

伊貝母

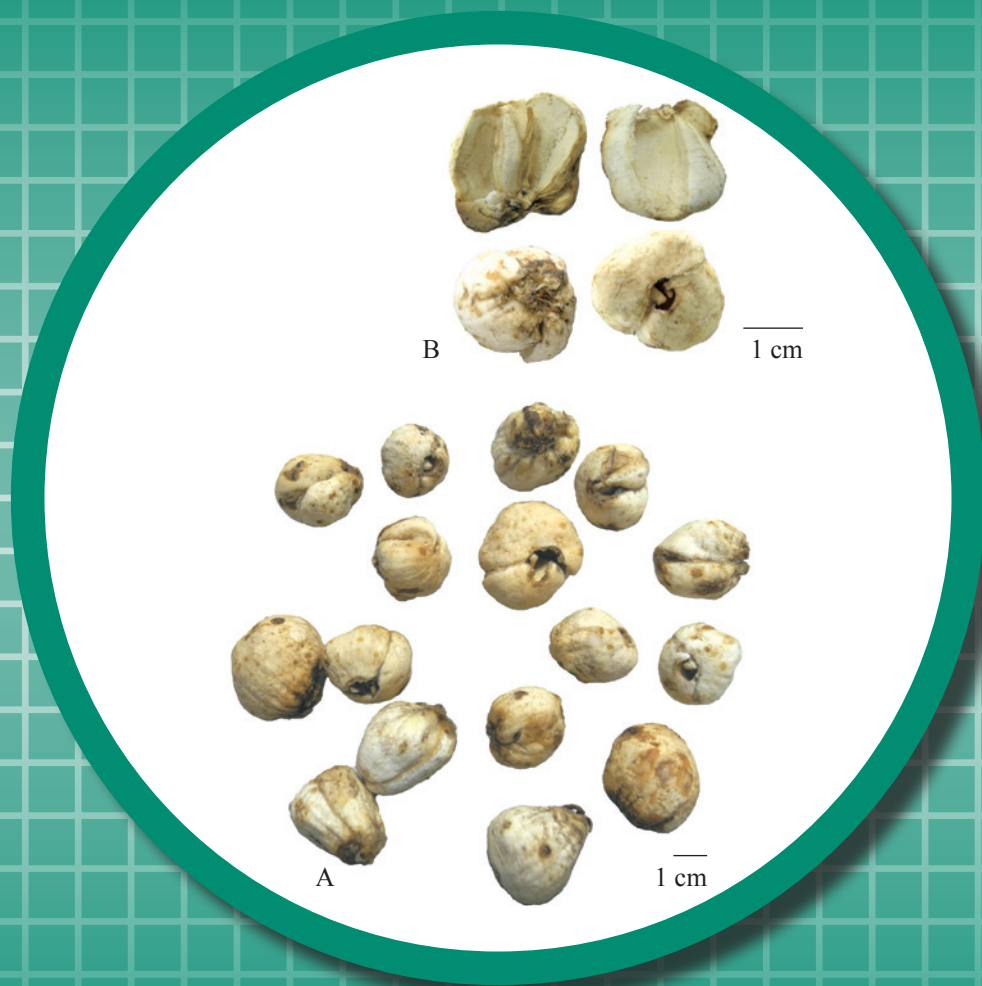


圖 1 伊貝母外觀圖

A. 伊貝母 B. 鱗莖放大圖

1. 名稱

藥材正名：Fritillariae Pallidiflorae Bulbus

中文名：伊貝母

漢語拼音名：Yibeimu

2. 來源

本品為百合科植物伊犁貝母 *Fritillaria pallidiflora* Schrenk 的乾燥鱗莖。5-7 月間採挖，除去泥沙，曬乾，再去鬚根和外皮。

3. 性狀

本品呈圓錐形，較大，高 1.2-3.5 cm，直徑 10-30 mm。表面淡黃白色至類白色，稍粗糙。外層鱗葉 2 瓣，心形，肥大，大小相近而抱合。頂端稍尖，少有開裂，基部微凹陷，內有殘莖和心芽。質硬而脆，斷面白色，富粉性。氣微，味微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

鱗葉外表皮由 1-5 列細胞組成。鱗葉內表皮由 2-8 列細胞組成，有的呈乳頭狀凸起。表皮細胞可見草酸鈣結晶。薄壁組織佔鱗葉主要部分，細胞充滿澱粉粒。維管束小，不發達，散於薄壁組織中(圖 2)。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花

沙苑子 Astragali Complanati Semen

Solidaginis Herba
一枝黃花

Buddlejae Flos
密蒙花

覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺 Gleditsiae Spina

Sennae Folium
番瀉葉

鬱金 Curcumae Radix
豬牙皂

Gleditsiae Fructus Abnormalis

川楝子
Toosendan Fructus

Cyathulae Radix
川牛膝

伊貝母

粉末

類白色。澱粉粒極多，多為單粒，寬卵圓形、三角狀卵圓形、類貝殼形或不規則卵圓形，直徑 6-60 μm ，臍點不明顯，層紋明顯；偏光顯微鏡下呈黑十字狀。表皮細胞表面觀類長方形，氣孔少見，類圓形，直徑 40-65 μm ，副衛細胞 4-7 個。導管為螺紋或網紋，直徑 15-50 μm 。草酸鈣結晶稀少，呈細梭形、柱狀或顆粒狀；偏光下呈亮白色或多彩狀(圖 3)。

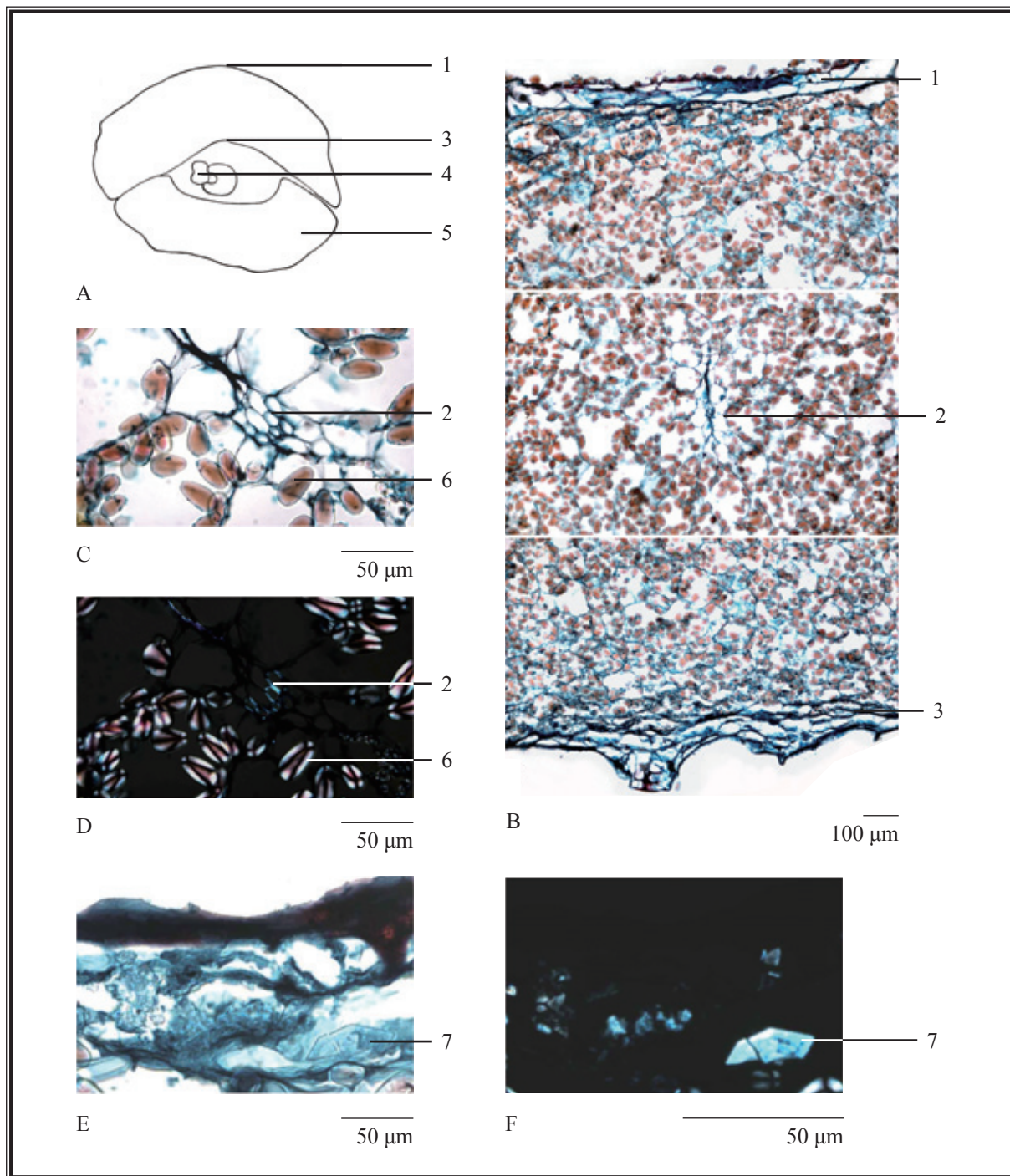


圖 2 伊貝母橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 維管束及澱粉粒 D. 維管束及澱粉粒(偏光顯微鏡下)
E. 草酸鈣結晶 F. 草酸鈣結晶(偏光顯微鏡下)

1. 外表皮 2. 維管束 3. 內表皮 4. 芽 5. 鱗葉 6. 澱粉粒 7. 草酸鈣結晶

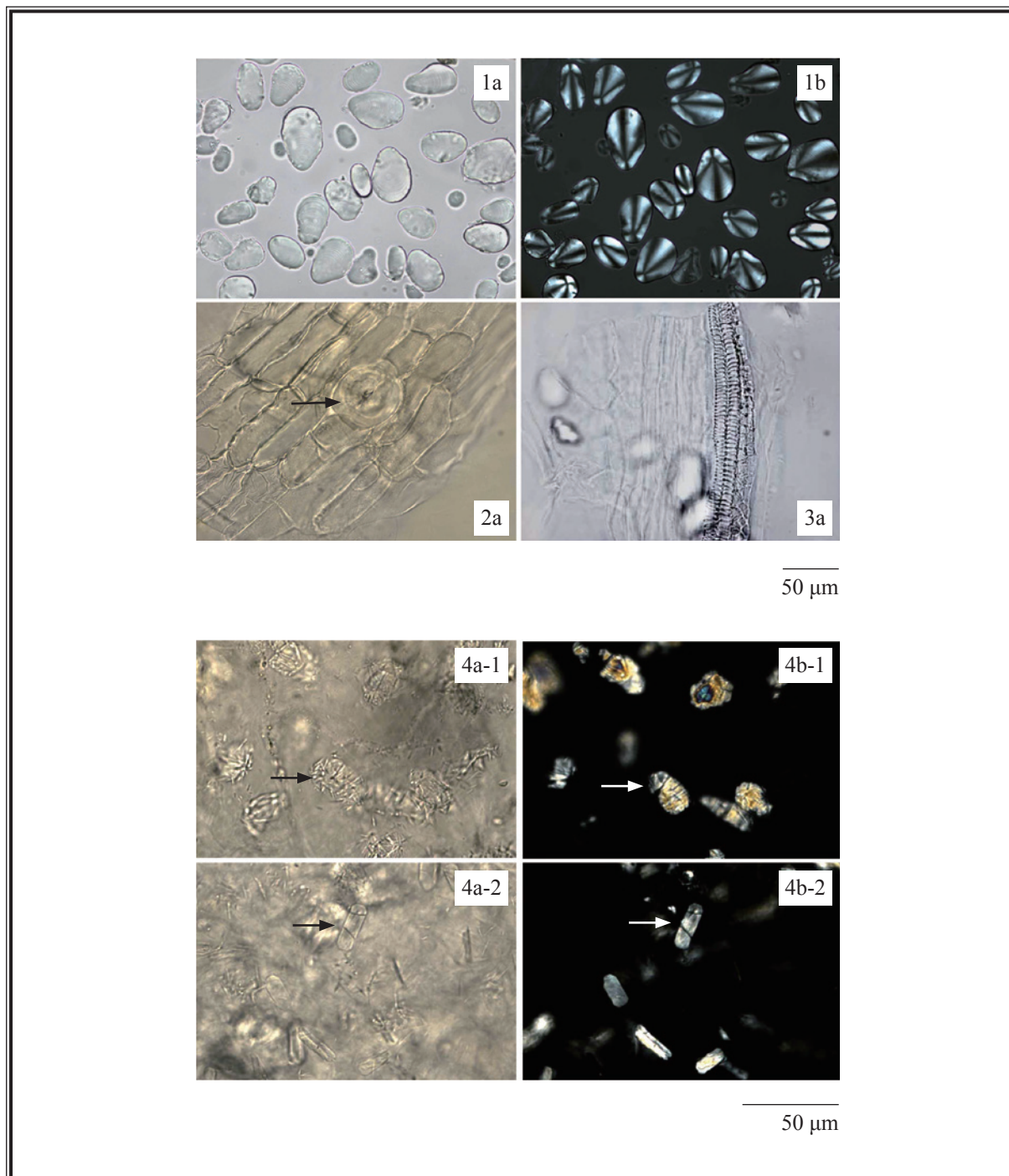


圖 3 伊貝母粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 表皮細胞及氣孔(→) 3. 導管 4. 草酸鈣結晶(→)

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

西貝母鹼對照品溶液

取西貝母鹼對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 2 mL 二氯甲烷中。

展開劑

製備環己烷－乙酸乙酯－二乙胺(12:8:3, 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 0.5 g，溶解於 100 mL 60% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 5.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 25% (v/v) 氨溶液 2 mL 和二氯甲烷 20 mL，靜置 12 小時。濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 二氯甲烷，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取西貝母鹼對照品溶液和供試品溶液各 4 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。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。

金櫻子

Rosae Laevigatae Fructus

Buddlejae Flos

密蒙花

Gentianae Macrophyllae Radix

秦艽

覆盆子

Rubi Fructus

皂角刺 Gleditsiae Spina

Celosiae Cristatae Flos

雞冠花

Sennae Folium

番瀉葉

鬱金 Curcumae Radix

豬牙皂

Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子 Astragali Complanati Semen

川楝子

Toosendan Fructus

Solidaginis Herba

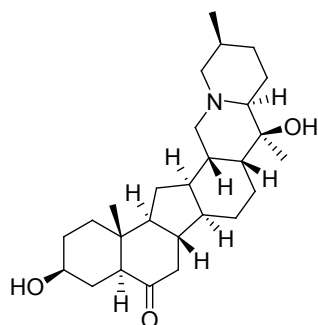
一枝黃花

Cyathulae Radix

川牛膝

伊貝母

(i)



(ii)

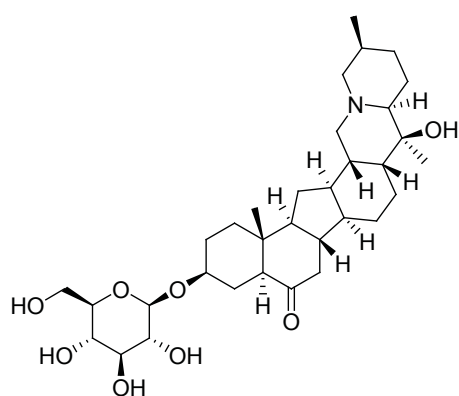


圖 4 化學結構式 (i)西貝母鹼 (ii)西貝母鹼苷

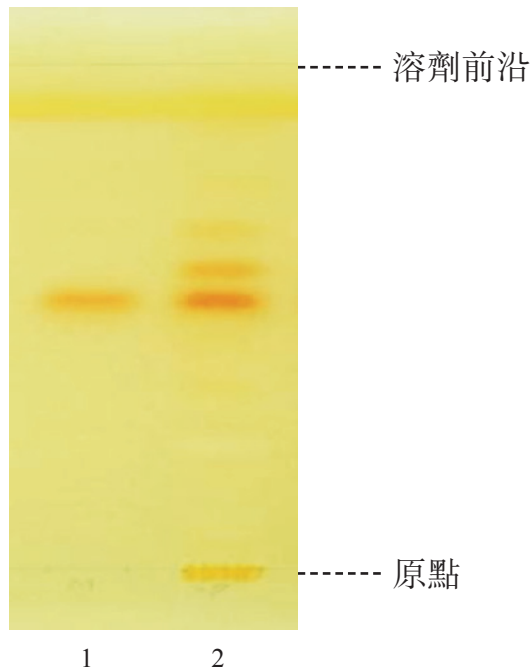


圖 5 伊貝母提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 西貝母鹼對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與西貝母鹼色澤相同、 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)

對照品溶液

西貝母鹼對照品溶液 *Std-FP* (75 mg/L)

取西貝母鹼對照品 0.75 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

西貝母鹼苷對照品溶液 *Std-FP* (200 mg/L)

取西貝母鹼苷對照品(圖 4) 2.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.6 g，置 250-mL 圓底燒瓶中，加 25% (v/v) 氨溶液 1.5 mL，靜置 2 小時。加二氯甲烷與甲醇的混合溶液(4:1, v/v) 40 mL，加熱回流 2 小時(約 80°C)，冷卻至室溫。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，殘渣溶於甲醇，轉移於 5-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：蒸發光散射檢測器 [漂移管溫度：60°C；霧化氣(N₂) 壓力：3.5 bar]；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm) 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)	0.25% 三乙胺 (%, v/v)	三乙胺 - 乙腈 (0.25:99.75, v/v) (%, v/v)	洗脫
0 - 20	65 → 58	35 → 42	綫性梯度
20 - 40	58 → 36	42 → 64	綫性梯度
40 - 50	36 → 10	64 → 90	綫性梯度

系統適用性要求

吸取西貝母鹼對照品溶液 Std-FP 和西貝母鹼昔對照品溶液 Std-FP 各 20 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：西貝母鹼和西貝母鹼昔的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；西貝母鹼峰和西貝母鹼昔峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按西貝母鹼峰和西貝母鹼昔峰計算分別應不低於 150000 和 60000。

供試品測試中 1 號峰和 5 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.0 (圖 6)。

操作程序

分別吸取西貝母鹼、西貝母鹼昔對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中西貝母鹼峰和西貝母鹼昔峰的保留時間，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西貝母鹼峰和西貝母鹼昔峰。二色譜圖中西貝母鹼峰和西貝母鹼昔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。

伊貝母提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 伊貝母提取液 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 (指標成份峰, 西貝母鹼苷)	1.00	-
2	1.40	± 0.03
3	1.51	± 0.03
4	1.54	± 0.05
5 (西貝母鹼)	1.59	± 0.05

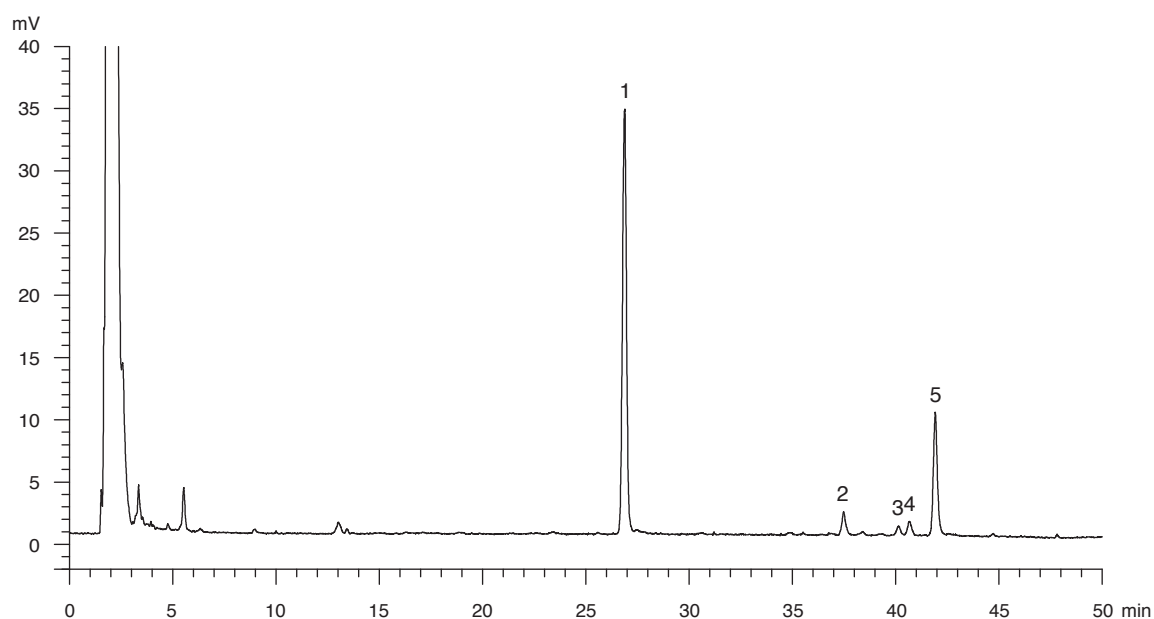


圖 6 伊貝母提取液對照指紋圖譜

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 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 4.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 15.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 11.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 6.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

西貝母鹼和西貝母鹼苷混合對照品儲備液 *Std-Stock* (西貝母鹼 300 mg/L 和西貝母鹼苷 800 mg/L)

精密稱取西貝母鹼對照品 1.5 mg 和西貝母鹼苷對照品 4.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

西貝母鹼和西貝母鹼苷混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取西貝母鹼和西貝母鹼苷混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含西貝母鹼分別為 37.5、56.25、75、112.5、150 mg/L 和西貝母鹼苷分別為 20、50、100、150、200 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 0.6 g，置 250-mL 圓底燒瓶中，加 25% (v/v) 氨溶液 1.5 mL，靜置 2 小時。加二氯甲烷與甲醇和水的混合下層溶液 (8:2:1, v/v) 40 mL，加熱回流 2 小時 (約 80°C)，冷卻至室溫。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，殘渣溶於甲醇，轉移於 5-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：蒸發光散射檢測器 [漂移管溫度：60°C；霧化氣 (N₂) 壓力：3.5 bar]；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 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.25% 三乙胺 (%, v/v)	三乙胺 - 乙腈 (0.25:99.75, v/v) (%, v/v)	洗脫
0 - 30	58 → 36	42 → 64	綫性梯度
30 - 40	36 → 20	64 → 80	綫性梯度

系統適用性要求

將西貝母鹼和西貝母鹼昔混合對照品溶液 Std-AS (西貝母鹼 75 mg/L 和西貝母鹼昔 100 mg/L) 20 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：西貝母鹼和西貝母鹼昔的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；西貝母鹼峰和西貝母鹼昔峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按西貝母鹼峰和西貝母鹼昔峰計算分別應不低於 55000 和 25000。

供試品測試中西貝母鹼峰和西貝母鹼昔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

將西貝母鹼和西貝母鹼昔系列混合對照品溶液 Std-AS 各 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以西貝母鹼和西貝母鹼昔的峰面積與相應濃度的自然對數值作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus
密蒙花
Buddlejae Flos

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽
覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺
Gleditsiae Spina

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花
Sennae Folium
番瀉葉
鬱金
Curcumae Radix
豬牙皂
Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子
Astragali Complanati Semen
川楝子
Toosendan Fructus

Solidaginis Herba
一枝黃花
Cyathulae Radix
川牛膝
伊貝母

操作程序

將供試品溶液 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與西貝母鹼和西貝母鹼苷混合對照品溶液 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貝母鹼峰和西貝母鹼苷峰。二色譜圖中西貝母鹼和西貝母鹼苷相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按下列公式分別計算供試品溶液中西貝母鹼和西貝母鹼苷的濃度(mg/L)：

$$\text{西貝母鹼 / 西貝母鹼苷的濃度 (mg/L)} = e^{[\ln(A) - I]/m}$$

式中 A = 供試品溶液中西貝母鹼 / 西貝母鹼苷的峰面積；
I = 西貝母鹼 / 西貝母鹼苷 5 點標準曲線的截距；
m = 西貝母鹼 / 西貝母鹼苷 5 點標準曲線的斜率。

按附錄 IV (B) 公式計算樣品中西貝母鹼和西貝母鹼苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含西貝母鹼(C₂₇H₄₃NO₃)和西貝母鹼苷(C₃₃H₅₃NO₈)的總量不少於 0.10%。