

三棱

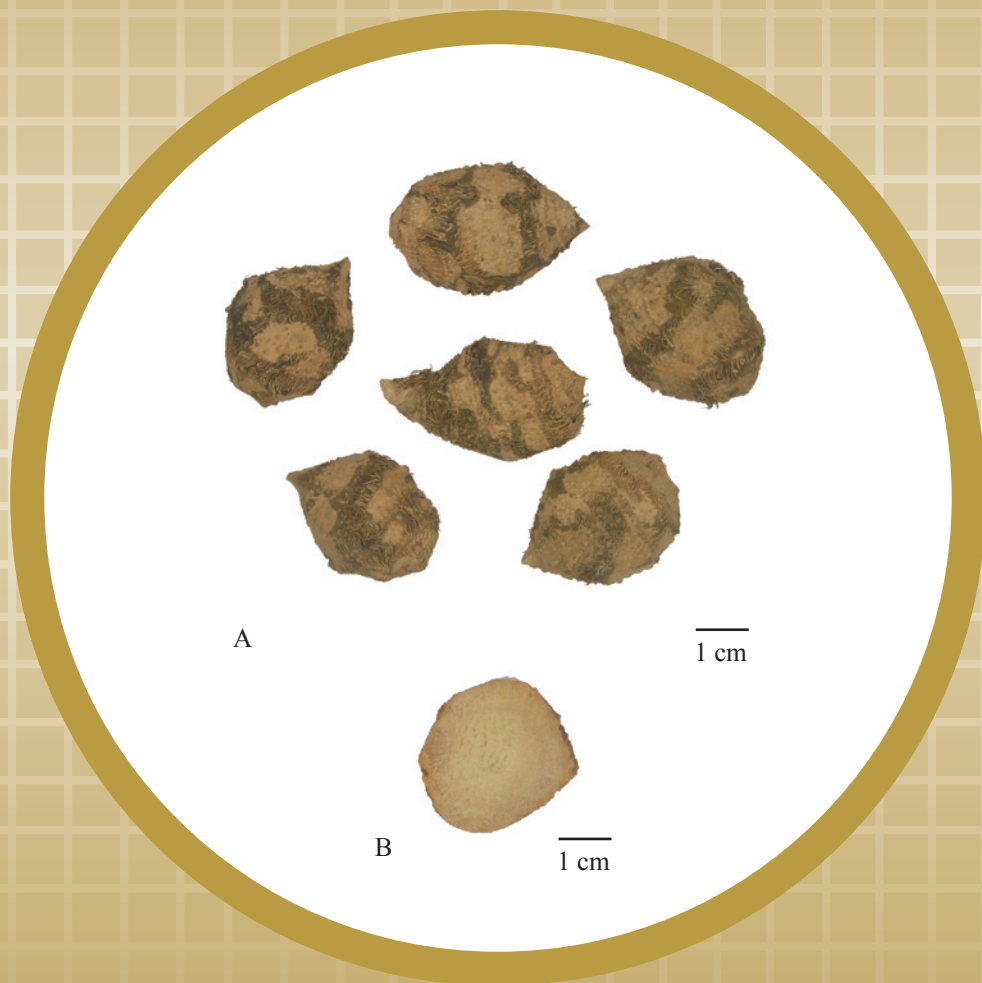


圖 1 三棱外觀圖

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）。

Amomi Fructus
砂仁

苦地丁
Corydalis Bungeanae Herba

Ginseng Radix et Rhizoma Rubra
紅參

Garcinia Resina (unprocessed)
藤黃(生)

千年健
Homalomenae Rhizoma

天冬
Asparagi Radix

Bletillae Rhizoma
白及

毛冬青
Ilicis Pubescentis Radix et Caulis

Elephantopi Herba
地膽草

Glechomae Herba
連錢草

三棱
Hoveniae Semen
枳椇子

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）。

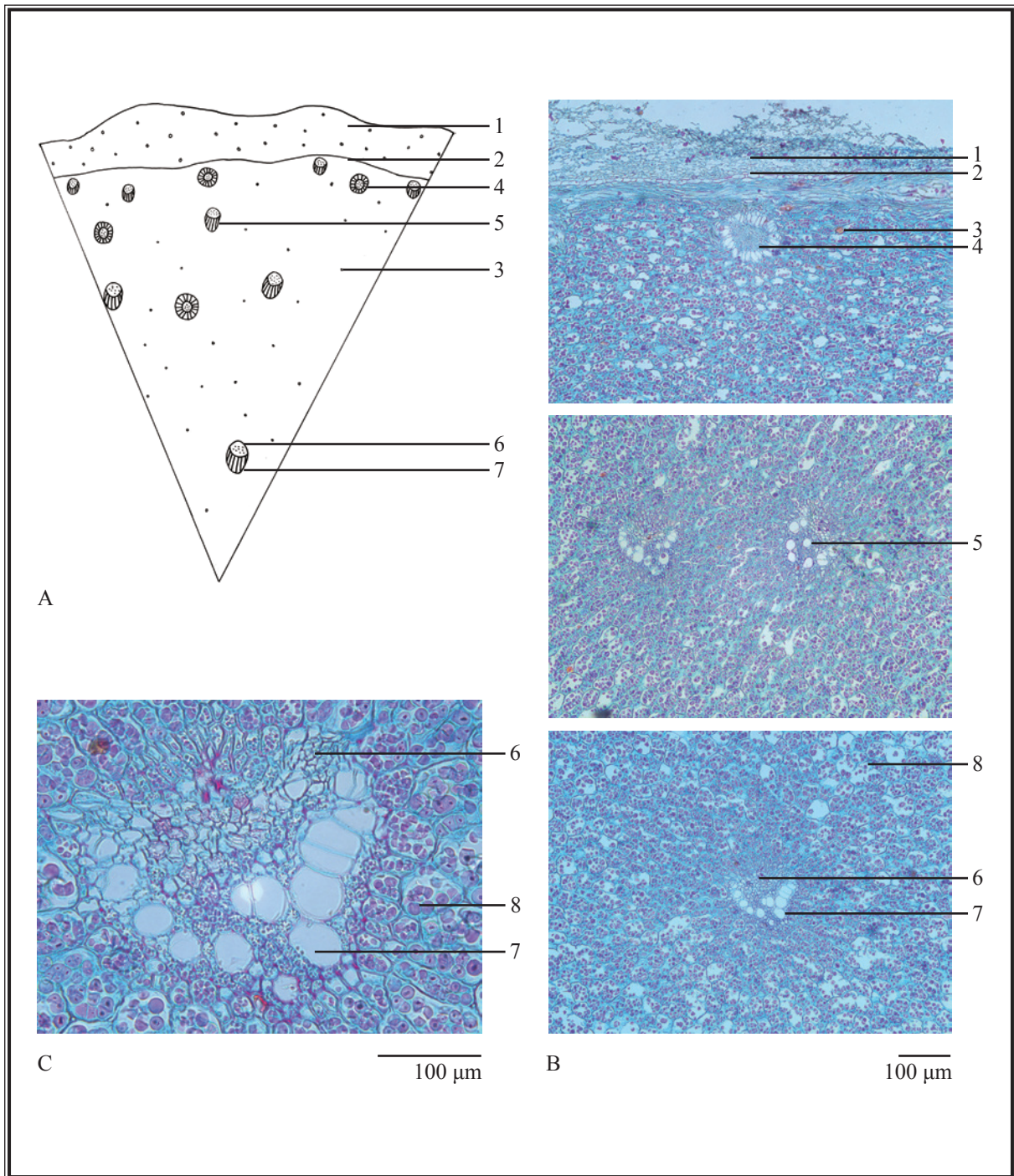


圖 2 三棱橫切面顯微特徵圖

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(周末型) 5. 維管束(外韌型)
- 6. 韌皮部 7. 木質部 8. 澱粉粒

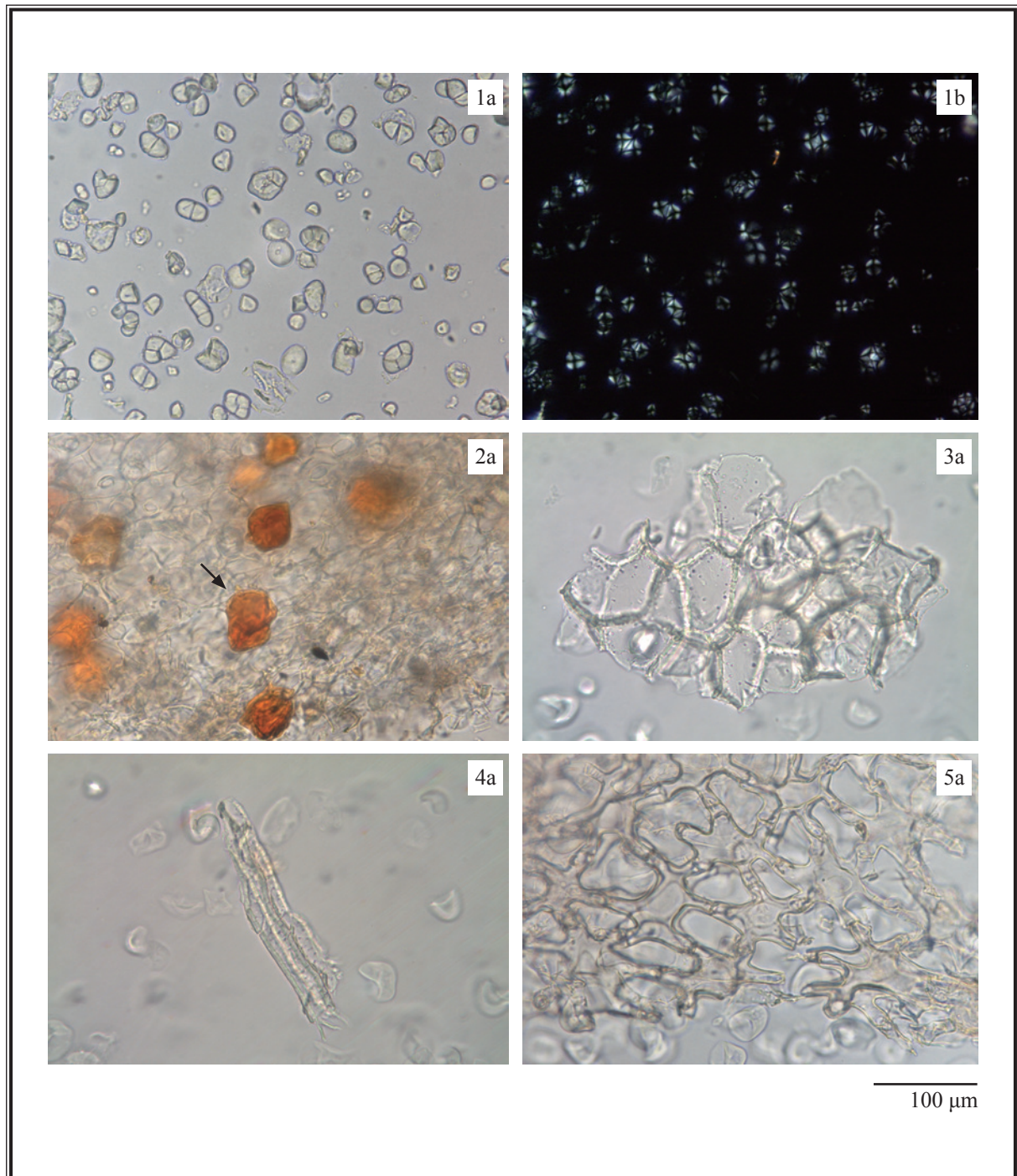


圖 3 三棱粉末顯微特徵圖

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 μ L、 β -穀甾醇葡萄糖苷對照品溶液 2 μ L 和供試品溶液 5 μ L，點於同一高效矽膠 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。

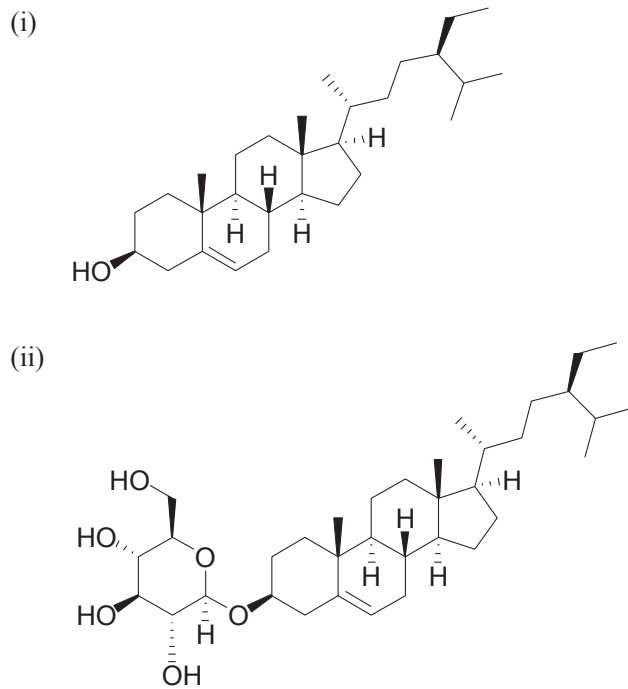


圖 4 化學結構式 (i) β -穀甾醇 (ii) β -穀甾醇葡萄糖苷

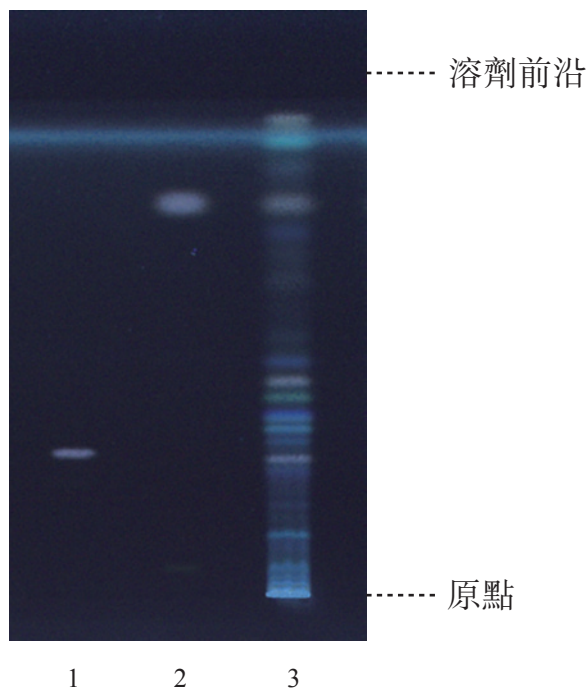


圖 5 三棱提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

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- μ m 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 (N₂) 壓力：3.5 bar]；4.6 × 250 mm 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 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 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：*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

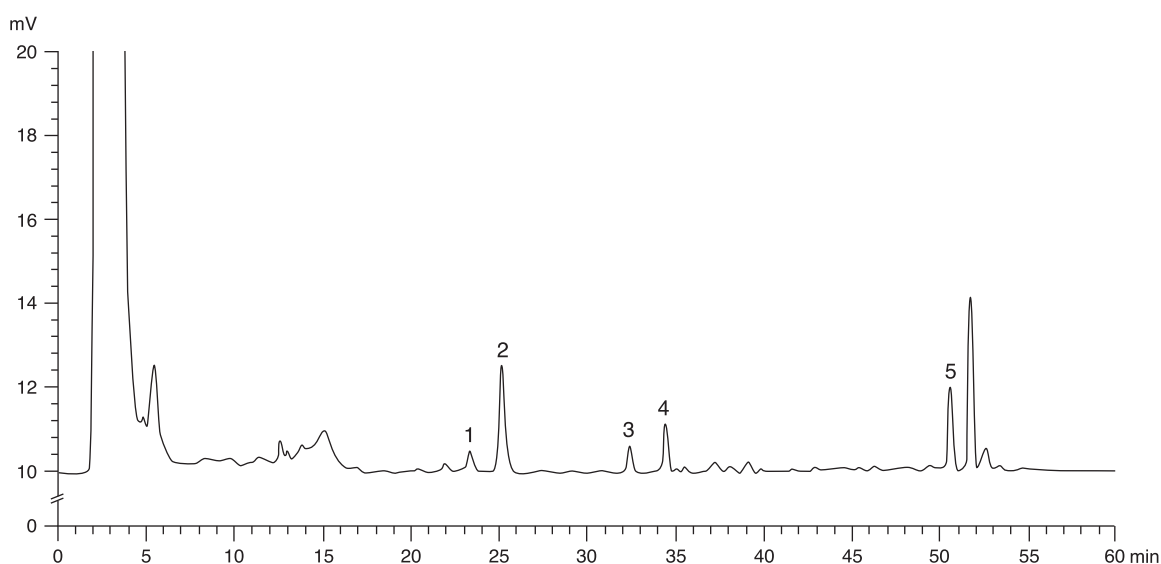


圖 6 三棱提取液對照指紋圖譜

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(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- μ m 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 (N₂) 壓力：3.5 bar]；4.6 × 250 mm 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)	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 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： 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 μ L，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 20 μ L，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%。

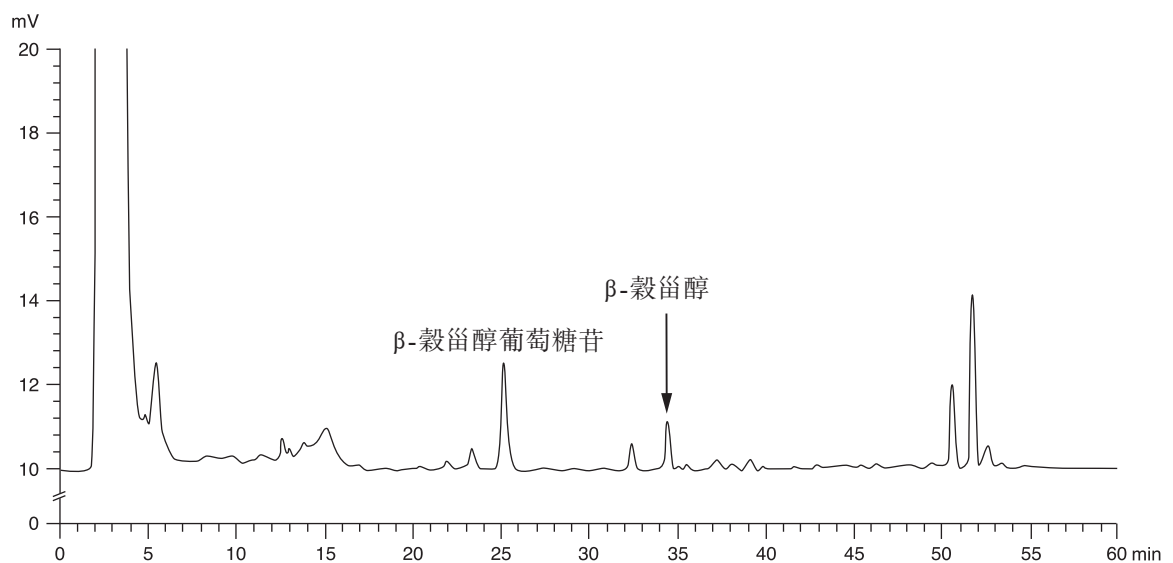


圖 7 三棱提取液對照含量測定色譜圖