三棱

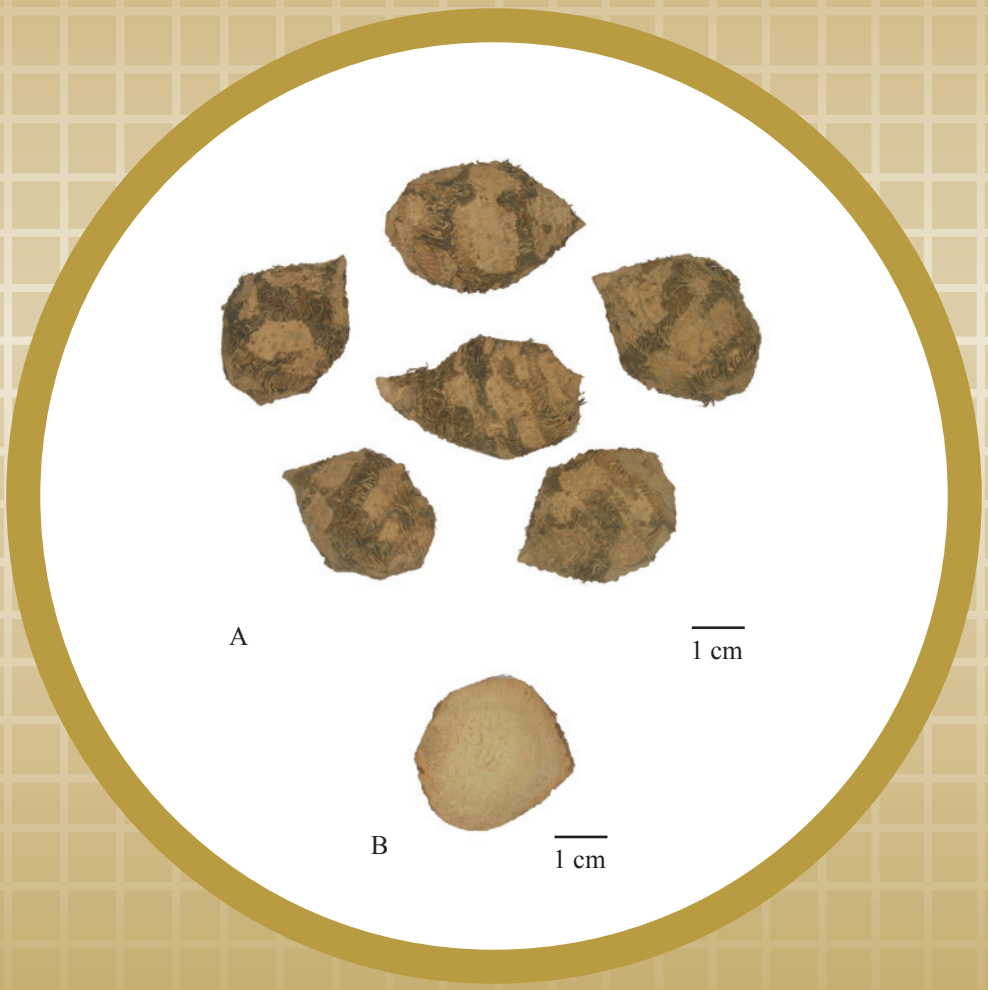


圖 1　三棱外觀圖

A. 三棱　B. 根莖切面

1. 名稱

藥材正名：Sparganii Rhizoma

中文名：三棱

中文拼音名：Sanleng

2. 來源

為黑三棱科植物黑三棱 *Sparganium stoloniferum* Buch.-Ham. 的乾燥根莖。冬季至次年春採挖，洗淨，削去部分外皮，曬乾。

3. 性狀

本品呈圓錐形或倒卵圓形，略扁，長 2-8 cm，直徑 20-45 mm。表面黃白色至灰黃色，有刀削痕，鬚根痕小，呈密集點狀，略呈橫向環狀排列。體重，質堅實。斷面灰黃色至淡棕色，稍平坦，有多數散在的小點。氣微，味淡，嚼之微有麻辣感（圖 1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別*(附錄 III)*

橫切面

皮層破損，殘存皮層中的薄壁細胞形狀不規則，細胞間隙較大。內皮層由 1 列切向延長的細胞組成，排列緊密，有的細胞內壁及側壁增厚。中柱薄壁細胞類圓形或類多角形，壁略增厚，內含澱粉粒。皮層及中柱均散有分泌細胞，內含棕紅色分泌物。維管束外韌型及周木型，散在(圖 2)。

粉末

黃白色。澱粉粒眾多，單粒類圓形、類多角形或橢圓形，直徑 2-10 μm，較大粒隱約可見點狀或裂縫狀臍點；偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒多由 2-3 分粒組成。分泌細胞內含紅棕色物。薄壁細胞呈類長方形、長橢圓形或形狀不規則，壁呈連珠狀，微木化。纖維多成束，壁較厚，微木化或木化，有稀疏單斜紋孔。星狀薄壁細胞常與厚壁細胞上下相連，形狀不規則 (圖 3)。

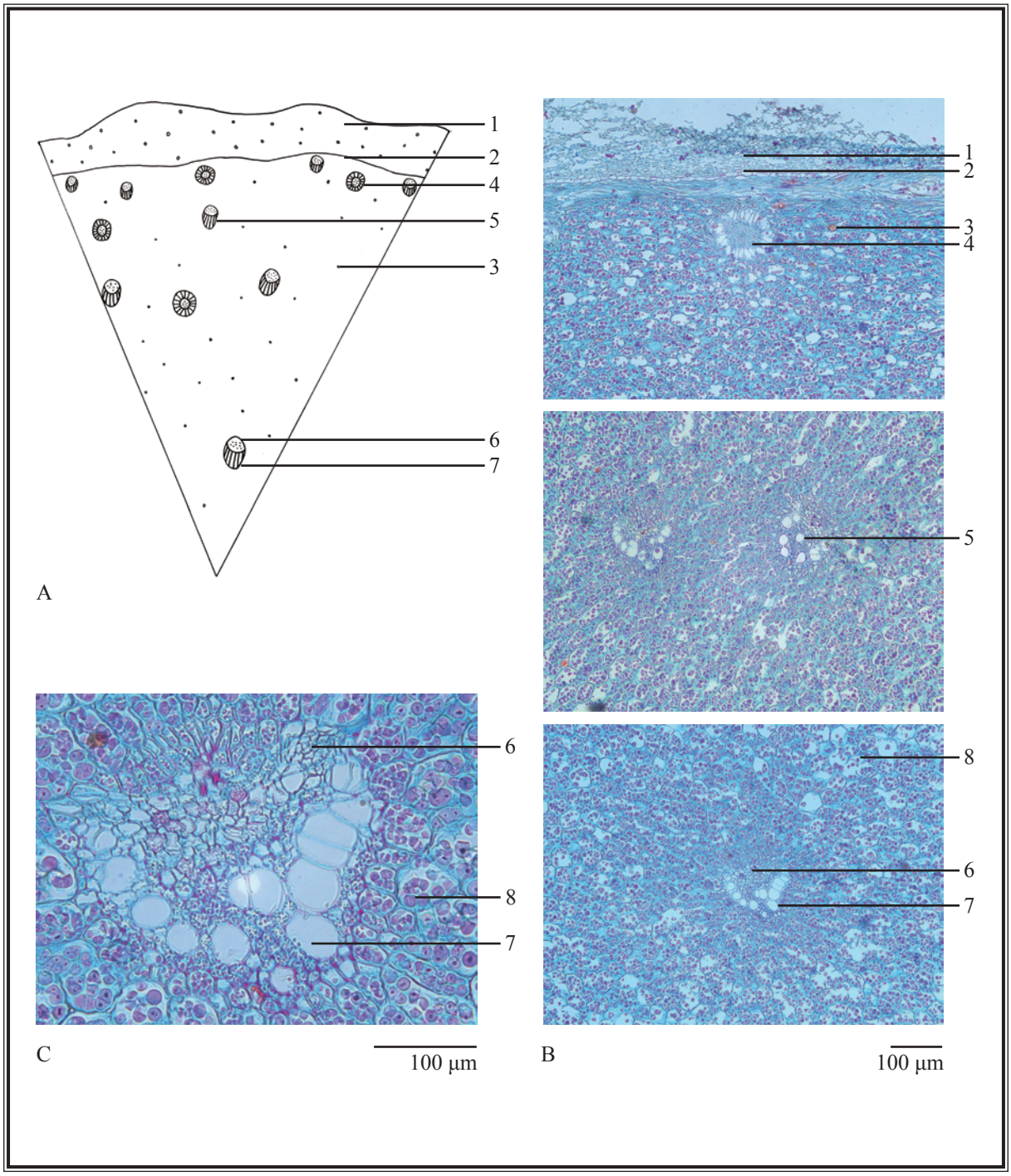


圖 2　三棱橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 橫切面圖　C. 維管束(外韌型)

1. 殘存的皮層　2. 內皮層　3. 分泌細胞　4. 維管束(周未型)　5. 維管束(外韌型)
6. 韌皮部　7. 木質部　8. 澱粉粒

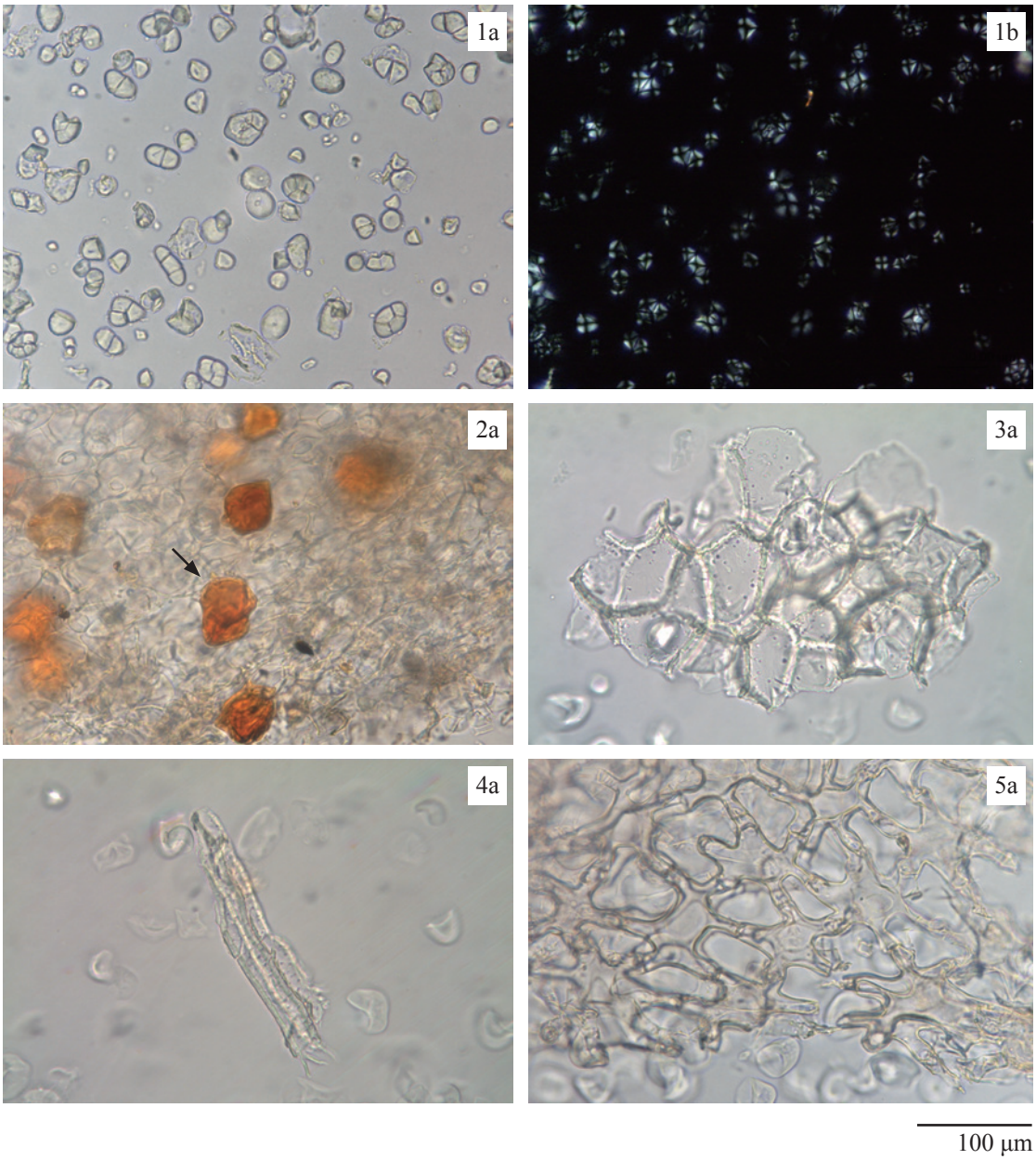


圖 3　三棱粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒　2. 分泌細胞(→)　3. 木化薄壁細胞　4. 纖維　5. 星狀薄壁細胞

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

β-穀甾醇對照品溶液

取 β-穀甾醇對照品(圖 4) 4.5 mg，溶解於 25 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

β-穀甾醇葡萄糖苷對照品溶液

取 β-穀甾醇葡萄糖苷對照品(圖 4) 4.5 mg，溶解於 25 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

展開劑

製備二氯甲烷－石油醚(60-80°C)－甲醇（5:3:1, v/v）的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中。

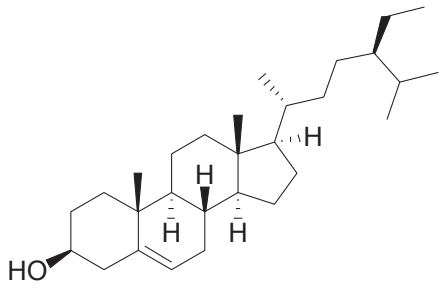
供試品溶液

取本品粉末 5.0 g，置 100-mL 錐形瓶中，加甲醇 25 mL，超聲（300 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 5 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 β-穀甾醇對照品溶液 2 μL、β-穀甾醇葡萄糖苷對照品溶液 2 μL 和供試品溶液 5 μL，點於同一高效硅膠 G60 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 105°C 加熱(約 10 分鐘)。置紫外光（366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

(i)



(ii)

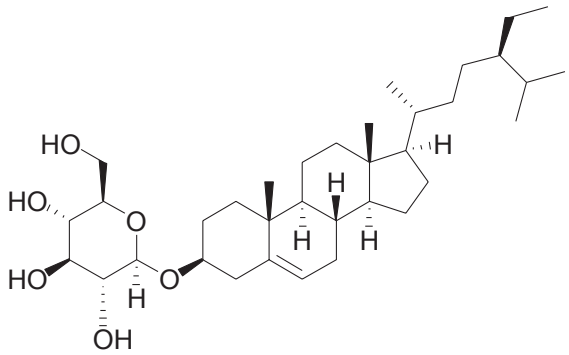


圖 4 化學結構式（i）β-穀甾醇 （ii）β-穀甾醇葡萄糖苷

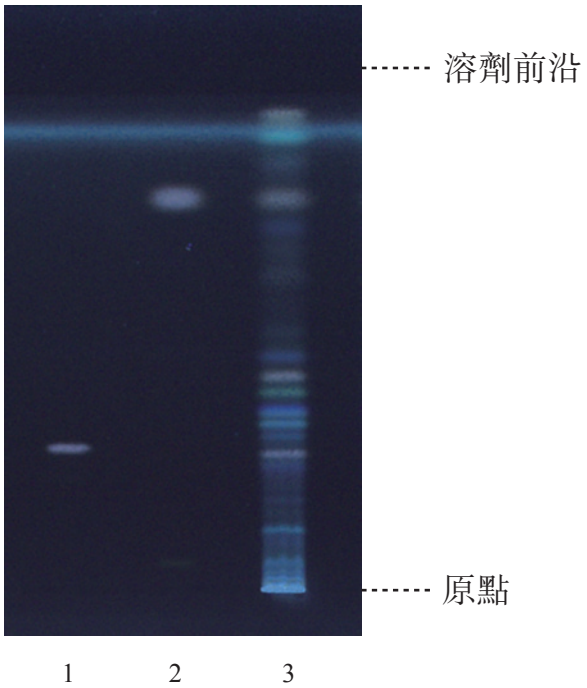


圖 5 三棱提取液對照高效薄層色譜圖（顯色後在紫外光 366 nm 下檢視）

1. β-穀甾醇葡萄糖苷對照品溶液 2. β-穀甾醇對照品溶液 3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與 β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷色澤相同、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

β-穀甾醇對照品溶液 Std-FP (130 mg/L)

取 β-穀甾醇對照品 1.3 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

β-穀甾醇葡萄糖苷對照品溶液 Std-FP (110 mg/L)

取 β-穀甾醇葡萄糖苷對照品 1.1 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

供試品溶液

取本品粉末 5.0 g，置 100-mL 錐形瓶中，加甲醇 25 mL，超聲 (300 W) 處理 30 分鐘，濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，殘渣用適量甲醇洗滌，合併提取液。重複提取一次，合併提取液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾(低於 60°C)，殘渣溶於甲醇，轉移於 5-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜 (nylon) 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 : 40°C; 霧化氣 (N_2) 壓力 : 3.5 bar]；4.6 × 250 mm 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)	甲醇 (%, v/v)	水 (%, v/v)	洗脫
0 – 50	85 → 100	15 → 0	綫性梯度
50 – 60	100	0	等度

系統適用性要求

吸取 β-穀甾醇對照品溶液 Std-FP 和 β-穀甾醇葡萄糖苷對照品溶液 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：β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；β-穀甾醇峰和 β-穀甾醇葡萄糖苷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 β-穀甾醇峰和 β-穀甾醇葡萄糖苷峰計算分別應不低於 30000 和 15000。

供試品測試中 2 號峰和 4 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取 β-穀甾醇、 β-穀甾醇葡萄糖苷對照品溶液 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 β-穀甾醇峰和 β-穀甾醇葡萄糖苷峰的保留時間，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 β-穀甾醇峰和 β-穀甾醇葡萄糖苷峰。二色譜圖中 β-穀甾醇峰和 β-穀甾醇葡萄糖苷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。

三棱提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 三棱提取液 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	0.68	± 0.03
2 （β-穀甾醇葡萄糖苷）	0.73	± 0.03
3	0.94	± 0.03
4 （指標成份峰， β-穀甾醇）	1.00	-
5	1.49	± 0.05

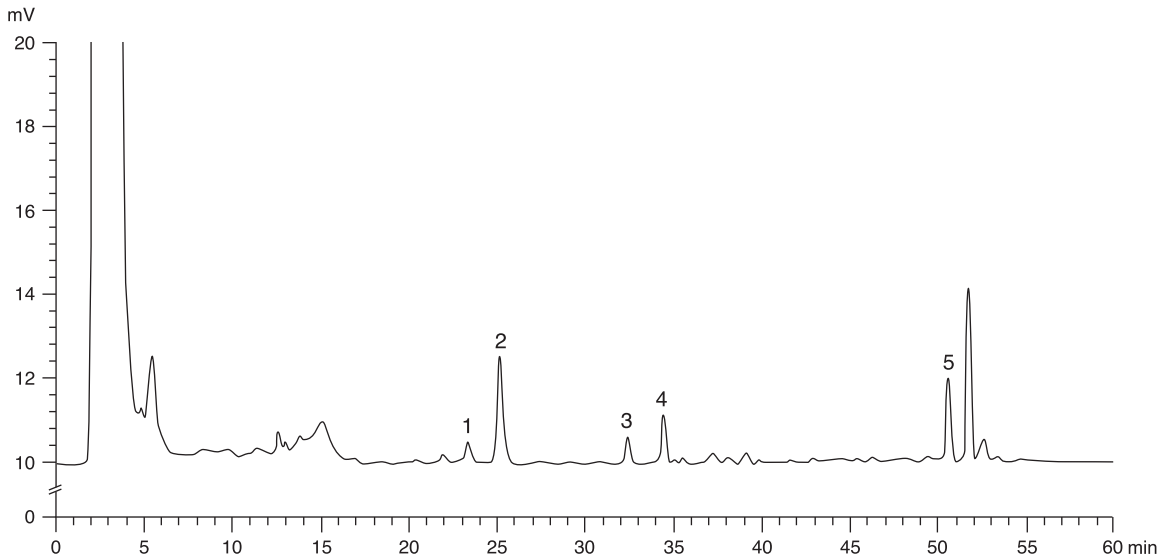


圖 6 三棱提取液對照指紋圖譜

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－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 XVI)*：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 3.5%。
酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

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 9.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B)進行。

對照品溶液

β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷混合對照品儲備液 Std-Stock（β-穀甾醇 380 mg/L 和 β-穀甾醇葡萄糖苷 320 mg/L）

精密稱取 β-穀甾醇對照品 3.8 mg 和 β-穀甾醇葡萄糖苷對照品 3.2 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取 β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含 β-穀甾醇分別為 19、38、76、133、190 mg/L 和 β-穀甾醇葡萄糖苷分別為 16、32、64、160、256 mg/L 系列的混合對照品溶液。保持於約 4°C。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 5.0 g，置 100-mL 錐形瓶中，加甲醇 25 mL，超聲（300 W）處理 30 分鐘，濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，殘渣用適量甲醇洗滌，合併提取液。重複提取一次，合併提取液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾（低於 60°C），殘渣溶於甲醇，轉移於 5-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜（nylon）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 : 40°C；霧化氣（N_2）壓力 : 3.5 bar]；4.6 × 250 mm 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 3）：

表 3 色譜洗脫條件

時間（分鐘）	甲醇（%, v/v）	水（%, v/v）	洗脫
0 – 50	85 → 100	15 → 0	綫性梯度
50 – 60	100	0	等度

系統適用性要求

將 β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷混合對照品溶液 Std-AS（β-穀甾醇 76 mg/L 和 β-穀甾醇葡萄糖苷 64 mg/L）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：β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；β-穀甾醇峰和 β-穀甾醇葡萄糖苷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 β-穀甾醇峰和 β-穀甾醇葡萄糖苷峰計算分別應不低於 30000 和 15000。

供試品測試中 β-穀甾醇峰和 β-穀甾醇葡萄糖苷峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5（圖 7）。

標準曲綫

將 β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷系列混合對照品溶液 Std-AS 各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以 β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷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。

操作程序

將供試品溶液 20μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與 β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷混合對照品溶液 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 β-穀甾醇峰和 β-穀甾醇葡萄糖苷峰（圖 7）。二色譜圖中 β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV（B）公式分別計算供試品溶液中 β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷的濃度（mg/L），並計算樣品中 β-穀甾醇和 β-穀甾醇葡萄糖苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含 β-穀甾醇（$C_{29}H_{50}O$）和 β-穀甾醇葡萄糖苷（$C_{35}H_{60}O_6$）的總量不少於 0.010%。

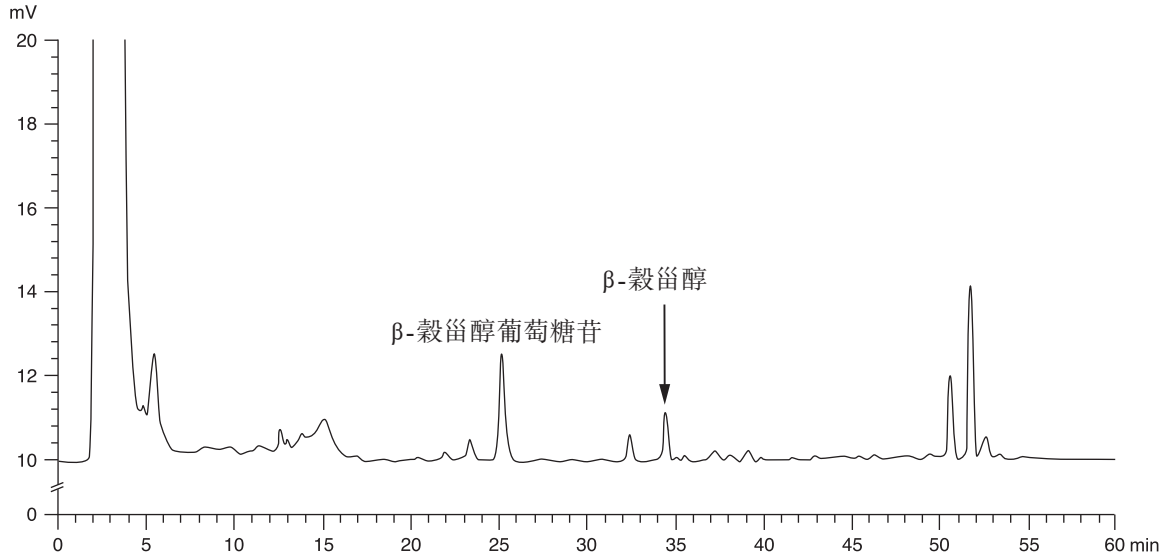


圖 7　三棱提取液對照含量測定色譜圖