石蒜

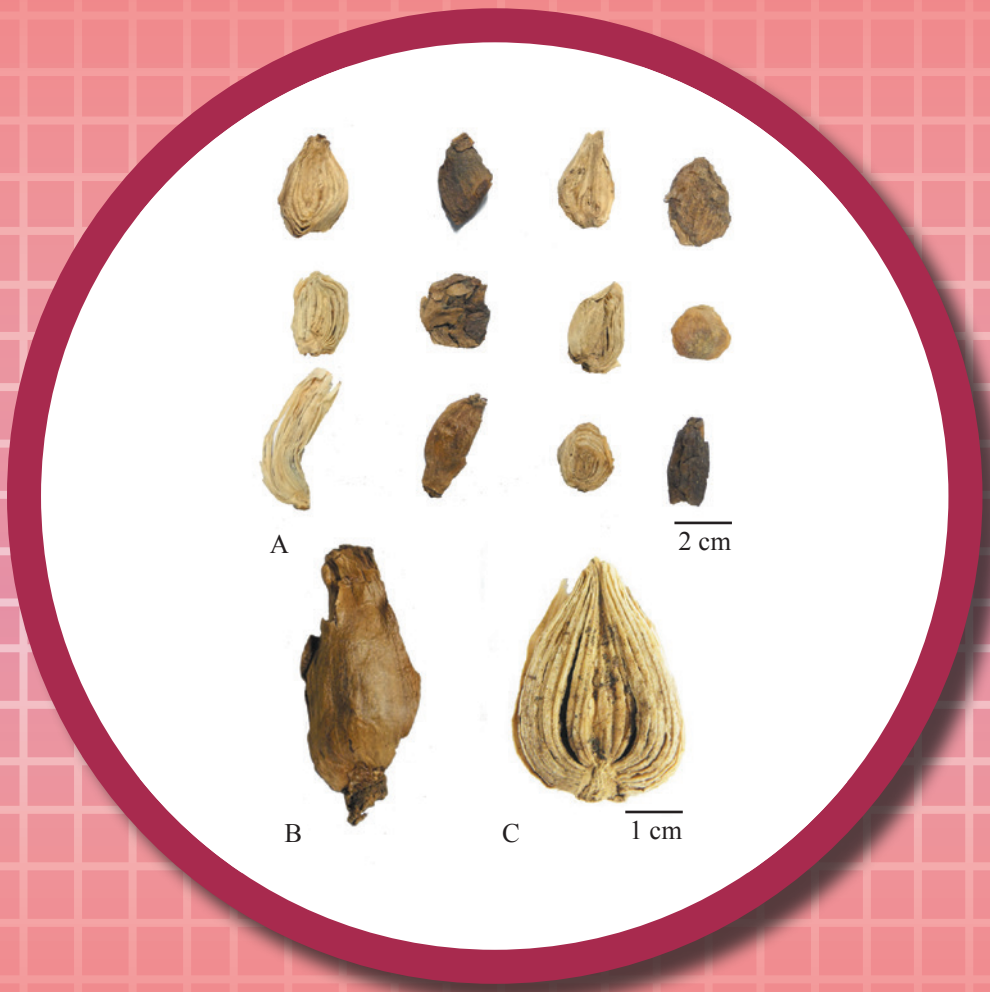


圖 1　石蒜外觀圖

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)。

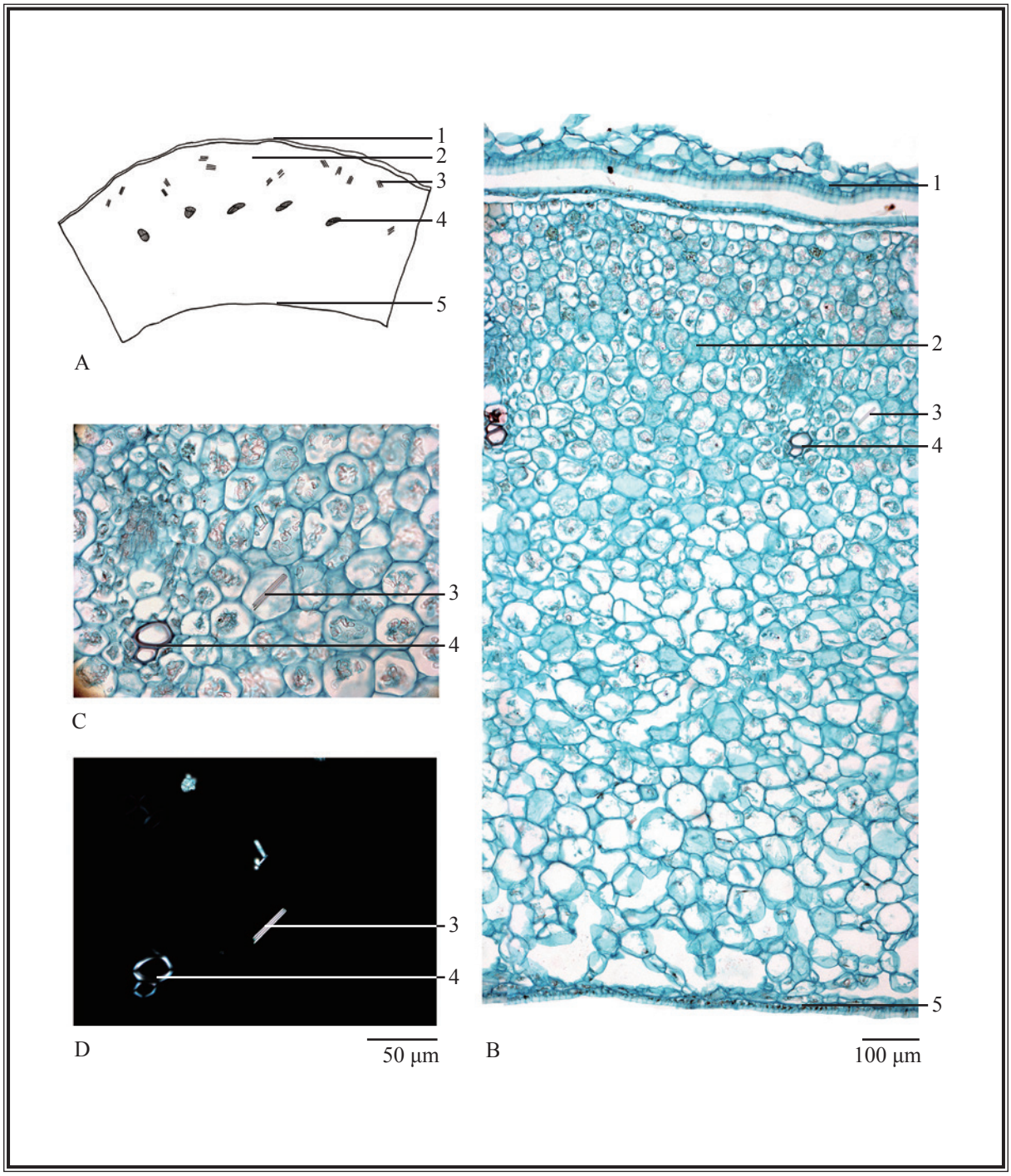


圖 2　石蒜單層鱗葉橫切面顯微特徵圖

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

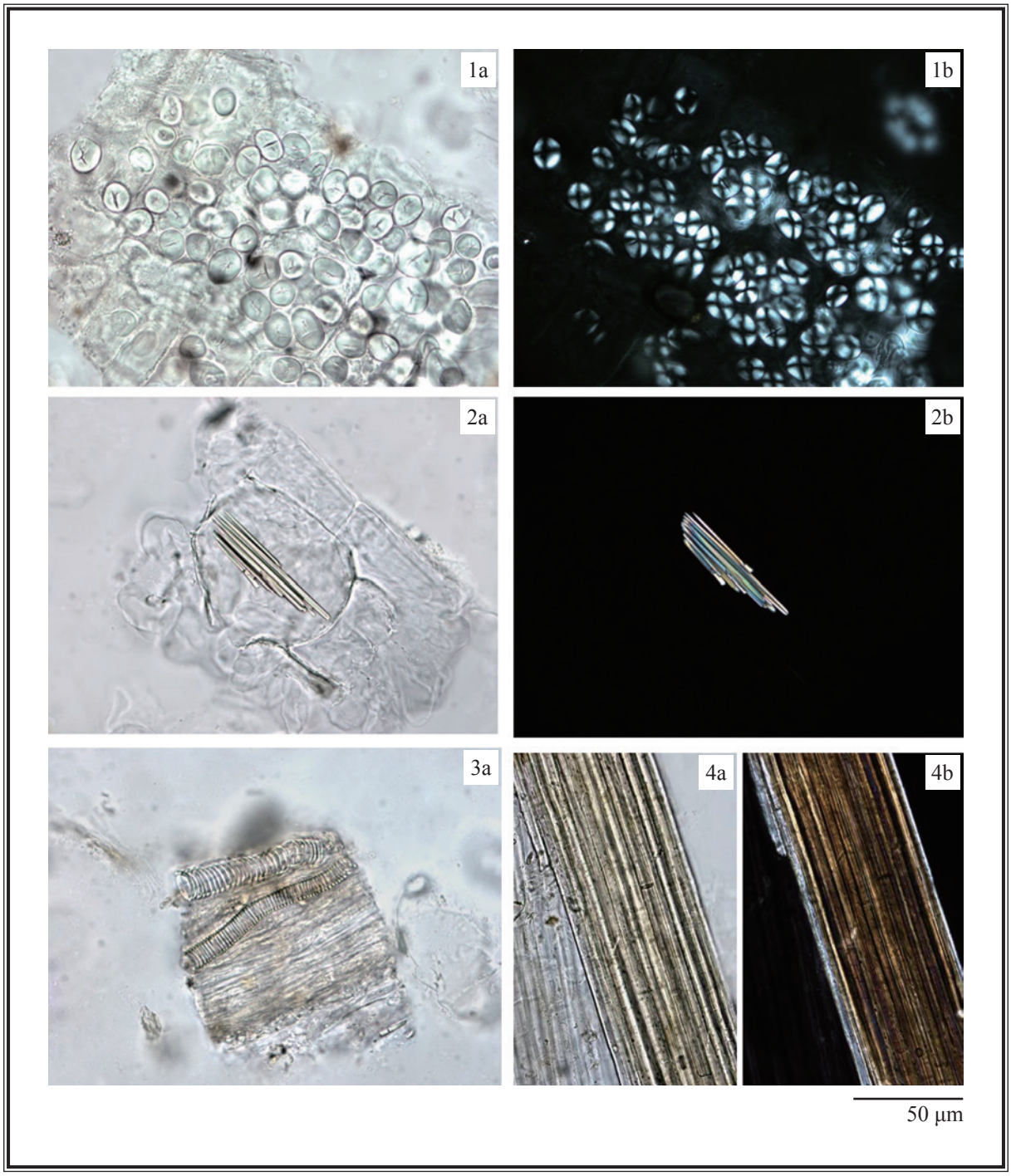


圖 3　石蒜粉末顯微特徵圖

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。

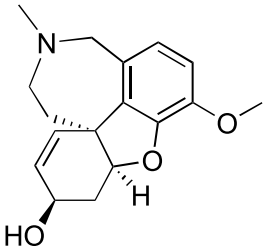
供試品溶液

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 μL、鹽酸石蒜鹼對照品溶液 2 μL 和供試品溶液 7 μL，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 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。

(i)



(ii)

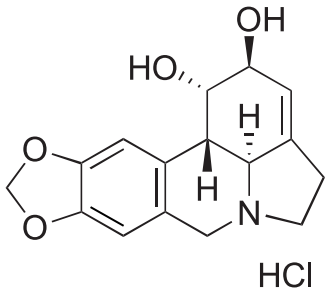


圖 4　化學結構式 (i)加蘭他敏 (ii)鹽酸石蒜鹼

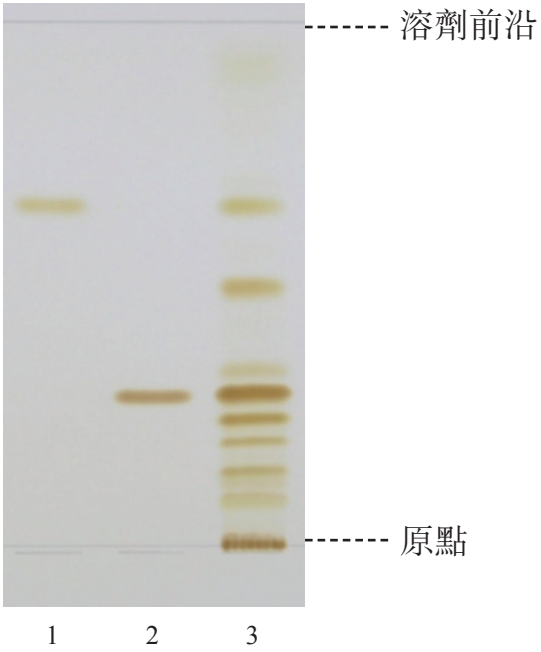


圖 5　石蒜提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

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)。

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-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 289 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 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

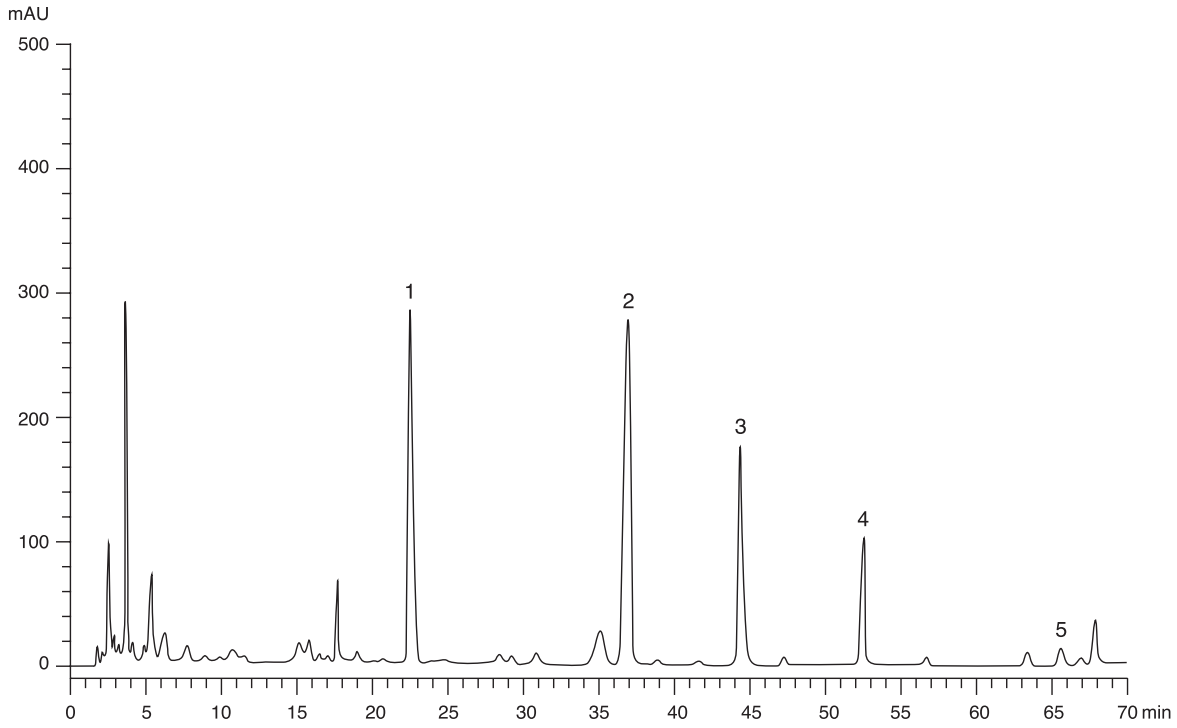


圖 6　石蒜提取液對照指紋圖譜

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－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 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-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 232 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脱條件

時間（分鐘）	0.05% 二乙胺（%, v/v）	乙腈（%, v/v）	洗脱
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（$C_{17}H_{21}NO_3$）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-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 289 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）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 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：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（$C_{16}H_{17}NO_4$）不少於 0.037%。

Lycoridis Radiatae Bulbus（石蒜）

加蘭他敏含量測定

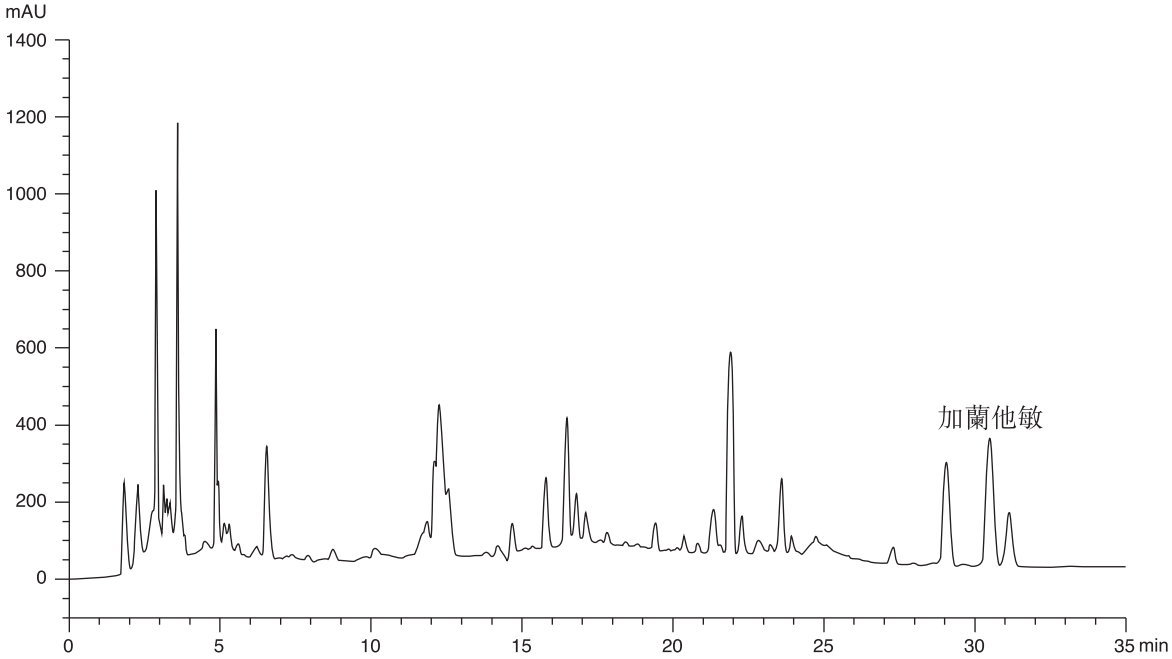


圖 1　石蒜提取液對照含量測定色譜圖

Lycoridis Radiatae Bulbus（石蒜）

石蒜鹼含量測定

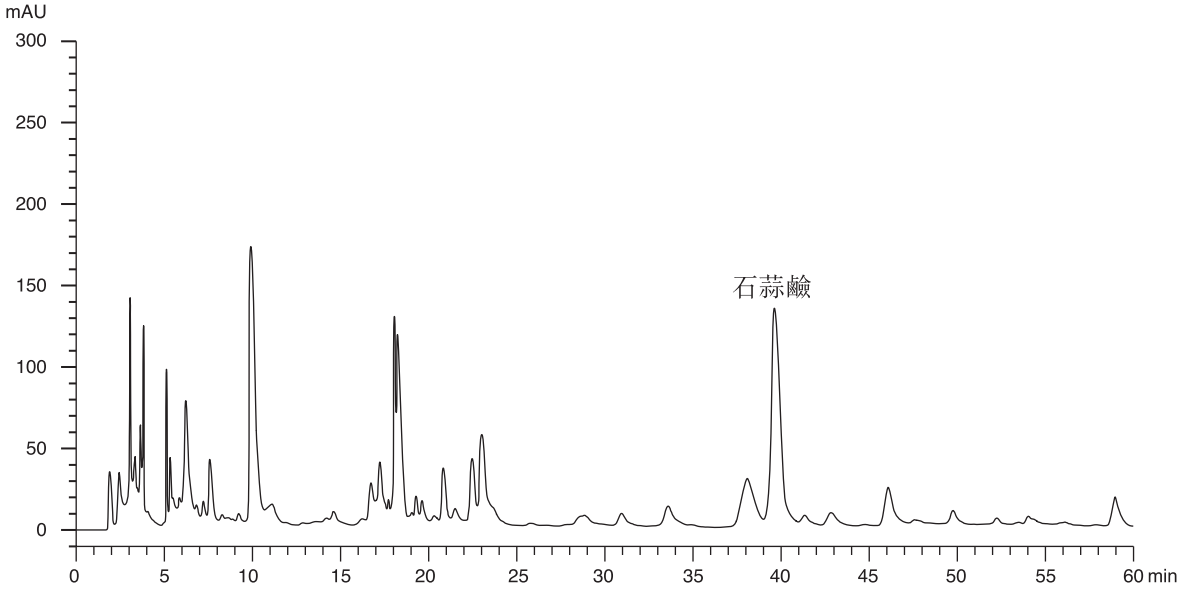


圖 1　石蒜提取液對照含量測定色譜圖