

西紅花

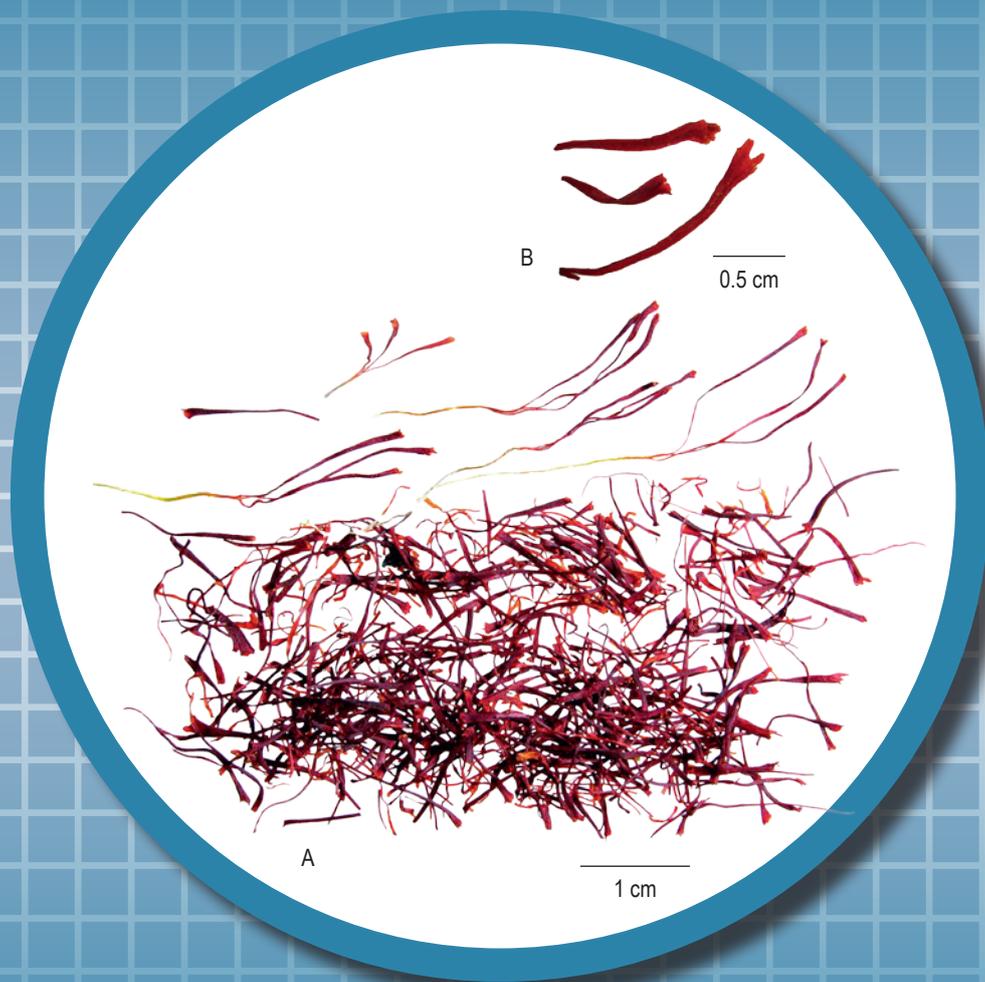


圖 1 西紅花外觀圖

A. 西紅花 B. 柱頭分枝放大圖

1. 名稱

藥材正名：Croci Stigma

中文名：西紅花

漢語拼音名：Xihonghua

2. 來源

本品為鳶尾科植物番紅花 *Crocus sativus* L. 的乾燥柱頭。開花期早晨採花，摘取柱頭，曬乾或陰乾；或常溫乾燥。

3. 性狀

本品呈線形，三分枝，長 2-3.5 cm，暗紅色或紅棕色。上部較寬而略扁平，頂端邊緣顯不整齊的齒狀，內側有一短裂隙，下端有時殘留一小段黃色花柱。質鬆軟，體輕，無油潤光澤，乾燥後質脆易斷。氣特異，微有刺激感，味微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

粉末

橙紅色。表皮細胞表面觀呈長條形，斷面觀呈類方形、類圓形或類長方形，壁薄，微彎曲，有的外壁凸起或呈乳頭狀。柱頭頂端表皮細胞呈管狀突起，直徑 18-56 μm 。花柱碎片為長方形的薄壁細胞，排列緊密，胞腔中含有很多細小的草酸鈣結晶。導管多為環紋導管，較小，存在於花柱或柱頭碎片內，亦可見螺紋導管。花粉粒呈類球形，直徑 35-145 μm ，外壁近於光滑或有細小的刺狀紋，內含大量微小顆粒狀物質(圖 2)。

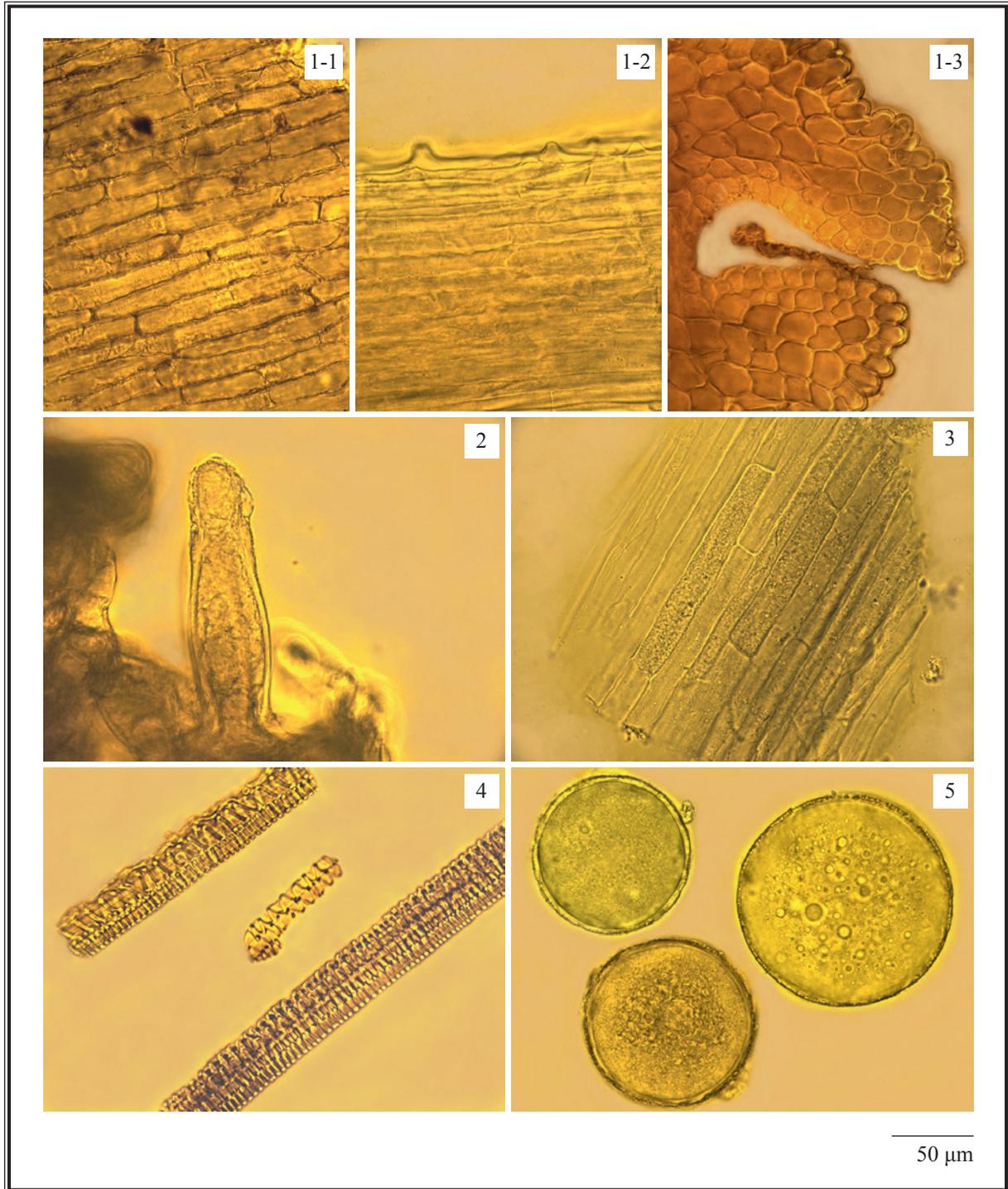


圖 2 西紅花粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

1. 表皮細胞(1-1 表面觀，1-2 側面觀，1-3 斷面觀)
2. 管狀表皮細胞 3. 花柱薄壁細胞 4. 導管 5. 花粉粒

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

西紅花苷 -I 對照品溶液

取西紅花苷 -I 對照品(圖 3) 0.5 mg，置 1-mL 棕色量瓶中，加 50% 甲醇至刻度。

西紅花苷 -II 對照品溶液

取西紅花苷 -II 對照品(圖 3) 0.5 mg，置 1-mL 棕色量瓶中，加 50% 甲醇至刻度。

展開劑

製備乙酸乙酯－異丙醇－水－甲酸(65:35:20:1, v/v)的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 25-mL 以鋁箔包裹的錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲(100 W)處理 10 分鐘，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取西紅花苷 -I、西紅花苷 -II 對照品溶液和供試品溶液各 10 μ L，點於同一高效硅膠 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 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光(254 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與西紅花苷 -I 和西紅花苷 -II 色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

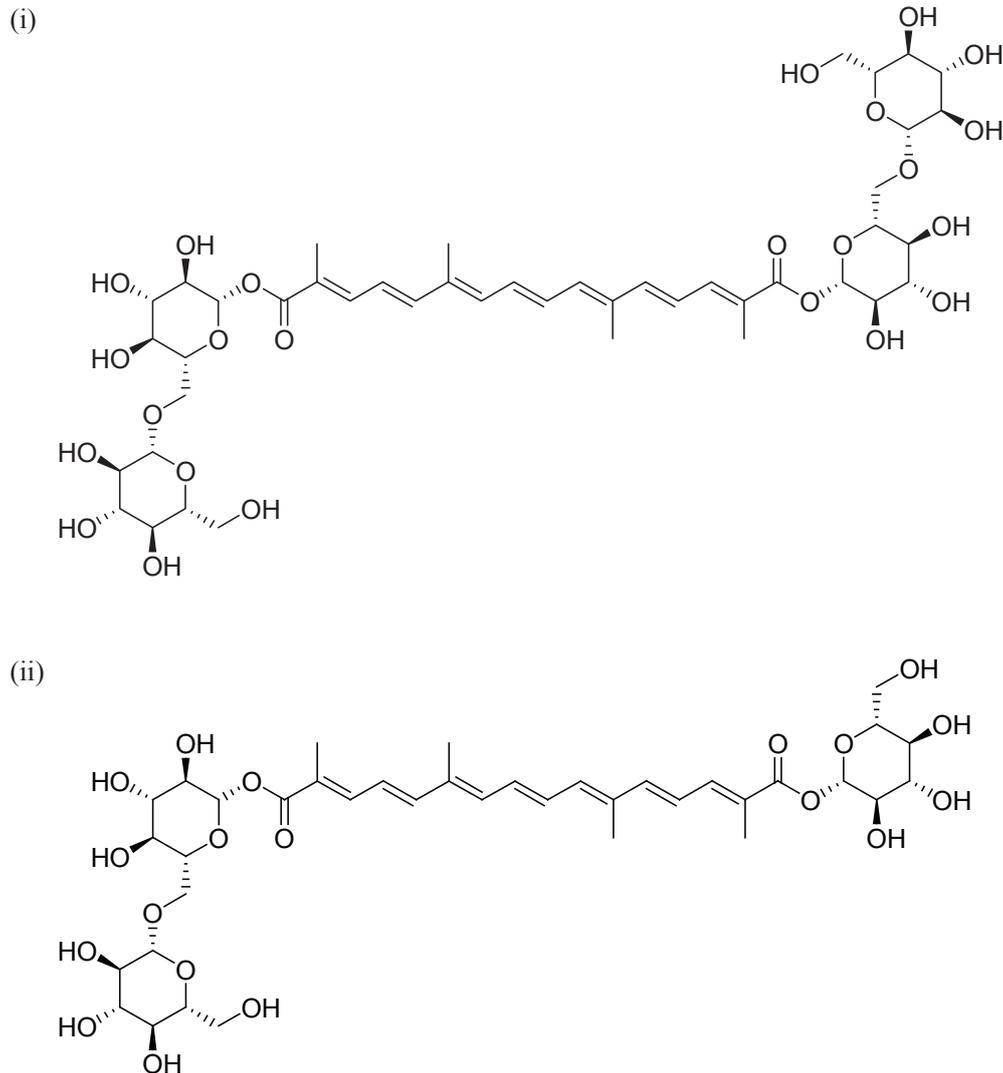


圖 4 化學結構式 (i) 西紅花昔 -I (ii) 西紅花昔 -II

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

西紅花昔 -I 對照品溶液 Std-FP (70 mg/L)

取西紅花昔 -I 對照品 1.4 mg，置 20-mL 棕色量瓶中，加 50% 甲醇至刻度。

西紅花昔 -II 對照品溶液 Std-FP (20 mg/L)

取西紅花昔 -II 對照品 1.0 mg，置 50-mL 棕色量瓶中，加 50% 甲醇至刻度。

供試品溶液

取本品粉末 0.04 g，置 50-mL 以鋁箔包裹的離心管中，加 50% 甲醇 40 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘。離心 5 分鐘(約 3000 × g)，取上清液轉移於 50-mL 棕色量瓶中，加 50% 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 254 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱；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)	水 (%, v/v)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 30	90 → 50	10 → 50	綫性梯度
30 – 60	50 → 40	50 → 60	綫性梯度

系統適用性要求

吸取西紅花苷 -I 對照品溶液 Std-FP 和西紅花苷 -II 對照品溶液 Std-FP 各 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：西紅花苷 -I 和西紅花苷 -II 的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；西紅花苷 -I 峰和西紅花苷 -II 峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按西紅花苷 -I 峰和西紅花苷 -II 峰計算均應不低於 80000。

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 1.0 (圖 4)。

操作程序

分別吸取西紅花苷 -I、西紅花苷 -II 對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中西紅花苷 -I 峰和西紅花苷 -II 峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 4)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西紅花苷 -I 峰和西紅花苷 -II 峰。二色譜圖中西紅花苷 -I 峰和西紅花苷 -II 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。

西紅花提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 西紅花提取液 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 (西紅花苦素)	0.53	± 0.05
2	0.65	± 0.05
3 (西紅花苷 -I)	0.86	± 0.03
4 (指標成份峰，西紅花苷 -II)	1.00	-

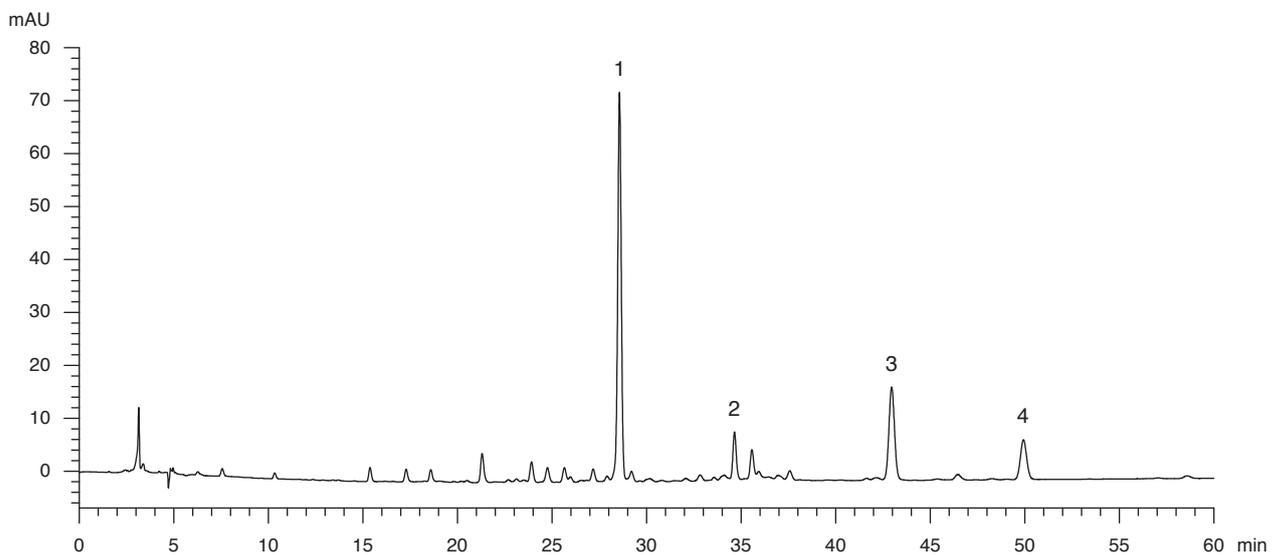


圖 4 西紅花提取液對照指紋圖譜

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 4)。

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 XVII)：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 5.0%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法：不多於 12.0%。

5.8 吸光度 (附錄 XV)

操作程序

精密稱取本品粉末 0.03 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，加甲醇 70 mL 至 250-mL 圓底燒瓶中，索氏提取 5 小時，冷卻至室溫。取提取液轉移於 100-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻。精密吸取 5 mL 提取液於 50-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻。在 432 nm 波長處測定吸收度，不得低於 0.50。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (熱浸法)：不少於 46.0%。

醇溶性浸出物 (熱浸法)：不少於 50.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

西紅花苷 -I 和西紅花苷 -II 混合對照品儲備液 *Std-Stock* (各 200 mg/L)

精密稱取西紅花苷 -I 對照品和西紅花苷 -II 對照品各 2.0 mg，置 10-mL 棕色量瓶中，加 50% 甲醇至刻度。

西紅花苷 -I 和西紅花苷 -II 混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取西紅花苷 -I 和西紅花苷 -II 混合對照品儲備液適量，以 50% 甲醇稀釋製成含西紅花苷 -I 和西紅花苷 -II 分別為 0.5、2、10、20、40 mg/L 系列的混合對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.01 g，置 50-mL 以鋁箔包裹的離心管中，加 50% 甲醇 40 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 棕色量瓶中，加 50% 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 440 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m)填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為甲醇 - 水(50:50, v/v)的混合溶液；流程約 30 分鐘。

系統適用性要求

將西紅花苷 -I 和西紅花苷 -II 混合對照品溶液 *Std-AS* (各 10 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：西紅花苷 -I 和西紅花苷 -II 的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；西紅花苷 -I 峰和西紅花苷 -II 峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按西紅花苷 -I 峰和西紅花苷 -II 峰計算分別應不低於 3000 和 4000。

供試品測試中西紅花苷 -I 峰和西紅花苷 -II 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

將西紅花昔 -I 和西紅花昔 -II 系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以西紅花昔 -I 和西紅花昔 -II 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。

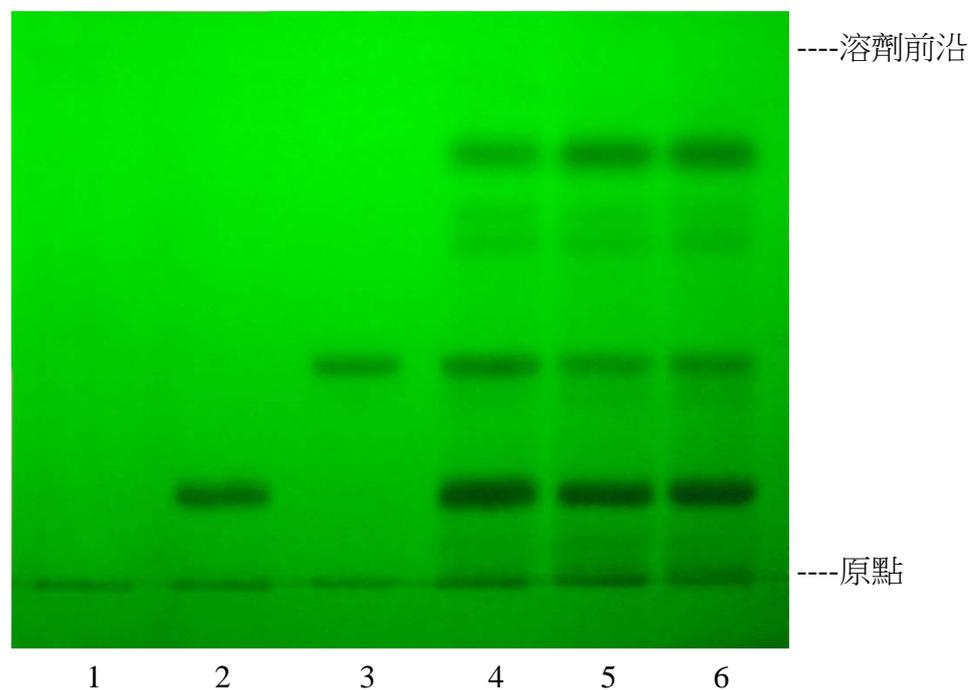
操作程序

將供試品溶液 10 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與西紅花昔 -I 和西紅花昔 -II 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西紅花昔 -I 峰和西紅花昔 -II 峰。二色譜圖中西紅花昔 -I 和西紅花昔 -II 相應峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式分別計算供試品溶液中西紅花昔 -I 和西紅花昔 -II 的濃度 (mg/L)，並計算樣品中西紅花昔 -I 和西紅花昔 -II 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含西紅花昔 -I ($\text{C}_{44}\text{H}_{64}\text{O}_{24}$) 和西紅花昔 -II ($\text{C}_{38}\text{H}_{54}\text{O}_{19}$) 的總量不少於 10%。

Croci Stigma (西紅花)



編號	樣品	結果
1	空白對照 (甲醇)	陰性
2	對照品 (西紅花苷-I)	西紅花苷-I 陽性
3	對照品 (西紅花苷-II)	西紅花苷-II 陽性
4	加標樣品 (樣品加西紅花苷-I 和西紅花苷-II)	西紅花苷-I 和西紅花苷-II 陽性
5	樣品 (西紅花)	西紅花苷-I 和西紅花苷-II 陽性
6	平行樣品 (西紅花)	西紅花苷-I 和西紅花苷-II 陽性

圖 1 西紅花提取液的薄層色譜圖 (在紫外光 254 nm 下檢視)