王不留行

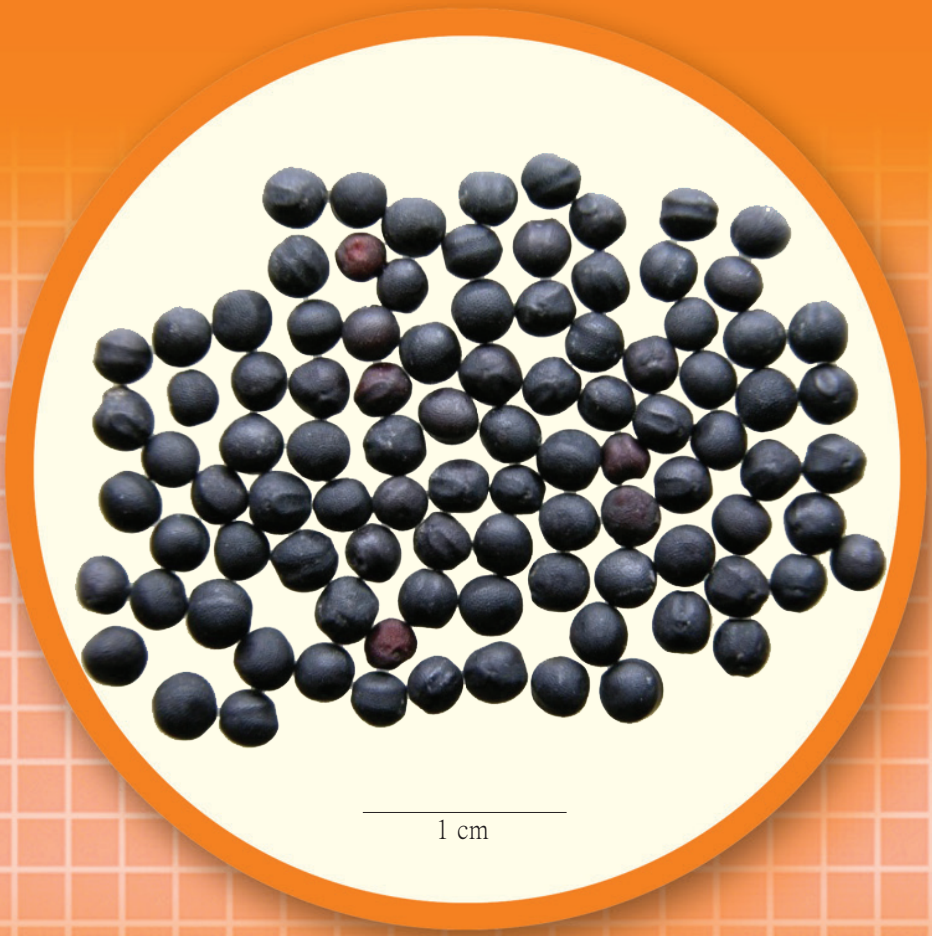


圖1 王不留行外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Semen Vaccariae

中文名：王不留行

漢語拼音名：Wangbuliuxing

2. 來源

本品為石竹科植物麥藍菜 *Vaccaria segetalis*（Neck.）Garcke 的乾燥成熟種子。夏季果實成熟、果皮尚未開裂時採割植株，曬乾，打下種子，再曬乾，除去雜質。

3. 性狀

本品呈球形，直徑1.4-2.4 mm。表面黑色或棕黑色，略有光澤。10倍放大鏡下可見細密顆粒狀突起平均分佈在種皮表面，有1淺色圓點狀凹陷種臍和一側有 帶狀凹陷淺溝。質堅硬，剖開可見胚乳白色，胚彎曲成環，子葉二枚。氣微，味微澀、苦（圖1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別（*附錄III*）

橫切面

種皮表皮細胞1 列，紅棕色，外壁明顯增厚為乳凸狀突起，隱約可見層紋。內種皮皺縮，黃棕色。胚乳為薄壁細胞，胞腔內含糊粉粒。子葉及胚根由薄壁細胞組成（圖2）。

粉末

灰棕色。種皮表皮細胞紅棕色或黃棕色，星狀，直徑48-135 μm，外壁層紋增厚。內種皮細胞淡黃棕色，類方形、長方形至多角形，垂周壁呈緊密的念珠狀增厚，表面可見緻密條狀紋理。胚乳細胞多角形、類方形至類長方形，胞腔內充滿糊粉粒。子葉細胞含有脂肪油滴（圖3）。

4.2 薄層色譜鑒別 *[附錄IV(A)]*

對照品溶液

王不留行環肽A 對照品溶液

取王不留行環肽A 對照品（圖4）1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

展開劑

製備二氯甲烷- 甲醇（10:1, 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10.0 g，置50-mL錐形瓶中，加二氯甲烷-甲醇（4:1, v/v）混合溶液30 mL，超聲（240W）處理30分鐘，濾過，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1 mL 甲醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法[附錄 IV(A)] 進行。分別吸取王不留行環肽 A 對照品溶液和供試品溶液各 6 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，預先飽和約15 分鐘，再將展開劑小心傾入置薄層板的槽中，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℃ 加熱約1 分鐘。置紫外光（366 nm）下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與王不留行環肽 A 色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

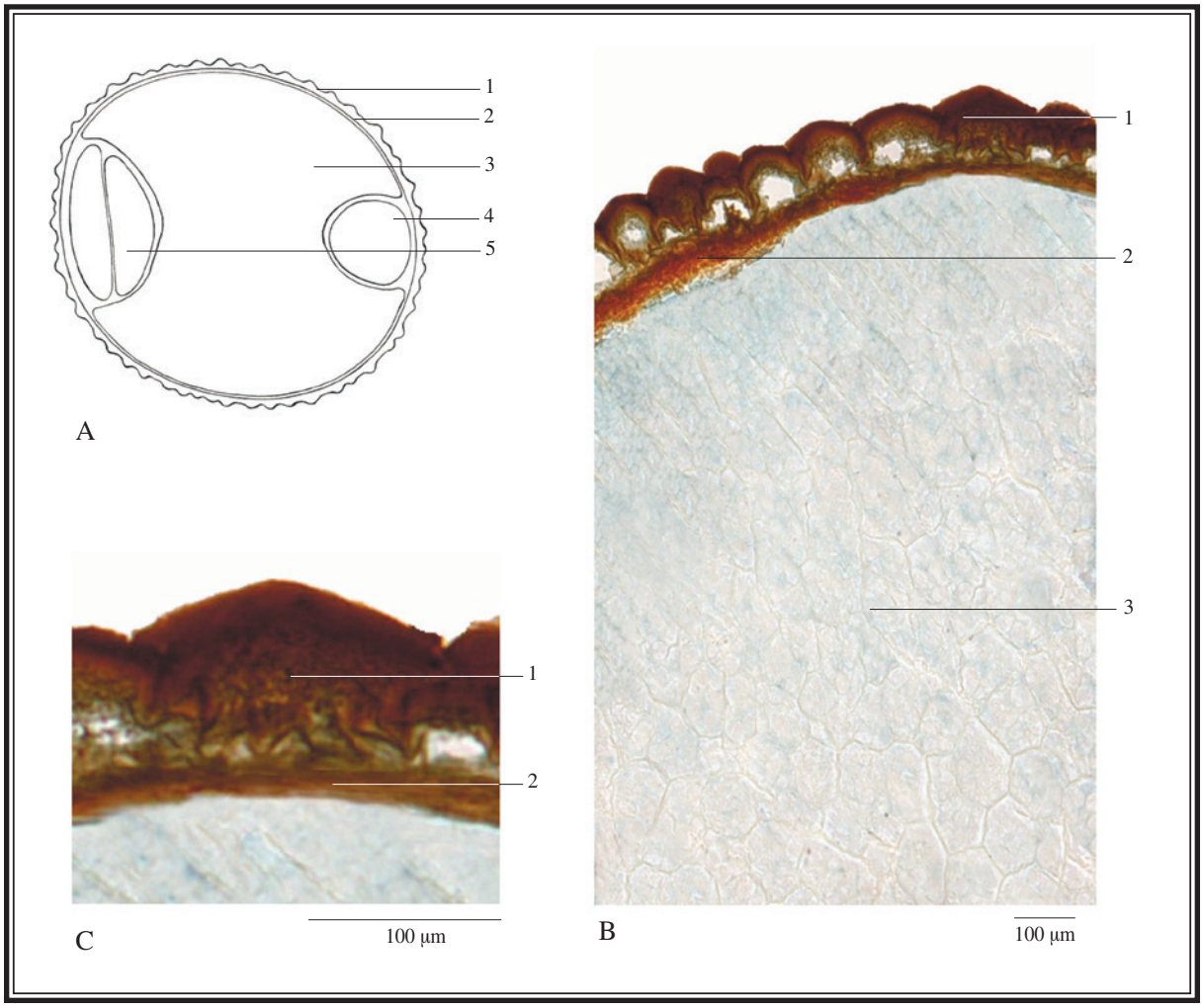


圖 2　王不留行橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 橫切面圖　C. 種皮表皮細胞

1. 種皮表皮　2. 種皮內表皮　3. 胚乳　4. 胚根　5. 子葉

註：胚根和胚芽由薄壁細胞組成，沒有明顯鑒別特徵。由於它們分別位於種子的兩側，因此沒有顯示細節。

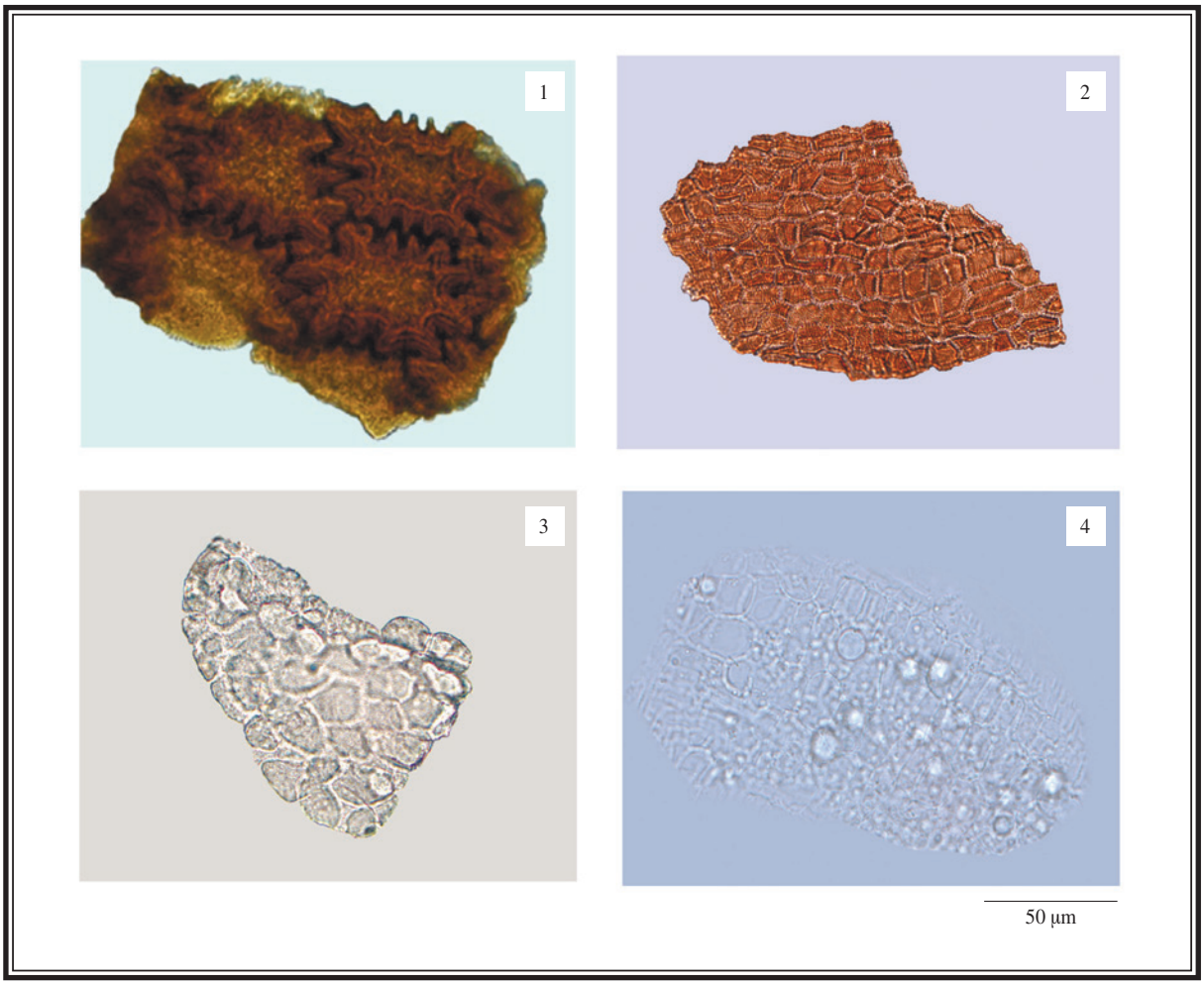


圖 3　王不留行粉末顯微特徵圖 (光學顯微鏡下)

1. 種皮表皮細胞　2. 內種皮細胞　3. 胚乳細胞　4. 子葉細胞

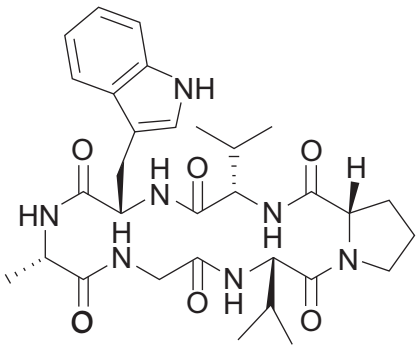


圖 4　王不留行環肽 A 化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法（*附錄XII*）

對照品溶液

王不留行環肽A 對照品溶液Std-FP (100 mg/L)

取王不留行環肽 A 對照品 1.0 mg，溶解於10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲（240 W）處理30分鐘，離心5分鐘（約5000×*g*），用0.45-μm 微孔濾膜（PTFE）濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長219 nm；4.6×250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；柱溫為35℃；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)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 20	90→85	10→15	綫性梯度
20 – 40	85→70	15→30	綫性梯度
40 – 60	70→30	30→70	綫性梯度

系統適用性要求

吸取王不留行環肽A對照品溶液Std-FP 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：王不留行環肽A的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；王不留行環肽A峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按王不留行環肽A峰計算應不低於150000。

供試品測試中6號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5（圖5）。

操作程序

分別吸取王不留行環肽A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色譜圖中王不留行環肽A峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中6個特徵峰（圖5）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色譜圖中王不留行環肽A峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中王不留行環肽A峰。二色譜圖中王不留行環肽A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。

王不留行提取液6個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2　王不留行提取液6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 刺桐鹼	0.24	±0.03
2	0.44	±0.03
3	0.59	±0.03
4	0.71	±0.03
5	0.92	±0.03
6（指標成份峰， 王不留行環肽A）	1.00	-

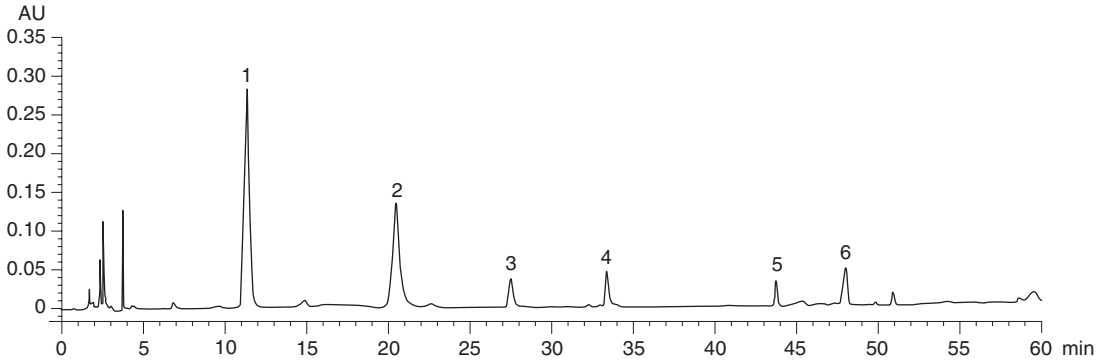


圖 5　王不留行提取液對照指紋圖譜

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6個特徵峰（圖5）。

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 XV*）：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4.0%。
酸不溶性灰分：不多於1.0%。

5.7 **水分**（*附錄X*）：不多於15 .0%。

6. 浸出物（*附錄XI*）

水溶性浸出物（冷浸法）：不少於9.0%。
醇溶性浸出物（熱浸法）：不少於6.0%。

7. 含量測定

照附錄IV（B）進行。

對照品溶液

王不留行環肽A對照品儲備液Std-Stock (200 mg/L)
精密稱取王不留行環肽A對照品2.0 mg，溶解於10 mL甲醇中。
王不留行環肽A對照品溶液Std-AS
精密吸取王不留行環肽A對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含王不留行環肽A分別為8、20、60、100、160 mg/L系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末0.5 g，置50-mL離心管中，加甲醇40 mL，超聲（240 W）處理30分鐘，離心5分鐘（約5000×*g*）。取上清液轉移於200-mL圓底燒瓶中，重複提取2次，合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於2-mL量瓶中，加甲醇至刻度，用0.45-μm微孔濾膜（PTFE）濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長219 nm；4.6×250 mm十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；柱溫為35℃；流速約1.0 mL/min。流動相為甲醇-水（50:50, v/v）的混合溶液；流程約30分鐘。

系統適用性要求

將王不留行環肽A對照品溶液Std-AS（60 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：王不留行環肽A的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；王不留行環肽A峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按王不留行環肽A峰計算應不低於1500。

供試品測試中王不留行環肽A峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5。

標準曲綫

將王不留行環肽A系列對照品溶液Std-AS各20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以王不留行環肽A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。

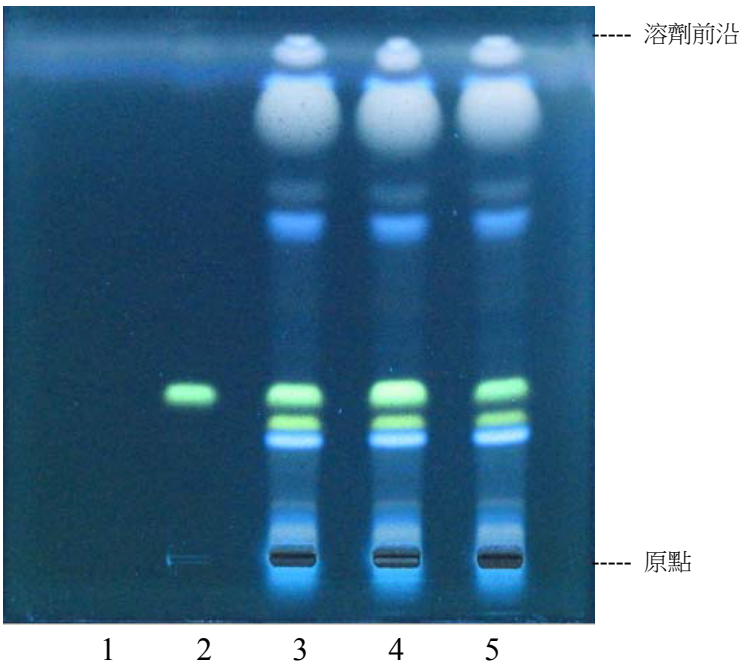
操作程序

將供試品溶液20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與王不留行環肽A對照品溶液Std-AS色譜圖中王不留行環肽A峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中王不留行環肽A峰。二色譜圖中王不留行環肽A相應峰的保留時間相差應不大於2.0%。測定峰面積，按附錄IV（B）公式計算供試品溶液中王不留行環肽A的濃度（mg/L），並計算樣品中王不留行環肽A的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含王不留行環肽A（$C_{31}H_{43}N_7O_6$）不少於0.028%。

Semen Vaccariae (王不留行)



編號	樣品	結果
1	空白對照 (甲醇)	陰性
2	對照品 (王不留行環肽 A)	王不留行環肽 A 陽性
3	樣品 (王不留行)	王不留行環肽 A 陽性
4	加標樣品 (樣品加王不留行環肽 A)	王不留行環肽 A 陽性
5	平行樣品 (王不留行)	王不留行環肽 A 陽性

圖 1　王不留行提取液的薄層色譜圖 (顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)