# 青葙子

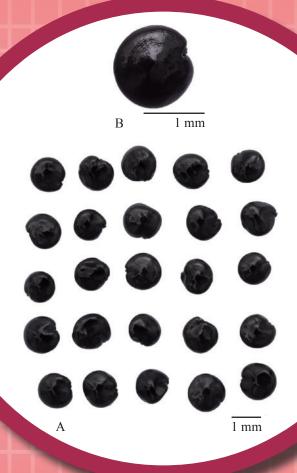


圖1 青葙子外觀圖

A. 青葙子 B. 成熟種子放大圖

Smilacis Chinae Rhizom

豆蔻 Amomi Fructus Rotundi Rhapontici Radi 漏蘆

青葙子

委陵菜 石蒜

洋金花 Daturae Flos

金果欖

# 1. 名稱

藥材正名: Celosiae Semen

中文名:青葙子

漢語拼音名: Qingxiangzi

# 2. 來源

本品為莧科植物青葙 Celosia argentea L. 的乾燥成熟種子。秋季果實成熟時採割植株或摘取果穗,曬乾,收集種子,除去雜質。

# 3. 性狀

本品呈扁圓形,少數呈圓腎形,直徑 0.8-1.2 mm。表面黑色或紅黑色,有光澤,中間微隆起,側邊微凹處有斜向小尖形種臍。種皮薄而脆,放大鏡下可見多角形網格狀紋理。氣微,味淡(圖 1)。

# 4. 鑒別

# 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

## 横切面

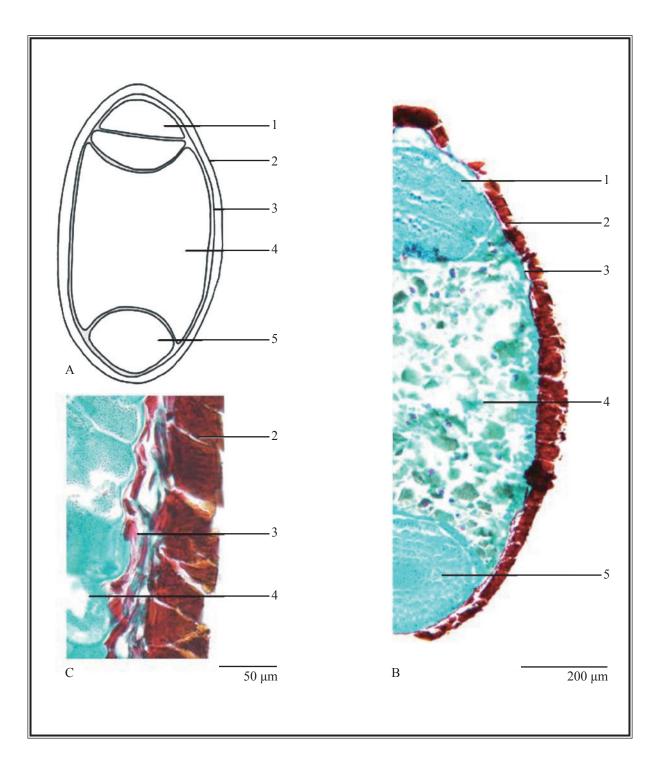
種皮外表皮細胞壁紅棕色明顯增厚。種皮內層細胞扁平,無色或淡黃色。 胚乳細胞內充滿澱粉粒和糊粉粒,並含草酸鈣方晶。子葉和胚根由薄壁 細胞組成(圖 2)。

#### 粉末

灰黑色。種皮外表皮細胞暗紅棕色,表面觀多角形至長多角形,有多角形網格狀增厚紋理。種皮內層細胞無色或淺黃色,表面觀多角形,有細密條狀紋理。草酸鈣方晶呈菱形、斜方形或長方形,存在於胚乳細胞中。 胚乳細胞充滿澱粉粒、糊粉粒和油滴(圖 3)。

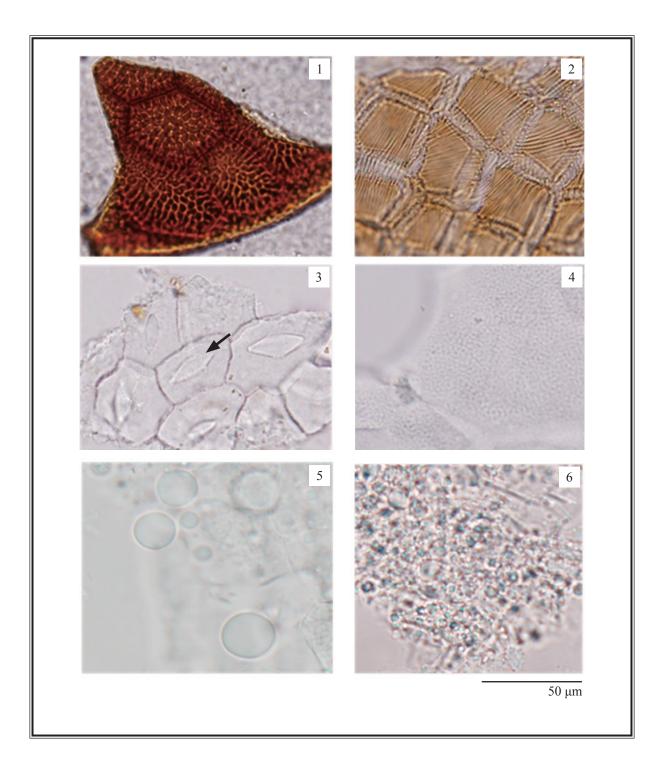
Sophorae Tonkinensis Radix et Rhizoma Polygoni Chinensis Herba 火炭母 出荊葉
Saussureae Involucratae Herba Polygoni Perfoliati Herba 北豆根 Lonicerae Flos
F山雪蓮 白花丹
Plumbaginis Zeylanicae Radix

Bruceae Fructus鴉膽子 青葙子



青葙子橫切面顯微特徵圖 圖 2

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 橫切面放大圖
- 1. 子葉 2. 種皮外表皮 3. 種皮內層細胞 4. 胚乳 5. 胚根



# 圖3 青葙子粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

- 1. 種皮外表皮細胞 2. 種皮內層細胞
- 3. 草酸鈣方晶(→) 4. 糊粉粒 5. 油滴 6. 澱粉粒

Bruceae Fructus 鴉膽子 青葙子

# 4.2 薄層色譜鑒別 [ 附錄 IV(A) ]

#### 對照品溶液

青葙苷H對照品溶液 取青葙苷 H 對照品(圖 4) 1.0 mg,溶解於 1 mL 50% 乙醇中。 青葙苷I對照品溶液 取青葙苷 I 對照品(圖 4) 1.0 mg,溶解於 1 mL 50% 乙醇中。

#### 展開劑

製備乙酸乙酯 – 甲醇 – 水 – 甲酸(13:7:2:0.1, 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 2.0 g, 置 50-mL 離心管中, 加 50% 乙醇 40 mL, 超聲 (250 W) 處理 30 分鐘,離心 10 分鐘(約 2280 × g)。取上清液轉移於 150-mL 圓 底燒瓶中,用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 10 mL 水,取提取液載入 預先分別用甲醇 24 mL 和水 24 mL 預處理的十八烷基鍵合硅膠固相萃取 柱(12 mL, 2 g),加 24 mL水,棄去洗脱液,加 24 mL 乙醇-水(6:4, v/v) 的混合溶液, 收集洗脱液, 轉移於 150-mL 圓底燒瓶中, 用旋轉蒸發器 減壓蒸乾。殘渣溶於 5 mL 50% 乙醇,即得。

#### 操作程序

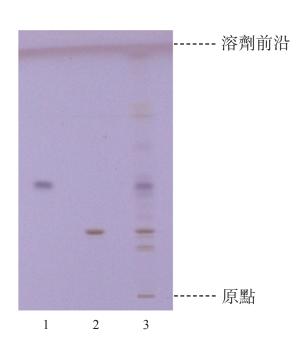
照薄層色譜法[附錄 IV(A)] 進行。分別吸取青葙苷 H 對照品溶液 1 μL、青葙苷 I 對照品溶液 1 μL 和供試品溶液 2 μL,點於同一高效 硅膠薄層板上。將薄層板置雙槽層析缸一槽中,加上述新製備的展開 劑於另一槽內,預先飽和15分鐘,再將展開劑小心傾入置薄層板的槽 中,展開約8cm,取出,標記溶劑前沿,晾乾。均匀噴上顯色劑,在約 105°C 加熱,直至斑點或條帶清晰可見(約 15 分鐘)。置可見光下檢視, 並計算 $R_{\epsilon}$ 值。

青葙子

$$\begin{array}{c} \text{HO} \\ \text{HO} \\ \text{OH} \\$$

圖4 化學結構式(i)青葙苷 H(ii)青葙苷 I

Bruceae Fructus鴉膽子 青葙子



青葙子提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 青葙苷 H 對照品溶液 2. 青葙苷 I 對照品溶液 3. 供試品溶液 供試品色譜應顯出與青葙苷 H 和青葙苷 I 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

青葙苷 H 對照品溶液 Std-FP (100 mg/L) 取青葙苷 H 對照品 1.0 mg,溶解於 10 mL 50% 乙醇中。 青葙苷 I 對照品溶液 Std-FP (120 mg/L) 取青葙苷 I 對照品 1.2 mg,溶解於 10 mL 50% 乙醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 1.0 g, 置 50-mL 離心管中,加 50% 乙醇 50 mL,超聲(250 W) 處理 30 分鐘,離心 10 分鐘(約 2280  $\times$  g)。取上清液轉移於 250-mL 圓底 燒瓶中,加50%乙醇30 mL重複提取1次,合併上清液。用旋轉蒸發器 減壓蒸乾,殘渣溶於 50% 乙醇,轉移於 10-mL 量瓶中,加 50% 乙醇至刻 度,用 0.20-μm 微孔濾膜 (polyester)濾過,即得。

Amomi Fructus Rotundus Tinosporae Rad 花 Daturae Flos - 人里 灣

青葙子

委陵菜 石蒜
Potentillae Chinensis Herba

#### 色譜系統

液相色譜:蒸發光散射檢測器 [ 漂移管溫度: $110^{\circ}$ C;霧化氣  $(N_2)$  流速:2.5 L/min]; $4.6 \times 150$  mm 十八烷基鍵合硅膠  $(3 \mu m)$  填充柱;柱温  $30^{\circ}$ C;流速約 0.6 mL/min。流動相為 0.1% 甲酸 – 乙腈含 0.1% 甲酸 (70:30, v/v) 的混合溶液;流程約 45 分鐘。

# 系統適用性要求

吸取青葙苷 H 對照品溶液 Std-FP 和青葙苷 I 對照品溶液 Std-FP 各  $10~\mu L$ ,注入液相色譜儀,至少重複  $5~\chi$ 。系統適用性參數的要求如下:青葙苷 H 和青葙苷 I 的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%;青葙苷 H 峰和青葙苷 I 峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%;理論塔板數按青葙苷 H 峰和青葙苷 I 峰計算均應不低於 25000。

供試品測試中3號峰和5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

分別吸取青葙苷 H、青葙苷 I 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 色譜圖中青葙苷 H 峰和青葙苷 I 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青葙苷 H 峰和青葙苷 I 峰。二色譜圖中青葙苷 H 峰和青葙苷 I 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。

青葙子提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表 1 青葙子提取液 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	0.55	$\pm 0.03$
2	0.65	$\pm 0.03$
3 (指標成份峰,青葙苷 H)	1.00	-
4	1.24	$\pm 0.03$
5 (青葙苷 I)	1.49	$\pm 0.03$

Bruceae Fructus鴉膽子 青葙子

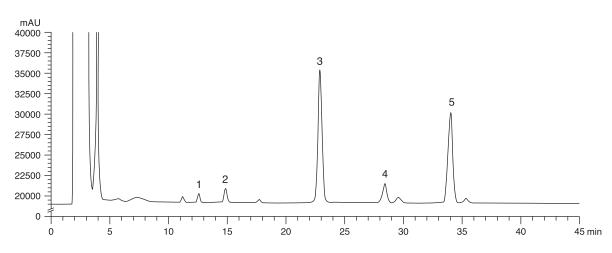


圖 6 青葙子提取液對照指紋圖譜

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 2.0%。
- 5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分:不多於 6.0%。

酸不溶性灰分:不多於 2.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法:不多於 12.0%。

Melicopes Pteleifoliae Caulis 三叉き Smilacis Chinae Rhizoma

Rhapontici Radi 漏蘆

青葙子

委陵菜 石蒜

洋金花 Daturae Flos

金果欖

# 6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法):不少於 7.0%。 醇溶性浸出物(冷浸法):不少於 3.0%。

# 7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

## 對照品溶液

青葙苷 H 和青葙苷 I 混合對照品儲備液 Std-Stock (青葙苷 H 1000 mg/L 和青葙苷 I 1200 mg/L)

精密稱取青葙苷 H 對照品 10.0 mg 和青葙苷 I 對照品 12.0 mg,溶解於 10 mL 50% 乙醇中。

青葙苷 H 和青葙苷 I 混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取青葙苷 H 和青葙苷 I 混合對照品儲備液適量,以 50% 乙醇稀釋製成含青葙苷 H 分別為 30、50、100、320、540 mg/L 和含青葙苷 I 分別為 35、60、120、360、600 mg/L 系列的混合對照品溶液。

#### 供試品溶液

精密稱取本品粉末  $1.0\,g$ ,置 50-mL 離心管中,加 50% 乙醇  $50\,m$ L,超聲  $(250\,W)$  處理  $30\,\%$  分鐘,離心  $10\,\%$  (約  $2280\times g$ )。取上清液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中,加 50% 乙醇  $30\,m$ L 重複提取  $1\,\%$ ,合併上清液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾,殘渣溶於 50% 乙醇,轉移於 10-mL 量瓶中,加 50% 乙醇至刻度,用 0.20-um 微孔濾膜 (polyester)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: $110^{\circ}$ C;霧化氣 $(N_2)$ 流速: 2.5 L/min]; $4.6 \times 150$  mm 十八烷基鍵合硅膠 $(3 \mu m)$ 填充柱;柱溫  $30^{\circ}$ C;流速約 0.6 mL/min。流動相為 0.1% 甲酸 – 乙腈含 0.1% 甲酸(70:30, v/v) 的混合溶液;流程約 45 分鐘。

#### 系統適用性要求

將青葙苷 H 和青葙苷 I 混合對照品溶液 Std-AS (青葙苷 H 100 mg/L 和青葙苷 I 120 mg/L) 10  $\mu$ 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:青葙苷 H 和青葙苷 I 的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%;青葙苷 H

Bruceae Fructus鴉膽子 青葙子

峰和青葙苷 I 峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%; 理論塔板數按青 葙苷 H 峰和青葙苷 I 峰計算均應不低於 25000。

供試品測試中青葙苷H峰和青葙苷I峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不 低於 1.5。

## 標準曲綫

將青葙苷 Η 和青葙苷 Ι 系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10 μL, 注入液相色譜 儀,並記錄色譜圖。分別以青葙苷H和青葙苷I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 10 μL, 注入液相色譜儀, 並記錄色譜圖。與青葙苷 H 和青葙 苷 I 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 溶液色譜圖中青葙苷 H 峰和青葙苷 I 峰。二色譜圖中青葙苷 H 和青葙苷 I 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青葙苷 H 和青葙苷 I 的濃度(mg/L),並計算樣品中青葙 苷H和青葙苷I的百分含量。

#### 限度

按乾燥品計算,本品含青葙苷 $H(C_{47}H_{72}O_{20})$ 和青葙苷 $I(C_{53}H_{82}O_{24})$ 的總量不 少於 0.23%。

# Celosiae Semen (青葙子)

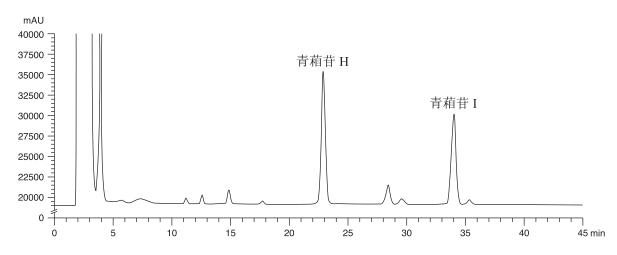


圖1 青葙子提取液對照含量測定色譜圖