

巴豆(生)

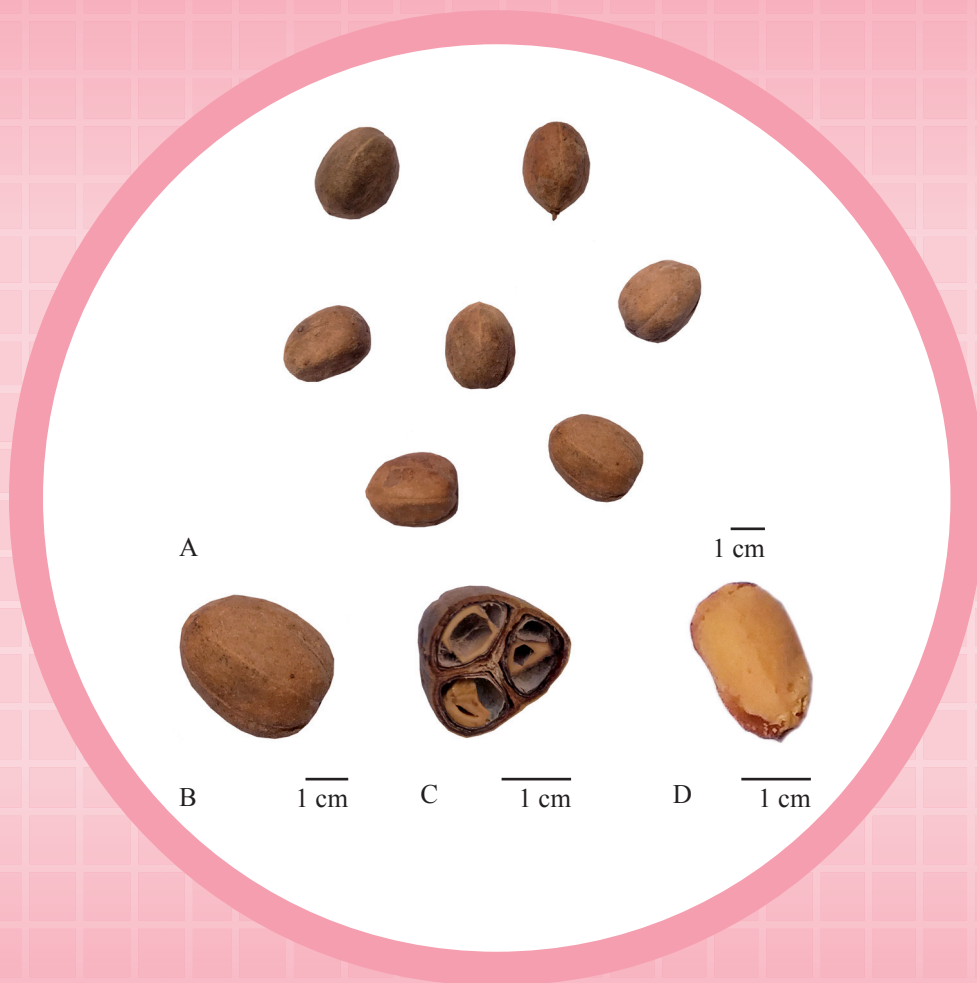


圖 1 巴豆(生)外觀圖

- A. 巴豆(生) B. 果實放大圖
C. 果實橫切面可見 3 個子房室及種子
D. 種仁除去種皮後放大圖

1. 名稱

藥材正名：Crotonis Fructus (unprocessed)

中文名：巴豆(生)

漢語拼音：Badou (Sheng)

2. 來源

本品為大戟科植物巴豆 *Croton tiglium* L. 未經炮製的乾燥成熟果實。秋季果實成熟時採收，攤開，曬乾。

3. 性狀

本品呈橢圓、長卵球形、卵球形或類球形，一般有 3 條稜線，長 1.5-3 cm, 寬 2 cm。表面類灰色至類棕色，粗糙。具 6 條與胞室相吻合放射狀縱線。果實頂尖平截，基部留有果梗痕。質堅硬，打開果殼後可見 3 室，每室含種子 1 枚。種子略呈橢圓至長卵形，直徑 5-7 mm；表面黃棕色至棕色。種皮薄而脆，內種皮白色膜質；果仁黃白色，油質。氣微(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

果皮：外果皮由 1 列細胞組成，扁平至形狀不規則，偶見星狀毛。中果皮由數列薄壁細胞組成，石細胞散在其中，偶見玫瑰狀草酸鈣簇晶和維管束；中部有約 4 層石細胞組成的環帶；內側為數列薄壁細胞。內果皮由 3-5 列厚壁細胞組成 [圖 2 (i)]。

種子：種皮細胞扁平，薄，邊緣不明顯，頹廢。內種皮膜狀，由 1 列細胞組成。胚乳包圍子葉，細胞長橢圓形或球形。玫瑰狀草酸鈣簇晶散在 [圖 2 (ii)]。

Tamaricis Cacumen
西河柳
Geranii Caroliniani Herba
野老鸛草

大血藤
Sargentodoxae Caulis
Polygonati Rhizoma
黃精

紅早蓮
Hyperici Ascyri Herba
巴豆(生)
Crotonis Fructus (unprocessed)

Deinagkistrodon (Agkistrodon)
蕘蛇
Valerianae Radix et Rhizoma
纈草

Fici Pumilae Receptaculum
廣東王不留行
Impatientis Caulis
鳳仙透骨草
巴豆(生)

紫萁貫眾
Osmundae Rhizoma
Catharanthi Rosei Herba
長春花

粉末

棕黃色。中果皮細胞黃棕色，邊緣皺縮難以辨識。外果皮細胞紅棕色，呈扁平狀，壁增厚。石細胞眾多，呈橢圓形，直徑 150-232 μm 。內果皮細胞壁扁平且增厚，具直紋及珠孔。草酸鈣簇晶直徑 50-175 μm ，呈玫瑰狀；偏光顯微鏡下呈多彩狀。纖維黃棕色，直徑 25-90 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。多瓣星狀毛偶見。種皮細胞成團，紅棕色至黃棕色，呈類方形至多角形。內胚乳細胞含糊粉粒及油滴，細胞間層明顯 [圖 3]。

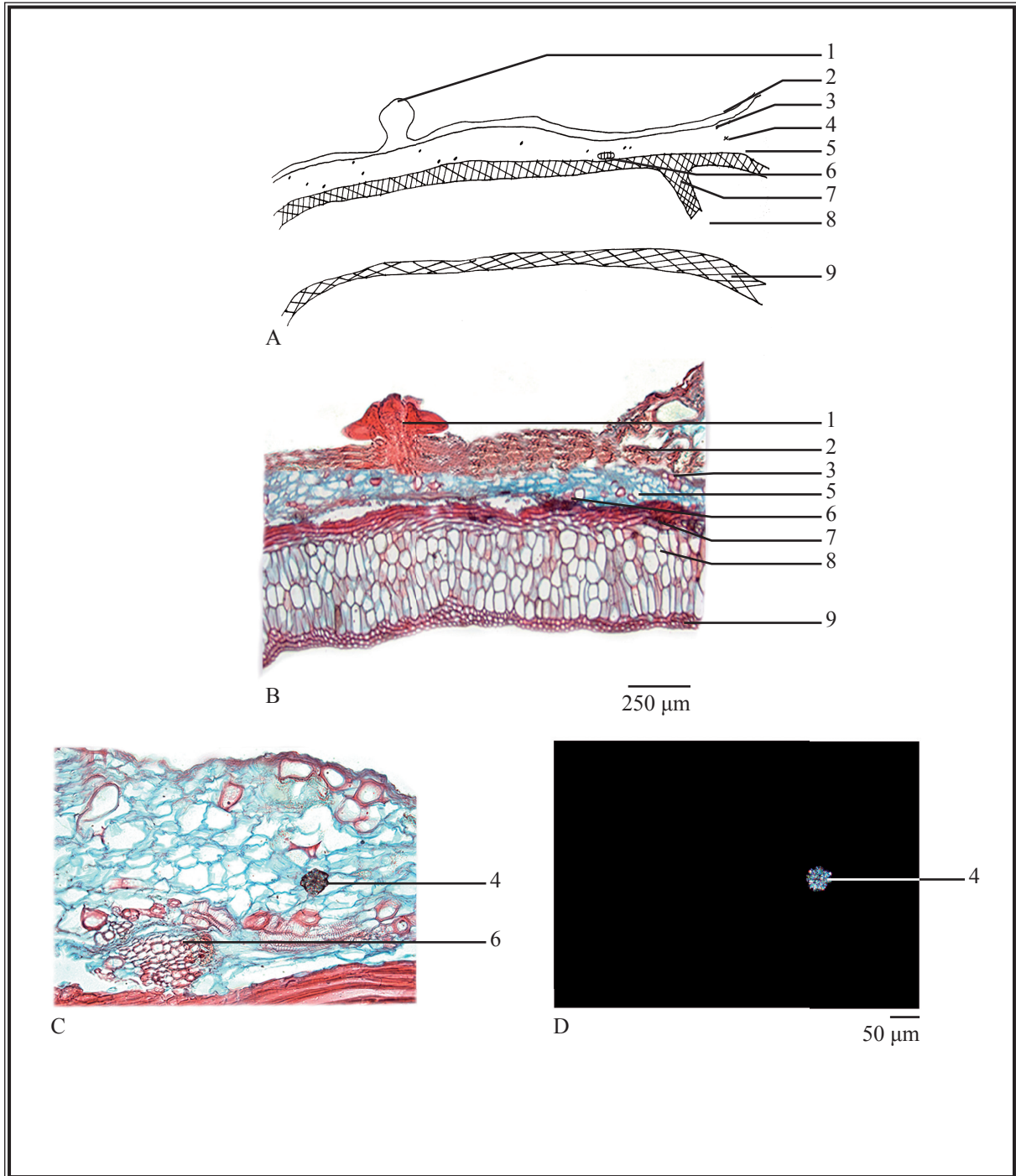


圖 2 (i) 巴豆(生)果皮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖

C. 含草酸鈣簇晶的中果皮(光學顯微鏡下)

D. 含草酸鈣簇晶的中果皮(偏光顯微鏡下)

- 1. 多細胞星狀毛 2. 外果皮 3. 石細胞 4. 草酸鈣簇晶 5. 中果皮
- 6. 維管束 7. 石細胞帶 8. 薄壁組織 9. 內果皮

Tamaricis Cacumen
西河柳

大血藤
Sargentodoxae Caulis

紅早蓮
Hyperici Ascyri Herba

Deinagkistrodon (Agkistrodon)
蕘蛇

Fici Pumilae Receptaculum
廣東王不留行

紫萁貫眾
Osmundae Rhizoma

野老鸛草
Geranii Caroliniani Herba

Polygonati Rhizoma
黃精

巴豆(生)
Crotonis Fructus (unprocessed)

Valerianae Radix et Rhizoma
纈草

Impatientis Caulis
鳳仙透骨草

Catharanthi Rosei Herba
長春花

巴豆(生)

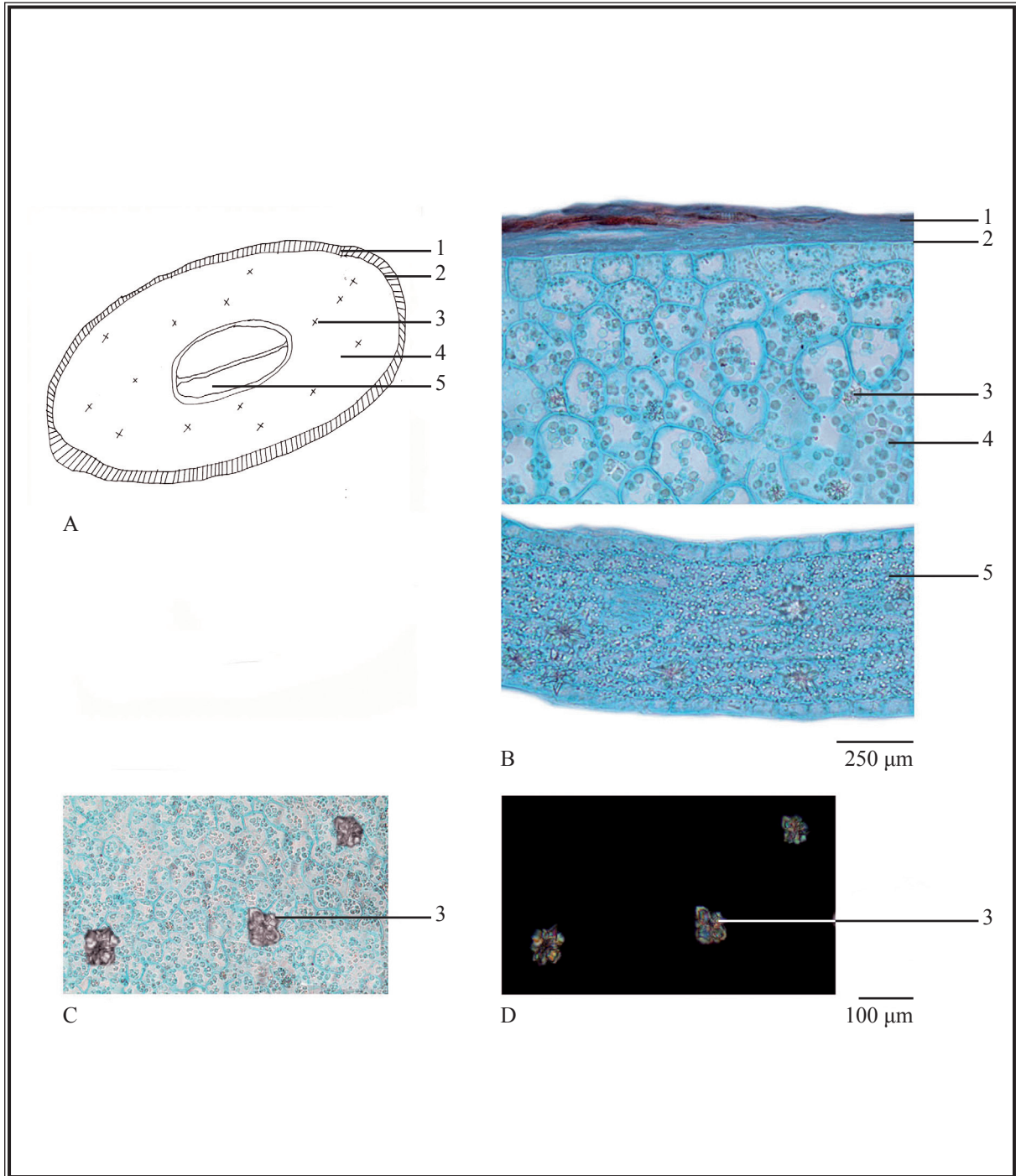


圖 2 (ii) 巴豆(生)種子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖

C. 草酸鈣簇晶(光學顯微鏡下)

D. 草酸鈣簇晶(偏光顯微鏡下)

1. 種皮 2. 內種皮 3. 草酸鈣簇晶 4. 內胚乳 5. 子葉

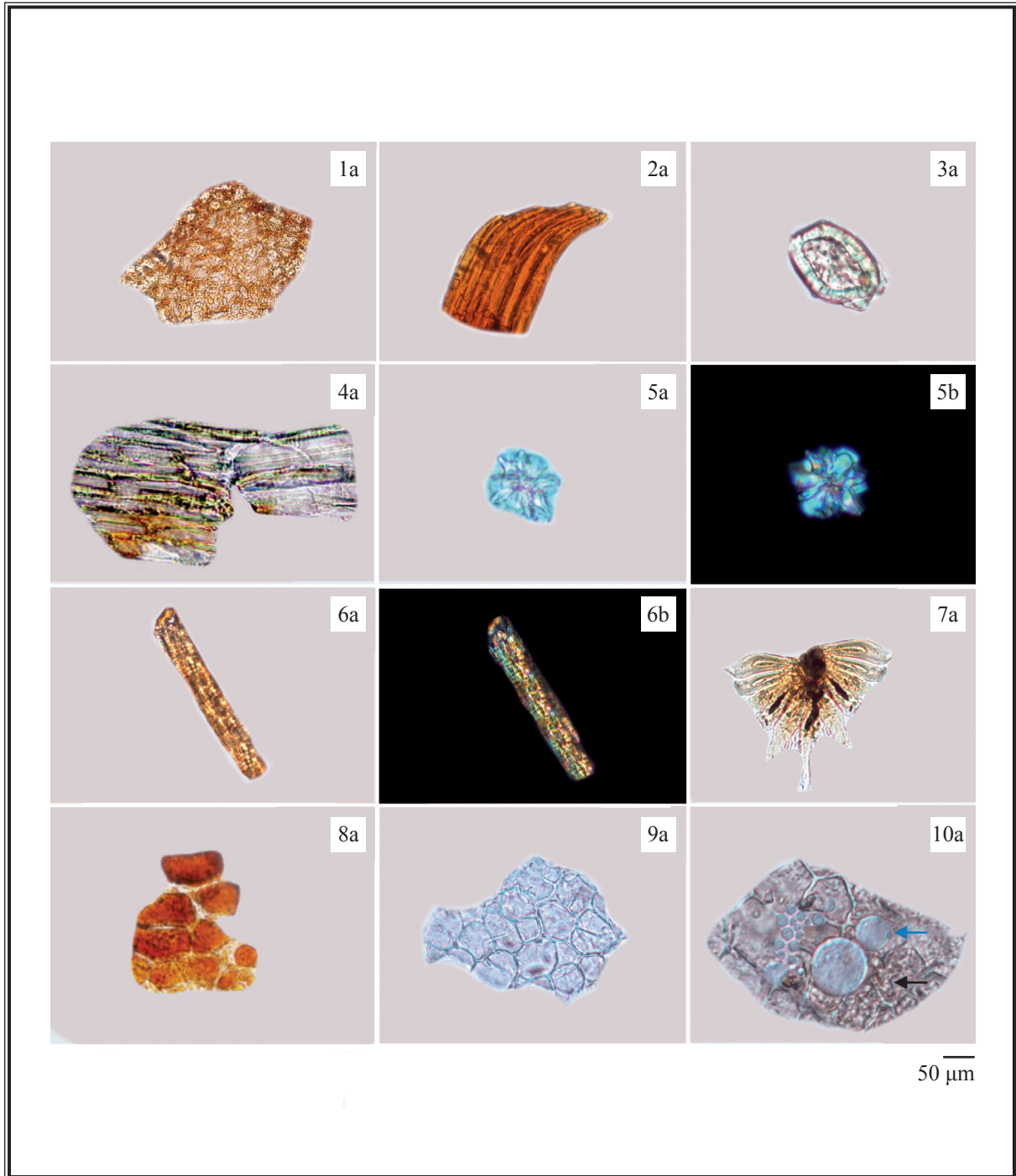


圖 3 巴豆(生)粉末顯微特徵圖

1. 中果皮細胞
2. 外果皮細胞
3. 石細胞
4. 內果皮細胞
5. 草酸鈣簇晶
6. 纖維
7. 多細胞星狀毛
8. 種皮細胞
9. 內胚乳細胞
10. 內胚乳細胞含糊粉粒(→)與油滴(→)

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

巴豆昔對照品溶液

取巴豆昔對照品 (圖 4) 1.2 mg，溶解於 1 mL 30% 甲醇中。

展開劑

製備 25% (v/v) 氨溶液 - 水 - 甲醇 - 正丁醇 (0.5: 1: 4: 4, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

碘。

供試品溶液

除去種皮，取淨仁後粉碎。取本品種仁粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 30% 甲醇 10 mL，超聲 (200 W) 處理 15 分鐘，離心 10 分鐘 (約 $4000 \times g$)，用 0.45- μm 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取巴豆昔對照品溶液 3 μL 和供試品溶液 6 μL ，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 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 6 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。在碘蒸氣中燻約 5-10 分鐘。置紫外光 (254 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

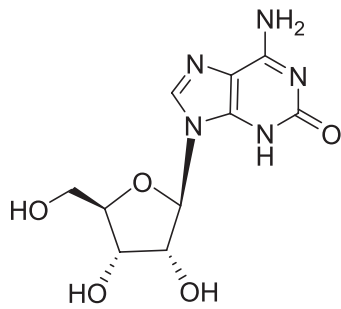


圖 4 巴豆昔化學結構式

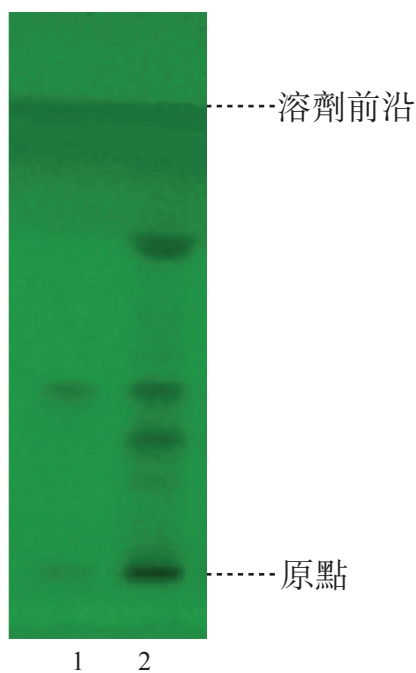


圖 5 巴豆(生)種仁提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 巴豆昔對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與巴豆昔色澤相同、 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

巴豆昔對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取巴豆昔對照品 5.0 mg，溶解於 100 mL 水中。

供試品溶液

除去種皮，取淨仁後粉碎。取本品種仁粉末 0.3 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加水 25 mL。加熱回流 1 小時，冷卻至室溫，取提取液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併提取液，加水至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 215 nm；4.6 × 250 mm 附二異丙基側鏈烷基鍵合硅膠(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)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 15	100 → 95	0 → 5	綫性梯度
15 – 30	95 → 65	5 → 35	綫性梯度

系統適用性要求

吸取巴豆苷對照品溶液 Std-FP 10 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：巴豆苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；巴豆苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按巴豆苷峰計算應不低於 20000。

供試品測試中 1 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取巴豆苷對照品溶液 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 色譜圖中巴豆苷峰的保留時間，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 色譜圖中巴豆苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中巴豆苷峰。二色譜圖中巴豆苷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。

巴豆(生)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 巴豆(生)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 (指標成份峰, 巴豆苷)	1.00	-
2 (木蘭花鹼)	2.77	± 0.05
3	2.92	± 0.05

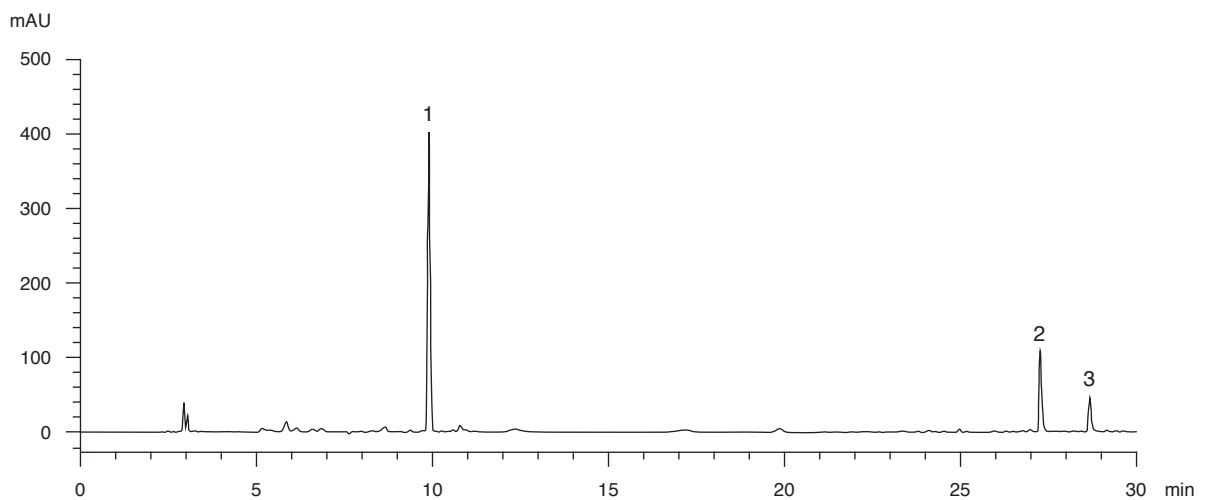


圖 6 巴豆(生)種仁提取液對照指紋圖譜

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(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 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 11.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 8.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 8.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

巴豆苷對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取巴豆苷對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 水中。

巴豆苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取巴豆苷對照品儲備液適量，以水稀釋製成含巴豆苷分別為 20、40、50、60、80 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

除去種皮，取淨仁後粉碎。精密稱取本品種仁粉末 0.3 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加水 25 mL。加熱回流 1 小時，冷卻至室溫，取提取液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併提取液，加水至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 215 nm；4.6 × 250 mm 附二異丙基側鏈烷基鍵合硅膠 (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)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 15	100 → 95	0 → 5	綫性梯度
15 – 30	95 → 65	5 → 35	綫性梯度

系統適用性要求

將巴豆苷對照品溶液 *Std-AS* (50 mg/L) 10 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：巴豆苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；巴豆苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按巴豆苷峰計算應不低於 20000。

供試品測試中巴豆苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 7)。

標準曲綫

將巴豆昔系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以巴豆昔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。與巴豆昔對照品溶液 Std-AS 色譜圖中巴豆昔峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中巴豆昔峰(圖 7)。二色譜圖中巴豆昔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巴豆昔的濃度(mg/L)，並計算樣品中巴豆昔的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含巴豆昔($\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{O}_5$)不少於 0.81%。

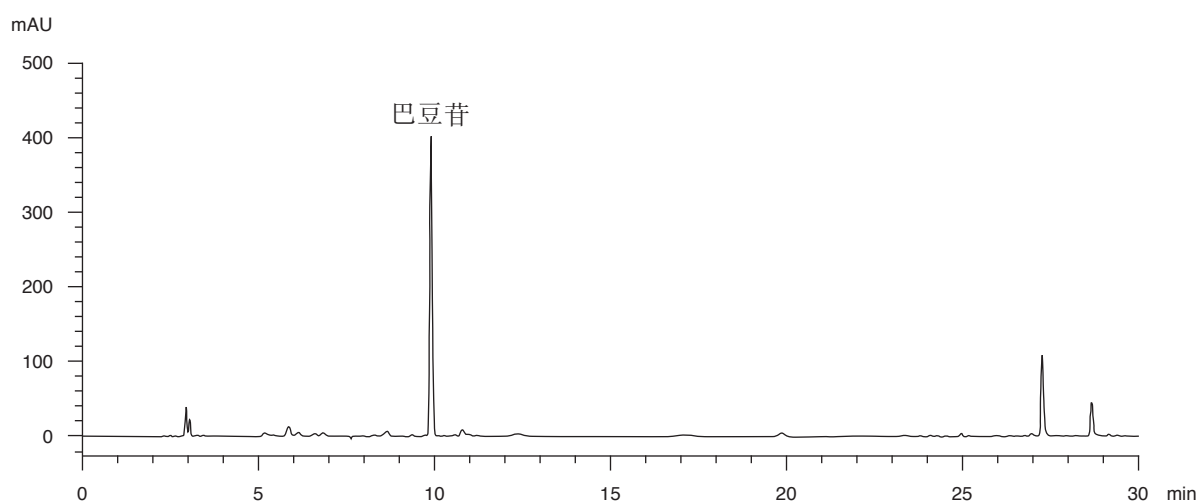


圖 7 巴豆(生)種仁提取液對照含量測定色譜圖

8. 警告

此為烈性 / 毒性藥材，應按照由註冊中醫開出的處方使用。

