

蒼耳子

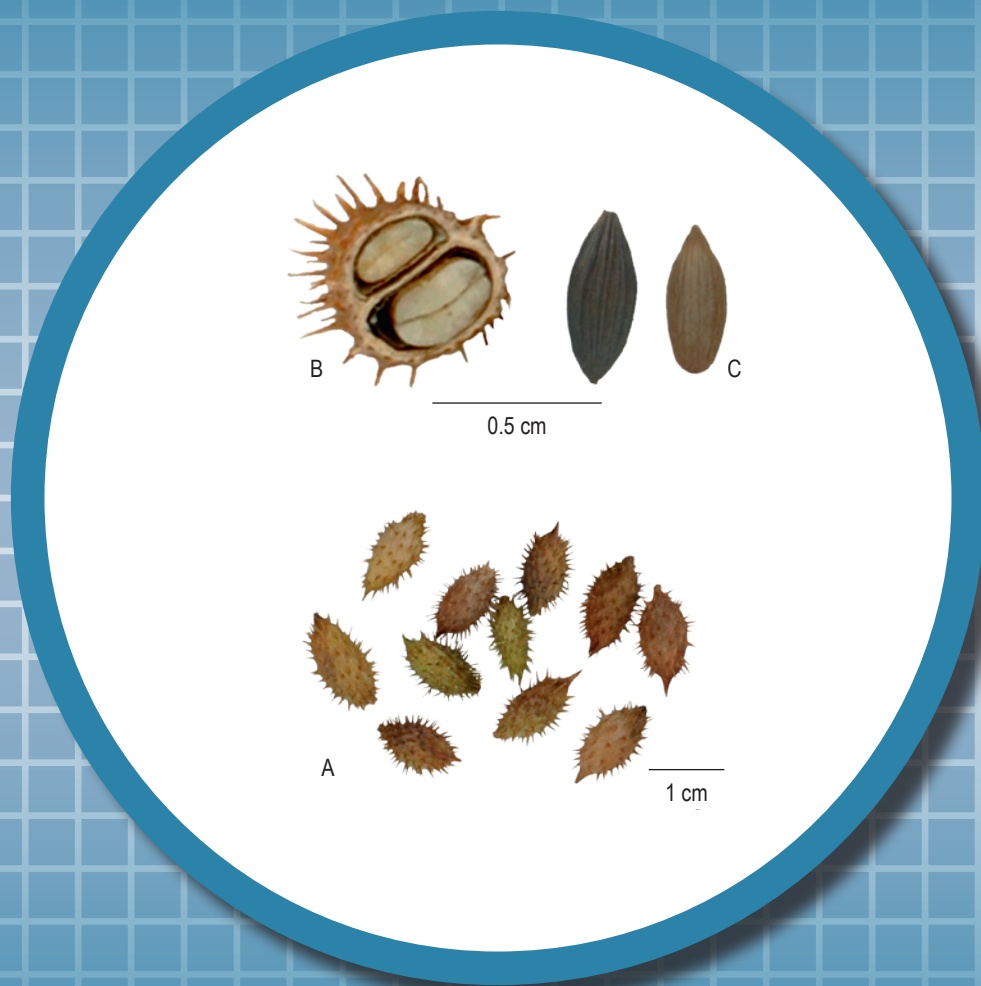


圖 1 蒼耳子外觀圖

A. 蒼耳子 B. 橫切面 C. 瘦果(左)和種子(右)

1. 名稱

藥材正名：Xanthii Fructus

中文名：蒼耳子

漢語拼音名：Cang' erzi

2. 來源

本品為菊科植物蒼耳 *Xanthium sibiricum* Patr. 的乾燥成熟帶總苞的果實。秋季果實成熟時採割植株，曬乾，收集帶總苞的果實，除去雜質。

3. 性狀

本品呈紡錘形至卵形，長 0.6-1.8 cm，直徑 3-9 mm。表面綠黃色至棕黃色，全體有鉤刺，頂端 2 枚刺較粗，基部有果柄痕。質堅而韌。橫切面中央有縱隔膜明顯分隔成 2 室，各有 1 枚瘦果。瘦果橢圓形至略呈梭形，一面較平坦，果皮薄且易碎，灰黑色，具縱紋。種子呈橢圓形，與種皮連接點具喙。種皮膜質，黃灰色，子葉 2，有油性。氣微，味微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

總苞表皮細胞類長方形或類圓形。表皮內為薄壁組織，由數列細胞組成。外層的總苞纖維縱向排列，內層的總苞纖維橫向排列，纖維間散有維管束。果皮表皮細胞 1 列。果皮表皮之下為色素層，黑褐色。數列種皮纖維緊密排列。種皮表皮由 1 列扁平的細胞組成，其下散有維管束。內種皮由 1 列扁平的細胞組成。子葉細胞內充滿糊粉粒(圖 2)。

粉末

灰綠色至淡黃棕色。果皮表皮細胞長方形，下層常附有色素及果皮纖維。種皮表皮細胞類長方形或類圓形，壁較厚。內種皮細胞多角形，具乳頭狀突起。總苞纖維常成束，縱橫交叉排列；單個纖維長梭形，直徑 5-25 μm ，壁較厚，可見紋孔，偏光顯微鏡下呈黃白色。果皮纖維多成束，單個纖維梭形，直徑 5-24 μm ，紋孔明顯，偏光顯微鏡下呈淺白色。子葉細胞類長方形、類圓形或多角形，內含糊粉粒及小油滴。木薄壁細胞類長方形，紋孔明顯。主要為螺紋導管及網紋導管，直徑 3-20 μm 。多細胞非腺毛偶見(圖 3)。

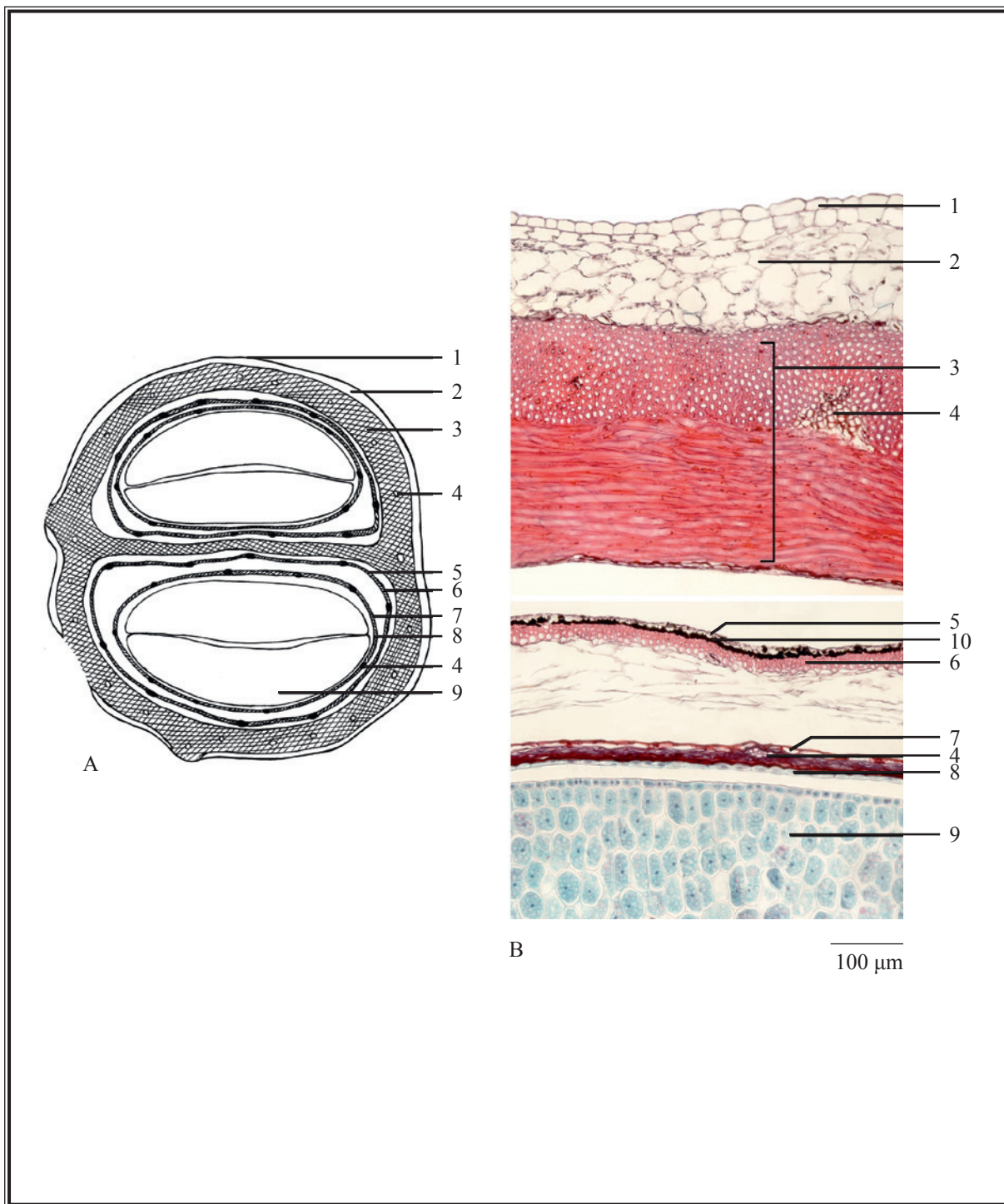


圖 2 蒼耳子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖

- 1. 總苞表皮 2. 總苞薄壁組織 3. 總苞纖維 4. 維管束 5. 果皮表皮
- 6. 果皮纖維 7. 種皮表皮 8. 內種皮 9. 子葉 10. 色素層

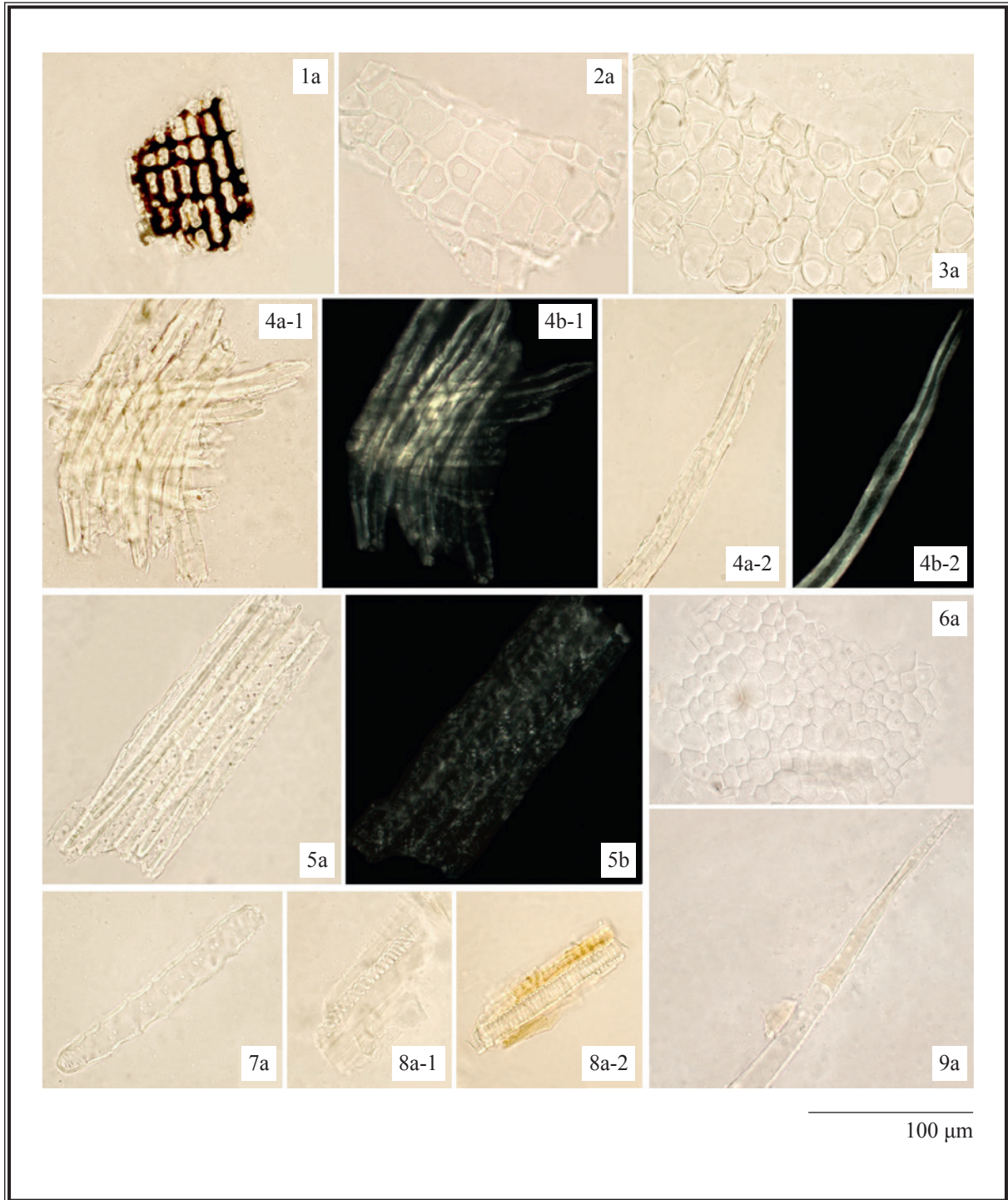


圖 3 蒼耳子粉末顯微特徵圖

1. 果皮表皮細胞 2. 種皮表皮細胞 3. 內種皮細胞 4. 總苞纖維 5. 果皮纖維
6. 子葉細胞 7. 木薄壁細胞 8. 導管(8-1 螺紋導管, 8-2 網紋導管) 9. 非腺毛

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

綠原酸對照品溶液

取綠原酸對照品(圖 4) 0.5 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

1,5-二咖啡酰奎寧酸對照品溶液

取 1,5-二咖啡酰奎寧酸對照品(圖 4) 0.5 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸正丁酯－水－甲酸(7:2.5:2.5, v/v)的混合溶液，取上層溶液，臨用製備。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 15-mL 離心管中，加 70% 甲醇 10 mL，超聲(140 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 2800 × g)。取上清液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 2 mL 70% 甲醇，用 0.45- μ m 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。分別吸取綠原酸、1,5-二咖啡酰奎寧酸對照品溶液和供試品溶液各 1 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 6 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與綠原酸和 1,5-二咖啡酰奎寧酸色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

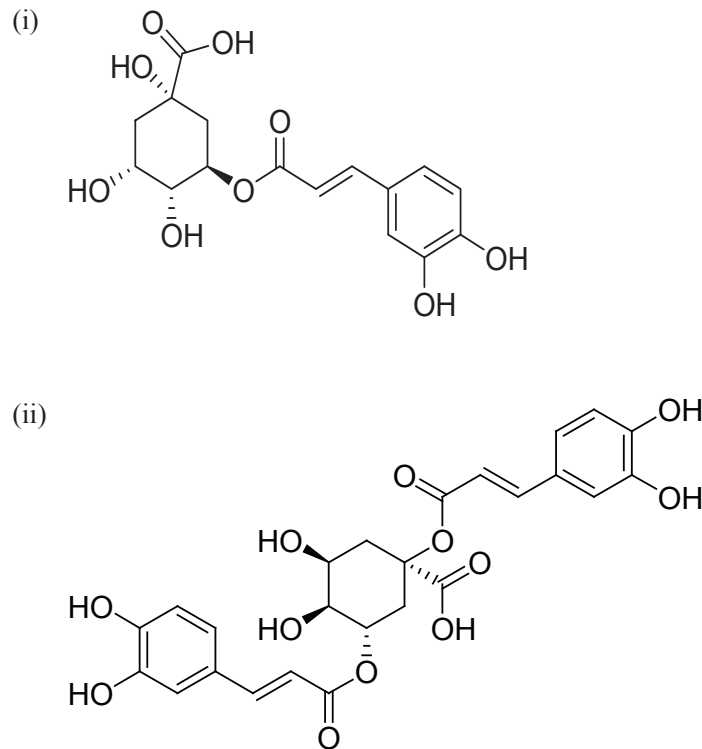


圖 4 化學結構式 (i) 綠原酸 (ii) 1,5-二咖啡酰奎寧酸

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

綠原酸對照品溶液 Std-FP (80 mg/L)

取綠原酸對照品 2.0 mg，溶解於 25 mL 60% 甲醇中。

1,5-二咖啡酰奎寧酸對照品溶液 Std-FP (20 mg/L)

取 1,5-二咖啡酰奎寧酸對照品 1.0 mg，溶解於 50 mL 60% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 60% 甲醇 10 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 1800 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 60% 甲醇洗滌，合併提取液，加 60% 甲醇至刻度，用 0.45- μ m 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 254 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 填充柱；柱溫 40°C；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)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 15	90 → 80	10 → 20	綫性梯度
15 – 30	80 → 60	20 → 40	綫性梯度
30 – 45	60	40	等度
45 – 60	60 → 20	40 → 80	綫性梯度

系統適用性要求

吸取綠原酸對照品溶液 Std-FP 和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸對照品溶液 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：綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；綠原酸峰和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸峰計算分別應不低於 70000 和 90000。

供試品測試中 2 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 5)。

操作程序

分別吸取綠原酸、1,5- 二咖啡酰奎寧酸對照品溶液 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 色譜圖中綠原酸峰和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 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綠原酸峰和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸峰。二色譜圖中綠原酸峰和 1,5- 二咖啡酰奎寧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。

蒼耳子提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 蒼耳子提取液 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	0.62	± 0.05
2 (指標成份峰, 綠原酸)	1.00	-
3	1.07	± 0.03
4	1.53	± 0.03
5 (1,5- 二咖啡酰奎寧酸)	1.58	± 0.03

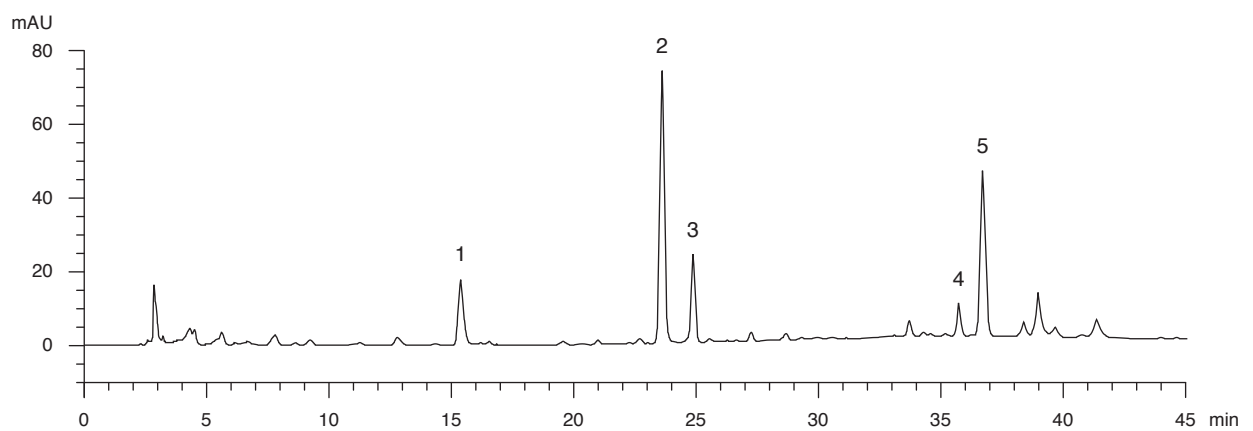


圖 5 蒼耳子提取液對照指紋圖譜

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 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(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 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 9.0%。

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 7.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸混合對照品儲備液 *Std-Stock* (綠原酸 240 mg/L 和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸 80 mg/L)

精密稱取綠原酸對照品 6.0 mg 和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸 2.0 mg，溶解於 25 mL 60% 甲醇中。

綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸混合對照品儲備液適量，以 60% 甲醇稀釋製成含綠原酸分別為 15、30、60、120、240 mg/L 和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸分別為 5、10、20、40、80 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 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 60% 甲醇 10 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 1800 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 60% 甲醇洗滌，合併提取液，加 60% 甲醇至刻度，用 0.45- μ m 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 327 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm) 填充柱；柱溫 40°C；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)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 15	90 → 80	10 → 20	綫性梯度
15 – 30	80 → 60	20 → 40	綫性梯度
30 – 45	60	40	等度
45 – 60	60 → 20	40 → 80	綫性梯度

系統適用性要求

將綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸混合對照品溶液 Std-AS (綠原酸 60 mg/L 和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸 20 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：綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；綠原酸峰和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸峰計算分別應不低於 70000 和 90000。

供試品測試中綠原酸峰和 1,5- 二咖啡酰奎寧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

將綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧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。分別以綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧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。與綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸混合對照品溶液 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綠原酸峰和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸峰。二色譜圖中綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧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綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中綠原酸和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含綠原酸 ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_9$) 和 1,5- 二咖啡酰奎寧酸 ($\text{C}_{25}\text{H}_{24}\text{O}_{12}$) 的總量不少於 0.43%。