

決明子



圖 1(i) 决明外觀圖



圖 1(ii) 小决明外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Semen Cassiae

中文名：決明子

漢語拼音名：Juemingzi

2. 來源

本品為豆科植物決明 *Cassia obtusifolia* L. 或小決明 *Cassia tora* L. 的乾燥成熟種子。秋季果實成熟時採集，曬乾，打下種子，除去雜質。

3. 性狀

決明：種子略呈菱方形、短圓柱形或斜方錐形，長3-7mm，寬1.5-4mm，兩端平行傾斜，一端較平坦，另端斜尖。表面綠棕色至暗棕色，平滑有光澤，兩側各有1條淺黃棕色的縱向稜線或寬帶。質堅硬，不易破碎。種皮薄。氣微，味微苦[圖1(i)]。

小決明：種子呈短圓柱形至斜方錐形，表面多為棕色，長2-6mm，寬1-3mm，通常較決明小[圖1(ii)]。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別（附錄III）

橫切面

種皮薄。角質層平滑，透明，較厚。柵狀細胞1列，有2條明顯光輝帶。支柱細胞1列，略呈啞鈴狀，壁厚，相鄰兩細胞間有大的細胞間隙。營養層由6-8列薄壁細胞組成。胚乳灰白色，半透明，富含糊粉粒。子葉二枚，呈S狀，薄壁細胞內含草酸鈣簇晶[圖2(i)和(ii)]。

粉末

黃棕色。柵狀細胞成群，無色或淡黃色，側面觀細胞1列，呈狹長方形，長50-113 μm ，壁厚，胞腔細窄，表面觀細胞呈類多角形。支柱細胞側面觀呈啞鈴狀，表面觀呈類圓形或多角形，可見上下兩層同心環，直徑13-84 μm 。草酸鈣簇晶，眾多，散在於薄壁細胞中，直徑9-44 μm [圖3(i)和(ii)]。

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

對照品溶液

橙黃決明素對照品溶液

取橙黃決明素對照品（圖4）1.0 mg，溶解於10 mL 70% 乙醇中。

展開劑

製備正己烷 - 異丙醇 - 甲酸（5:1:0.1, v/v）的混合溶液。

顯色劑

取3.0 g 氫氧化鈉溶於100 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末0.5 g，置50-mL 錐形瓶中，加70% 乙醇10 mL，超聲（90 W）處理20分鐘，用濾紙過濾，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV(A)] 進行。分別吸取橙黃決明素對照品溶液 2 μL 和供試品溶液 5 μL ，點於同一高效矽膠 G60 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 $^{\circ}\text{C}$ 加熱，直至斑點或條帶清晰可見（約2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橙黃決明素色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

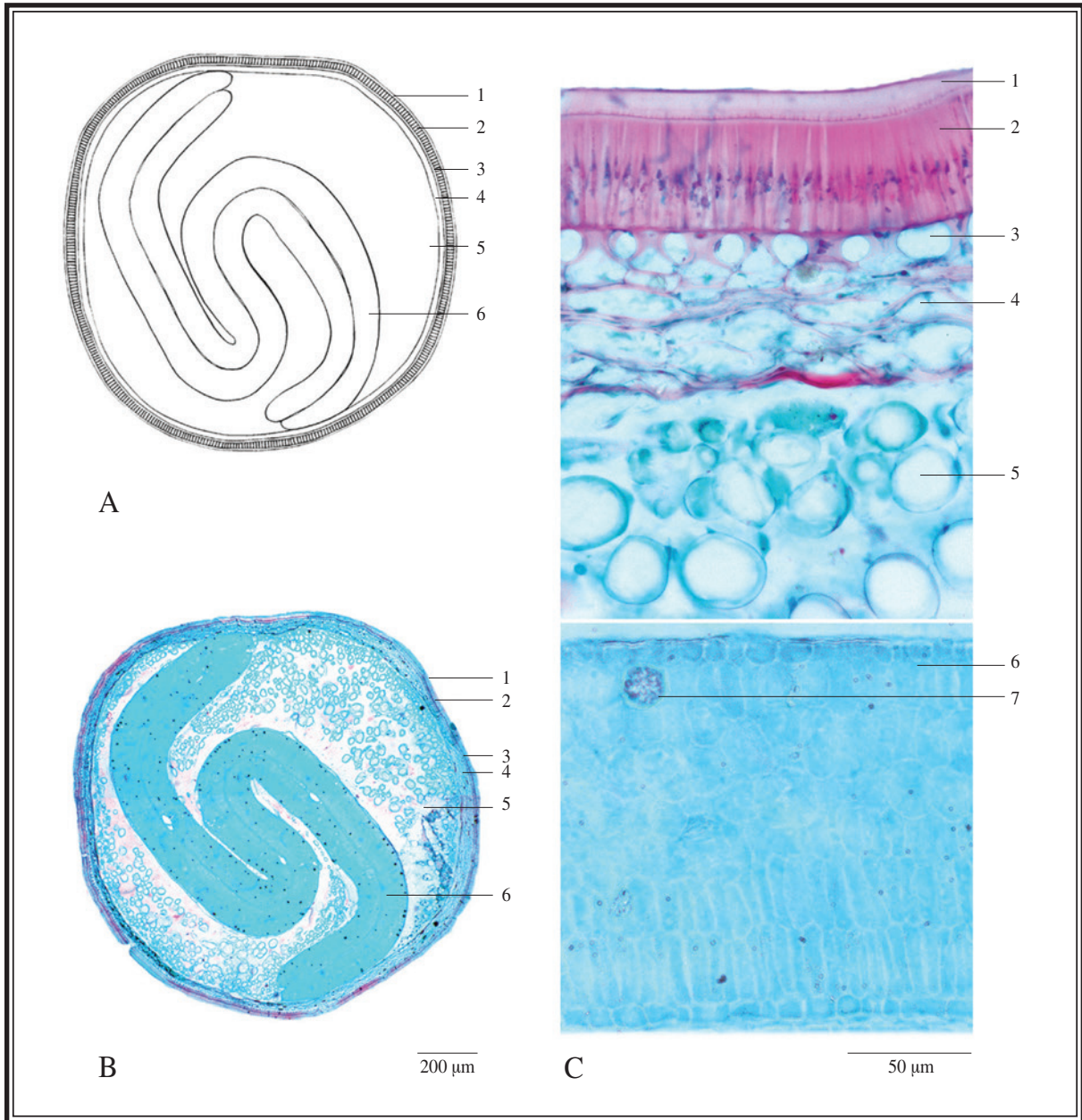


圖 2 (i) 决明種子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B-C. 橫切面圖

1. 角質層 2. 柵狀細胞 3. 支柱細胞 4. 營養層 5. 胚乳 6. 子葉
7. 草酸鈣簇晶

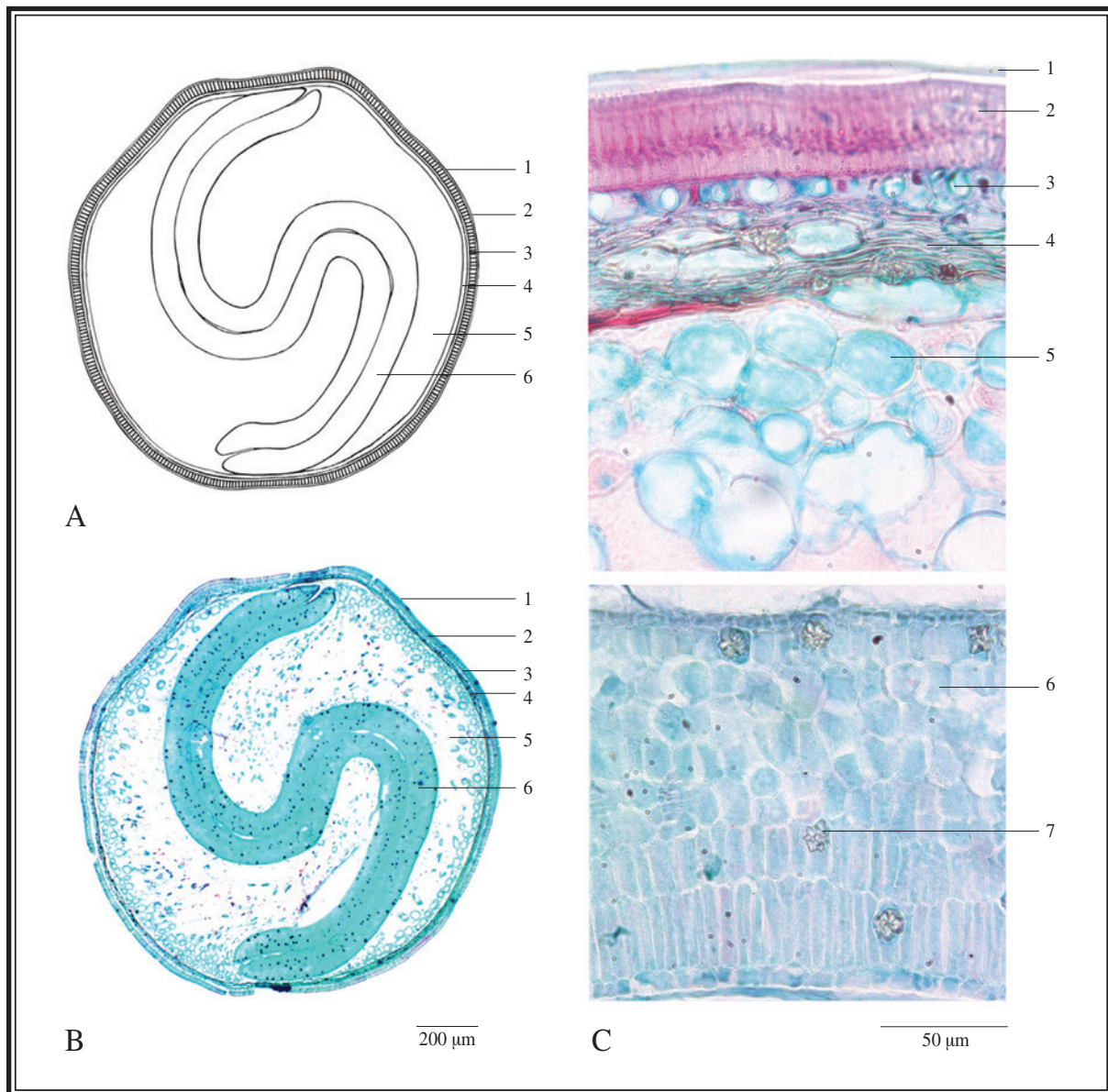


圖 2 (ii) 小決明種子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B-C. 橫切面圖

- 1. 角質層 2. 柵狀細胞 3. 支柱細胞 4. 營養層 5. 胚乳 6. 子葉
- 7. 草酸鈣簇晶

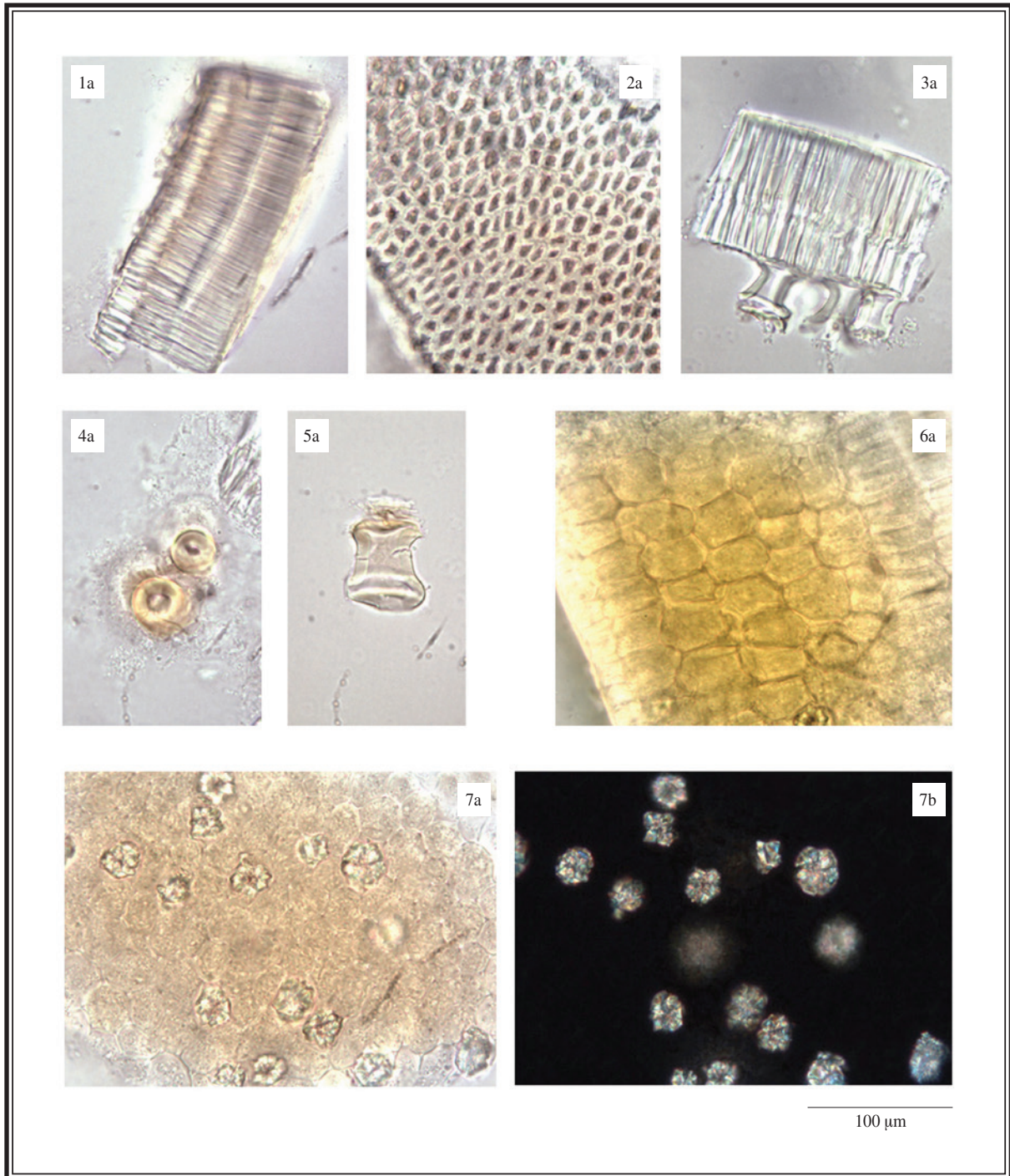


圖 3 (i) 決明種子粉末顯微特徵圖

1. 柵狀細胞側面觀 2. 柵狀細胞表面觀 3. 柵狀細胞與支柱細胞
 4. 支柱細胞表面觀 5. 支柱細胞側面觀 6. 子葉碎片 7. 草酸鈣簇晶
 a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

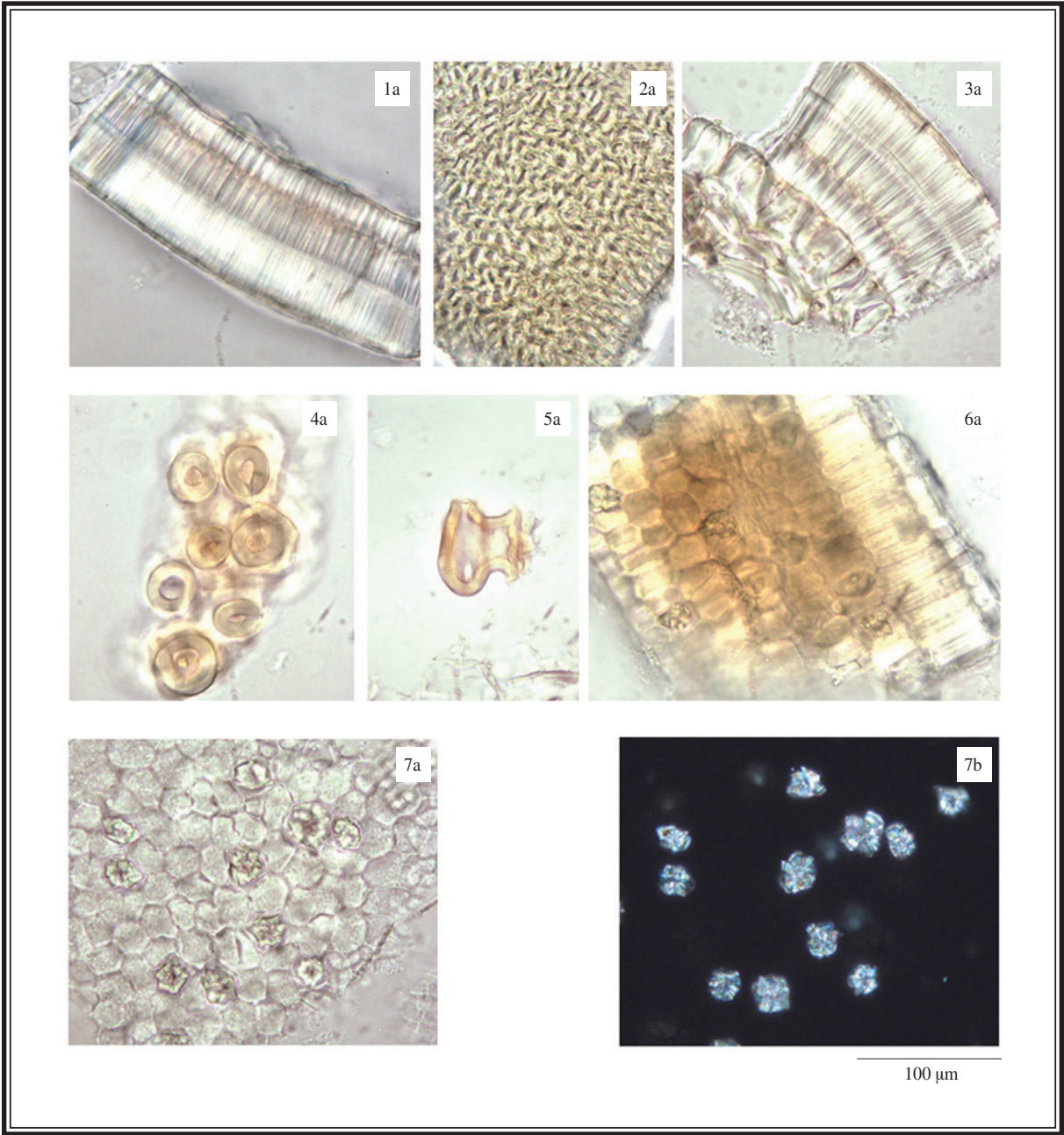


圖 3 (ii) 小決明種子粉末顯微特徵圖

1. 柵狀細胞側面觀 2. 柵狀細胞表面觀 3. 柵狀細胞與支柱細胞
 4. 支柱細胞表面觀 5. 支柱細胞側面觀 6. 子葉碎片 7. 草酸鈣簇晶
 a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

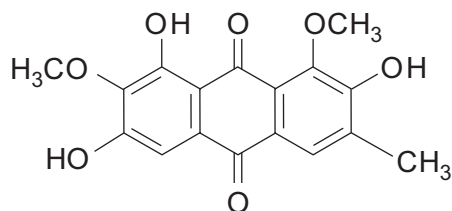


圖 4 橙黃決明素化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄XII)

對照品溶液

橙黃決明素對照品溶液 Std-FP (100 mg/L)

取橙黃決明素對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 70% 乙醇 20 mL，超聲 (90 W) 處理 30 分鐘，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 285 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (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%三氟乙酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 35	82 \rightarrow 70	18 \rightarrow 30	綫性梯度
35 - 40	70 \rightarrow 60	30 \rightarrow 40	綫性梯度
40 - 60	60 \rightarrow 40	40 \rightarrow 60	綫性梯度

系統適用性要求

吸取橙黃決明素對照品溶液 Std-FP 5 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：橙黃決明素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；橙黃決明素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按橙黃決明素峰計算應不低於 150000。

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 5(i) 或(ii)]。

操作程序

分別吸取橙黃決明素對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中橙黃決明素峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰 [圖 5 (i) 或 (ii)] 的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中橙黃決明素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中橙黃決明素峰。二色譜圖中橙黃決明素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。

決明子提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍分別見表 2。

表 2 決明子提取液 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	0.35	± 0.03
2	0.40	± 0.03
3	0.50	± 0.03
4 (指標成份峰，橙黃決明素)	1.00	-

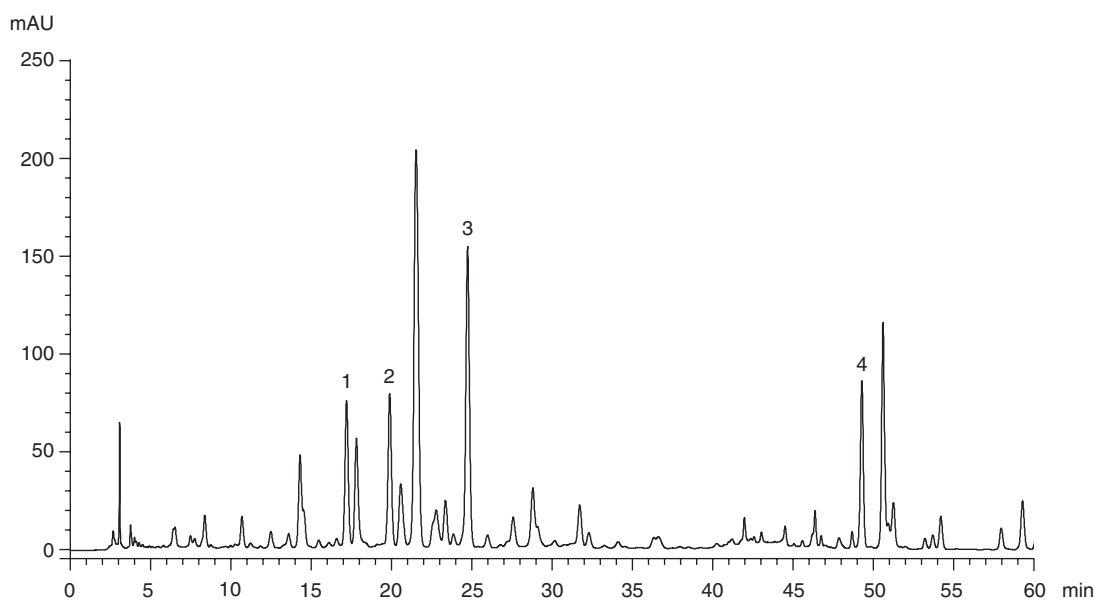


圖 5 (i) 决明子提取液對照指紋圖譜

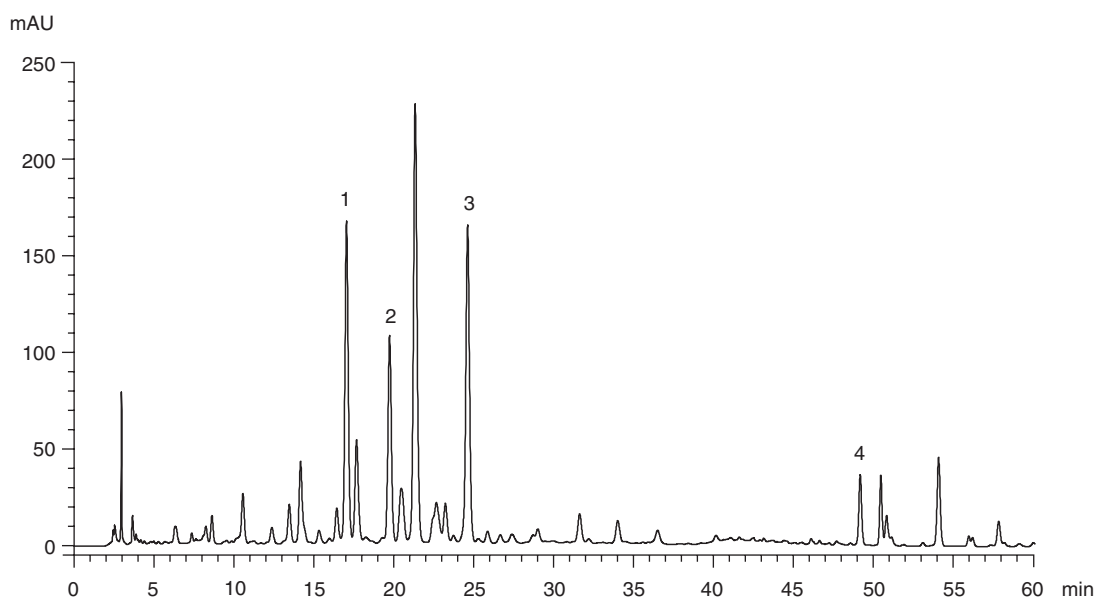


圖 5 (ii) 小决明子提取液對照指紋圖譜

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 (i) 或(ii)]。

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5.0%。
- 酸不溶性灰分：不多於1.0%。
- 5.7 水分（附錄X）：不多於13.0%。

6. 浸出物（附錄XI）

- 水溶性浸出物（熱浸法）：不少於29.0%。
- 醇溶性浸出物（熱浸法）：不少於16.0%。

7. 含量測定

照附錄IV(B)進行。

對照品溶液

橙黃決明素對照品儲備液 *Std-Stock* (200 mg/L)

精密稱取橙黃決明素對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

橙黃決明素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取橙黃決明素對照品儲備液適量，以 70% 乙醇稀釋製成含橙黃決明素分別為 1、4、10、15、20 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 15 mL，超聲（90 W）處理 30 分鐘，離心 5 分鐘（約 3000 × g）。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 2 次，合併提取液，加 70% 乙醇至刻度，搖勻，用 0.45- μ m 微孔濾膜（RC）濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 285 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μ m）填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為乙腈 - 0.1% 三氟乙酸（33:67, v/v）的混合溶液；流程約 30 分鐘。

系統適用性要求

將橙黃決明素對照品溶液 Std-AS（4 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：橙黃決明素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；橙黃決明素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按橙黃決明素峰計算應不低於 10000。

供試品測試中橙黃決明素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將橙黃決明素系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以橙黃決明素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 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與橙黃決明素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中橙黃決明素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中橙黃決明素峰。二色譜圖中橙黃決明素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橙黃決明素的濃度（mg/L），並計算樣品中橙黃決明素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含橙黃決明素（C₁₇H₁₄O₇）不少於 0.017%。