

千金子(生)

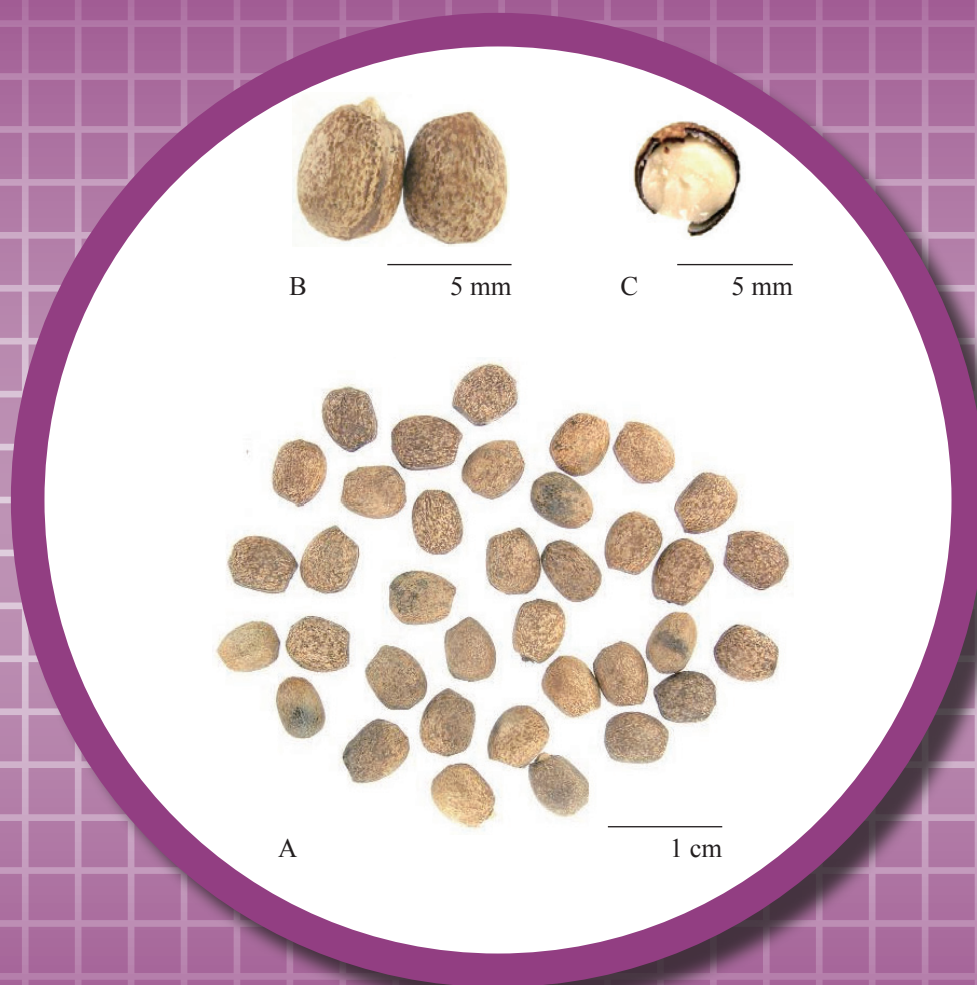


圖 1 千金子(生)外觀圖

A. 千金子(生) B. 種子放大圖
C. 種子橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Euphorbiae Semen (unprocessed)

中文名：千金子(生)

漢語拼音名：Qianjinzi (Sheng)

2. 來源

本品為大戟科植物續隨子 *Euphorbia lathyris* L. 未經炮製的乾燥成熟種子。夏、秋二季採收，除去雜質，乾燥。

3. 性狀

本品呈橢圓形或倒卵形，長 4.3-5.7 mm，直徑 3.3-4.7 mm。表面灰棕色，具不規則網狀皺紋，網孔凹陷處灰黑色，形成細斑點。一側有縱溝狀種脊，頂端為突起的合點，下端為線形種臍，基部有類白色突起的種阜或具脫落後的疤痕。種皮薄脆，種仁白色至黃白色，富油質。氣微（圖 1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別（附錄 III）

橫切面

外種皮表皮細胞波齒狀，外壁較厚，細胞內含棕色物質。下皮由 1-3 列薄壁細胞組成。內表皮為 1 列類方形柵狀細胞，其側壁內方及內壁明顯增厚。內種皮柵狀細胞 1 列，棕色，細長柱狀，壁厚，木化，有時可見壁孔。外胚乳為數列類方形薄壁細胞。內胚乳細胞類圓形。子葉細胞方形或長方形。內胚乳細胞與子葉細胞均含糊粉粒（圖 2）。

粉末

深棕色。內種皮細胞棕色或深棕色，側面觀細胞呈細長柱狀，排列緊密，稍彎曲，下段漸細，末端平整或鈍圓，長 72-281 μm ，寬 9-22 μm ，壁厚 3-9 μm ，孔溝細長而稀疏，胞腔較寬，內含紅棕色或深棕色物；細胞表面觀呈類圓形。內表皮細胞側面觀呈長方形或類方形，寬 9-20 μm ，排列成短柵狀，外側徑向壁薄而稍彎曲，向內及內壁增厚，壁厚 1-2 μm ；細胞表面觀呈多角形，排列緊密，壁稍厚，無細胞間隙。種皮表皮細胞橢圓形或半圓形，略呈乳頭狀或絨毛狀突起，外壁稍厚，胞腔常充滿黃棕色或紅棕色物，有的無色素。內胚乳細胞類圓形，直徑 36-63 μm ，壁薄，胞腔內含圓形或小顆粒狀糊粉粒，並且含有脂肪油滴。外胚乳細胞極少見，呈類多角形，壁稍厚。子葉細胞淡黃綠色，內含糊粉粒和脂肪油滴（圖 3）。

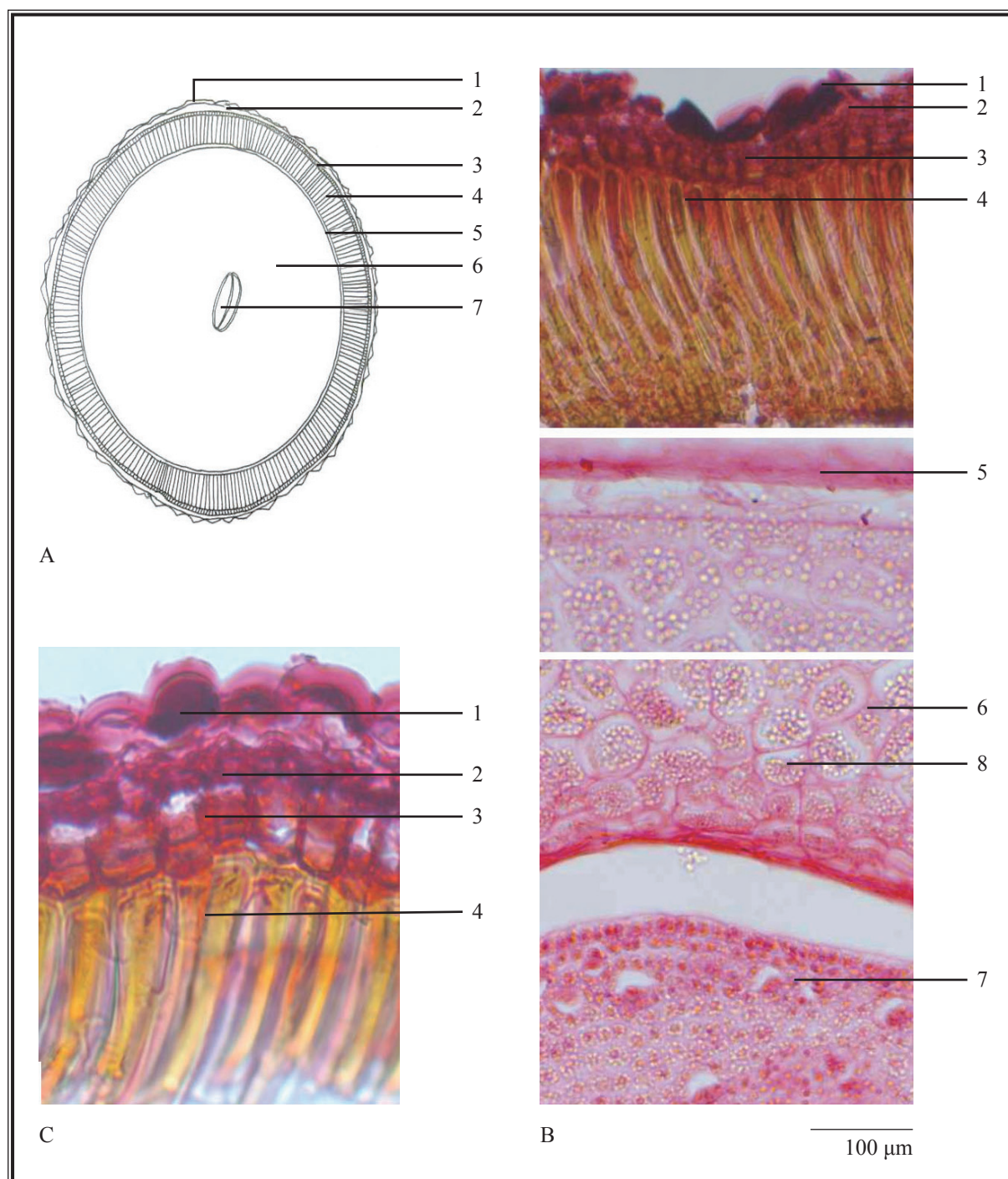


圖 2 千金子(生)橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 橫切面放大圖

1. 外種皮表皮 2. 下皮 3. 內表皮 4. 內種皮 5. 外胚乳
6. 內胚乳 7. 子葉 8. 糊粉粒

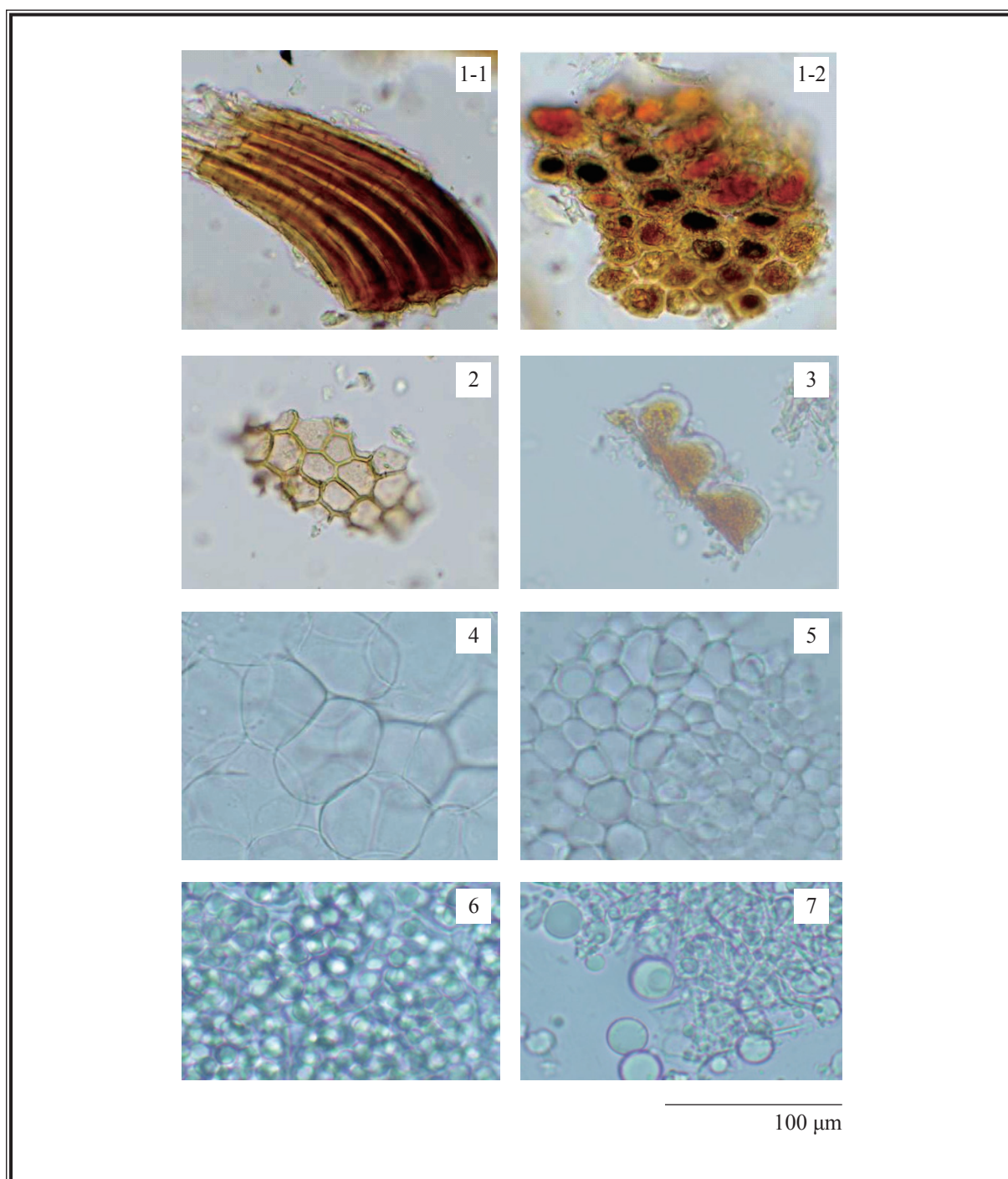


圖 3 千金子 (生) 粉末顯微特徵圖 (光學顯微鏡下)

1. 內種皮細胞 (1-1 側面觀, 1-2 表面觀) 2. 內表皮細胞 (表面觀)
3. 種皮表皮細胞 4. 內胚乳細胞 5. 子葉細胞 6. 糊粉粒 7. 脂肪油滴

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

千金子素 L_3 對照品溶液

取千金子素 L_3 對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 2 mL 乙酸乙酯中。

展開劑

製備石油醚 (60-80°C) – 乙酸乙酯 (4:1, v/v) 的混合溶液。

供試品溶液

樣品加入等量硅藻土後粉碎。取本品粉末 2.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加乙酸乙酯 10 mL，超聲 (250 W) 處理 30 分鐘，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取千金子素 L_3 對照品溶液和供試品溶液各 5 μ L，點於同一高效硅膠 F_{254} 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光 (254 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

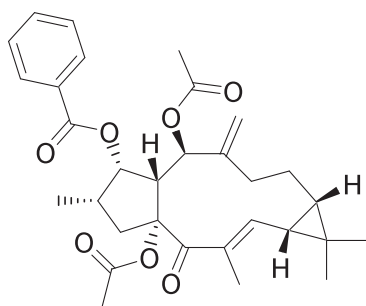


圖 4 千金子素 L_3 化學結構式

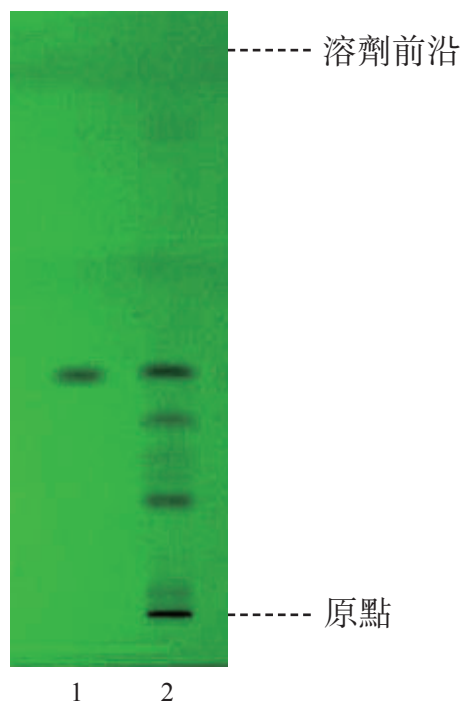


圖 5 千金子(生)提取液對照高效薄層色譜圖 (在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 千金子素 L_3 對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與千金子素 L_3 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

千金子素 L_3 對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取千金子素 L_3 對照品 1.0 mg，溶解於 20 mL 甲醇中。保持於約 4℃。

供試品溶液

樣品加入等量硅藻土後粉碎。取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 20 mL，超聲 (500 W) 處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中，殘渣用 5 mL 甲醇洗滌，合併濾液。重複提取 1 次，合併濾液，加甲醇至刻度，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 280 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm) 填充柱；柱溫 30℃；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)	甲醇 (%, v/v)	水 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	70	30	等度
10 – 25	70 → 74	30 → 26	綫性梯度
25 – 31	74 → 90	26 → 10	綫性梯度

系統適用性要求

吸取千金子素 L₃ 對照品溶液 Std-FP 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：千金子素 L₃ 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；千金子素 L₃ 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按千金子素 L₃ 峰計算應不低於 9000。

供試品測試中 4 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取千金子素 L₃ 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 色譜圖中千金子素 L₃ 峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 7 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 色譜圖中千金子素 L₃ 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中千金子素 L₃ 峰。二色譜圖中千金子素 L₃ 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。

千金子(生)提取液 7 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 千金子(生)提取液 7 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	0.58	± 0.03
2	0.71	± 0.03
3	0.75	± 0.03
4 (指標成份峰, 千金子素 L ₃)	1.00	-
5	1.15	± 0.03
6	1.35	± 0.03
7	1.55	± 0.03

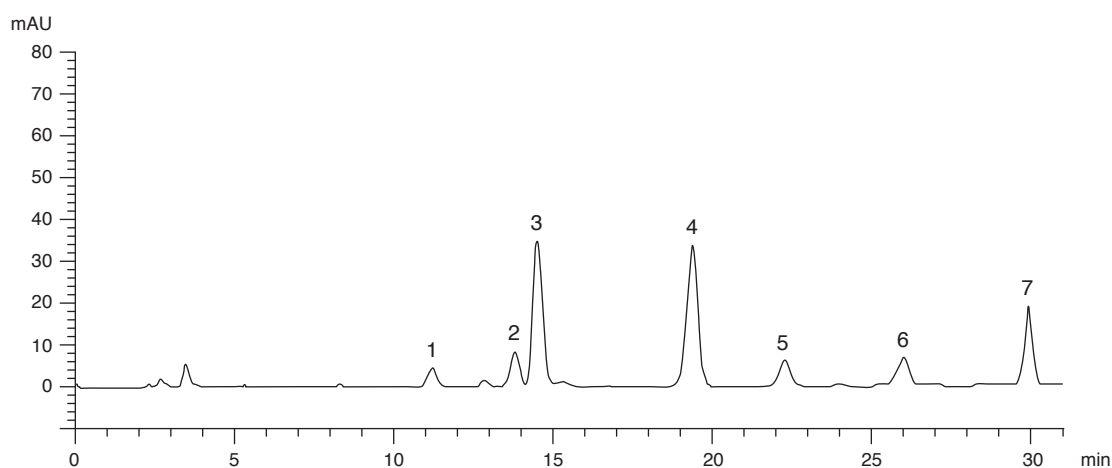


圖 6 千金子(生)提取液對照指紋圖譜

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 7 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 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 4.5%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 6.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 6.0%。

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

千金子素 L_3 對照品儲備液 *Std-Stock* (150 mg/L)

精密稱取千金子素 L_3 對照品 3.0 mg，溶解於 20 mL 甲醇中。保持於約 4°C。

千金子素 L_3 對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取千金子素 L_3 對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含千金子素 L_3 分別為 12、30、60、90、120 mg/L 系列的對照品溶液。保持於約 4°C。

供試品溶液

樣品加入等量硅藻土後粉碎。精密稱取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 20 mL，超聲(500 W)處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中，殘渣用 5 mL 甲醇洗滌，合併濾液。重複提取 1 次，合併濾液，加甲醇至刻度，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 280 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 填充柱；柱溫 30°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)	甲醇 (%, v/v)	水 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	70	30	等度
10 – 25	70 → 74	30 → 26	綫性梯度
25 – 31	74 → 90	26 → 10	綫性梯度

系統適用性要求

將千金子素 L₃ 對照品溶液 Std-AS (60 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：千金子素 L₃ 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；千金子素 L₃ 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按千金子素 L₃ 峰計算應不低於 9000。

供試品測試中千金子素 L₃ 峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將千金子素 L₃ 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。以千金子素 L₃ 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。與千金子素 L₃ 對照品溶液 Std-AS 色譜圖中千金子素 L₃ 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中千金子素 L₃ 峰。二色譜圖中千金子素 L₃ 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千金子素 L₃ 的濃度 (mg/L)，並計算樣品中千金子素 L₃ 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含千金子素 L₃ (C₃₁H₃₈O₇) 不少於 0.41%。

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。