天仙子(生)

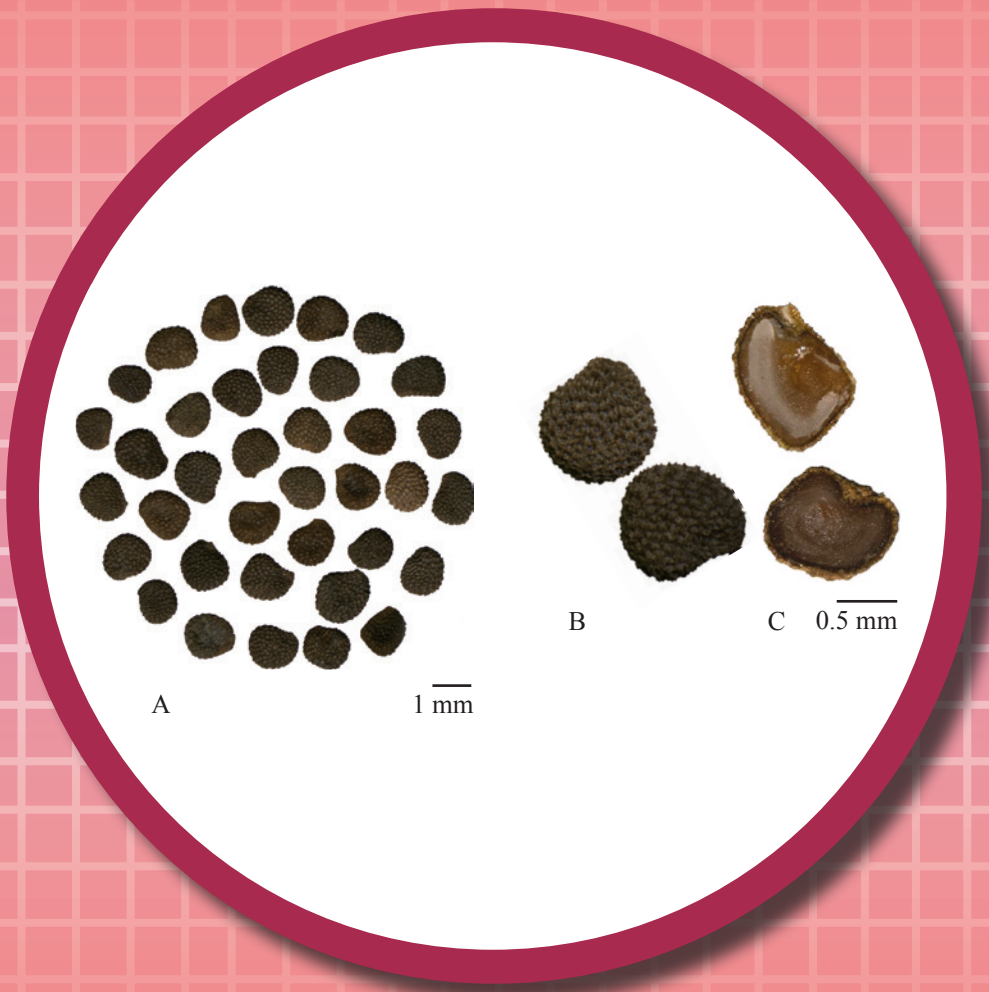


圖 1　天仙子(生)外觀圖

A. 天仙子(生)　B. 種子放大圖
C. 種子縱切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Hyoscyami Semen（unprocessed）

中文名：天仙子(生)

漢語拼音名：Tianxianzi（Sheng）

2. 來源

本品為茄科植物莨菪 *Hyoscyamus niger* L. 未經炮製的乾燥成熟種子。夏、秋二季果皮變黃色時，採摘果實，暴曬，打下種子，篩去果皮、枝梗，曬乾。

3. 性狀

本品呈類扁腎形或扁卵形，直徑約 1 mm。表面棕黃色或灰黃色，有細密的網紋，略尖的一端有點狀種臍。切面灰白色，油質，有胚乳，胚彎曲。氣微(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *(附錄 III)*

橫切面

外種皮細胞具不規則波狀突起，突起先端纖細或較鈍，細胞壁具透明的條紋。內種皮細胞排成一列，多數呈切線延長，細胞壁薄而略乾癟，含棕色物。胚乳細胞的細胞壁略增厚，含糊粉粒。子葉細胞的細胞壁薄，含脂肪油滴(圖 2)。

粉末

外種皮細胞成簇或散在，黃色或灰黃棕色，表面觀多角形或長多角形，長 75-311 μm，直徑 25-123 μm；垂周壁增厚，呈波狀，條紋清晰，具黃棕色物；偏光顯微鏡下呈亮黃白色。胚乳細胞表面觀呈多邊形或近圓形，細胞壁略增厚，含糊粉粒和脂肪油滴。子葉細胞類多角形，無色，壁薄，含脂肪油滴(圖 3)。

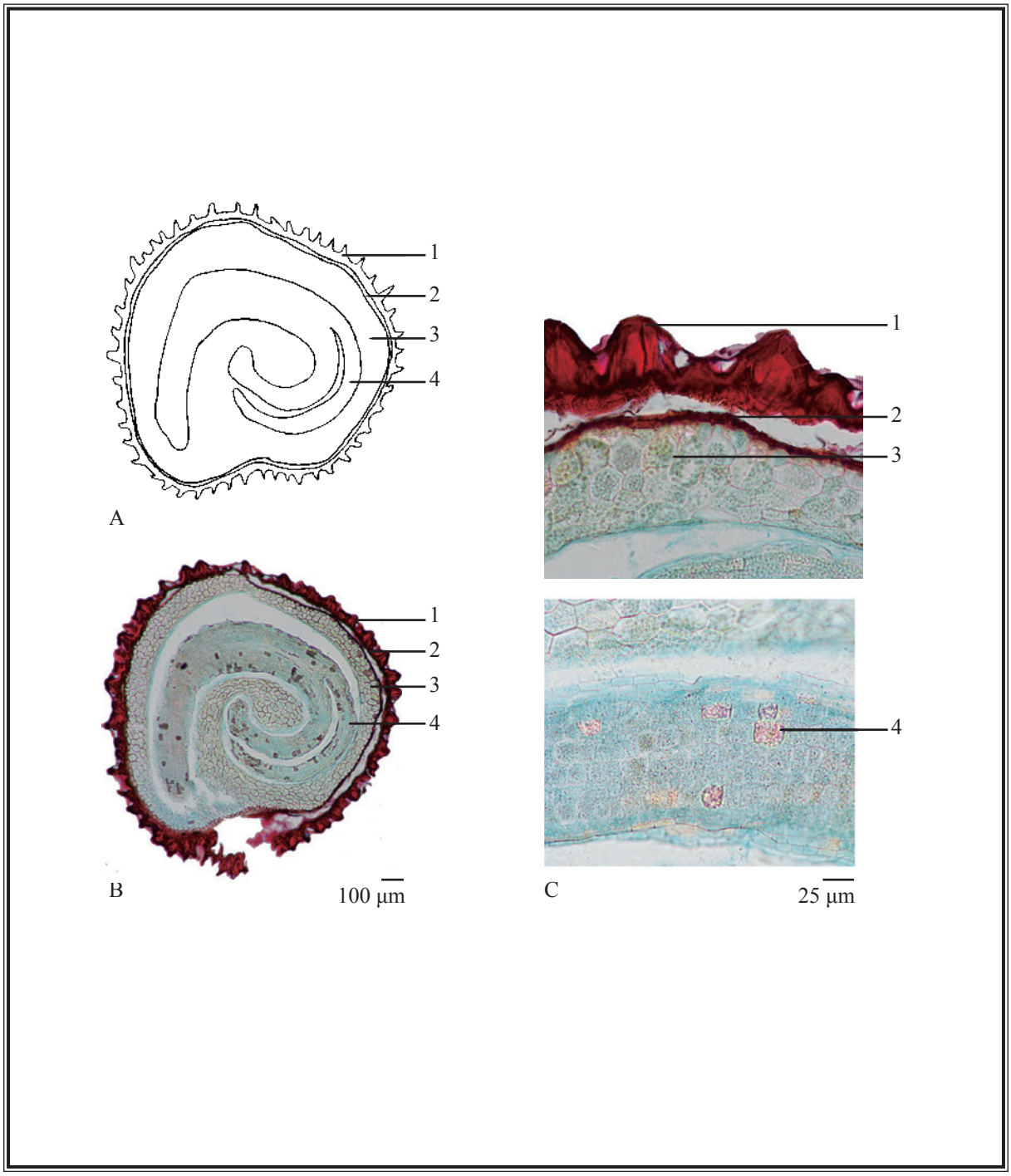


圖 2　天仙子(生)橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 橫切面圖　C. 橫切面放大圖

1. 外種皮　2. 內種皮　3. 胚乳　4. 子葉

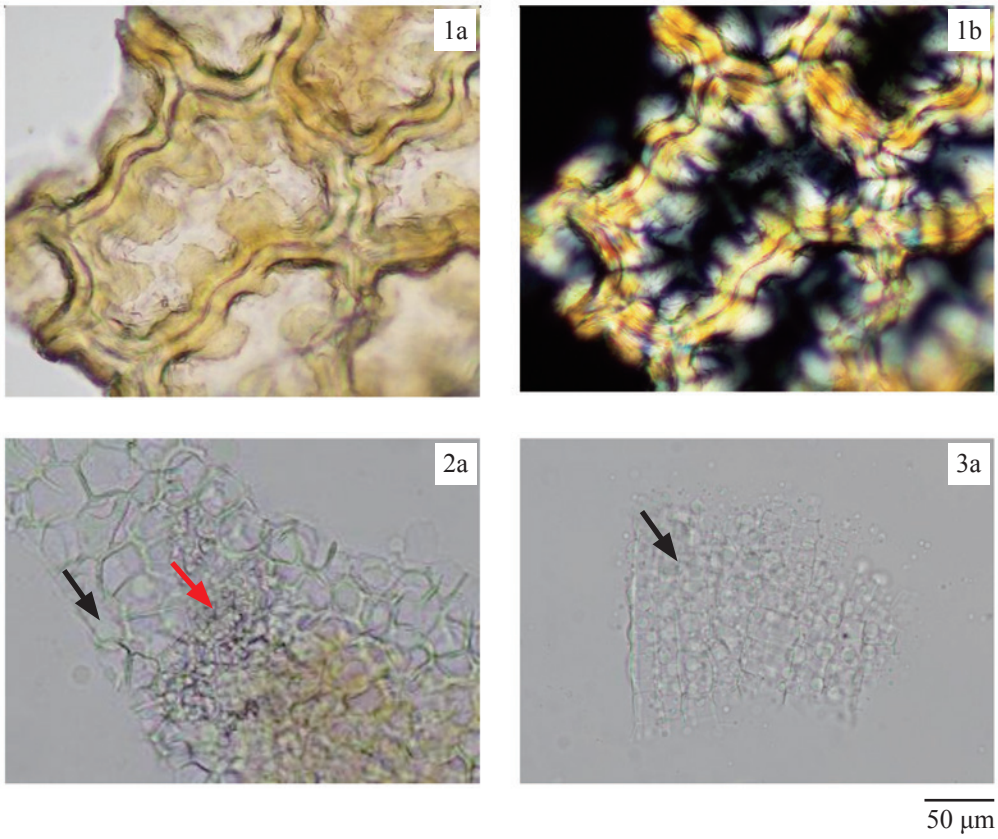


圖 3　天仙子(生)粉末顯微特徵圖

1. 外種皮細胞　2. 胚乳細胞(脂肪油滴→，糊粉粒→)
3. 子葉細胞(脂肪油滴→)

a. 光學顯微鏡下特徵　b. 偏光顯微鏡下特徵

4.2 薄層色譜鑒別 *[附錄 IV (A)]*

對照品溶液

L- 硫酸莨菪鹼二水合物對照品溶液

取 L- 硫酸莨菪鹼二水合物對照品（圖 4）1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

氫溴酸東莨菪鹼對照品溶液

取氫溴酸東莨菪鹼對照品（圖 4）1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

展開劑

製備 25%（v/v）氨溶液 – 甲醇 – 乙酸乙酯（0.5:1:8.5, v/v）的混合溶液。

顯色劑

溶液 A

取鹼式硝酸鉍 0.85 g，溶解於 10 mL 冰醋酸和 40 mL 水的混合溶液。

溶液 B

取碘化鉀 4 g，溶解於 10 mL 水中。

顯色劑 1

取溶液 A 5 mL，溶液 B 5 mL 和冰醋酸 20 mL 置 100-mL 量瓶中，加水至刻度，臨用製備。

顯色劑 2

取亞硝酸鈉 5 g，溶解於 50 mL 60% 乙醇中。

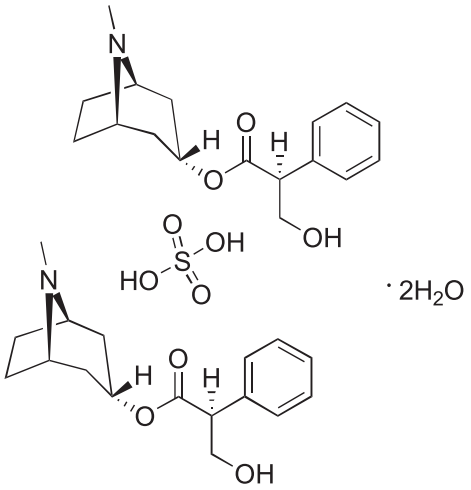
供試品溶液

取本品粉末 2.0 g，置 100-mL 錐形瓶中，加石油醚（30-60°C）15 mL，超聲（160 W）處理 20 分鐘。濾過，棄去濾液。重複提取 1 次，殘渣溶於 25%（v/v）氨溶液 2 mL 和乙醇 30 mL，超聲（160 W）處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，殘渣用乙醇洗滌 3 次，每次 10 mL，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 甲醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV（A）] 進行。分別吸取 L- 硫酸莨菪鹼二水合物對照品溶液 3 μL、氫溴酸東莨菪鹼對照品溶液 3 μL 和供試品溶液 5 μL，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，在約 105°C 加熱（約 10 分鐘）。均勻噴上顯色劑 1 和顯色劑 2，晾乾。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

(i)



(ii)

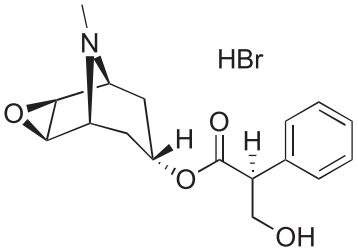


圖 4　化學結構式（i）L- 硫酸莨菪鹼二水合物（ii）氫溴酸東莨菪鹼

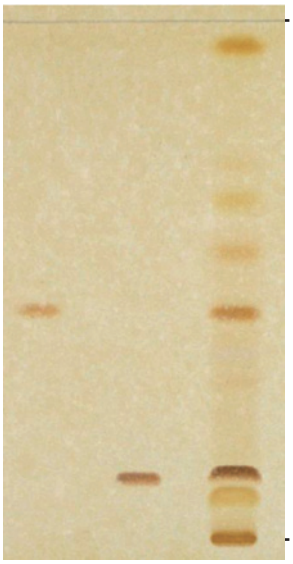


圖 5　天仙子(生)提取液對照高效薄層色譜圖（顯色後在可見光下檢視）

1. 氫溴酸東莨菪鹼對照品溶液　2. L- 硫酸莨菪鹼二水合物對照品溶液
3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與 L- 莨菪鹼和東莨菪鹼色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖 5)。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法*(附錄 XII)*

試劑

0.005 M 庚烷磺酸鈉溶液

取庚烷磺酸鈉 0.5 g，溶解於 500 mL 水中。

0.01 M 磷酸二氫鉀溶液

取磷酸二氫鉀 0.68 g，溶解於 500 mL 水中。

庚烷磺酸鈉 – 磷酸二氫鉀緩衝溶液（pH 5）

取 0.005 M 庚烷磺酸鈉溶液 500 mL 和 0.01 M 磷酸二氫鉀溶液 500 mL，置 1500-mL 錐形瓶中。用 1.6 M 氫氧化鉀調 pH 值至 5。

對照品溶液

L- 硫酸苴菪鹼二水合物對照品溶液 Std-FP（20 mg/L）

取 L- 硫酸苴菪鹼二水合物對照品 0.2 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

氫溴酸東莨菪鹼對照品溶液 Std-FP（20 mg/L）

取氫溴酸東莨菪鹼對照品 0.2 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置於纖維素提取套管中，纖維素提取套管置於索氏提取器中，加石油醚（30-60°C）200 mL 置 250-mL 圓底燒瓶中，索氏提取 2 小時，棄去石油醚（30-60°C）及晾乾殘渣，殘渣轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，加 25%（v/v）氨溶液 5 mL 和乙醇 75 mL，加熱回流 2 小時，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 100-mL 量瓶中，殘渣用適量乙醇洗滌，合併提取液，加乙醇至刻度。精密吸取提取液 20 mL 於 50-mL 錐形瓶中，用 10%（v/v）鹽酸調 pH 值至 5。取提取液載入預先加甲醇 3 mL、25%（v/v）氨溶液 – 乙醇（1:15, v/v）的混合溶液 3 mL、再加乙醇 3 mL 和乙醇 5 mL [先用 10%（v/v）鹽酸調 pH 值至 4] 預處理的反相強陽離子固相萃取柱（6 mL,500 mg），靜置 10 分鐘，加乙醇 3 mL，棄去洗脫液，加 25%（v/v）氨溶液 – 乙醇（1:15, v/v）的混合溶液 5 mL，收集洗脫液，轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸至近乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 2-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：二極管陣列檢測器，檢測波長 210 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；柱溫 35°C；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（分鐘）	庚烷磺酸鈉 – 磷酸二氫鉀緩衝溶液 (pH 5)（%, v/v）	乙腈（%, v/v）	洗脫
0 – 10	90 → 82	10 → 18	綫性梯度
10 – 30	82 → 77	18 → 23	綫性梯度
30 – 35	77	23	等度
35 – 40	77 → 73	23 → 27	綫性梯度

系統適用性要求

吸取 L- 硫酸莨菪鹼二水合物對照品溶液 Std-FP 和氫溴酸東莨菪鹼對照品溶液 Std-FP 各 5 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：L- 莨菪鹼和東莨菪鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；L- 莨菪鹼峰和東莨菪鹼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 L- 莨菪鹼峰和東莨菪鹼峰計算均應不低於 20000。

供試品測試中 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 6）。

操作程序

分別吸取 L- 硫酸莨菪鹼二水合物、氫溴酸東莨菪鹼對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 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 L- 莨菪鹼峰和東莨菪鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰（圖 6）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 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 L- 莨菪鹼峰和東莨菪鹼峰。二色譜圖中 L- 莨菪鹼峰和東莨菪鹼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。

天仙子（生）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　天仙子（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	± 0.03
2	0.61	± 0.03
3（指標成份峰，東莨菪鹼）	1.00	-
4（L- 莨菪鹼）	1.27	± 0.03

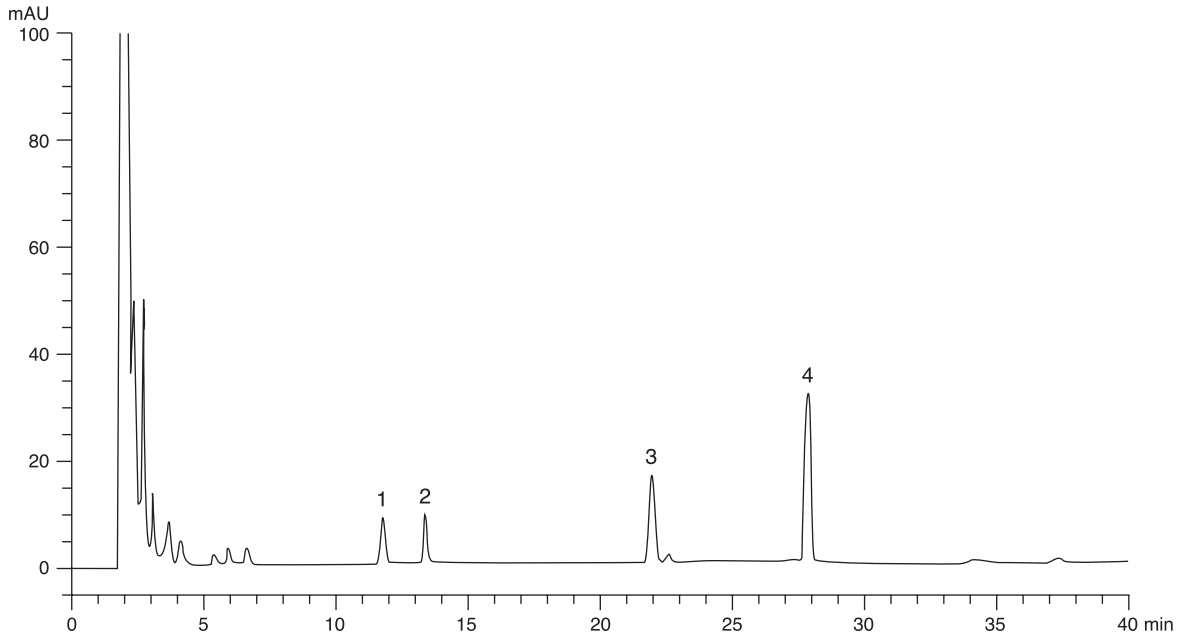


圖 6　天仙子(生)提取液對照指紋圖譜

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 6)。

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 XVI)*：應符合有關規定。

5.5 雜質*(附錄 VIII)*：不多於 3.0%。

5.6 灰分*(附錄 IX)*

總灰分：不多於 6.5%。
酸不溶性灰分：不多於 2.5%。

5.7 水分*(附錄 X)*

烘乾法：不多於 8.0%。

6. 浸出物*(附錄 XI)*

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 8.0%。
醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 14.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B)進行。

試劑
0.005 M 庚烷磺酸鈉溶液
取庚烷磺酸鈉 0.5 g，溶解於 500 mL 水中。
0.01 M 磷酸二氫鉀溶液
取磷酸二氫鉀 0.68 g，溶解於 500 mL 水中。
庚烷磺酸鈉 – 磷酸二氫鉀緩衝溶液(pH 5)
取 0.005 M 庚烷磺酸鈉溶液 500 mL 和 0.01 M 磷酸二氫鉀溶液 500 mL，置 1500-mL 錐形瓶中。用 1.6 M 氫氧化鉀調 pH 值至 5。

對照品溶液
L- 硫酸莨菪鹼二水合物和氫溴酸東莨菪鹼混合對照品儲備液 Std-Stock(各 200 mg/L)
精密稱取 L - 硫酸莨菪鹼二水合物對照品和氫溴酸東莨菪鹼對照品各 2.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。保持於約 4°C。
L- 硫酸莨菪鹼二水合物和氫溴酸東莨菪鹼混合對照品溶液 Std-AS
精密吸取 L - 硫酸莨菪鹼二水合物和氫溴酸東莨菪鹼混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含 L - 硫酸莨菪鹼二水合物和氫溴酸東莨菪鹼分別為 10、60、120、160、200 mg/L 系列的混合對照品溶液。保持於約 4°C。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置於纖維素提取套管中，纖維素提取套管置於索氏提取器中，加石油醚(30-60°C) 200 mL 置 250-mL 圓底燒瓶中，索氏提取 2 小時，棄去石油醚(30-60°C)及晾乾殘渣，殘渣轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，加 25%(v/v)氨溶液 5 mL 和乙醇 75 mL，加熱回流 2 小時，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 100-mL 量瓶中，殘渣用適量乙醇洗滌，合併提取液，加乙醇至刻度。精密吸取提取液 20 mL 於 50-mL 錐形瓶中，用 10%(v/v)鹽酸調 pH 值至 5。取提取液載入預先加甲醇 3 mL、25%(v/v)氨溶液－乙醇(1:15, v/v)的混合溶液 3 mL、再加乙醇 3 mL 和乙醇 5 mL [用 25%(v/v)鹽酸調 pH 值至 4]預處理的反相強陽離子固相萃取柱(6 mL, 500 mg)，靜置 10 分鐘，加乙醇 3 mL，棄去洗脫液，加 25%(v/v)氨溶液－乙醇(1:15, v/v)的混合溶液 5 mL，收集洗脫液，轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸至接近乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 2-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：二極管陣列檢測器，檢測波長 210 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；柱溫 35°C；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（分鐘）	庚烷磺酸鈉－磷酸二氫鉀緩衝溶液 (pH 5)（%, v/v）	乙腈（%, v/v）	洗脫
0 – 10	90 → 82	10 → 18	綫性梯度
10 – 30	82 → 77	18 → 23	綫性梯度
30 – 35	77	23	等度
35 – 40	77 → 73	23 → 27	綫性梯度

系統適用性要求

將 L- 硫酸莨菪鹼二水合物和氫溴酸東莨菪鹼混合對照品溶液 Std-AS（各 120 mg/L）5 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：L- 莨菪鹼和東莨菪鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；L- 莨菪鹼峰和東莨菪鹼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 L- 莨菪鹼峰和東莨菪鹼峰計算均應不低於 20000。

供試品測試中 L- 莨菪鹼峰和東莨菪鹼峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

標準曲綫

將 L- 硫酸莨菪鹼二水合物和氫溴酸東莨菪鹼系列混合對照品溶液 Std-AS 各 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以 L- 莨菪鹼和東莨菪鹼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 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與 L- 硫酸莨菪鹼二水合物和氫溴酸東莨菪鹼混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 L- 莨菪鹼峰和東莨菪鹼峰。二色譜圖中 L- 莨菪鹼和東莨菪鹼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 L- 硫酸莨菪鹼二水合物和氫溴酸東莨菪鹼的濃度（mg/L），並計算樣品中 L- 莨菪鹼（L- 硫酸莨菪鹼二水合物的百分含量乘以換算系數 0.41，0.41 是 L- 莨菪鹼和 L- 硫酸莨菪鹼二水合物的摩爾質量比例）和東莨菪鹼（氫溴酸東莨菪鹼的百分含量乘以換算系數 0.79，0.79 是東莨菪鹼和氫溴酸東莨菪鹼的摩爾質量比例）的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含 L- 莨菪鹼（$C_{17}H_{23}NO_3$）不少於 0.018% 和東莨菪鹼（$C_{17}H_{21}NO_4$）不少於 0.026%。

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。

Hyoscyami Semen (unprocessed) [天仙子 (生)]

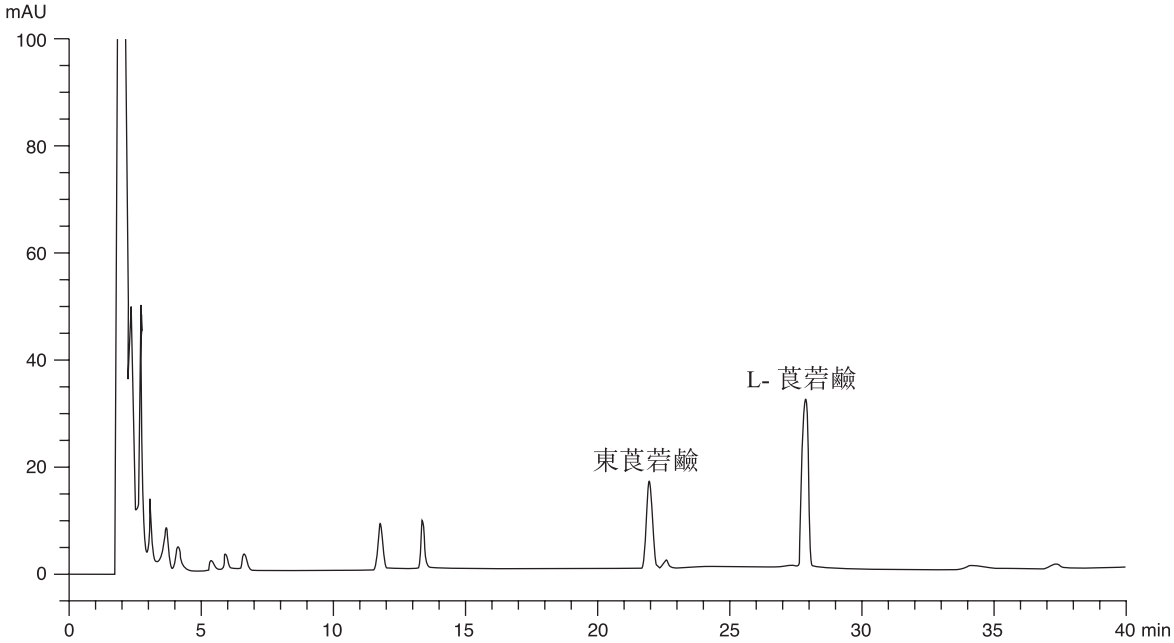


圖 1　天仙子 (生) 提取液對照含量測定色譜圖