

石蒜

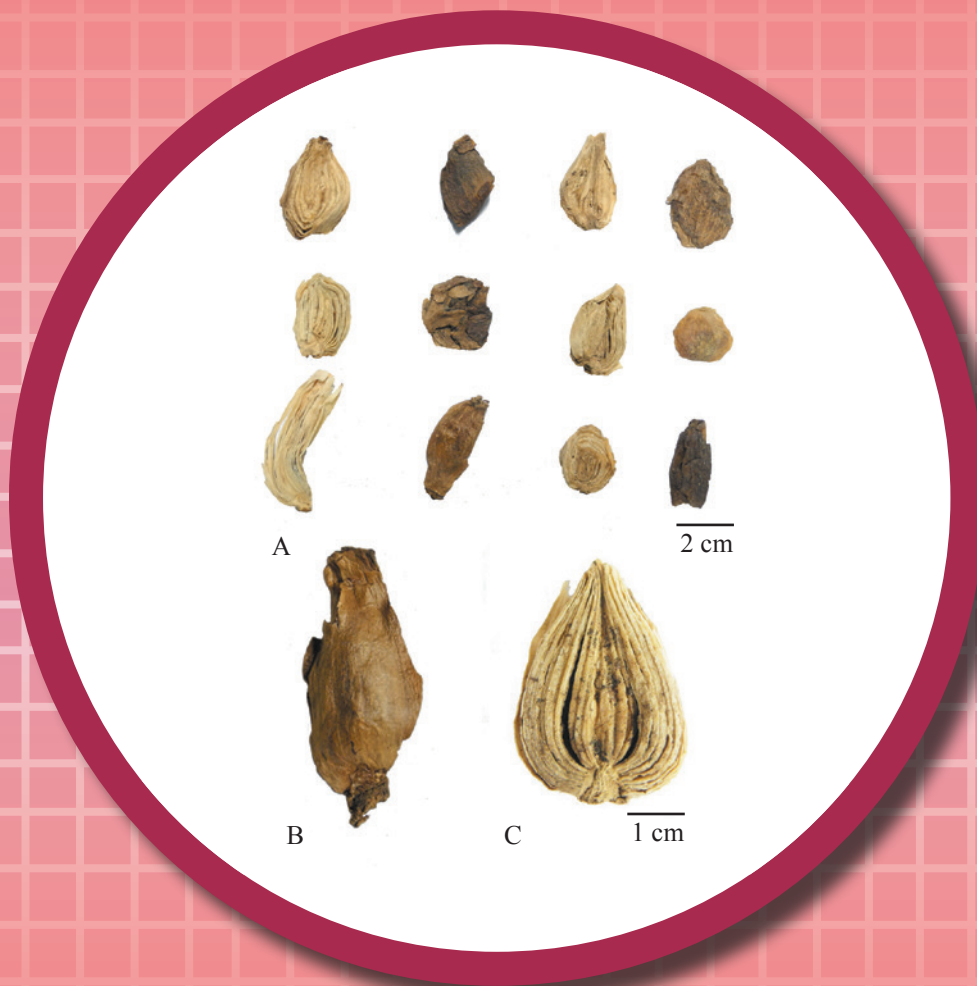


圖 1 石蒜外觀圖

- A. 石蒜 B. 鱗莖放大圖
C. 鱗莖縱切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Lycoridis Radiatae Bulbus

中文名：石蒜

漢語拼音名：Shisuan

2. 來源

石蒜科植物石蒜 *Lycoris radiata* (L' Hérit.) Herb. 的乾燥鱗莖。秋季將鱗莖挖出，洗淨，曬乾。

3. 性狀

本品呈橢圓形至類球形，長 3.4-5 cm，直徑 25-40 mm，表面有 2-3 層暗棕色乾枯膜質鱗片包被，容易脫落，內有 10-20 層肉質鱗片，生於短縮的鱗莖盤上，中央有黃白色的芽。氣特異而微帶刺激性，味極苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

單層鱗片橫切面

表皮由 1 列細小的薄壁細胞組成。葉肉組織由薄壁細胞組成，薄壁細胞內充滿澱粉粒，黏液細胞內含草酸鈣針晶。維管束為有限外韌型，散列於葉肉(圖 2)。

粉末

淺棕色，澱粉粒呈類圓形或多角形，直徑 20-40 μm ，臍點裂縫狀或星狀，偏光顯微鏡下呈黑十字狀。黏液細胞內含草酸鈣針晶，針晶長 100-150 μm ，偏光顯微鏡下呈多彩狀。導管主為螺紋及網紋導管，直徑為 12-50 μm 。纖維成束，偏光顯微鏡下呈多彩狀(圖 3)。

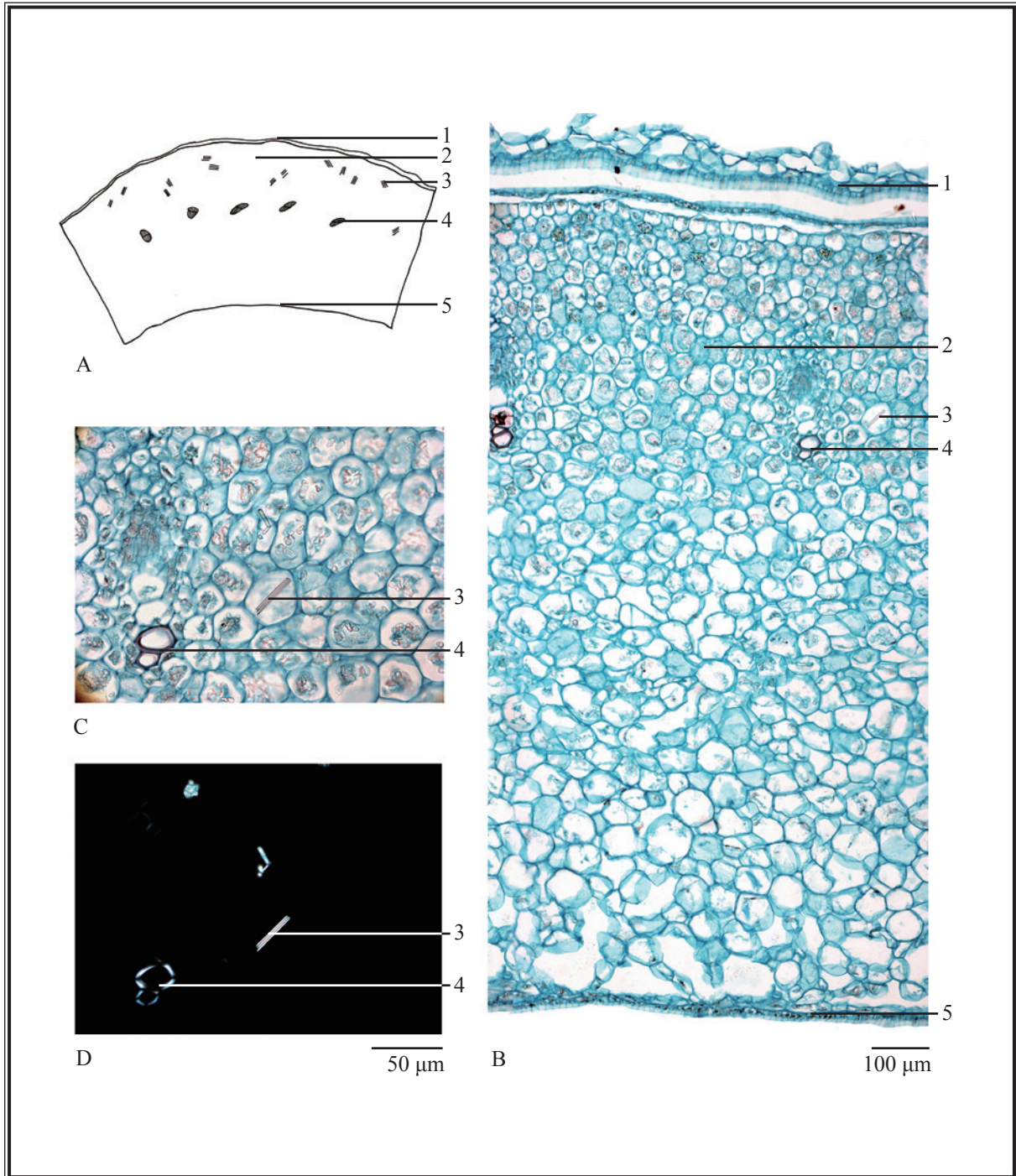


圖 2 石蒜單層鱗葉橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣針晶(光學顯微鏡下)

D. 草酸鈣針晶(偏光顯微鏡下)

1. 外表皮 2. 葉肉組織 3. 草酸鈣針晶 4. 維管束 5. 內表皮

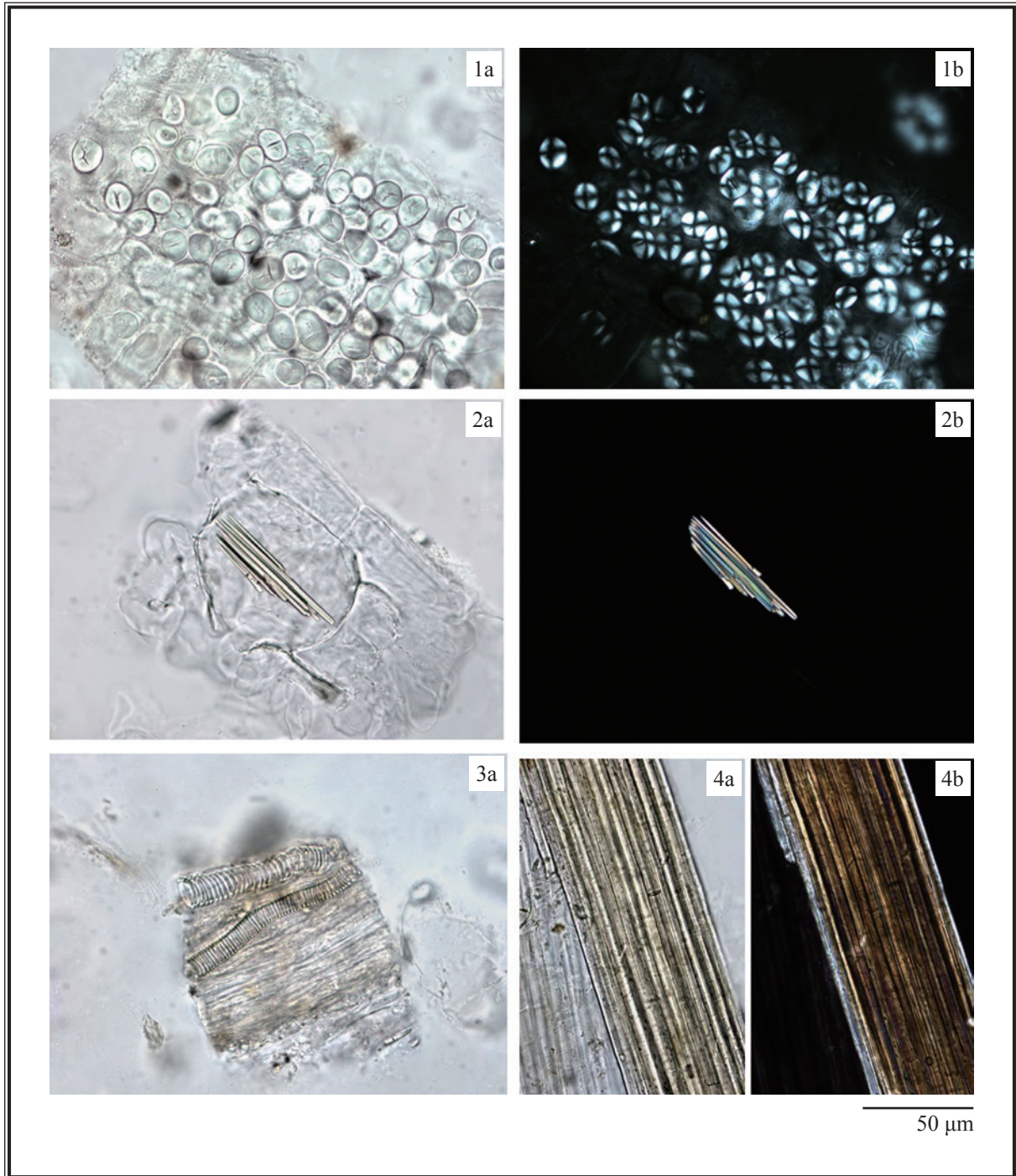


圖 3 石蒜粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 黏液細胞內含草酸鈣針晶 3. 導管 4. 纖維

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

加蘭他敏對照品溶液

取加蘭他敏對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

鹽酸石蒜鹼對照品溶液

取鹽酸石蒜鹼對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備 25% (v/v) 氨溶液 – 甲醇 – 正己烷 – 二氯甲烷 (0.2:1:2:7, v/v) 的混合溶液，取下層溶液備用。

顯色劑

碘。

供試品溶液

取本品粉末 4.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 25% (v/v) 氨溶液 6 mL 和二氯甲烷 30 mL，超聲 (100 W) 處理 1 小時，濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 甲醇，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取加蘭他敏對照品溶液 2 μ L、鹽酸石蒜鹼對照品溶液 2 μ L 和供試品溶液 7 μ L，點於同一高效矽膠 F₂₅₄ 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 7.5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。在碘蒸氣中燻約 20 分鐘，直至斑點或條帶清晰可見。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

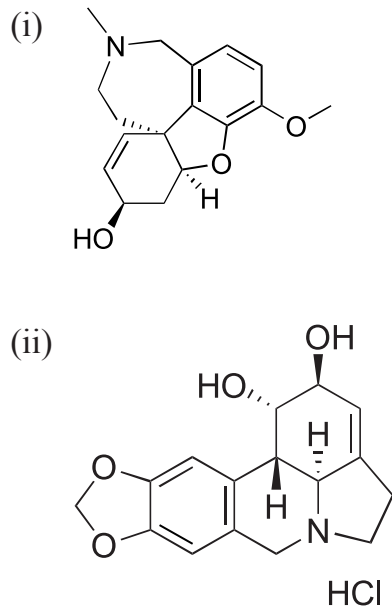


圖 4 化學結構式 (i)加蘭他敏 (ii)鹽酸石蒜鹼

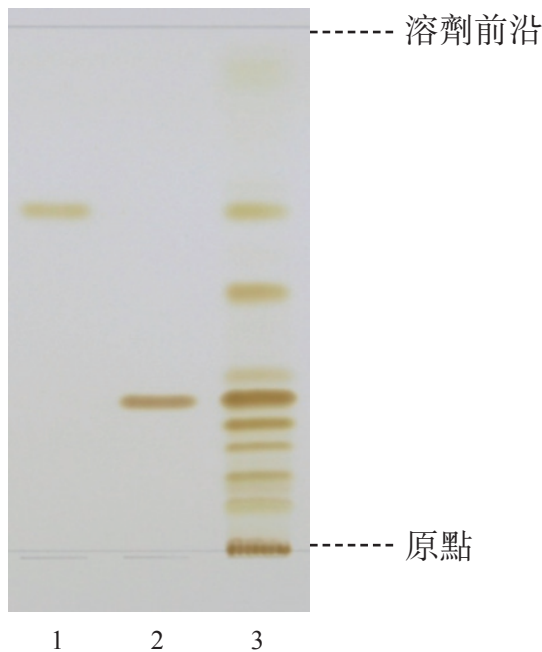


圖 5 石蒜提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 加蘭他敏對照品溶液 2. 鹽酸石蒜鹼對照品溶液 3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與加蘭他敏和石蒜鹼色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖 5)。

山豆根

Saururi Herba 三白草

牡荊葉

車前草

蓮鬚

Saussureae Involucratae Herba

Polygoni Perfoliati Herba

北豆根

Lonicerae Flos

Plantaginis Herba

Bruceae Fructus 鴉膽子

天山雪蓮

白花丹

杠板歸

Menispermii Rhizoma

山銀花

石蒜

Plumbaginis Zeylanicae Radix

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

試劑

0.1M 鹽酸溶液

精密吸取鹽酸 8.33 mL 於 1000-mL 量瓶中，加水至刻度。

對照品溶液

加蘭他敏對照品溶液 *Std-FP* (500 mg/L)

取加蘭他敏對照品 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

鹽酸石蒜鹼對照品溶液 *Std-FP* (600 mg/L)

取鹽酸石蒜鹼對照品 1.2 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 25% (v/v) 氨溶液 3 mL，靜置 30 分鐘，加二氯甲烷-甲醇(4:1, v/v) 的混合溶液 40 mL，超聲(100 W) 處理 1.5 小時。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，殘渣用二氯甲烷-甲醇(4:1, v/v) 的混合溶液洗滌，合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 6 mL 2% (v/v) 甲酸。取提取液載入預先加甲醇 3 mL，靜置 10 分鐘，再加水 3 mL 預處理的 Mixed-Mode cation-exchange(MCX) 固相萃取柱(3 mL, 60 mg)，加 2 mL 0.1M 鹽酸溶液，再加 2 mL 甲醇，棄去洗脫液，加 3 mL 25% (v/v) 氨溶液-甲醇(1:4, v/v) 的混合溶液，收集洗脫液，用氮氣吹乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 1-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- μ m 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 289 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.05% 二乙胺 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0-10	92	8	等度
10-12	92 → 87	8 → 13	綫性梯度
12-30	87	13	等度
30-50	87 → 80	13 → 20	綫性梯度
50-60	80	20	等度
60-70	80 → 68	20 → 32	綫性梯度

系統適用性要求

吸取加蘭他敏對照品溶液 Std-FP 和鹽酸石蒜鹼對照品溶液 Std-FP 各 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：加蘭他敏和石蒜鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；加蘭他敏峰和石蒜鹼峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按加蘭他敏峰和石蒜鹼峰計算分別應不低於 60000 和 15000。

供試品測試中 2 號峰和 5 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

分別吸取加蘭他敏、鹽酸石蒜鹼對照品溶液 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 色譜圖中加蘭他敏峰和石蒜鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中加蘭他敏峰和石蒜鹼峰。二色譜圖中加蘭他敏峰和石蒜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。

石蒜提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 石蒜提取液 5 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	0.60	± 0.03
2 (指標成份峰，石蒜鹼)	1.00	-
3	1.20	± 0.03
4	1.42	± 0.05
5 (加蘭他敏)	1.77	± 0.07

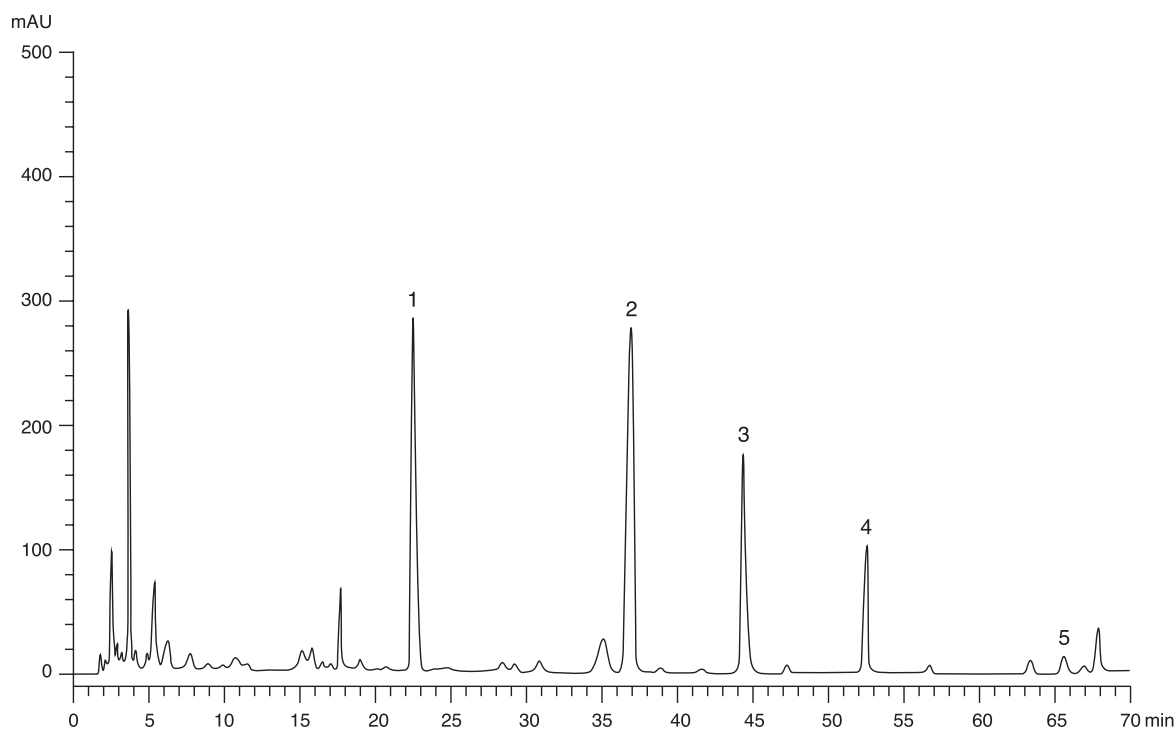


圖 6 石蒜提取液對照指紋圖譜

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 5 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(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 2.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 5.5%。

酸不溶性灰分：不多於 2.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 10.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 48.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 30.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

7.1 加蘭他敏含量測定

對照品溶液

加蘭他敏對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取加蘭他敏對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

加蘭他敏對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取加蘭他敏對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含加蘭他敏分別為 50、100、400、600、1000 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 50-mL 離心管中，加 25% (v/v) 氨溶液 3 mL，靜置 30 分鐘，加二氯甲烷-甲醇(4:1, v/v) 的混合溶液 20 mL，超聲(100 W) 處理 30 分鐘，濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次，每次加二氯甲烷-甲醇(4:1, v/v) 的混合溶液 20 mL。殘渣用二氯甲烷-甲醇(4:1, v/v) 的混合溶液洗滌，合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 1-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- μ m 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 232 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.05% 二乙胺 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	90	10	等度
5 – 20	90 → 74	10 → 26	綫性梯度
20 – 35	74	26	等度

系統適用性要求

將加蘭他敏對照品溶液 Std-AS (400 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：加蘭他敏的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；加蘭他敏峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按加蘭他敏峰計算應不低於 65000。

供試品測試中加蘭他敏峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將加蘭他敏系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以加蘭他敏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 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與加蘭他敏對照品溶液 Std-AS 色譜圖中加蘭他敏峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中加蘭他敏峰。二色譜圖中加蘭他敏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加蘭他敏的濃度 (mg/L)，並計算樣品中加蘭他敏的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含加蘭他敏 (C₁₇H₂₁NO₃) 不少於 0.015%。

7.2 石蒜鹼含量測定

對照品溶液

鹽酸石蒜鹼對照品儲備液 *Std-Stock* (2000 mg/L)

精密稱取鹽酸石蒜鹼對照品 10.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

鹽酸石蒜鹼對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取鹽酸石蒜鹼對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含鹽酸石蒜鹼分別為 200、400、800、1200、2000 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 50-mL 離心管中，加 25% (v/v) 氨溶液 3 mL，靜置 30 分鐘，加二氯甲烷-甲醇 (4:1, v/v) 的混合溶液 20 mL，超聲 (100 W) 處理 30 分鐘，濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次，每次加二氯甲烷-甲醇 (4:1, v/v) 的混合溶液 20 mL。殘渣用二氯甲烷-甲醇 (4:1, v/v) 的混合溶液洗滌，合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於 1-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- μ m 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 289 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 4)：

表 4 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.05% 二乙胺 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	92	8	等度
10 – 12	92 → 87	8 → 13	綫性梯度
12 – 30	87	13	等度
30 – 50	87 → 80	13 → 20	綫性梯度
50 – 60	80	20	等度

系統適用性要求

將鹽酸石蒜鹼對照品溶液 *Std-AS* (800 mg/L) 10 μ L，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：石蒜鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；石蒜鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按石蒜鹼峰計算應不低於 28000。

供試品測試中石蒜鹼峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將鹽酸石蒜鹼系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以石蒜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 10 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與鹽酸石蒜鹼對照品溶液 Std-AS 色譜圖中石蒜鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中石蒜鹼峰。二色譜圖中石蒜鹼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鹽酸石蒜鹼的濃度 (mg/L)，並計算樣品中石蒜鹼 (鹽酸石蒜鹼的百分含量乘以換算系數 0.89，0.89 是石蒜鹼和鹽酸石蒜鹼的摩爾質量比例) 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含石蒜鹼 ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{NO}_4$) 不少於 0.037%。