湖北貝母 1 cm 湖北貝母外觀圖

白鮮皮 Dictamni Cortex Arctii Fructus 牛蒡子 湖北貝母

Fritillariae Hupe湖北貝母:

积賞 Artemisia Aurantii Fructus Immaturus ae Herba 青蒿 Sc

Cir Scrophulariae Radix 玄參

大青葉 Isatidis Folium enolite 山茱萸 砒石 Corni Fructus

Curcumae Longae Rhizon 蒼朮 薑黄

Atractylodis Rhizoma

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 $Fritillaria\ hupehensis\ Hsiao\ et\ K.C.\ Hsia 的乾燥鱗莖。夏初植株枯萎時採挖,除去泥沙,以 <math>0.15\%$ 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)

横切面

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、棱形,顆粒

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

Hydrargyri Oxydum Ru湖北貝母

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 $2 \mu L$ 和供試品溶液 $10 \mu L$,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。均匀噴上顯色劑,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 $R_{\rm f}$ 值。

供試品色譜應顯出與湖貝甲素色澤相同、 $R_{\rm f}$ 值相應的特徵斑點或條帶。

A D 50 μm В 200 µm

圖 2 湖北貝母橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 横切面圖 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

Sophorae Flavescentis Radix Schisandrae Chinensis Fructus が成子 Scutellariae Barbatae Herba Hydrargyri Oxydum Ru**湖北貝母** 板藍根

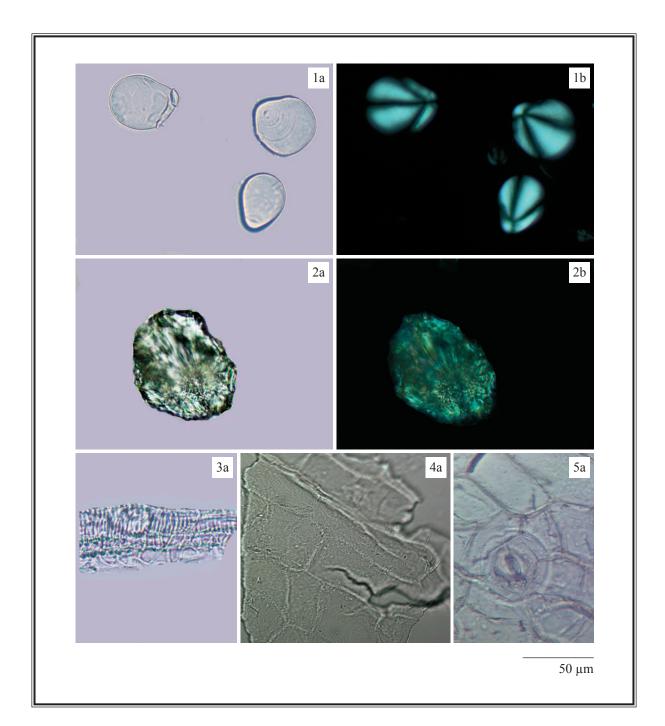


圖3 湖北貝母粉末顯微特徵圖

- 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

Fritillariae Hupe湖北貝母。

延胡索 Condolia Phizam

砒箱 Arsenicum

pica

八月 宗 Isatidis Folium

Curcumae Longae Rhizom 蒼朮 薑 黄

Atractylodis Rhizoma

HO HOH

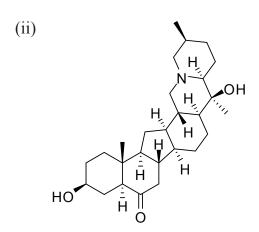


圖4 化學結構式 (i) 湖貝甲素 (ii) 貝母乙素

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- μm 微孔濾膜 (nylon) 濾過,即得。

前胡 蛇床于 ucedani Radix Cnidii Fructus 半枝韮 苦參 紅粉 Isatidis Radix Hydrargyri Oxydum Ru**湖北貝母** 板藍根

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_2) 流速:0.8 L/min];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)	0.02%三乙胺 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脱
0 - 30	$40 \rightarrow 5$	$60 \rightarrow 95$	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,與相應對照品溶液 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	$\pm~0.03$
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

白鮮皮 Dictamni Cortex Arctii Fructi 生落-

Fritillariae Hupe湖北貝母

延胡索 Convidalis Phizom

砒霜 Arsenicum Scrophulariae Radix 玄 参

大青葉 Isatidis Folium senolite 山弟 砒石 Corni Fruc

Curcumae Longae Rhizoma 蒼朮 薑黄

Atractylodis Rhizoma

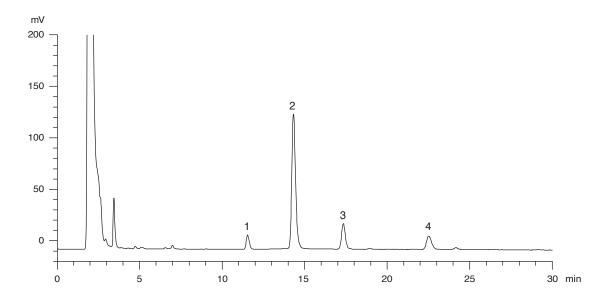


圖5 湖北貝母提取液對照指紋圖譜

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%。

Hydrargyri Oxydum Ru湖北貝母

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,)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。色譜洗脱程序如下(表3):

白鮮皮 Dictamni Cortex Arctii Fructus 牛蒡子 湖北貝母

Fritillariae Hupe湖北貝母。

延胡索 Corydalis Rhizom 砒霜 Arsenicum Scrophulariae Radix 玄參

大青葉 Isatidis Folium nolite 山茱萸 砒石 Corni Fructus

Curcumae Longae Rhizom 蒼朮 薑 黃

Atractylodis Rhizoma

表3 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	0.02%三乙胺 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脱
0 - 30	40 → 5	$60 \rightarrow 95$	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):

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。

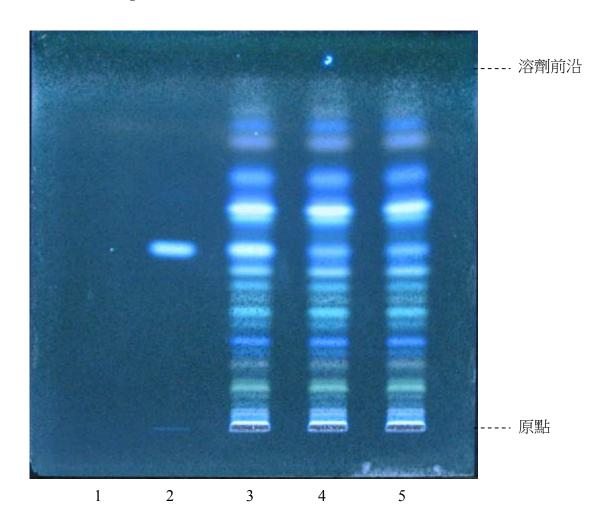
按附錄IV(B)公式計算樣品中貝母乙素的百分含量。

前胡 蛇床子 Scutellariae Barbatae Herba 苦參 紅粉 Isatidis Radix
Peucedani Radix Cnidii Fructus 半枝蓮 苦參 Hydrargyri Oxydum Ru**湖北貝母** 板藍根

限度

按乾燥品計算,本品含貝母乙素 $(C_{27}H_{43}NO_3)$ 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	湖貝甲素
	(湖貝甲素)	陽性
3	加標樣品	湖貝甲素
3	(樣品加湖貝甲素)	陽性
4	樣品	湖貝甲素
4	(湖北貝母)	陽性
5	平行樣品	湖貝甲素
3	(湖北貝母)	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)