

# 湖北貝母



圖 1 湖北貝母外觀圖

## 1. 名稱

藥材正名：Fritillariae Hupehensis Bulbus

中文名：湖北貝母

漢語拼音名：Hubeibeimu

## 2. 來源

本品為百合科植物湖北貝母 *Fritillaria hupehensis* Hsiao et K.C. Hsia 的乾燥鱗莖。夏初植株枯萎時採挖，除去泥沙，以 0.15% 飽和石灰水浸泡，或以水洗淨，曬乾。

## 3. 性狀

本品呈扁球形，直徑 8-37 mm，外表面類白色至淡棕色，外層鱗葉 2 瓣，肥厚，略呈腎形，大小懸殊，大瓣緊抱小瓣。內含鱗葉 2-6 枚及乾縮的殘莖。內表面淡黃色至白色，基部凹陷，殘留有表皮及少數鬚根。單瓣鱗葉呈元寶狀，高 0.7-3.5 cm，直徑 4-18 mm。質脆，易折斷，斷面類白色，粉性，氣微，味苦(圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 橫切面

鱗葉外表皮細胞 3-5 列，內表皮細胞 2-4 列，外被角質層。表皮中偶見草酸鈣結晶。薄壁細胞中充滿澱粉粒。導管小，散在於薄壁細胞中(圖 2)。

#### 粉末

類白色至淡棕色。澱粉粒甚多，廣卵形，長橢圓形或扁圓形，直徑 11-70 μm，臍點狀、人字狀或裂縫狀，層紋明顯；複粒罕見，由 2-3 分粒組成，偏光顯微鏡下呈黑十字狀。草酸鈣結晶呈方形、菱形，顆粒

狀或簇狀，直徑20-117  $\mu\text{m}$ ，偏光顯微鏡下呈多彩狀。導管螺紋，直徑6-32  $\mu\text{m}$ 。表皮細胞方形或多角形，垂周壁呈不整齊連珠狀，直徑25-75  $\mu\text{m}$ ；偶見氣孔，扁圓形，副衛細胞4-5個（圖3）。

## 4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

### 對照品溶液

#### 湖貝甲素對照品溶液

取湖貝甲素對照品（圖4）1.0 mg，溶解於4 mL 乙醇中。

### 展開劑

製備二氯甲烷－丙酮－二乙胺(8:2:0.5, v/v)的混合溶液。

### 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2.0 g，置50-mL 錐形瓶中，加(25%, v/v)氨溶液2 mL和乙醇10 mL，超聲(90 W)處理15分鐘，濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法[附錄IV(A)]進行。分別吸取湖貝甲素對照品溶液2  $\mu\text{L}$ 和供試品溶液10  $\mu\text{L}$ ，點於同一高效硅膠 $F_{254}$ 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8.5 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3分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 $R_f$ 值。

供試品色譜應顯出與湖貝甲素色澤相同、 $R_f$ 值相應的特徵斑點或條帶。

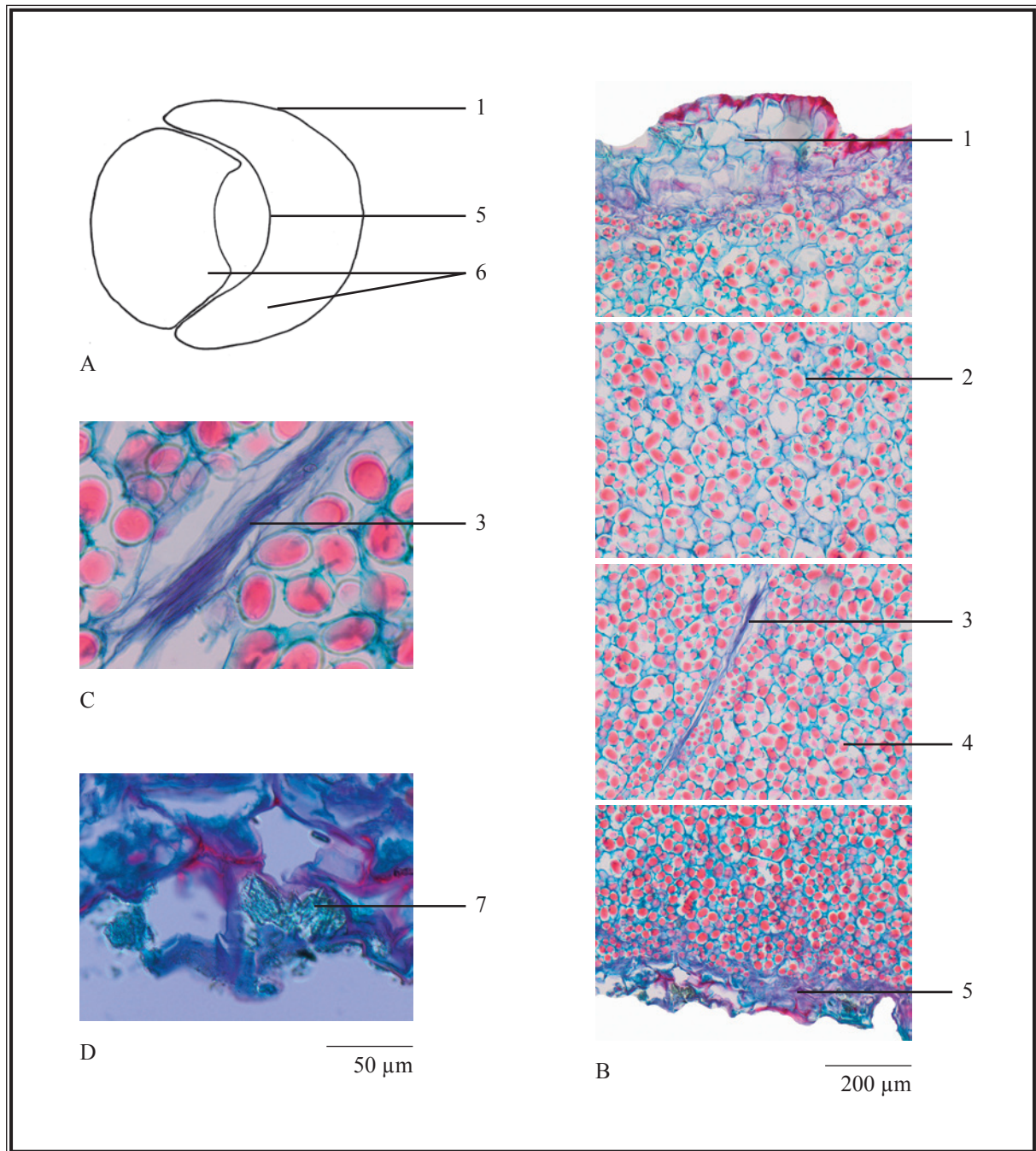


圖 2 湖北貝母橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 導管 D. 草酸鈣結晶

1. 外表皮 2. 薄壁細胞 3. 導管 4. 澱粉粒 5. 內表皮 6. 鱗葉  
7. 草酸鈣結晶



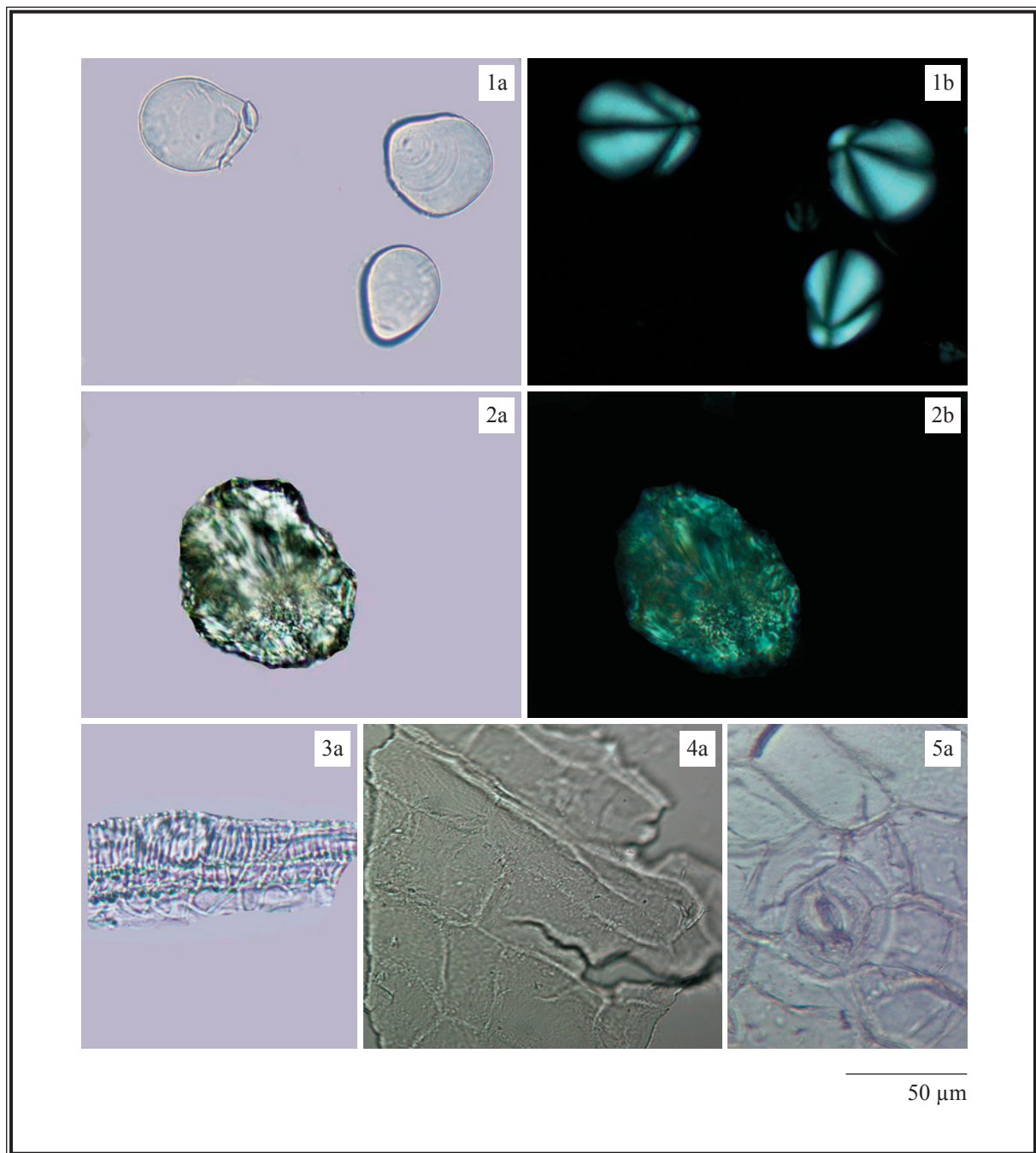


圖3 湖北貝母粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 草酸鈣結晶 3. 導管 4. 表皮細胞 5. 氣孔

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

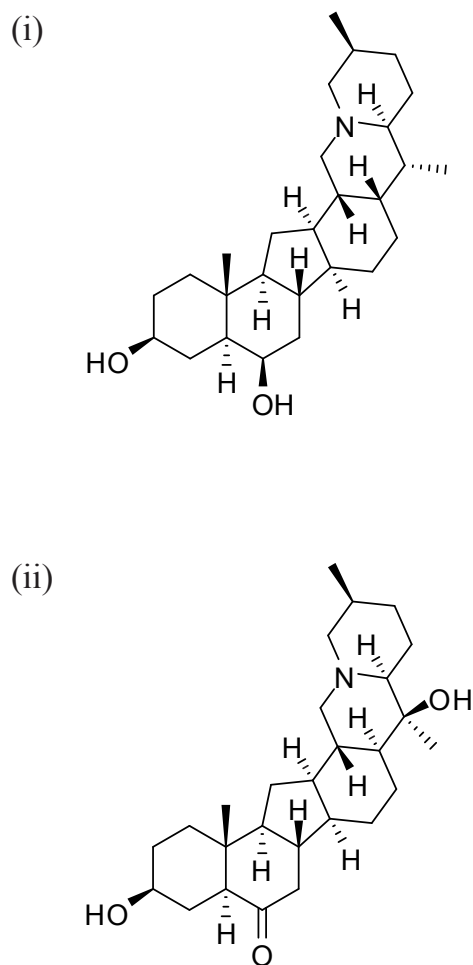


圖4 化學結構式 (i) 湖貝甲素 (ii) 貝母乙素

### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

#### 對照品溶液

貝母乙素對照品溶液 *Std-FP* (480 mg/L)

取貝母乙素對照品 (圖4) 0.96 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加 (25%, v/v) 氨溶液 4 mL，靜置 1 小時，加二氯甲烷－丙酮 (1:2, v/v) 的混合溶液 20 mL，加熱回流 30 分鐘，冷卻至室溫。濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 5-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：蒸發光散射檢測器[漂移管溫度：88℃；霧化氣(N<sub>2</sub>)流速：0.8 L/min]；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1)：

表1 色譜洗脫條件

| 時間<br>(分鐘) | 0.02% 三乙胺<br>(%, v/v) | 乙腈<br>(%, v/v) | 洗脫   |
|------------|-----------------------|----------------|------|
| 0 – 30     | 40 → 5                | 60 → 95        | 綫性梯度 |

系統適用性要求

吸取貝母乙素對照品溶液 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：貝母乙素的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；貝母乙素峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按貝母乙素峰計算應不低於10000。

供試品測試中2號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5(圖5)。

操作程序

分別吸取貝母乙素對照品溶液 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 色譜圖中貝母乙素峰的保留時間，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，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中貝母乙素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中貝母乙素峰。二色譜圖中貝母乙素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。

湖北貝母提取液4個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 湖北貝母提取液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              | 0.81   | ± 0.03 |
| 2 (指標成份峰，貝母乙素) | 1.00   | -      |
| 3              | 1.21   | ± 0.03 |
| 4 (湖貝甲素)       | 1.56   | ± 0.04 |

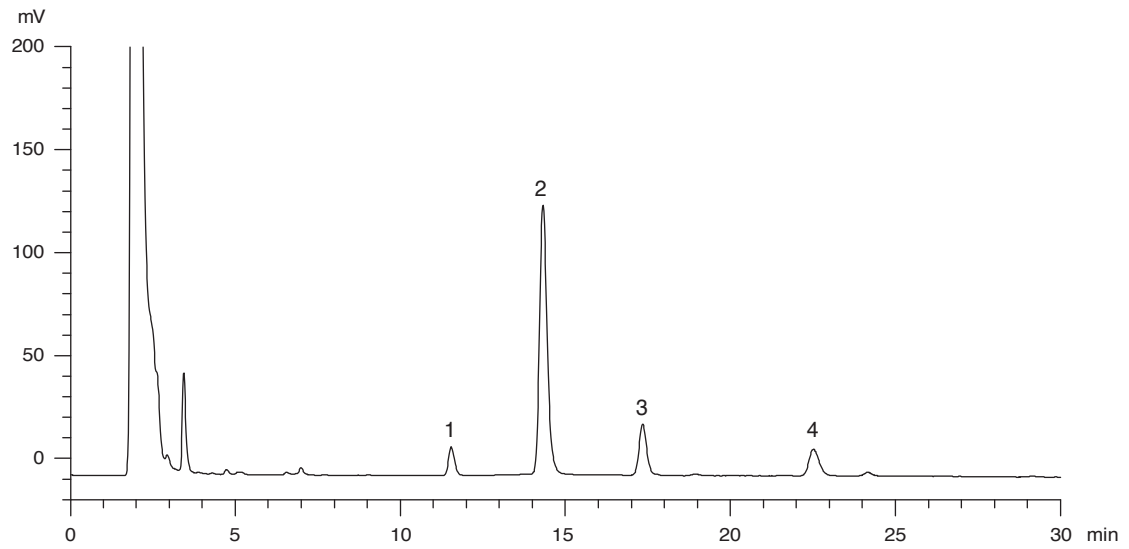


圖5 湖北貝母提取液對照指紋圖譜

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 4.0%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

## 5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法：不多於 11.0%。

## 6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 10.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 6.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

貝母乙素對照品儲備液 *Std-Stock* (2400 mg/L)

精密稱取貝母乙素對照品 4.8 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

貝母乙素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取貝母乙素對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含貝母乙素分別為 120、240、360、600、900 mg/L 系列的對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加 (25%, v/v) 氨溶液 4 mL，靜置 1 小時，加二氯甲烷－丙酮 (1:2, v/v) 的混合溶液 20 mL，加熱回流 30 分鐘，冷卻至室溫。濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 5-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：蒸發光散射檢測器 [ 漂移管溫度：88°C；霧化氣 (N<sub>2</sub>) 流速：0.8 L/min ]；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<br>(分鐘) | 0.02% 三乙胺<br>(%, v/v) | 乙腈<br>(%, v/v) | 洗脫   |
|------------|-----------------------|----------------|------|
| 0 – 30     | 40 → 5                | 60 → 95        | 綫性梯度 |

### 系統適用性要求

將貝母乙素對照品溶液 Std-AS (360 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：貝母乙素的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；貝母乙素峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按貝母乙素峰計算應不低於10000。

供試品測試中貝母乙素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5。

### 標準曲綫

將貝母乙素系列對照品溶液 Std-AS 各10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以貝母乙素的峰面積與相應濃度的自然對數值作圖。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。與貝母乙素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中貝母乙素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中貝母乙素峰。二色譜圖中貝母乙素相應峰的保留時間相差應不大於2.0%。測定峰面積，按下列公式計算供試品溶液中貝母乙素的濃度(mg/L)：

$$\text{貝母乙素的濃度} = e^{[Ln(A) - I]/m}$$

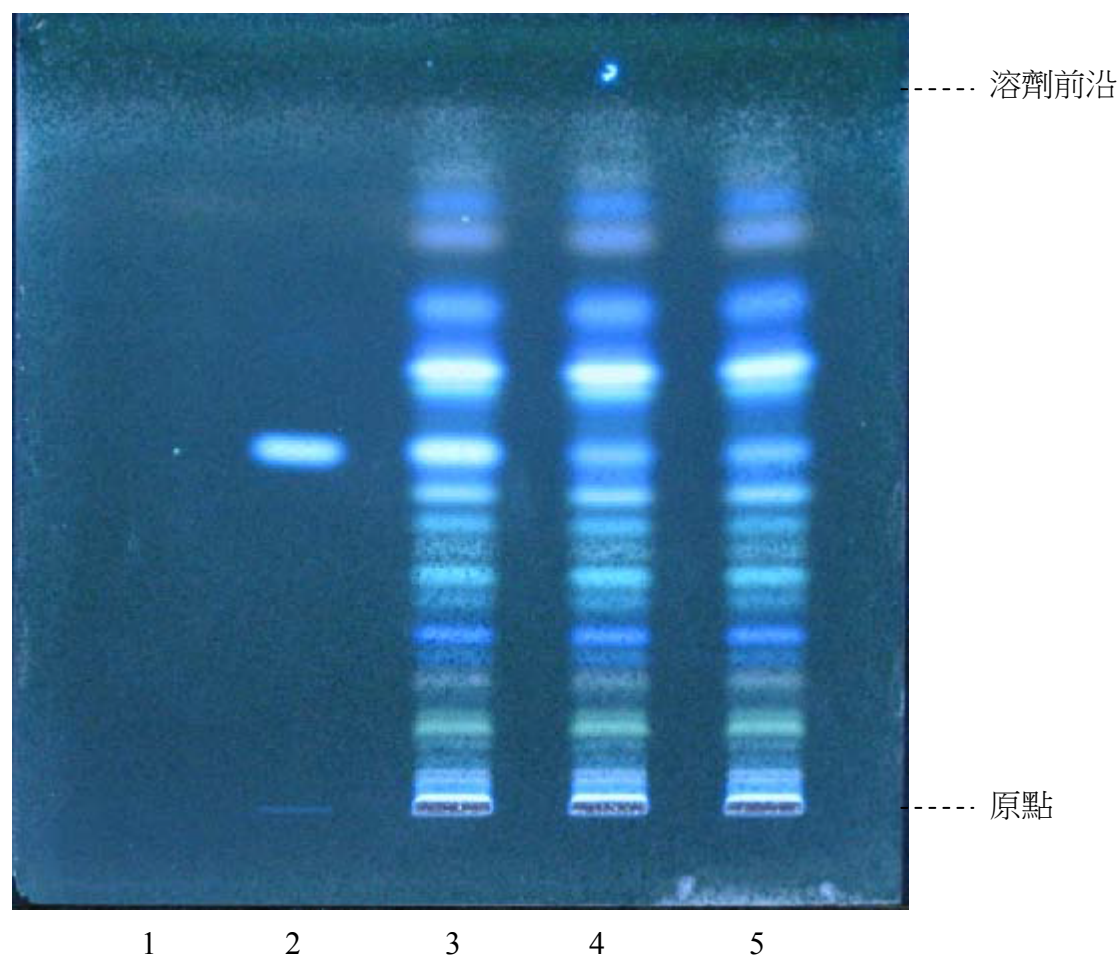
式中 A = 供試品溶液中貝母乙素的峰面積；  
I = 貝母乙素5點標準曲綫截距；  
m = 貝母乙素5點標準曲綫斜率。

按附錄IV(B)公式計算樣品中貝母乙素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含貝母乙素(C<sub>27</sub>H<sub>43</sub>NO<sub>3</sub>)不少於0.16%。

**Fritillariae Hupehensis Bulbus (湖北貝母)**



| 編號 | 樣品                | 結果         |
|----|-------------------|------------|
| 1  | 空白對照 (乙醇)         | 陰性         |
| 2  | 對照品<br>(湖貝甲素)     | 湖貝甲素<br>陽性 |
| 3  | 加標樣品<br>(樣品加湖貝甲素) | 湖貝甲素<br>陽性 |
| 4  | 樣品<br>(湖北貝母)      | 湖貝甲素<br>陽性 |
| 5  | 平行樣品<br>(湖北貝母)    | 湖貝甲素<br>陽性 |

**圖 1** 湖北貝母提取液的薄層色譜圖 (顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)