

車前子

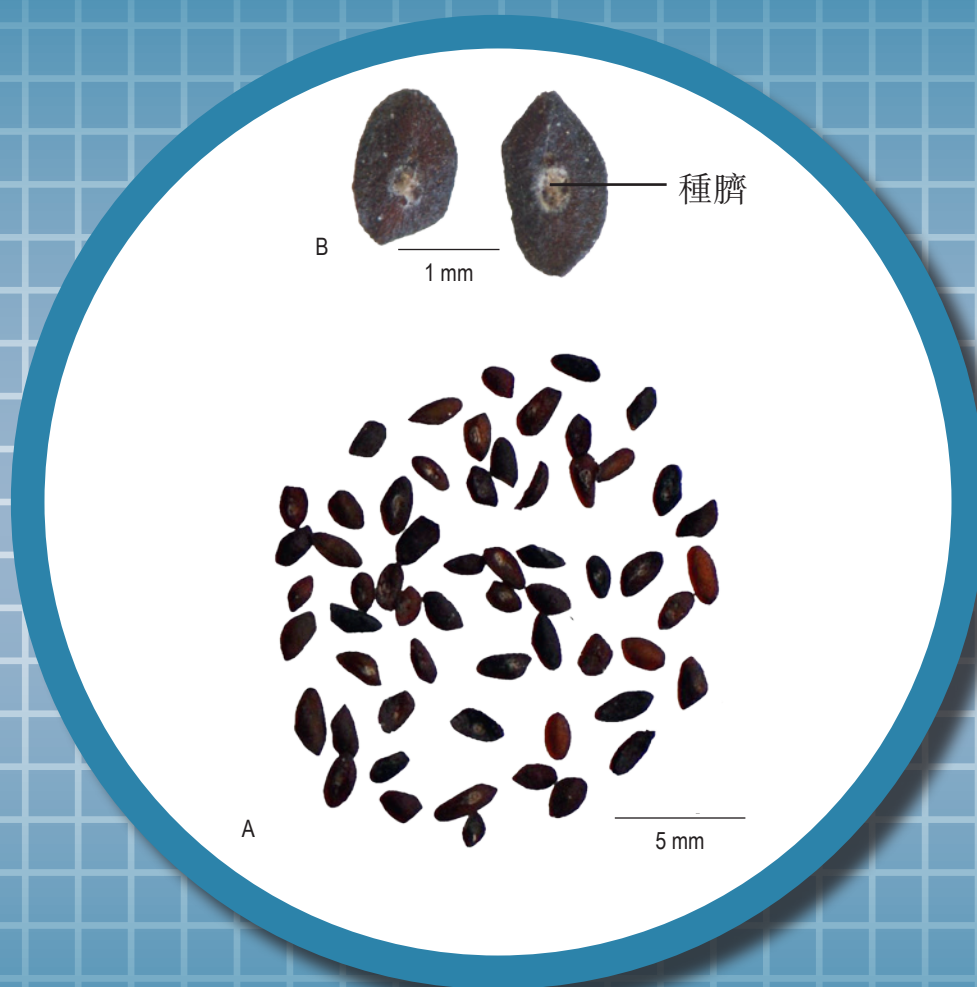


圖 1 車前子外觀圖

A. 車前子 B. 種子放大圖

1. 名稱

藥材正名：Plantaginis Semen

中文名：車前子

漢語拼音名：Cheqianzi

2. 來源

本品為車前科植物車前 *Plantago asiatica* L. 的乾燥種子。夏、秋二季種子成熟時採集果穗，曬乾，搓出種子，除去雜質，再曬乾。

3. 性狀

本品呈橢圓形、不規則長圓形或三角狀長圓形，略扁，長約 2 mm，寬約 1 mm。表面黃棕色至黑棕色，一側有灰白色凹點狀種臍。質硬。以水潤濕表面較黏滑。氣微，味淡(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

種皮由 2 層細胞組成；外層為黏液層，外壁薄，容易被破壞；內層為色素層，含棕黃色色素，類方形或類長方形，壁略彎曲。胚乳細胞多角形，類方形或類長方形，胞腔內充滿糊粉粒。子葉細胞類圓形或類方形，排列整齊，含小糊粉粒和油滴(圖 2)。

粉末

深黃棕色。種皮內表皮細胞黃棕色，類長方形，長 28-85 μm，寬 7-29 mm，壁薄，略彎曲。種皮外表皮細胞類方形或略切向延長，壁薄。胚乳細胞多角形，壁增厚，胞腔充滿糊粉粒。子葉細胞類圓形或類方形，排列整齊，由薄壁細胞組成，充滿小糊粉粒和油滴(圖 3)。

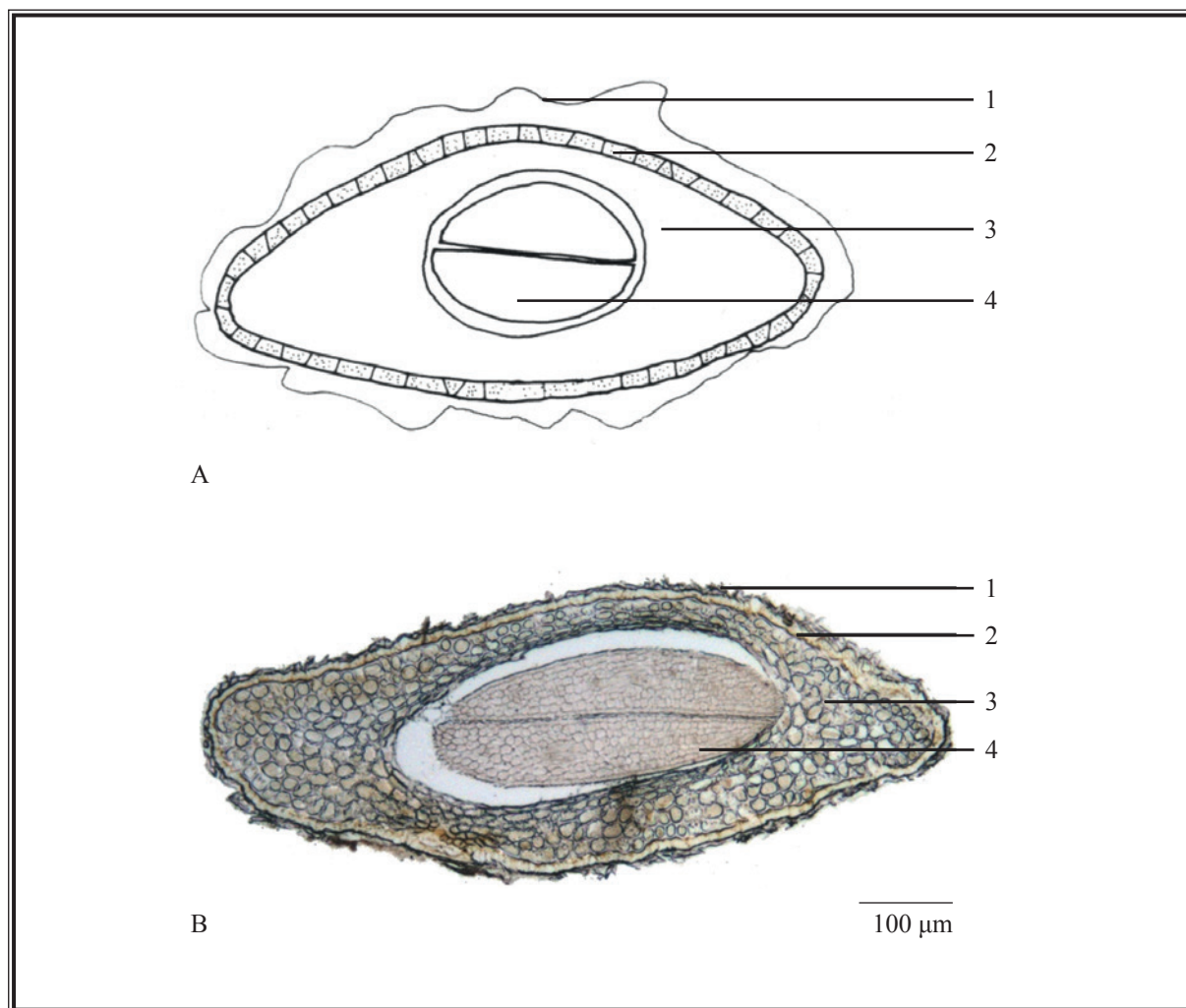


圖 2 車前子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖

1. 黏液層(種皮外表皮) 2. 色素層(種皮內表皮) 3. 胚乳細胞 4. 子葉細胞

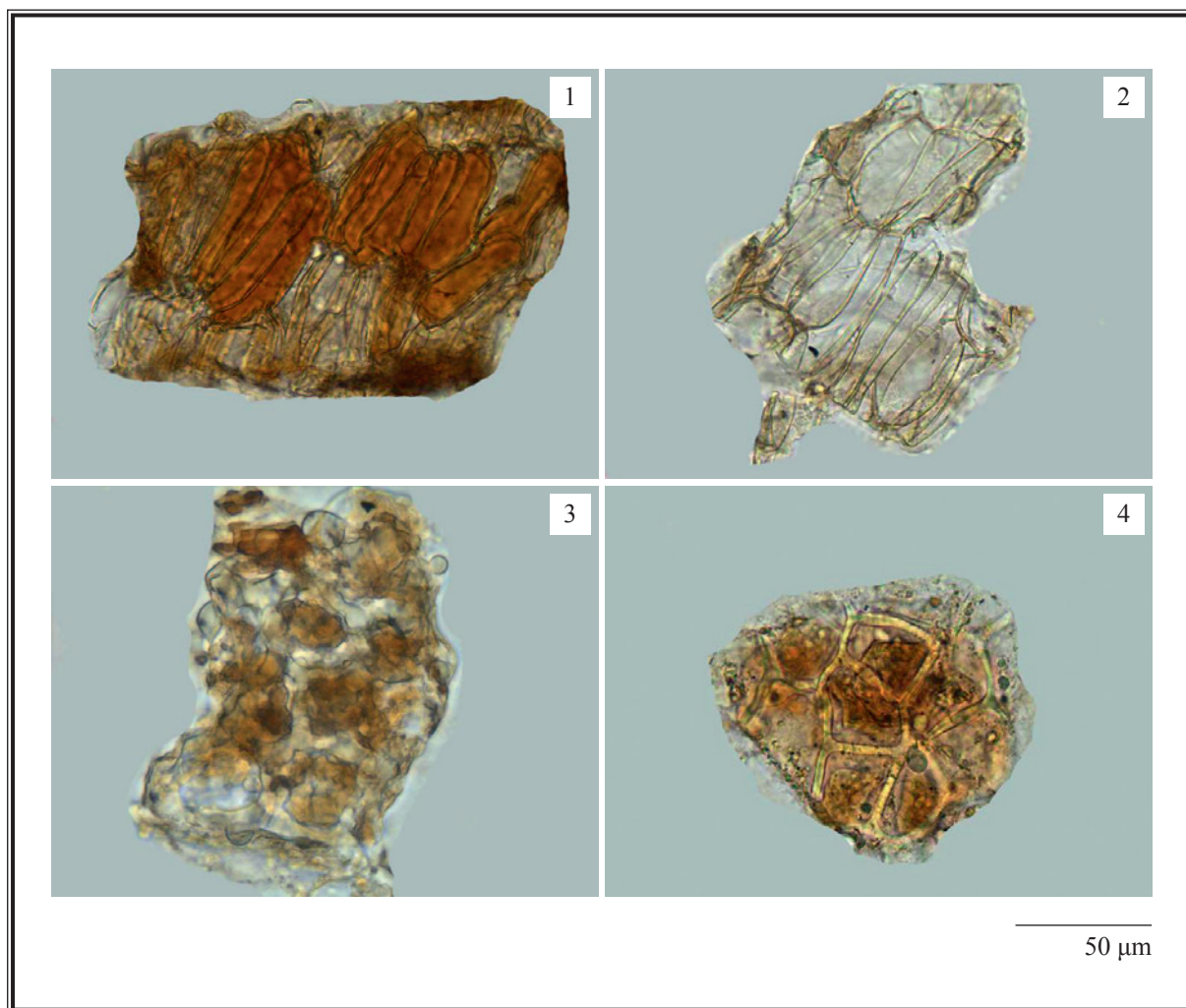


圖 3 車前子粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

1. 種皮內表皮細胞 2. 種皮外表皮細胞 3. 胚乳細胞 4. 子葉細胞

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

毛蕊花糖苷對照品溶液

取毛蕊花糖苷對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

京尼平苷酸對照品溶液

取京尼平苷酸對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－水－甲酸－冰醋酸 (8:2:1:1, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 5 mL，緩緩加至 95 mL 乙醇中，溶解香草醛 1.0 g。臨用製備。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 10 mL 甲醇，超聲 (200 W) 處理 15 分鐘，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取京尼平苷酸、毛蕊花糖苷對照品溶液各 3 μ L 和供試品溶液 4 μ L，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 8.5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 4 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與毛蕊花糖苷和京尼平苷酸色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

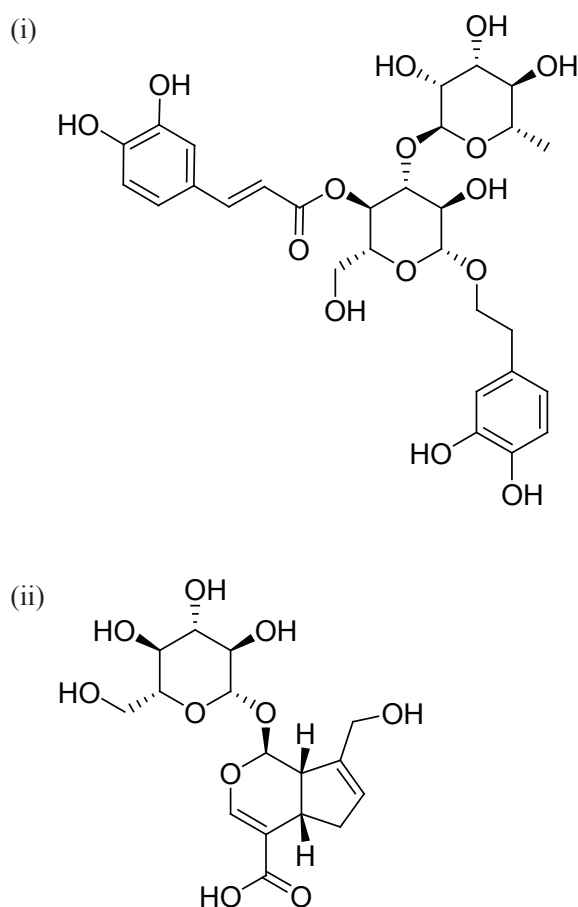


圖 4 化學結構式 (i) 毛蕊花糖苷 (ii) 京尼平苷酸

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

毛蕊花糖苷對照品溶液 *Std-FP* (680 mg/L)

取毛蕊花糖苷對照品 6.8 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

京尼平苷酸對照品溶液 *Std-FP* (420 mg/L)

取京尼平苷酸對照品 4.2 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加甲醇 10 mL，加熱回流 30 分鐘，冷卻至室溫。離心 10 分鐘 (約 $3000 \times g$)，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 265 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；進柱管內徑約 0.5 mm；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)	0.5% 醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 20	95 → 82	5 → 18	綫性梯度
20 – 30	82	18	等度
30 – 60	82 → 52	18 → 48	綫性梯度

系統適用性要求

吸取毛蕊花糖苷對照品溶液 Std-FP 和京尼平苷酸對照品溶液 Std-FP 各 10 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：毛蕊花糖苷和京尼平苷酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；毛蕊花糖苷峰和京尼平苷酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按毛蕊花糖苷峰和京尼平苷酸峰計算分別應不低於 20000 和 10000。

供試品測試中 1 號峰和 2 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取毛蕊花糖苷、京尼平苷酸對照品溶液 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 色譜圖中毛蕊花糖苷峰和京尼平苷酸峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中毛蕊花糖苷峰和京尼平苷酸峰。二色譜圖中毛蕊花糖苷峰和京尼平苷酸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。

車前子提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 車前子提取液 4 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 (京尼平苷酸)	0.32	± 0.03
2 (指標成份峰，毛蕊花糖苷)	1.00	-
3	1.17	± 0.03
4	1.23	± 0.05

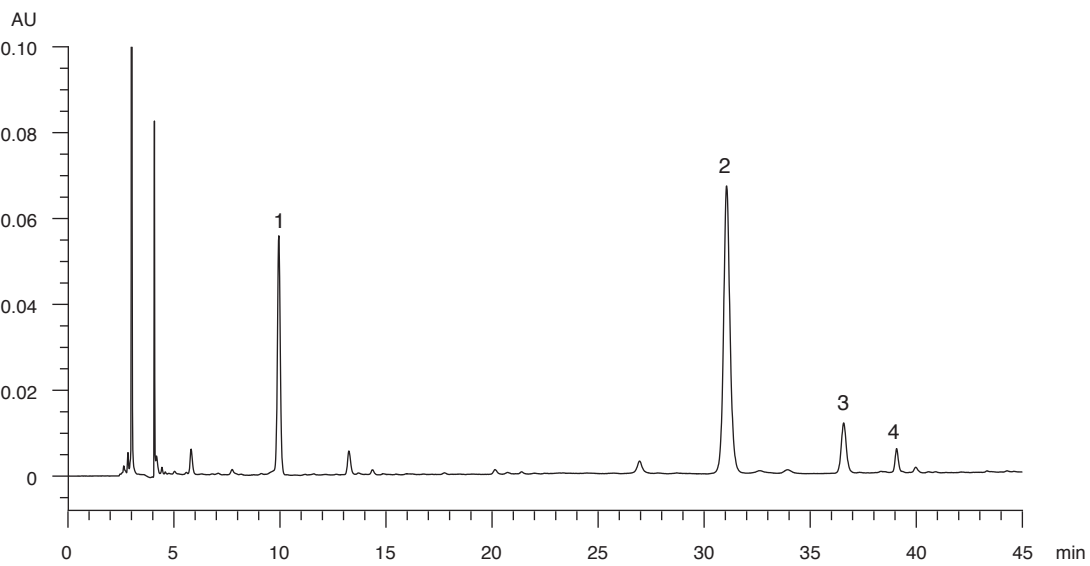


圖 5 車前子提取液對照指紋圖譜

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 4 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 XVII)：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 10.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 10.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 11.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

毛蕊花糖苷和京尼平苷酸混合對照品儲備液 *Std-Stock* (各 500 mg/L)

精密稱取毛蕊花糖苷對照品和京尼平苷酸對照品各 1.0 mg，溶解於 2 mL 60% 甲醇中。

毛蕊花糖苷和京尼平苷酸混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取毛蕊花糖苷和京尼平苷酸混合對照品儲備液適量，以 60% 甲醇稀釋製成含毛蕊花糖苷和京尼平苷酸分別為 10、20、40、60、100 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 0.2 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加 60% 甲醇 30 mL，加熱回流 30 分鐘，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中，殘渣用 60% 甲醇洗滌 3 次，每次 5 mL。合併提取液，加 60% 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：二極管陣列檢測器，檢測波長毛蕊花糖苷 330 nm 和京尼平苷酸 250 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (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)	0.5% 醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 50	95 → 52	5 → 48	綫性梯度

系統適用性要求

將毛蕊花糖苷和京尼平苷酸混合對照品溶液 Std-AS (各 40 mg/L) 10 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：毛蕊花糖苷和京尼平苷酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；毛蕊花糖苷峰和京尼平苷酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按毛蕊花糖苷峰和京尼平苷酸峰計算分別應不低於 100000 和 25000。

供試品測試中毛蕊花糖苷峰和京尼平苷酸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

將毛蕊花糖苷和京尼平苷酸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。分別以毛蕊花糖苷和京尼平苷酸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。

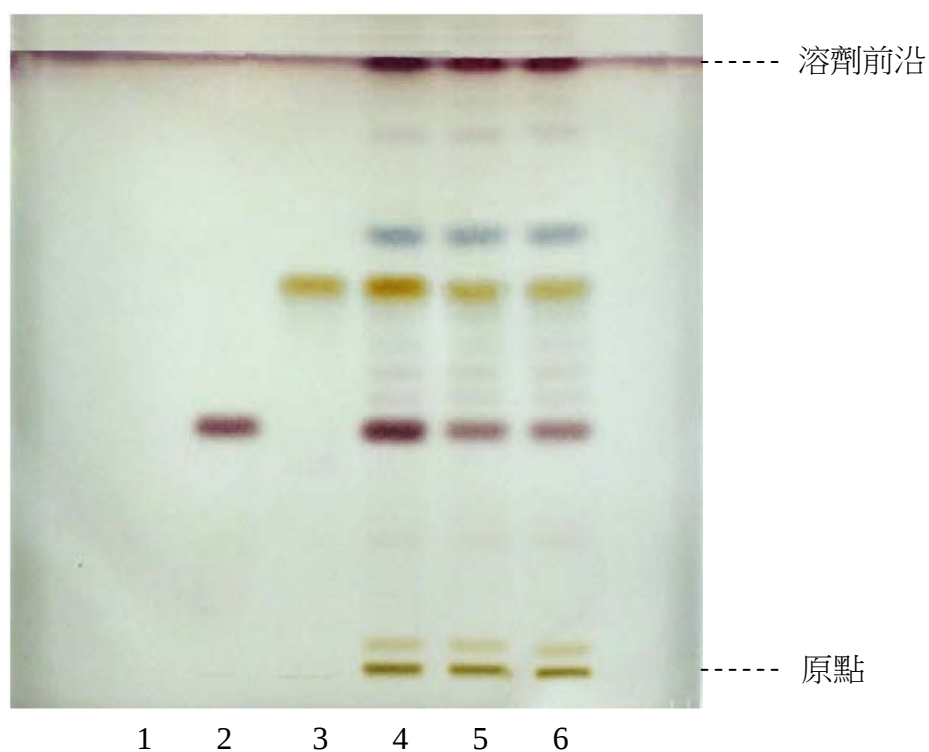
操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與毛蕊花糖苷和京尼平苷酸混合對照品溶液 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毛蕊花糖苷峰和京尼平苷酸峰。二色譜圖中毛蕊花糖苷和京尼平苷酸相應峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式分別計算供試品溶液中毛蕊花糖苷和京尼平苷酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中毛蕊花糖苷和京尼平苷酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含毛蕊花糖苷 (C₂₉H₃₆O₁₅) 和京尼平苷酸 (C₁₆H₂₂O₁₀) 分別均不少於 0.63%。

Plantaginis Semen (車前子)



編號	樣品	結果
1	空白對照 (甲醇)	陰性
2	對照品 (京尼平苷酸)	京尼平苷酸 陽性
3	對照品 (毛蕊花糖苷)	毛蕊花糖苷 陽性
4	加標樣品 (樣品加京尼平苷酸和毛蕊花糖苷)	京尼平苷酸和毛蕊花糖苷 陽性
5	樣品 (車前子)	京尼平苷酸和毛蕊花糖苷 陽性
6	平行樣品 (車前子)	京尼平苷酸和毛蕊花糖苷 陽性

圖 1 車前子提取液的薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)