

雷丸

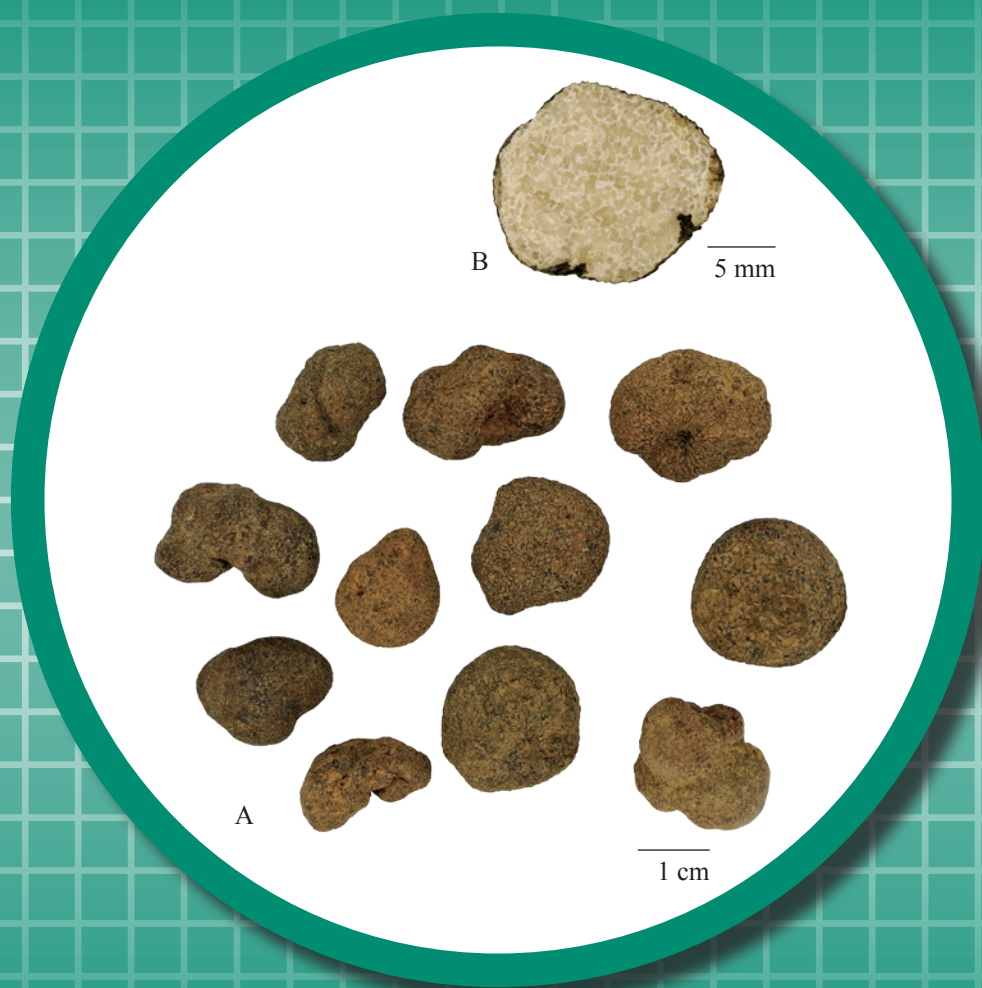


圖 1 雷丸外觀圖

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)。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus

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

Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子 Astragali Complanati Semen

鬱金 Curcumae Radix

豬牙皂

川楝子

Toosendan Fructus

Solidaginis Herba
一枝黃花

Cyathulae Radix

川牛膝

雷丸

Buddlejae Flos
密蒙花

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)。

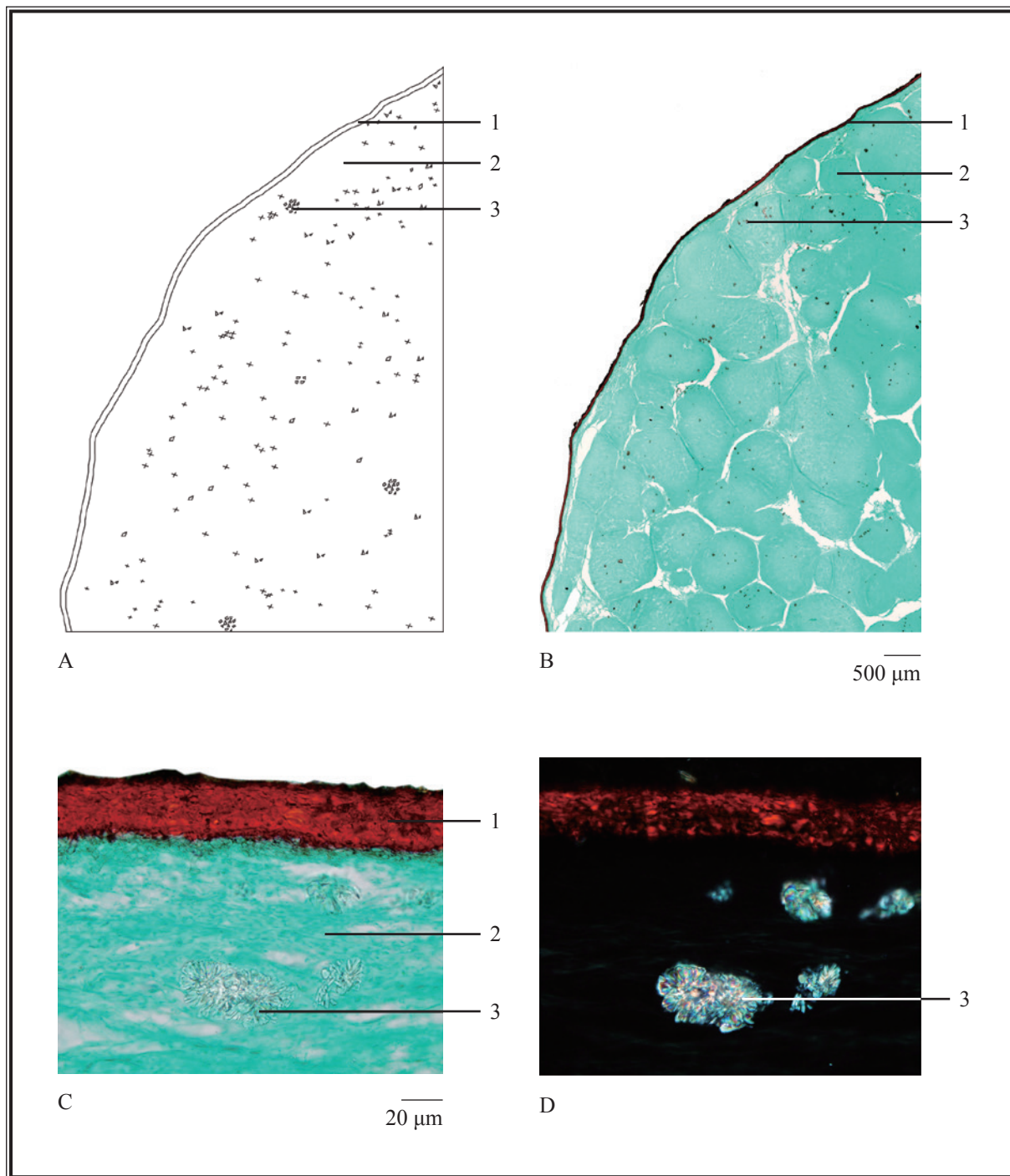


圖 2 雷丸橫切面顯微特徵圖

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

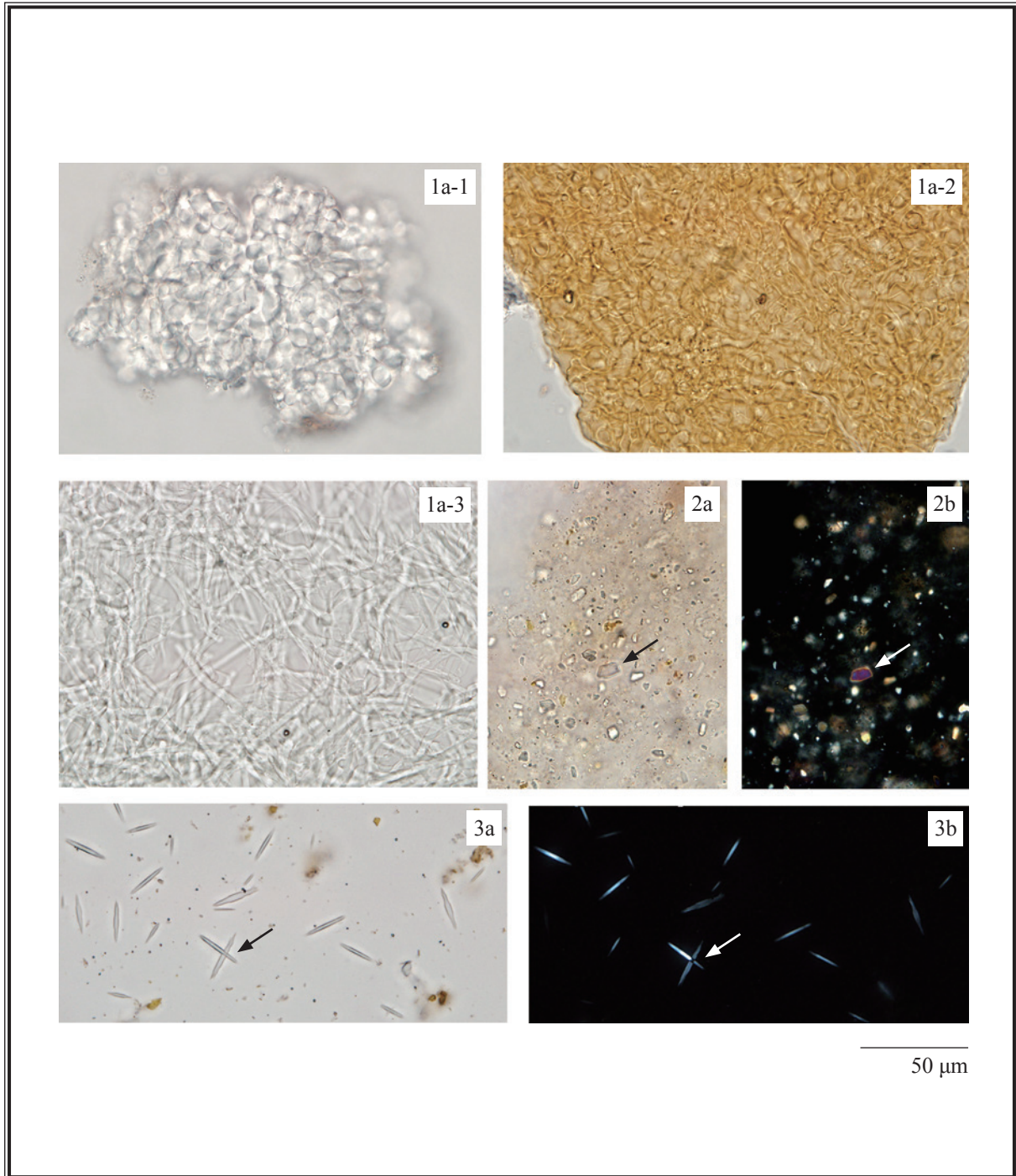


圖 3 雷丸粉末顯微特徵圖

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 μ L 和供試品溶液 10 μ L，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 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。

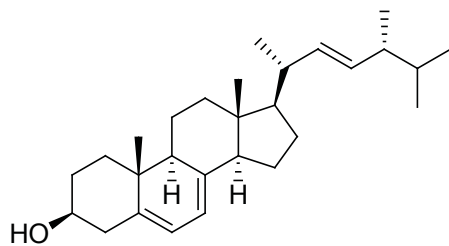


圖 4 麥角甾醇化學結構式

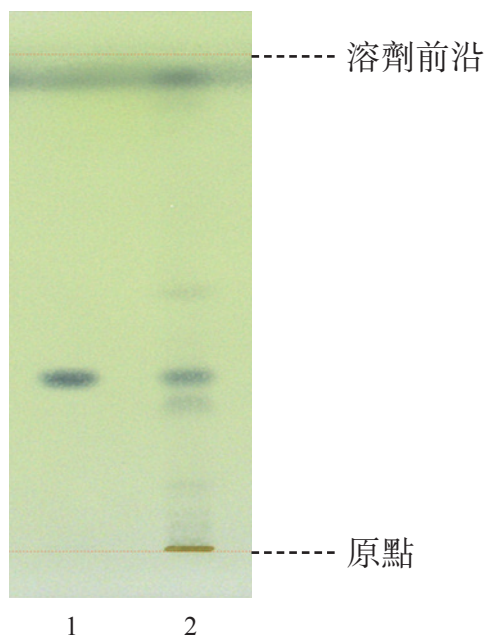


圖 5 雷丸提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

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	-

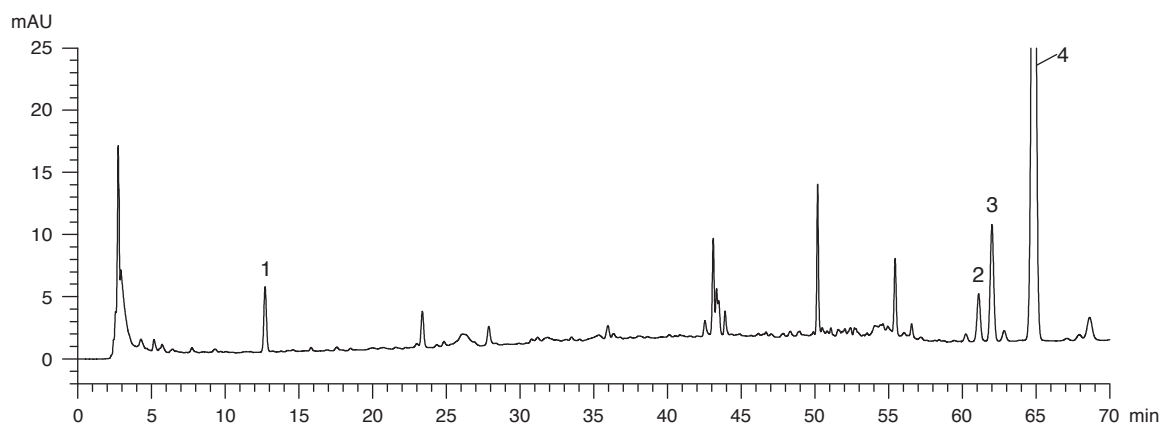


圖 6 雷丸提取液對照指紋圖譜

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(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- 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 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 (C₂₈H₄₄O) 不少於 0.020%。