石斛

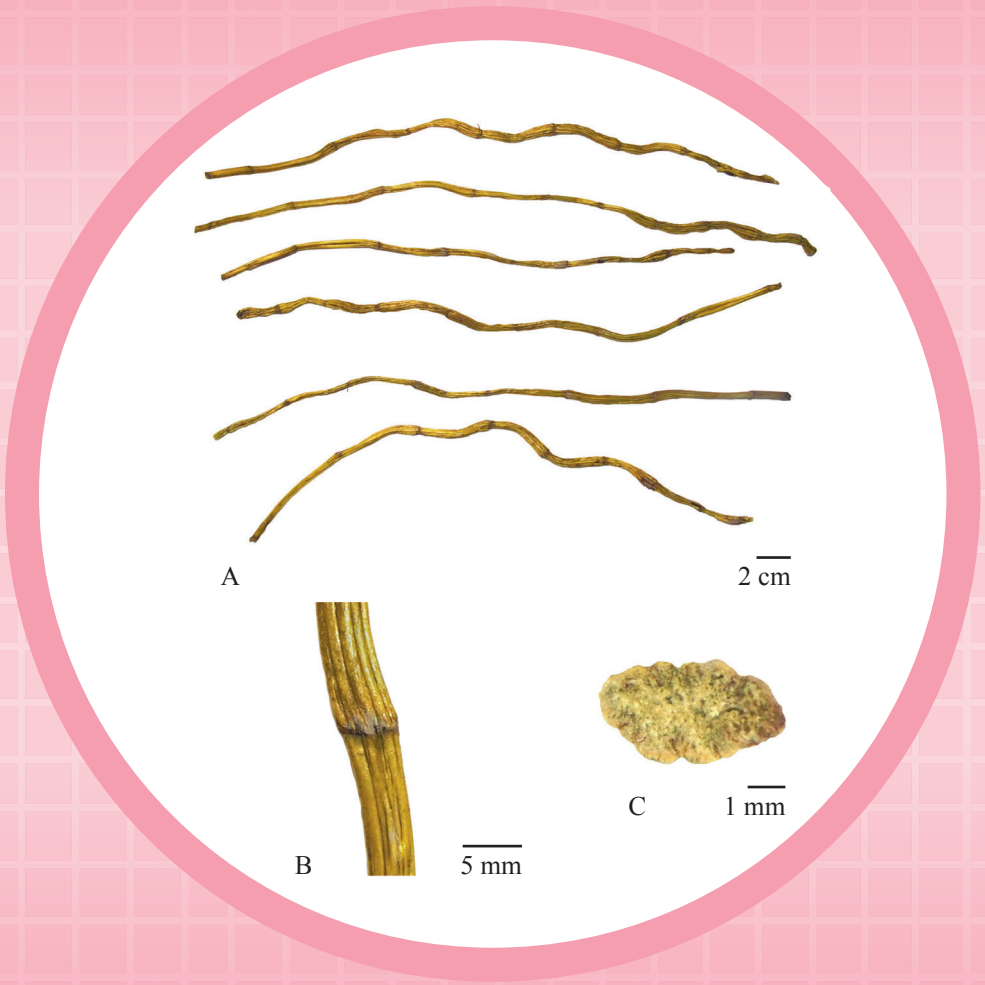

圖 1　石斛外觀圖

A. 石斛　B. 節放大圖
C. 斷面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Dendrobii Caulis

中文名：石斛

漢語拼音：Shihu

2. 來源

本品為蘭科植物金釵石斛 *Dendrobium nobile* Lindl. 的栽培品的乾燥莖。全年均可採收，除去雜質，用開水略燙或烘軟，邊搓邊烘或曬，直至去除所有葉鞘及乾燥。

3. 性狀

本品呈扁圓柱形或圓柱形，稍呈“之”字形彎曲，直徑 2-10 mm，節長 1.8-7.5 cm；表面金黃色至暗黃色，有光澤，具深縱溝及縱紋；節明顯，棕色，有的可見殘留的灰色葉鞘。質輕而脆，易折斷，斷面黃白色至灰黃色，疏鬆，平坦或略呈纖維性。氣微，味苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別*(附錄 III)*

橫切面

表皮由 1 列扁平細胞組成，外被厚角質層，表皮下 2-3 列細胞壁稍增厚。薄壁組織散有多數外韌型維管束，部分細胞含草酸鈣針晶束。維管束外側有數列束鞘纖維，壁厚，胞腔較細，其外緣嵌有含類圓形硅質塊的薄壁細胞，維管束內側常有數列胞腔較大的纖維(圖 2)。

粉末

棕黃色。束鞘纖維多成束，壁厚，胞腔較窄，具稀疏的紋孔及孔溝，直徑 10-65 μm，有時可見纖維束周圍細胞含類圓形硅質塊，直徑 4-21 μm；偏光顯微鏡下呈亮白色或亮黃色。草酸鈣針晶散在或存於薄壁細胞中，長 12-122 μm；偏光顯微鏡下呈多彩狀。表皮細胞表面觀呈類多角形或長多角形，垂周壁連珠狀，常與亮黃色角質層連結。纖維多成束，壁稍增厚，胞腔較大，紋孔及孔溝眾多，紋孔點狀或斜縫狀，直徑 9-42 μm。導管主要為梯紋及螺紋導管，直徑 9-58 μm（圖 3）。

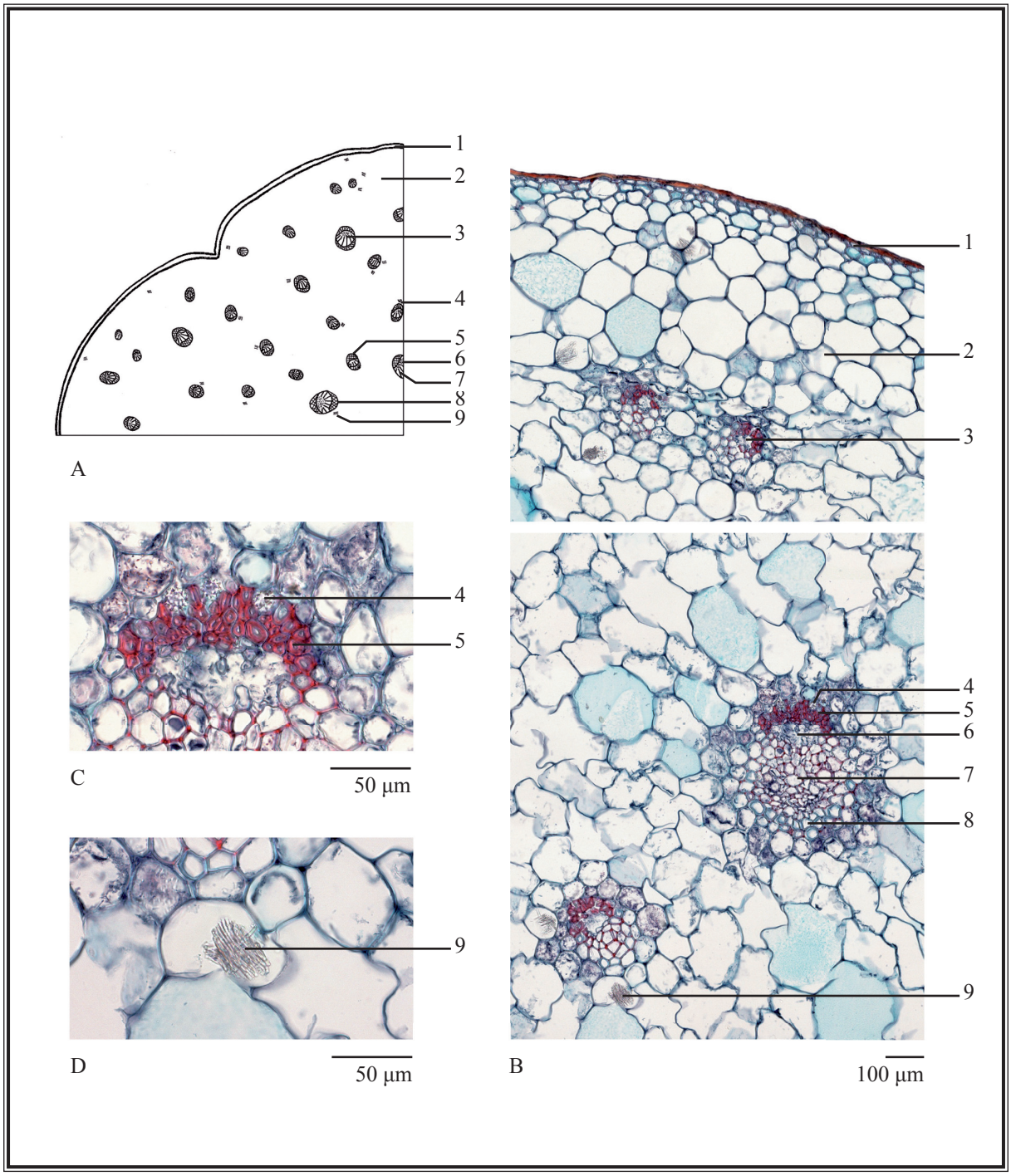

圖 2 石斛橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖
C. 束鞘纖維及硅質塊
D. 草酸鈣針晶束

1. 表皮 2. 薄壁組織 3. 維管束 4. 硅質塊 5. 束鞘纖維
6. 韌皮部 7. 木質部 8. 纖維 9. 草酸鈣針晶

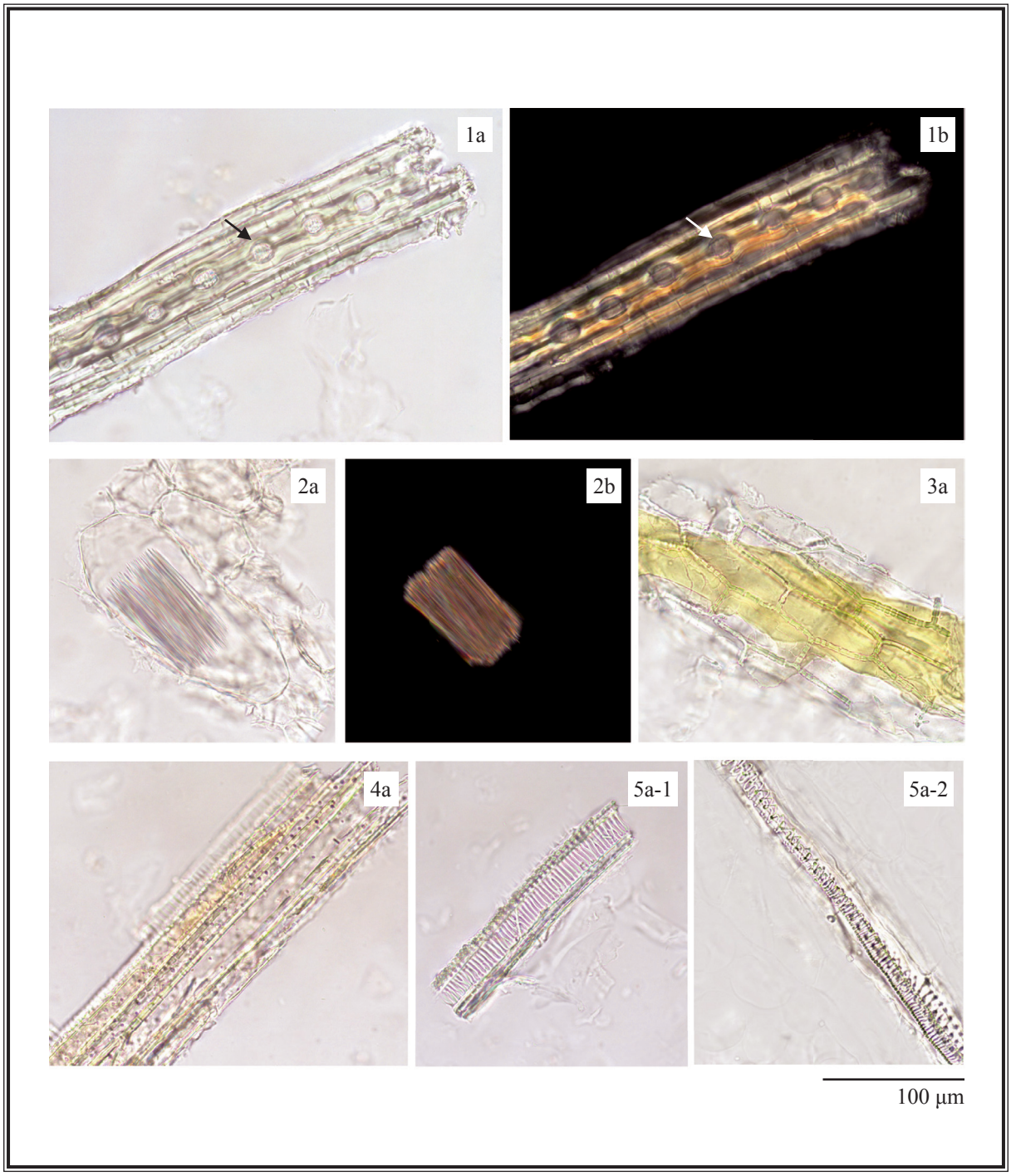

圖 3 石斛粉末顯微特徵圖

1. 束鞘纖維(硅質塊→) 2. 草酸鈣針晶
3. 表皮細胞 4. 纖維 5. 導管(5-1 梯紋導管，5-2 螺紋導管)

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

石斛鹼對照品溶液

取石斛鹼對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備25%(v/v)氨溶液 – 異丙醇 – 乙酸乙酯(0.4:2:15, v/v)的混合溶液。

顯色劑

碘。

供試品溶液

取本品粉末 2.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL。超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 2800 × *g*)。取上清液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 4 mL 甲醇，用 0.45-μm 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取石斛鹼對照品溶液 4 μL 和供試品溶液 8 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 8 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。

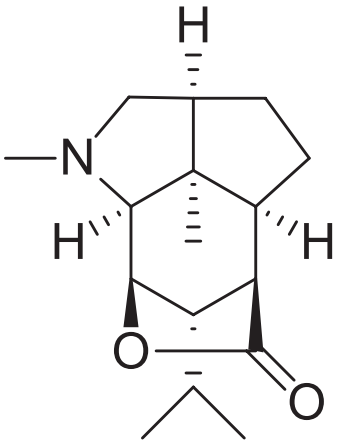

圖 4　石斛鹼化學結構式

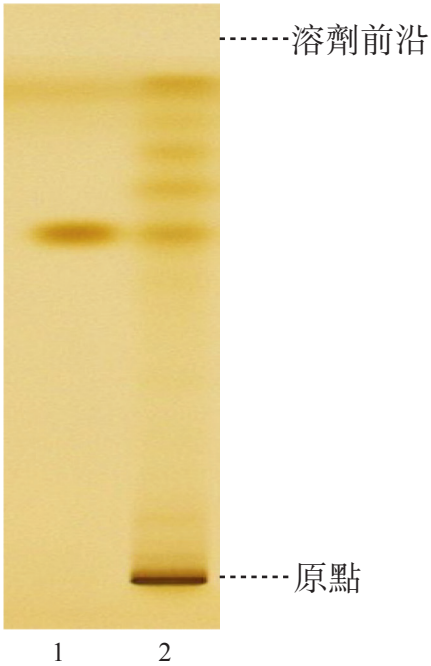

圖 5　石斛提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 石斛鹼對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與石斛鹼色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖5)。

4.3 氣相色譜指紋圖譜法*(附錄 XII)*

對照品溶液

石斛鹼對照品溶液 Std-FP (200 mg/L)

取石斛鹼對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 250-mL 圓底燒瓶中，加甲醇 50 mL，加熱回流 30 分鐘，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，殘渣用 10 mL 甲醇洗滌。重複提取 1 次。合併提取液，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(PTFE)濾過，即得。

色譜系統

氣相色譜：火焰離子檢測器；毛細管色譜柱(DB-5 MS，柱長 30 m，內徑 0.25 mm，苯基芳基聚合物為固定相，塗膜厚度 0.25 μm)；載氣為氦氣，流速約 1.3 mL/min；進樣口溫度 280°C；檢測器溫度 280°C；分流比 5:1。程序升溫如下(表 1)：

表 1 程序升溫條件

時間 (分鐘)	溫度 (°C)	速率 (°C/ 分鐘)
0 – 16	130 → 210	5
16 – 21	210	-
21 – 30	210 → 280	8
30 – 45	280	-

系統適用性要求

吸取石斛鹼對照品溶液 Std-FP 1 μL，注入氣相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：石斛鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；石斛鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按石斛鹼峰計算應不低於 100000。

供試品測試中 3 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取石斛鹼對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 1 μL，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中石斛鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同氣相色譜條件下，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中石斛鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中石斛鹼峰。二色譜圖中石斛鹼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。

石斛提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2　石斛提取液 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	0.71	± 0.03
2	0.97	± 0.03
3（指標成份峰，石斛鹼）	1.00	-
4	1.01	± 0.03
5	1.54	± 0.03

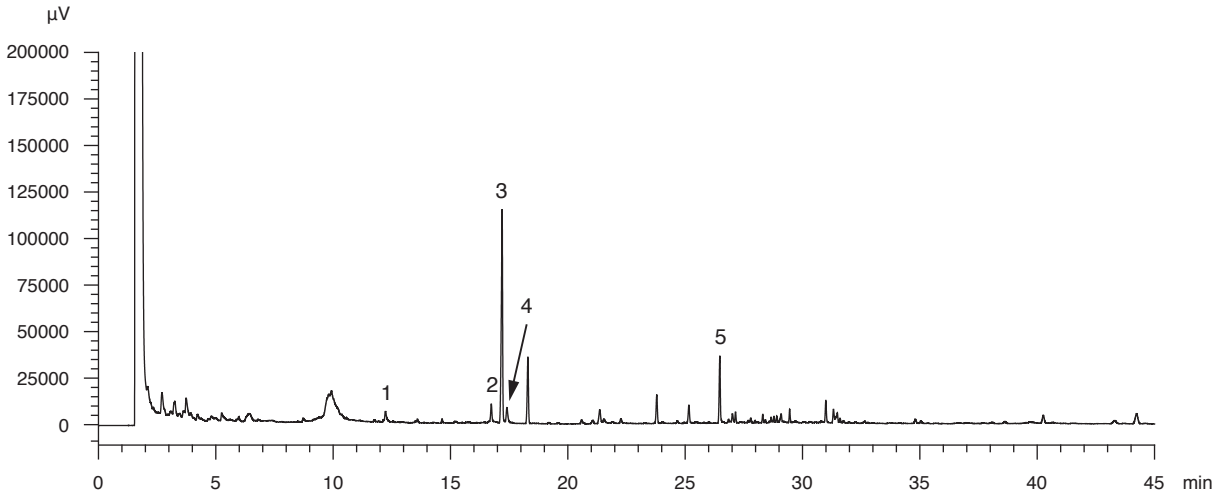

圖 6　石斛提取液對照氣相指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照氣相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 1.0%。

5.6 灰分*(附錄 IX)*

總灰分：不多於 4.5%。
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 15.0%。
醇溶性浸出物（冷浸法）：不少於 14.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (C)進行。

對照品溶液

石斛鹼對照品儲備液 Std-Stock (1000 mg/L)

精密稱取石斛鹼對照品 2.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

石斛鹼對照品溶液 Std-AS

精密吸取石斛鹼對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含石斛鹼分別為 10、100、200、500、1000 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 250-mL 圓底燒瓶中，加甲醇 50 mL，加熱回流 30 分鐘，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，殘渣用 10 mL 甲醇洗滌。重複提取 1 次。合併提取液，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(PTFE)濾過，即得。

色譜系統

氣相色譜：火焰離子檢測器；毛細管色譜柱(DB-5 MS，柱長 30 m，內徑 0.25 mm，苯基芳基聚合物為固定相，塗膜厚度 0.25 μm)；載氣為氦氣，流速約 1.3 mL/min；進樣口溫度 280°C；檢測器溫度 280°C；分流比 5:1。程序升溫如下(表 3)。

表 3 程序升溫條件

時間 (分鐘)	溫度 (°C)	速率 (°C/ 分鐘)
0 – 16	130 → 210	5
16 – 21	210	-
21 – 30	210 → 280	8
30 – 45	280	-

系統適用性要求

將石斛鹼對照品溶液 Std-AS (200 mg/L) 1 μL，注入氣相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：石斛鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；石斛鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按石斛鹼峰計算應不低於 100000。

供試品測試中石斛鹼峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5（圖 7）。

標準曲綫

將石斛鹼系列對照品溶液 Std-AS 各 1 μL，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。以石斛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 1 μL，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。與石斛鹼對照品溶液 Std-AS 色譜圖中石斛鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中石斛鹼峰（圖 7）。二色譜圖中石斛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石斛鹼的濃度（mg/L），並計算樣品中石斛鹼的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含石斛鹼（$C_{16}H_{25}NO_2$）不少於 0.24%。

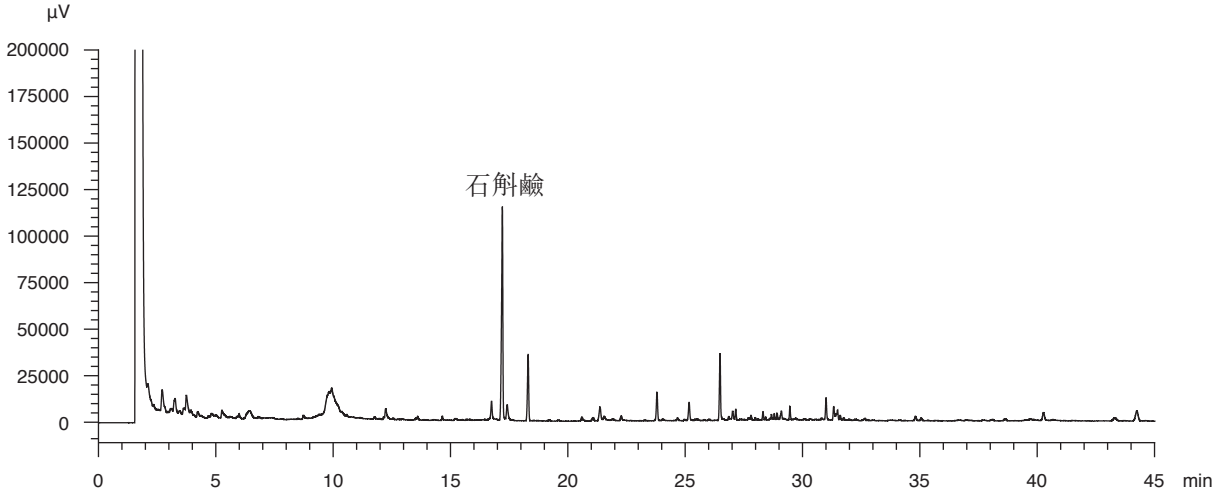

圖 7　石斛提取液對照氣相含量測定色譜圖