土貝母

圖 1　土貝母外觀圖

A. 土貝母　B. 塊莖放大圖
C. 塊莖斷面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Bolbostemmatis Rhizoma

中文名：土貝母

漢語拼音名：Tubeimu

2. 來源

本品為葫蘆科植物土貝母 *Bolbostemma paniculatum*（Maxim.）Franquet 的乾燥塊莖。秋季採挖，洗淨，掰開，煮至無白心，取出，曬乾。

3. 性狀

本品呈不規則的塊狀，大小不等。表面淡棕色，淡紅棕色至暗棕色，凹凸不平。質堅硬，不易折斷。斷面角質樣。氣微，味微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *(附錄 III)*

橫切面

表皮細胞由 1 列排列整齊的小型長方形細胞組成，常木栓化。表皮內側數層薄壁細胞壁常木栓化。維管束小，分布不規則，分布於中柱薄壁組織中。中柱薄壁細胞含有糊化澱粉塊(圖 2)。

粉末

黃棕色。糊化澱粉塊甚多。導管有時可見，螺紋、環紋或網紋，直徑 5-30 μm。表皮細胞長方形，側面觀排列整齊；表面觀類多角形，垂周壁呈連珠狀或瘤狀增厚，有的細胞壁木栓化(圖 3)。

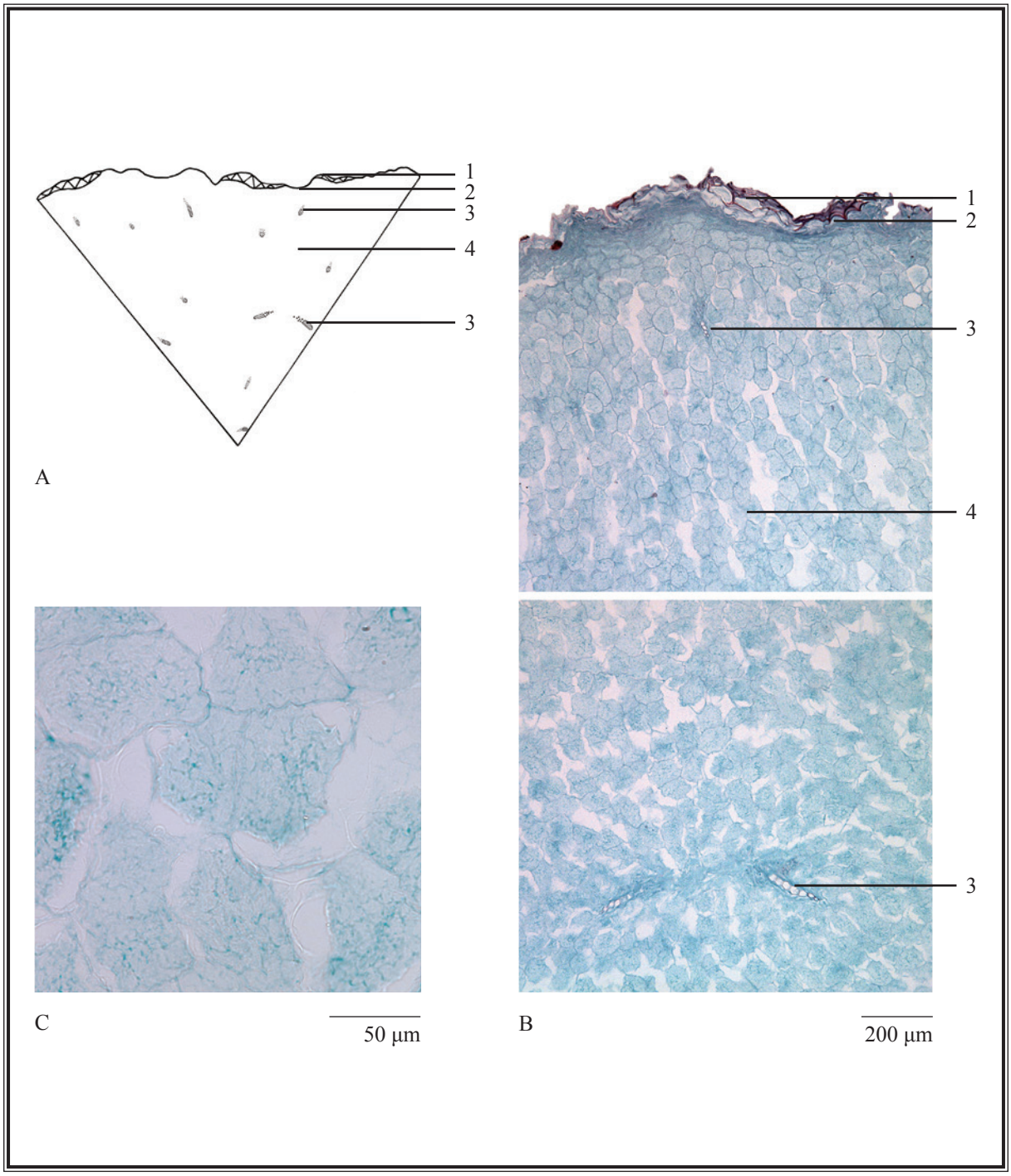

圖 2　土貝母橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 橫切面圖　C. 中柱薄壁細胞含有糊化澱粉塊

1. 表皮　2. 木栓化細胞　3. 維管束　4. 中柱薄壁組織含有糊化澱粉塊

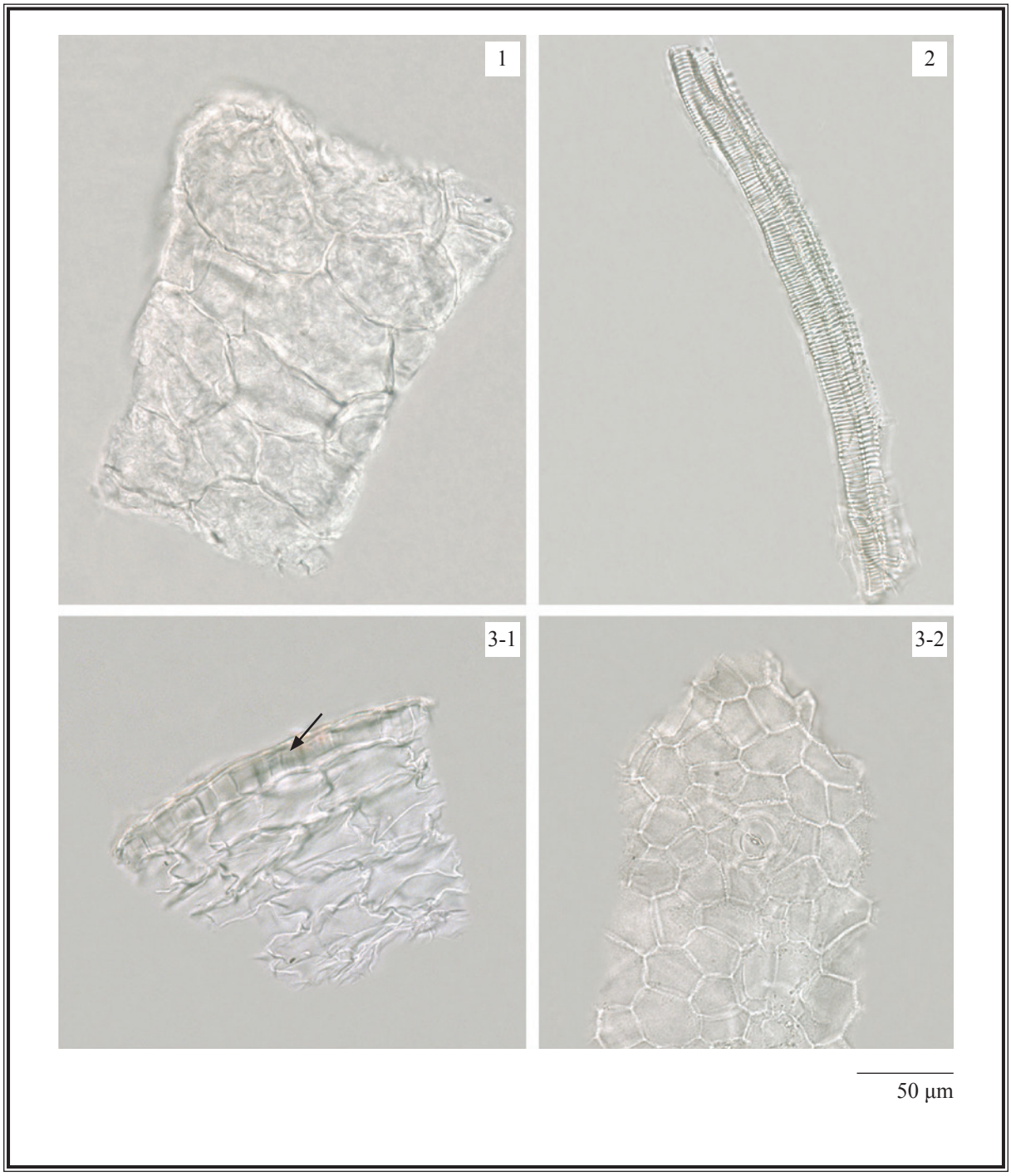

圖 3　土貝母粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

1. 糊化澱粉塊　2. 導管
3. 表皮細胞(3-1 側面觀 ⟶，3-2 表面觀)

4.2 薄層色譜鑒別 *[附錄 IV (A)]*

對照品溶液

土貝母苷甲對照品溶液

取土貝母苷甲對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯 – 二氯甲烷 – 甲醇 – 水(4:3:3:1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 70% 乙醇 20 mL，超聲(270 W)處理 20 分鐘。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 70% 乙醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取土貝母苷甲對照品溶液和供試品溶液各 1 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 5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱(約 10 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

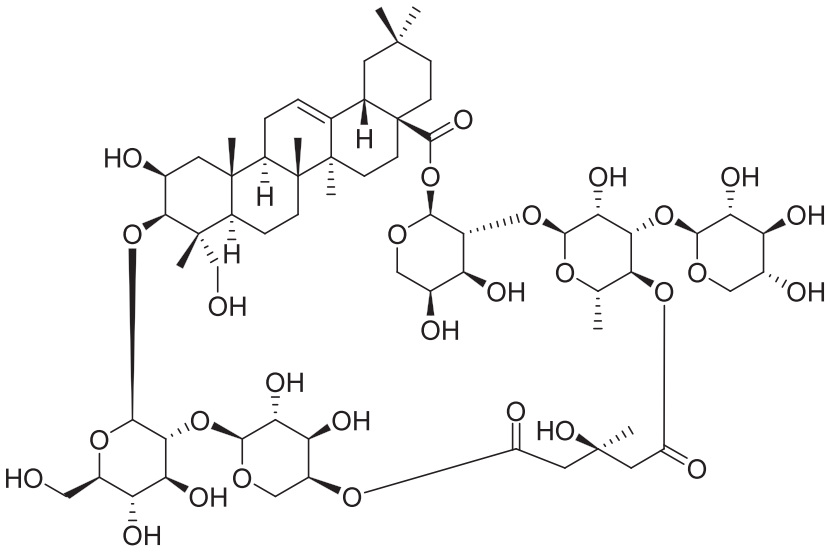

圖 4　土貝母苷甲化學結構式

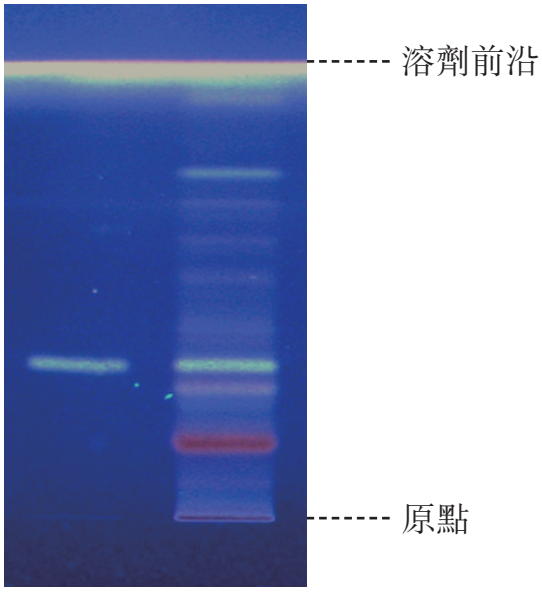

圖 5　土貝母提取液對照高效薄層色譜圖（顯色後在紫外光 366 nm 下檢視）

1. 土貝母苷甲對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與土貝母苷甲色澤相同、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

土貝母苷甲對照品溶液 Std-FP (200 mg/L)

取土貝母苷甲對照品 5.0 mg，溶解於 25 mL 70% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 甲醇 10 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 5000 × *g*)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加 70% 甲醇至刻度。精密吸取 1 mL 溶液於 5-mL 量瓶中，加 70% 甲醇至刻度。用 0.45-μm 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 214 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。色譜洗脱程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	乙腈 (%, v/v)	水 (%, v/v)	洗脱
0 – 20	10 → 40	90 → 60	綫性梯度
20 – 30	40 → 70	60 → 30	綫性梯度

系統適用性要求

吸取土貝母苷甲對照品溶液 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：土貝母苷甲的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；土貝母苷甲峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按土貝母苷甲峰計算應不低於 200000。

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

分別吸取土貝母苷甲對照品溶液 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 色譜圖中土貝母苷甲峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 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 色譜圖中土貝母苷甲峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中土貝母苷甲峰。二色譜圖中土貝母苷甲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。

土貝母提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2　土貝母提取液 3 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	0.91	± 0.03
2	0.92	± 0.03
3（指標成份峰，土貝母苷甲）	1.00	-

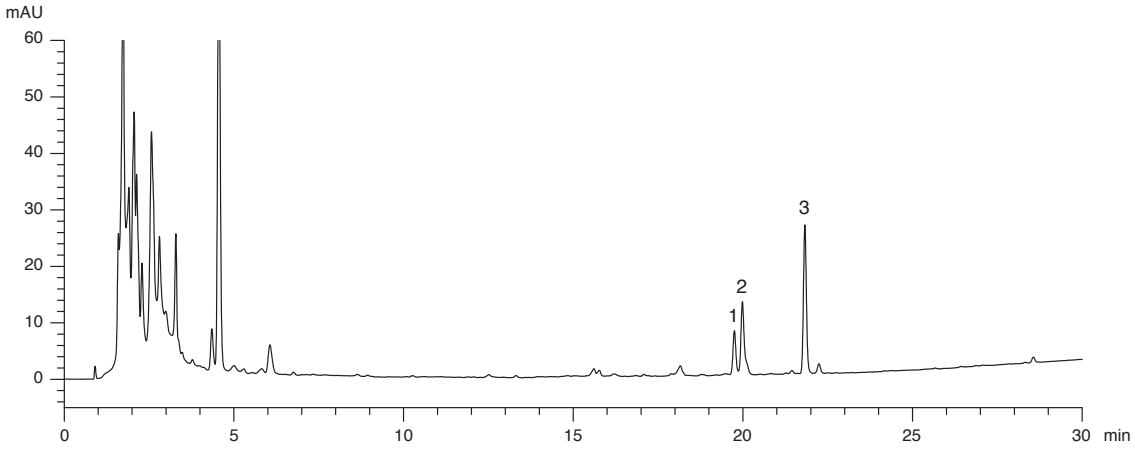

圖 6　土貝母提取液對照指紋圖譜

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 3 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 2.0%。

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%。

6. 浸出物*(附錄 XI)*

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 49.0%。
醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 28.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液
土貝母苷甲對照品儲備液 Std-Stock (1000 mg/L)
精密稱取土貝母苷甲對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 70% 甲醇中。
土貝母苷甲對照品溶液 Std-AS
精密吸取土貝母苷甲對照品儲備液適量，以 70% 甲醇稀釋製成含土貝母苷甲分別為 25、100、200、300、500 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液
精密稱取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 甲醇 10 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 5000 × *g*)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加 70% 甲醇至刻度。精密吸取 1 mL 溶液於 5-mL 量瓶中，加 70% 甲醇至刻度。用 0.45-μm 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 214 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。色譜洗脱程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	乙腈 (%, v/v)	水 (%, v/v)	洗脱
0 – 20	10 → 40	90 → 60	綫性梯度
20 – 30	40 → 70	60 → 30	綫性梯度

系統適用性要求

將土貝母苷甲對照品溶液 Std-AS(200 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：土貝母苷甲的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；土貝母苷甲峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按土貝母苷甲峰計算應不低於 200000。

供試品測試中土貝母苷甲峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將土貝母苷甲系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以土貝母苷甲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。與土貝母苷甲對照品溶液 Std-AS 色譜圖中土貝母苷甲峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中土貝母苷甲峰。二色譜圖中土貝母苷甲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土貝母苷甲的濃度(mg/L)，並計算樣品中土貝母苷甲的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含土貝母苷甲($C_{63}H_{98}O_{29}$)不少於 1.9%。