

餘甘子

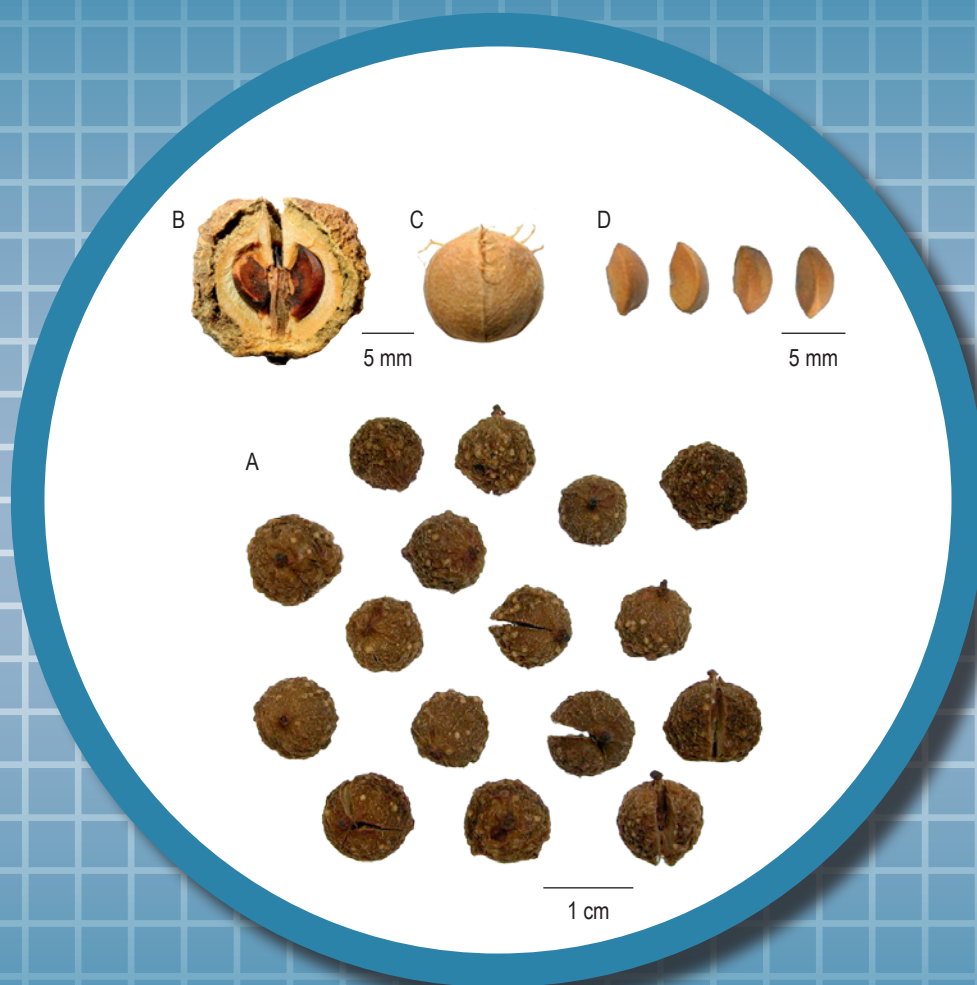


圖 1 餘甘子外觀圖

A. 餘甘子 B. 縱切面 C. 內果皮外表面 D. 種子

1. 名稱

藥材正名：Phyllanthi Fructus

中文名：餘甘子

漢語拼音名：Yuganzi

2. 來源

本品為大戟科植物餘甘子 *Phyllanthus emblica* L. 的乾燥成熟果實。成熟果實於 10 月至 12 月採收，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品呈球形或扁球形，部分開裂，直徑 12-20 mm。表面棕色至深綠色，有淺黃色顆粒狀突起，具皺紋及不明顯的 6 棱。果梗長約 1 mm。外果皮與中果皮愈合，厚 1-4 mm，質硬而脆。內果皮黃白色，硬核樣，表面具不明顯的 6 棱，背縫線的上部有數條筋脈紋(維管束)，乾後可裂成 6 瓣。種子 6，類三棱形，棕色。氣微，味酸澀，回甜(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

橫切面類圓形，表面具有 6 條突起的稜，中央被果室隔膜分為 3 室。外果皮表皮細胞 1 列，類圓形，排列整齊，外被厚角質層。果室隔膜由數列扁平細胞組成，細胞較小，排列緊密。表皮下為 2-7 列厚壁細胞，細胞類圓形、長圓形或類多角形。中果皮較厚，由薄壁細胞組成，細胞內常有草酸鈣結晶，中果皮有散在的小維管束。內果皮由厚壁細胞組成，外側為 4-6 列排列密集的石細胞，細胞較小，壁極厚，胞腔不明顯；中部為 5-7 列細長條形柵欄狀的木質化纖維；內側為 4-6 列呈類多角形的厚壁細胞，壁較厚，胞腔明顯。每室有 2 粒種子，類三角形。內外種皮之間為 2-3 列柵欄狀細胞，排列緊密，壁較厚，孔溝細密。色素層非常薄，位於內種皮內側；細胞類多角形或類圓形，胞腔內含紅棕色內含物。胚乳細胞類多角形，內含眾多草酸鈣簇晶及澱粉粒。子葉細胞較小，類多角形，細胞核明顯(圖 2)。

粉末

棕色。外果皮表皮細胞黃色至近無色，類多角形或類方形，直徑 25-40 μm ，壁稍厚。內果皮纖維眾多，單個散在或數個成群，近無色，長條形，直徑 10-30 μm ，壁上有稀疏的孔溝。色素細胞單個散在或數個成群，類多角形或類圓形，胞腔內含紅棕色內含物。厚壁細胞單個散在或數個成群，淡黃色或近無色，呈類多角形或類圓形，長 100-163 μm ，寬 50-88 μm ，壁較厚，厚 13-23 μm ，孔溝明顯。石細胞單個散在或數個成群，淡黃色至近無色，類多角形或類圓形，長 63-100 μm ，寬 50-75 μm ，壁極厚，厚 25-38 μm ，胞腔不明顯，孔溝細密。種皮柵欄細胞淡黃色至近無色，表面觀呈多角形，斷面觀呈圓柱形或類多角形，排列緊密，長 125-175 μm ，寬 50-100 μm ，壁厚，孔溝極細而密集，胞腔大。草酸鈣結晶較多，多面形、菱形、類方形或形狀不規則，有的破碎，偏光顯微鏡下呈多彩狀。草酸鈣簇晶存在於胚乳細胞中，大小相近，直徑 5-9 μm ，偏光顯微鏡下呈多彩狀(圖 3)。

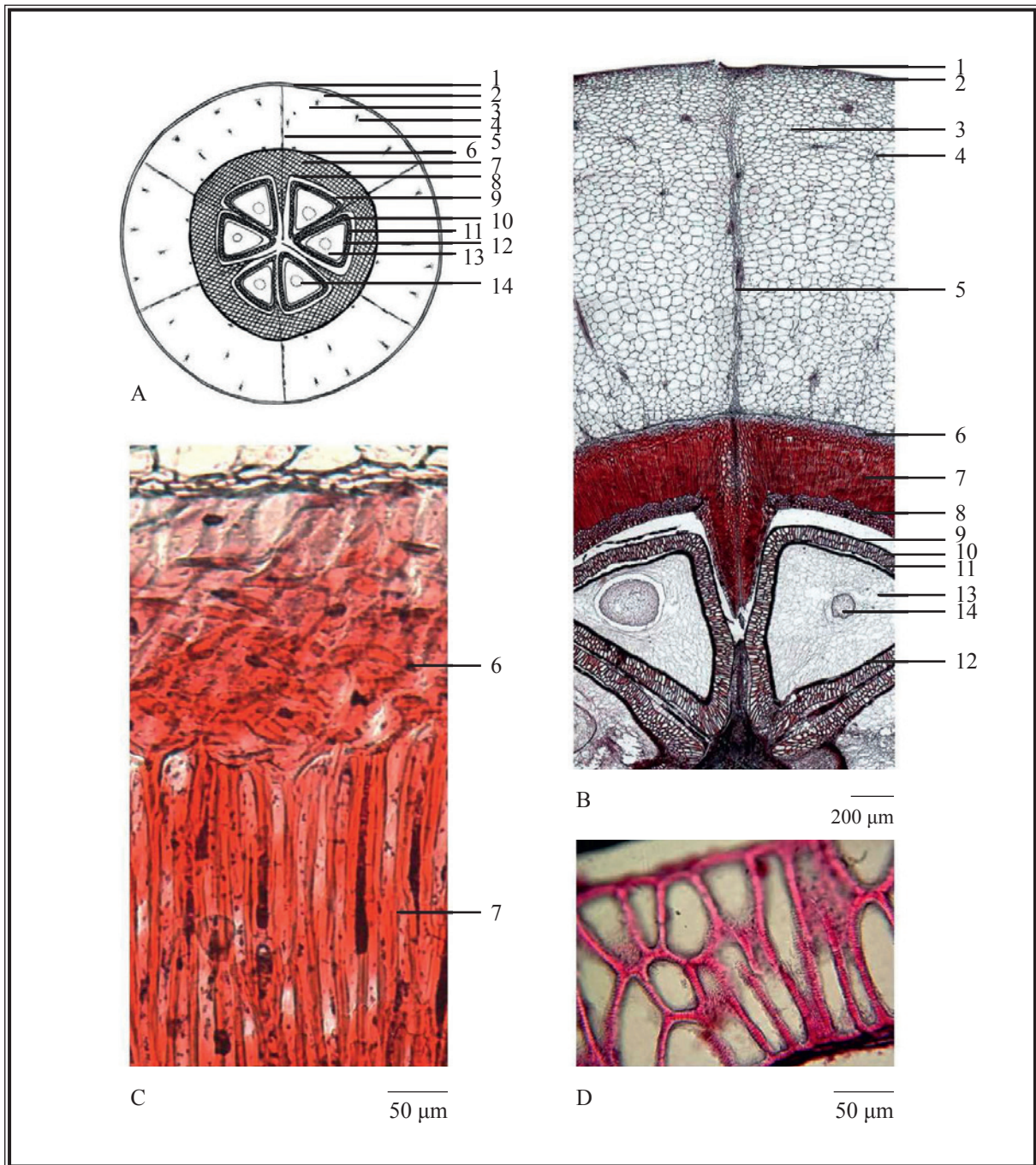


圖 2 餘甘子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 內果皮纖維 D. 種皮柵欄組織

1. 表皮 2. 外果皮厚壁組織 3. 中果皮 4. 維管束 5. 果室隔膜
6. 內果皮石細胞 7. 內果皮纖維 8. 內果皮厚壁組織 9. 種皮
10. 種皮柵欄組織 11. 內種皮 12. 色素層 13. 胚乳 14. 子葉

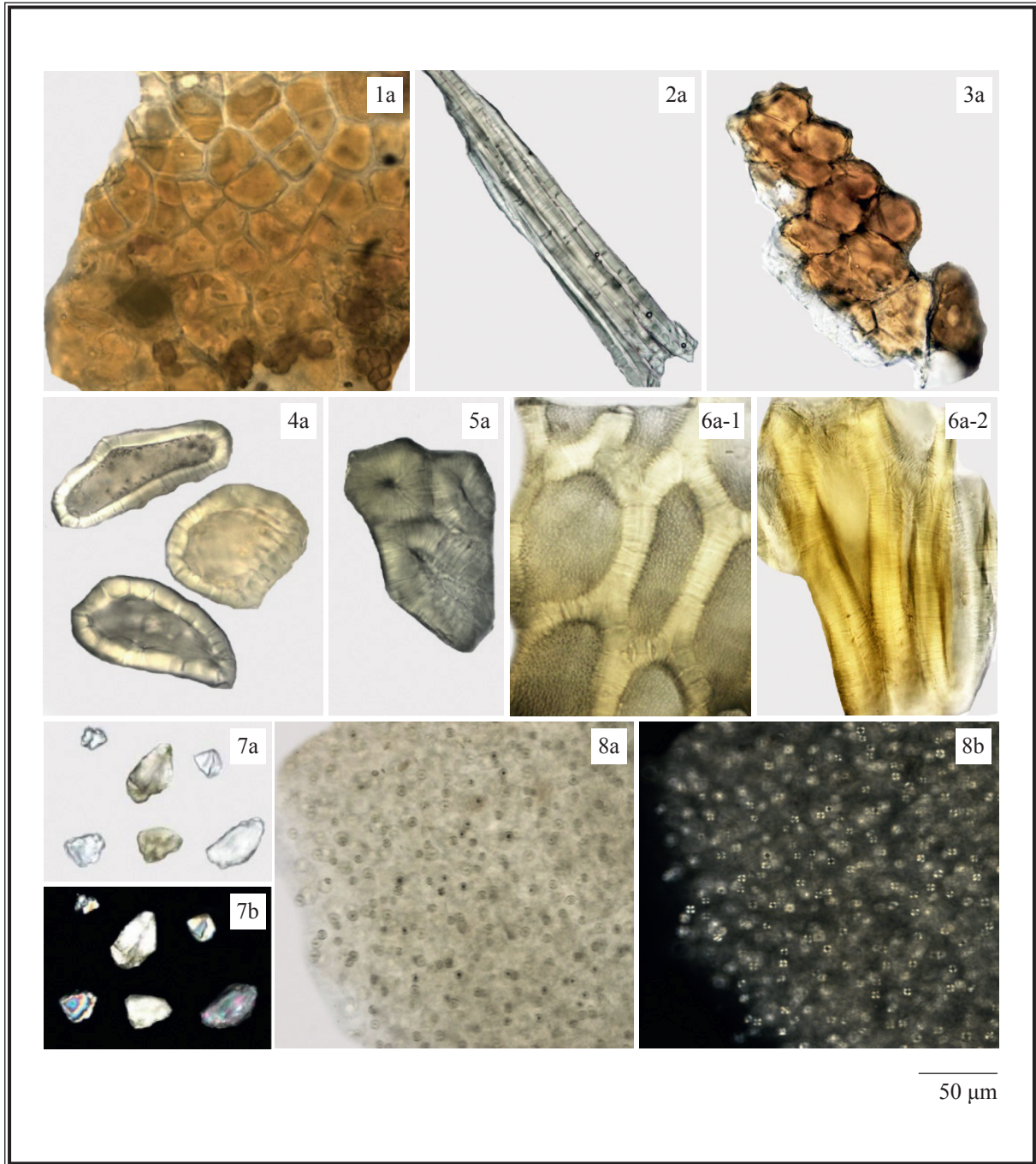


圖 3 餘甘子粉末顯微特徵圖

1. 外果皮表皮細胞
 2. 內果皮纖維
 3. 色素細胞
 4. 厚壁細胞
 5. 石細胞
 6. 種皮柵欄細胞 (6-1 表面觀, 6-2 斷面觀)
 7. 草酸鈣結晶
 8. 草酸鈣簇晶
- 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

沒食子酸對照品溶液

取沒食子酸對照品(圖 4) 0.5 mg，溶解於 1 mL 70% 乙醇中。

鞣花酸對照品溶液

取鞣花酸對照品(圖 4) 0.5 mg，溶解於 1 mL 70% 乙醇中。

展開劑

製備二氯甲烷－甲酸－乙酸乙酯－水(7:2.5:2:0.5, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取三氯化鋁 1 g，溶解於 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 30 mL，超聲 (100 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。分別吸取沒食子酸對照品溶液 4 μ L、鞣花酸對照品溶液 2 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 7 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 5-10 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沒食子酸和鞣花酸色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

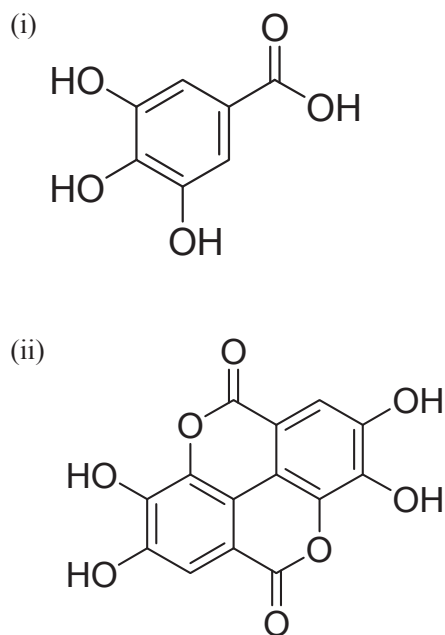


圖 4 化學結構式 (i) 沒食子酸 (ii) 鞣花酸

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

沒食子酸對照品溶液 *Std-FP* (25 mg/L)

取沒食子酸對照品 0.5 mg，溶解於 20 mL 甲醇中。

鞣花酸對照品溶液 *Std-FP* (25 mg/L)

取鞣花酸對照品 0.5 mg，溶解於 20 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘。離心 5 分鐘(約 3000 × g)，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 273 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。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)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 30	5	95	等度
30 – 35	5 → 50	95 → 50	綫性梯度
35 – 60	50	50	等度

系統適用性要求

吸取沒食子酸對照品溶液 Std-FP 和鞣花酸對照品溶液 Std-FP 各 5 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：沒食子酸和鞣花酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；沒食子酸峰和鞣花酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按沒食子酸峰和鞣花酸峰計算分別應不低於 4000 和 90000。

供試品測試中 1 號峰和 4 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.0 (圖 5)。

操作程序

分別吸取沒食子酸、鞣花酸對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中沒食子酸峰和鞣花酸峰的保留時間，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沒食子酸峰和鞣花酸峰。二色譜圖中沒食子酸峰和鞣花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。

餘甘子提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 餘甘子提取液 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 (沒食子酸)	0.36	± 0.03
2	0.50	± 0.03
3	0.56	± 0.03
4 (指標成份峰，鞣花酸)	1.00	-

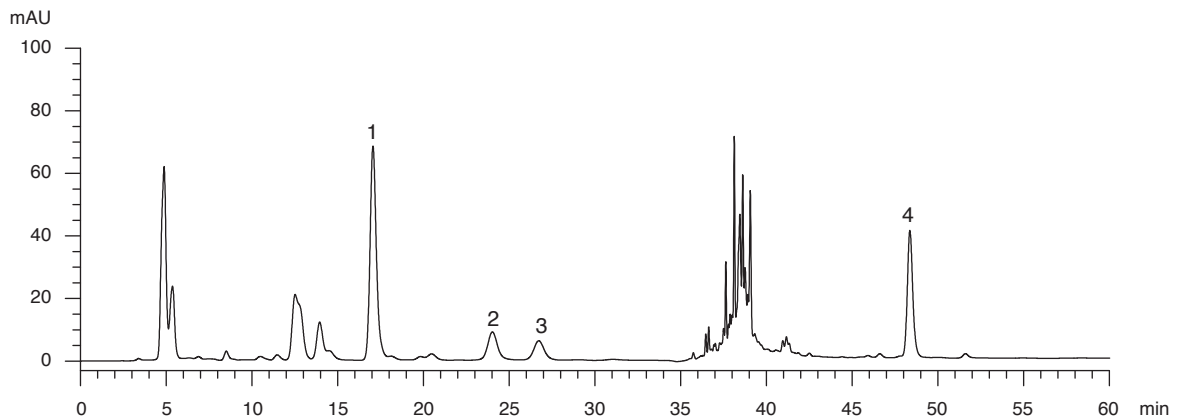


圖 5 餘甘子提取液對照指紋圖譜

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(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 4.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 13.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 33.0%。

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

沒食子酸和鞣花酸混合對照品儲備液 *Std-Stock* (各 200 mg/L)

精密稱取沒食子酸對照品和鞣花酸對照品各 2.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

沒食子酸和鞣花酸混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取沒食子酸和鞣花酸混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含沒食子酸和鞣花酸分別為 5、10、25、50、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 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)。取上清液轉移於 100-mL 量瓶中，重複提取 3 次，合併上清液，加甲醇至刻度，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，檢測波長沒食子酸 273 nm 和鞣花酸 254 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。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)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 - 18	5	95	等度
18 - 22	5 → 50	95 → 50	綫性梯度
22 - 60	5	50	等度

系統適用性要求

將沒食子酸和鞣花酸混合對照品溶液 Std-AS (各 25 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：沒食子酸和鞣花酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；沒食子酸峰和鞣花酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按沒食子酸峰和鞣花酸峰計算分別應不低於 7000 和 50000。

供試品測試中沒食子酸峰和鞣花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

將沒食子酸和鞣花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。分別以沒食子酸和鞣花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。與沒食子酸和鞣花酸混合對照品溶液 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沒食子酸峰和鞣花酸峰。二色譜圖中沒食子酸和鞣花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沒食子酸和鞣花酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中沒食子酸和鞣花酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含沒食子酸 (C₇H₆O₅) 和鞣花酸 (C₁₄H₆O₈) 的總量不少於 2.9%。