直至斑點或條帶清晰可見。置可見光下檢視,並計算 $R_{\rm f}$ 值。

供試品色譜應顯出與仙茅苷色澤相同、R_f值相應的特徵斑點或條帶。

Fritillariae Hupe仙茅 Bulbus

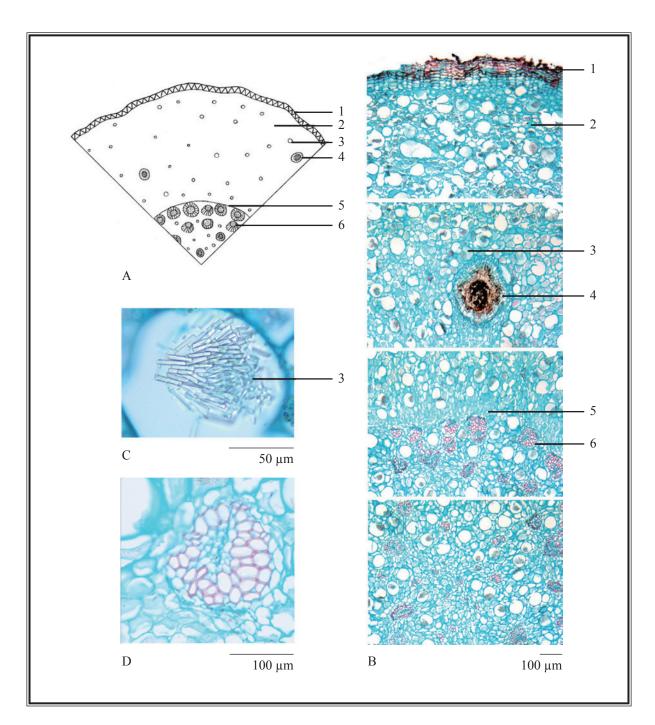


圖 2 仙茅橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 含針晶的黏液細胞 D. 維管束
- 1. 木栓層 2. 皮層 3. 黏液細胞 4. 根跡維管束 5. 內皮層 6. 維管束

Curculiginis Rhizoma

state

discrepancy of the state of

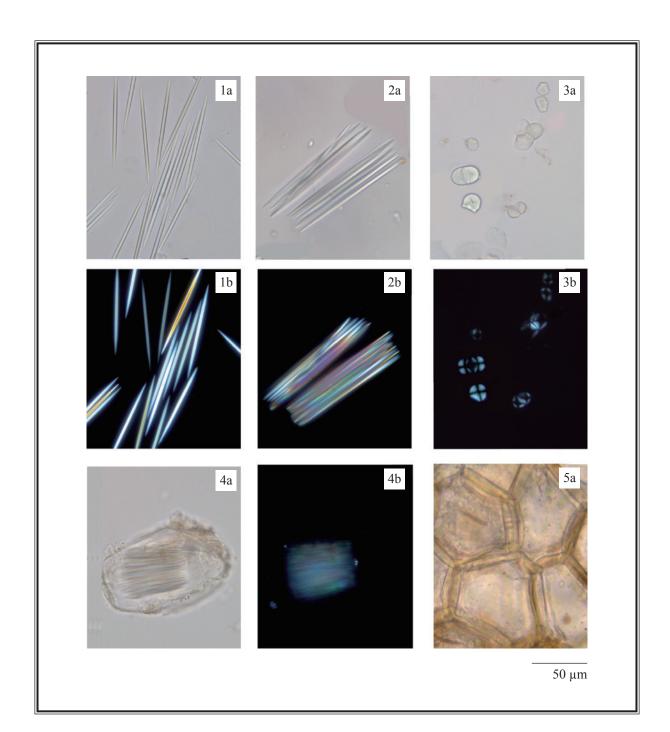


圖3 仙茅粉末顯微特徵圖

- 1. 散在的草酸鈣針晶 2. 草酸鈣針晶束 3. 澱粉粒 4. 黏液細胞 5. 木栓細胞
- a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

Fritillariae Hupe仙茅 Bulbus

F_{ructus} Aurantii Fructus Imm · 慈子

砒霜 Arsenicum

Schizonepetae Spic

大青葉 Isatidis Folium Wiseriolite 山朱臾 砒石 Corni Fructus

Curcumae Longae Rhizoma 蒼朮 薑黃

Atractylodis Rhizoma

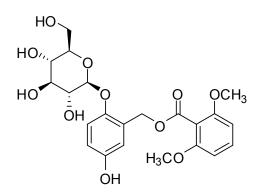


圖 4 仙茅苷化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄XII)

對照品溶液

仙茅苷對照品溶液 Std-FP (200 mg/L) 取仙茅苷對照品 2.0 mg,溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 3.0 g,置 100-mL 錐形瓶中,加甲醇 40 mL,超聲(150 W) 處理 30 分鐘。濾過,取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中,殘渣用甲醇 20 mL 洗滌 2 次,合併提取液,用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於水 20 mL,轉移於分液漏斗中,用乙酸乙酯振搖提取 3 次,每次 20 mL。合併乙酸乙酯提取液,用旋轉蒸發器減壓蒸乾,殘渣溶於甲醇 5 mL,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 220 nm; 4.6×250 mm 十八 烷基鍵合硅膠($5 \mu m$) 填充柱;流速約 1.0 mL/min。色譜洗脱程序如下 (表 1):

表 1 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	乙腈 (%, v/v)	0.05% 三氟乙酸 (%, v/v)	洗脱
0 - 20	4 → 13	96 → 87	綫性梯度
20 - 30	$13 \rightarrow 17$	87 → 83	綫性梯度
30 - 45	$17 \rightarrow 20$	$83 \rightarrow 80$	綫性梯度
45 - 60	$20 \rightarrow 30$	$80 \rightarrow 70$	綫性梯度

系統適用性要求

吸取仙茅苷對照品溶液 Std-FP 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:仙茅苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%;仙茅苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%;理論塔板數按 仙茅苷峰計算應不低於 100000。

供試品測試中4號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5(圖5)。

操作程序

分別吸取仙茅苷對照品溶液 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 色譜圖中仙茅苷峰的保留時間,及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 5)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 色譜圖中仙茅苷峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中仙茅苷峰。二色譜圖中仙茅苷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。

仙茅提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 仙茅提取液 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	0.31	$\pm~0.03$
2	0.55	± 0.03
3	0.68	± 0.03
4(指標成份峰,仙茅苷)	1.00	-

Fritillariae Hupe仙茅 Bulbus

积實 Artemisia Aurantii Fructus Immaturus

砒霜

Scrophulariae Radix 玄 参

朱砂 大青葉 Jeatidic Folium enolite 砒石 Corni Fructus

Atractylodis Rhizoma

ydalis Rhizoma Arsenicum Schizonepetae 荊芥穗

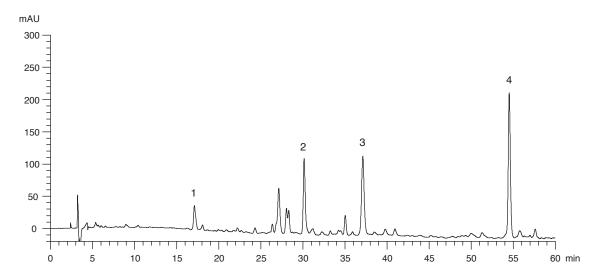


圖 5 仙茅提取液對照指紋圖譜

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 5)。

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 XVIII):應符合有關規定。

5.5 雜質(附錄 VIII): 不多於 1.0%。

5.6 灰分 (附錄 IX)

總灰分:不多於 10.0%。

酸不溶性灰分:不多於 2.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法:不多於 13.0%。

紅粉 Isatidis Rad Hydrargyri Oxydum Rubrum 仙茅

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法):不少於 22.0%。 醇溶性浸出物(冷浸法):不少於8.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液

仙茅苷對照品儲備液 Std-Stock (400 mg/L) 精密稱取仙茅苷對照品 4.0 mg,溶解於 10 mL 70% 乙醇中。 仙茅苷對照品溶液 Std-AS

精密吸取仙茅苷對照品儲備液適量,以70%乙醇稀釋製成含仙茅苷分別為 16、24、40、60、120 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 2.0 g, 置 100-mL 圓底燒瓶中, 加 70% 乙醇 40 mL, 加熱 回流 1 小時,冷卻至室溫,離心 5 分鐘(約 3000 × g)。濾過,取濾液轉移於 50-mL量瓶中,殘渣用適量70%乙醇洗滌,離心5分鐘(約3000 × g)。濾過, 合併濾液,加 70% 乙醇至刻度,用 0.45- μm 微孔濾膜(RC)濾過,即得。

色譜系統

液相色譜:二極管陣列檢測器,檢測波長 285nm; $4.6 \times 250 \text{ mm}$ 十八烷基 鍵合硅膠 $(5 \mu m)$ 填充柱;流速約 1.0 mL/min。流動相為水 – 乙腈(78:22, v/v)的混合溶液;流程約25分鐘。

系統適用性要求

將仙茅苷對照品溶液 Std-AS (40 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:仙茅苷的峰面積相對標準偏差應 不大於 5.0%; 仙茅苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%; 理論 塔板數按仙茅苷峰計算應不低於 8000。

供試品測試中仙茅苷與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

自鮮皮 Dictamni Cortex Arctii Fructus 牛蒡子

Fritillariae Hupe仙茅 Bulbus

延胡索 Convidalis Phizoma 砒霜 Arsenicum 玄多 Schizonenetae Snica 大青葉 Isatidis Folium Arsenolite 山茱萸 砒石 Corni Fructus

Curcumae Longae Rhizom 蒼朮 薑黄

Atractylodis Rhizoma

標準曲綫

將仙茅苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL, 注入液相色譜儀, 並記錄色譜圖。 以仙茅苷對照品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。

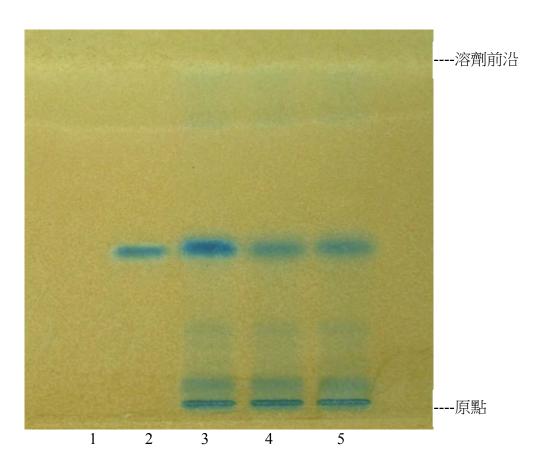
操作程序

將供試品溶液 $10~\mu L$,注入液相色譜儀,並記錄色譜圖。與仙茅苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中仙茅苷峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中仙茅苷峰。二色譜圖中仙茅苷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仙茅苷的濃度(mg/L),並計算樣品中仙茅苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算,本品含仙茅苷(C22H26O11)不少於 0.10%。

Curculiginis Rhizoma (仙茅)



編號	樣品	結果
1	空白對照 (70% 乙醇)	陰性
2	對照品 (仙茅苷)	仙茅苷 陽性
3	加標樣品 (樣品加仙茅苷)	仙茅苷 陽性
4	樣品 (仙茅)	仙茅苷 陽性
5	平行樣品 (仙茅)	仙茅苷 陽性

圖 1 仙茅提取液的薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)