雷丸

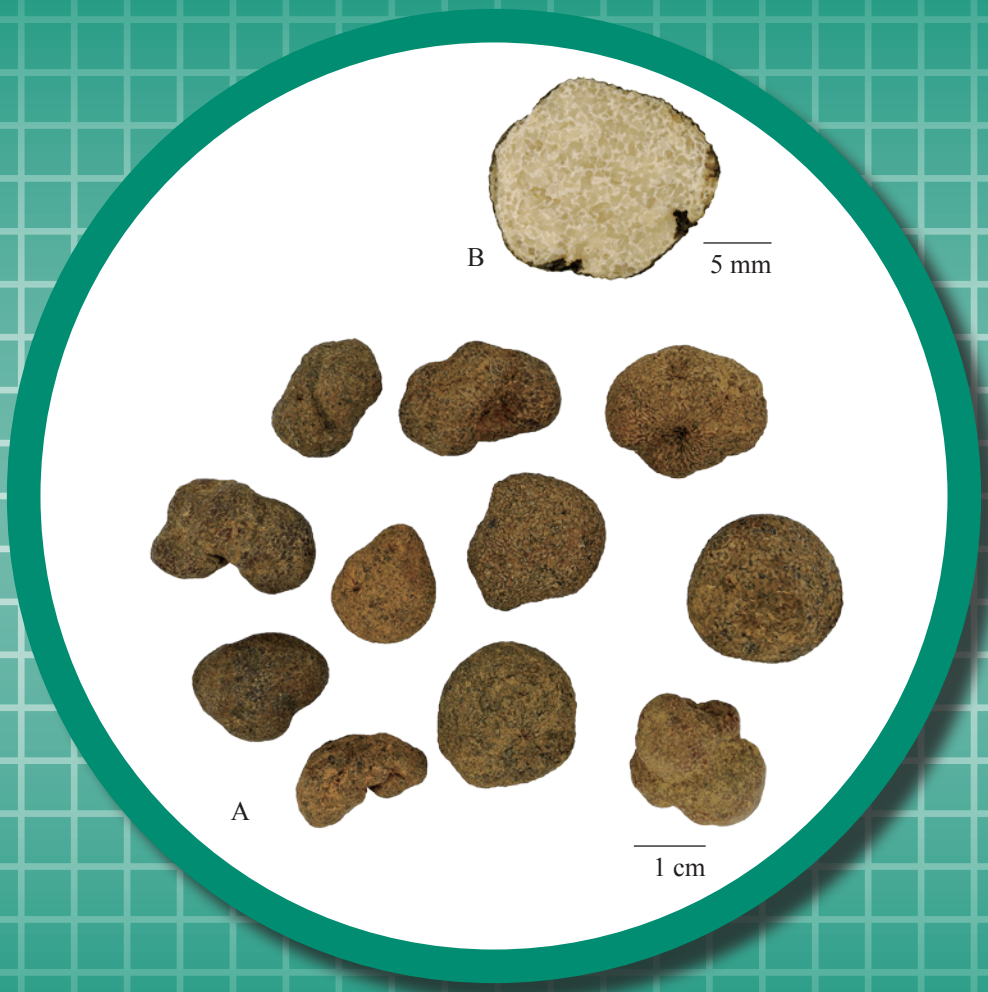

圖 1　雷丸外觀圖

A. 雷丸　B. 菌核橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Omphalia

中文名：雷丸

漢語拼音名：Leiwan

2. 來源

本品為白蘑科真菌雷丸*Omphalia lapidescens* Schroet. 的乾燥菌核。秋季採挖，洗淨，曬乾。

3. 性狀

本品呈類球形或不規則團塊，直徑 7-40 mm。表面黑棕色或灰棕色，有略隆起的不規則網狀細紋。質堅實，不易破裂，斷面不平坦，白色或淡灰黃色，常有黃棕色大理石樣紋理。氣微，味微苦，嚼之有顆粒感，微帶黏性，久嚼無渣（圖 1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *（附錄 III）*

橫切面

黃棕色或紅棕色菌絲位於外層，硬皮狀。無色菌絲位於內層，排列緊密。草酸鈣結晶散佈於無色菌絲中，主要為簇晶、方晶和砂晶。草酸鈣簇晶直徑 10-73 μm（圖 2）。

粉末

灰黃色、棕色或黑棕色。菌絲眾多，大多無色，少數黃棕色或棕紅色，黏結成形狀不規則的團塊，大小不一。散在的菌絲較短，有分枝，直徑 2-6 μm。草酸鈣結晶常見，主要為草酸鈣簇晶、方晶和砂晶；偏光顯微鏡下呈多彩狀。加 20% 硫酸後可見大量硫酸鈣針晶；偏光顯微鏡下呈亮白色（圖 3）。

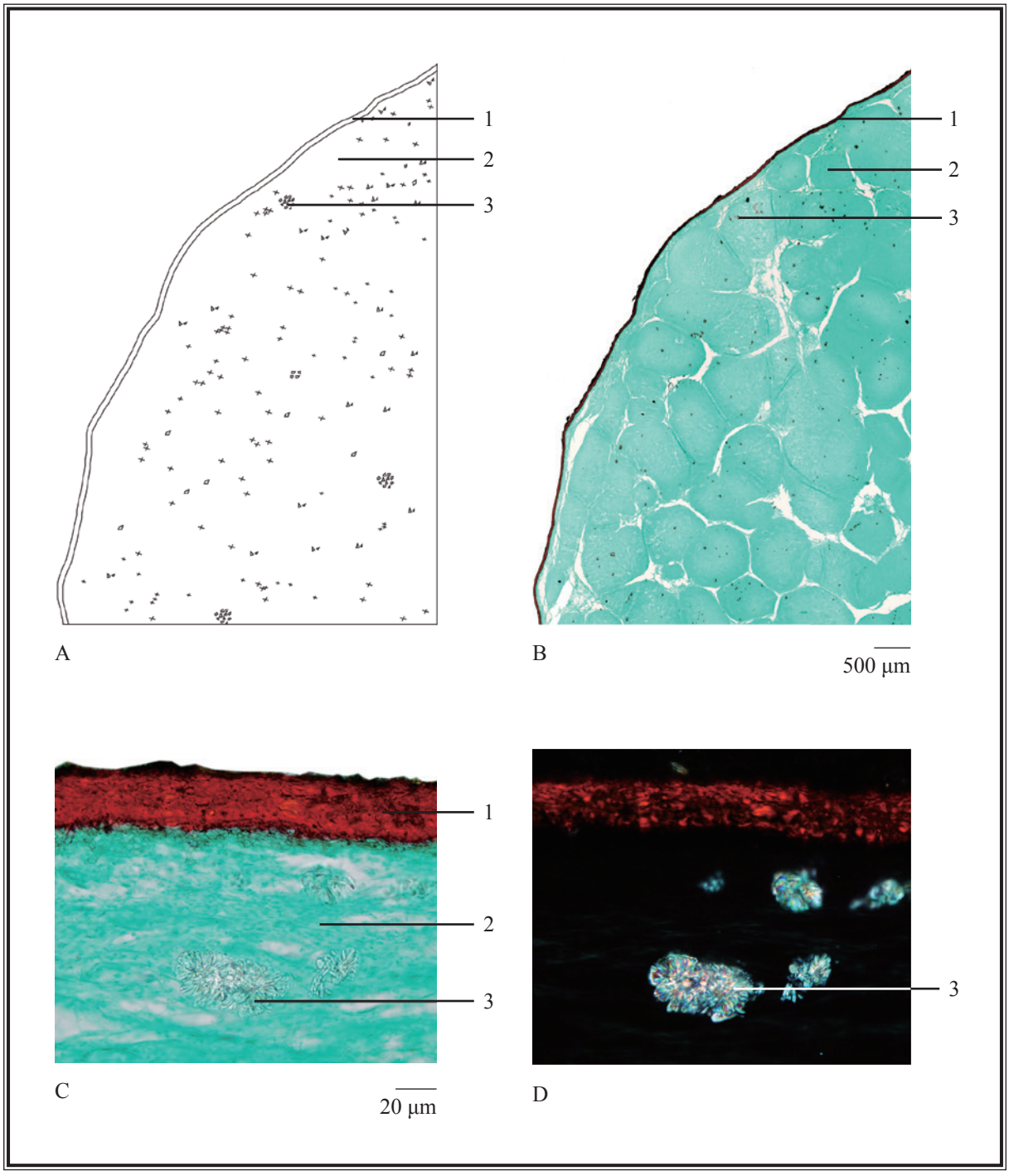

圖 2　雷丸橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 橫切面圖　C. 橫切面放大圖　D. 橫切面放大圖(偏光顯微鏡下)

1. 紅棕色菌絲　2. 無色菌絲　3. 草酸鈣結晶

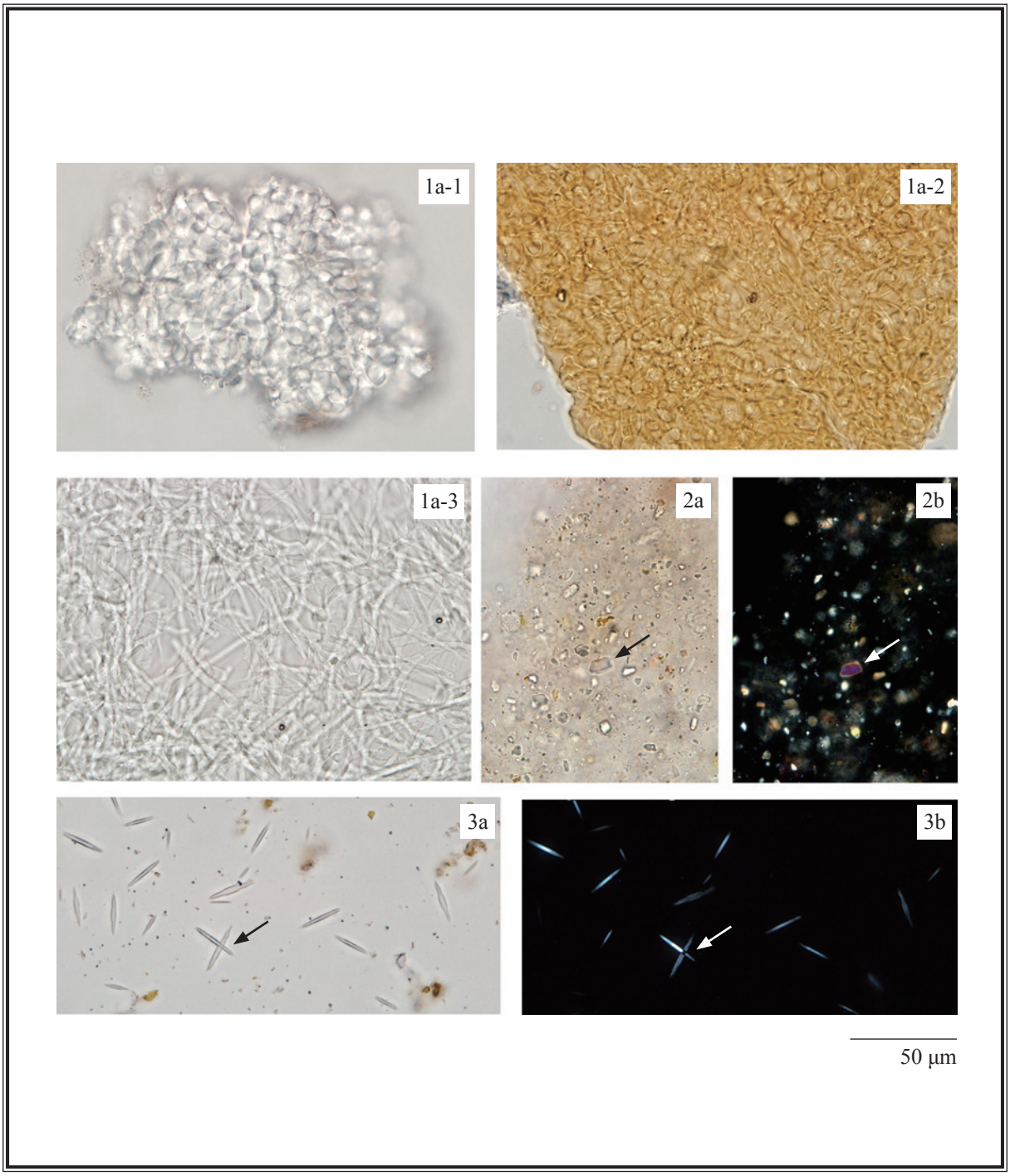

圖 3　雷丸粉末顯微特徵圖

1. 菌絲(1-1 無色菌絲團塊，1-2 黃棕色菌絲團塊，1-3 散在的無色菌絲)
2. 草酸鈣結晶　3. 硫酸鈣針晶(加 20% 硫酸後)

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

麥角甾醇對照品溶液

取麥角甾醇對照品(圖 4) 5.0 mg，置 5-mL 棕色量瓶中，加甲醇至刻度。臨用製備。

展開劑

製備石油醚（60-80°C）– 乙酸乙酯（3:1, v/v）的混合溶液。

顯色劑

取磷鉬酸 2 g，溶解於 20 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品臨用製備的粉末 6.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加乙醇 30 mL，超聲（220 W）處理 30 分鐘。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，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取麥角甾醇對照品溶液 4 μL 和供試品溶液 10 μL，點於同一高效硅膠 F_{254} 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 140°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見(約 2 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

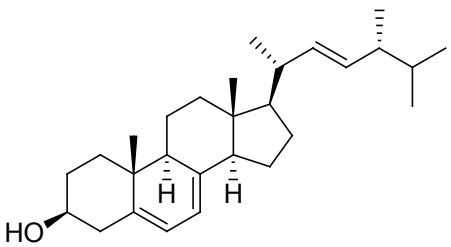

圖 4　麥角甾醇化學結構式

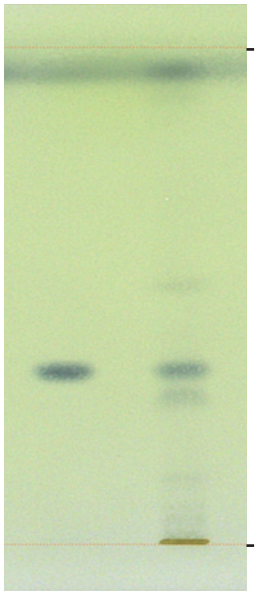

圖 5　雷丸提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 麥角甾醇對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與麥角甾醇色澤相同、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

麥角甾醇對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取麥角甾醇對照品 0.5 mg，置 10-mL 棕色量瓶中，加甲醇至刻度。臨用製備。

供試品溶液

取本品臨用製備的粉末 5.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 25 mL，超聲(180 W) 處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於甲醇共 2 次，每次 2 mL，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

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 275 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；進柱管內徑約 0.5 mm；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）	0.1% 磷酸（%, v/v）	甲醇（%, v/v）	洗脫
0 – 50	65 → 0	35 → 100	綫性梯度
50 – 70	0	100	等度

系統適用性要求

吸取麥角甾醇對照品溶液 Std-FP 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：麥角甾醇的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；麥角甾醇峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按麥角甾醇峰計算應不低於 100000。

供試品測試中 4 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5(圖 6)。

操作程序

分別吸取麥角甾醇對照品溶液 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 色譜圖中麥角甾醇峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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 色譜圖中麥角甾醇峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中麥角甾醇峰。二色譜圖中麥角甾醇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。

雷丸提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2　雷丸提取液 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	0.20	±0.03
2	0.94	±0.03
3	0.96	±0.03
4 （指標成份峰，麥角甾醇）	1.00	-

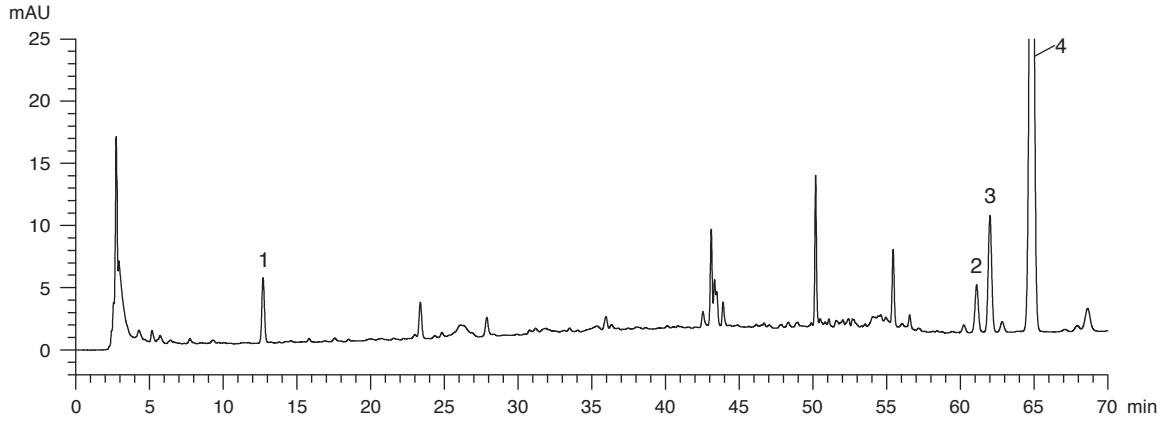

圖 6　雷丸提取液對照指紋圖譜

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 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 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 3.0%。
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 2.0%。
醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 0.7%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液
麥角甾醇對照品儲備液 Std-Stock (200 mg/L)
精密稱取麥角甾醇對照品 2.0 mg，置 10-mL 棕色量瓶中，加甲醇至刻度。臨用製備。
麥角甾醇對照品溶液 Std-AS
精密吸取麥角甾醇對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含麥角甾醇分別為 1、3、5、7、10 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液
精密稱取本品臨用製備的粉末 2.0 g，置 250-mL 圓底燒瓶中，加甲醇 90 mL，加熱回流 2 小時，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 100-mL 量瓶中，殘渣用甲醇洗滌 2 次，每次 5 mL，合併提取液，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 283 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為甲醇（100%）；流程約 25 分鐘。

系統適用性要求

將麥角甾醇對照品溶液 Std-AS（5 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：麥角甾醇的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；麥角甾醇峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按麥角甾醇峰計算應不低於 8000。

供試品測試中麥角甾醇峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將麥角甾醇系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以麥角甾醇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。與麥角甾醇對照品溶液 Std-AS 色譜圖中麥角甾醇峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中麥角甾醇峰。二色譜圖中麥角甾醇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麥角甾醇的濃度（mg/L），並計算樣品中麥角甾醇的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含麥角甾醇（$C_{28}H_{44}O$）不少於 0.020%。