

胡蘆巴

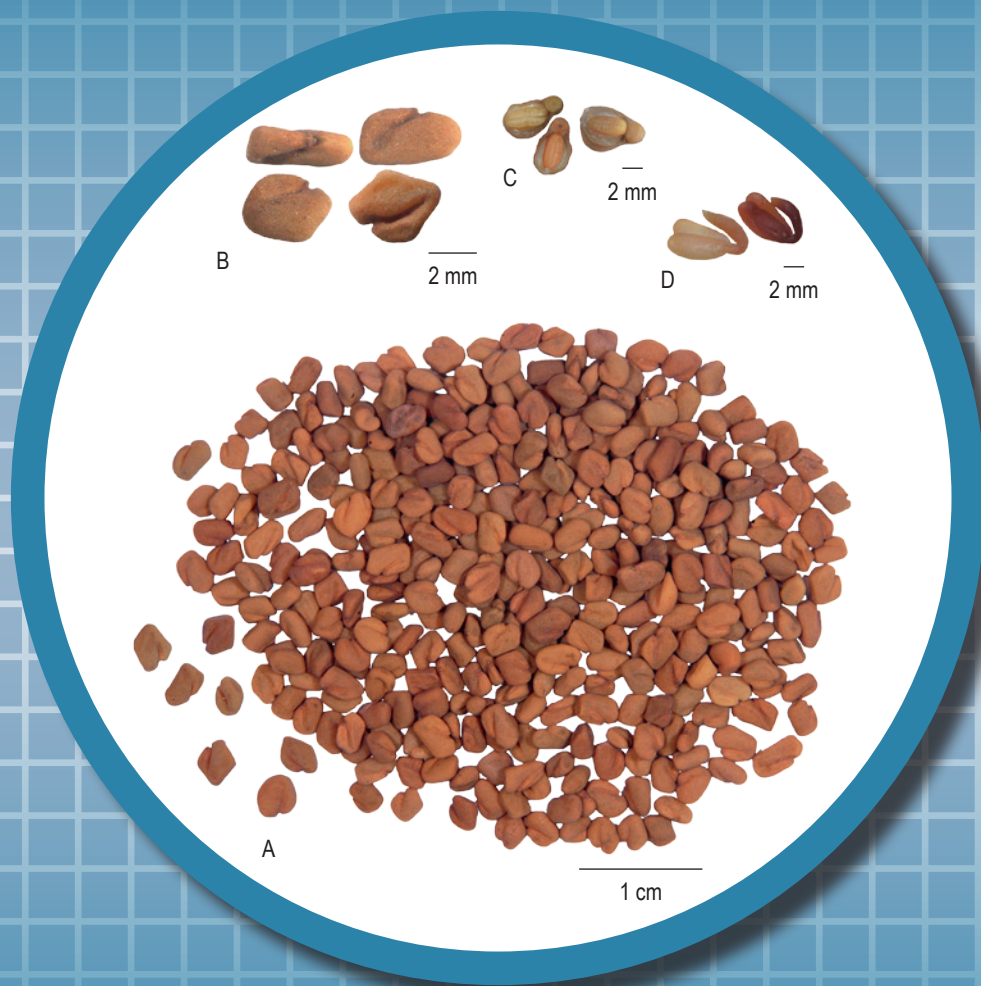


圖 1 胡蘆巴外觀圖

A. 種子 B. 種子放大圖 C. 種子橫切面 D. 子葉

1. 名稱

藥材正名：Trigonellae Semen

中文名：胡蘆巴

漢語拼音名：Huluba

2. 來源

本品為豆科植物胡蘆巴 *Trigonella foenum-graecum* L. 的乾燥成熟種子。夏季果實成熟時採割植株，曬乾果實，打下種子，除去雜質。

3. 性狀

本品略呈斜方形或矩形，長 3-4 mm，寬 2-3 mm，厚約 2 mm。表面黃綠色至黃棕色，平滑，兩側各具一深斜溝，相交處有點狀種臍。質堅硬，不易破碎。種皮薄，胚乳呈半透明狀，具粘性；子葉 2，淡黃色至棕色，胚根彎曲，肥大而長。氣香，味微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

種皮最外層為柵狀細胞，被角質層，壁厚，先端尖，層紋明顯。胚根細胞類多角形至類圓形。支持細胞 1 列，略呈啞鈴狀，上端窄，下端寬，垂周壁有不明顯的線條狀紋理。支持細胞下有 2-4 列薄壁細胞。糊粉層由 1 列細胞組成，位於胚乳外側，細胞類方形或橢圓形。胚乳多由粘液細胞組成，子葉細胞側面觀呈多角形或長多角形(圖 2)。

粉末

淡黃色至棕色。種皮柵狀細胞側面觀有細密縱孔溝，表面觀多角形，長40-85 μm，壁厚，胞腔小。支持細胞側面觀略呈啞鈴狀，上端稍窄，下端較寬，垂周壁顯條狀紋理；表面觀呈類圓形或多角形，有密集的放射狀紋理。薄壁細胞和糊粉粒有時可見於種子碎片。子葉細胞橢圓形或長橢圓形，含糊粉粒和脂肪油滴(圖3)。

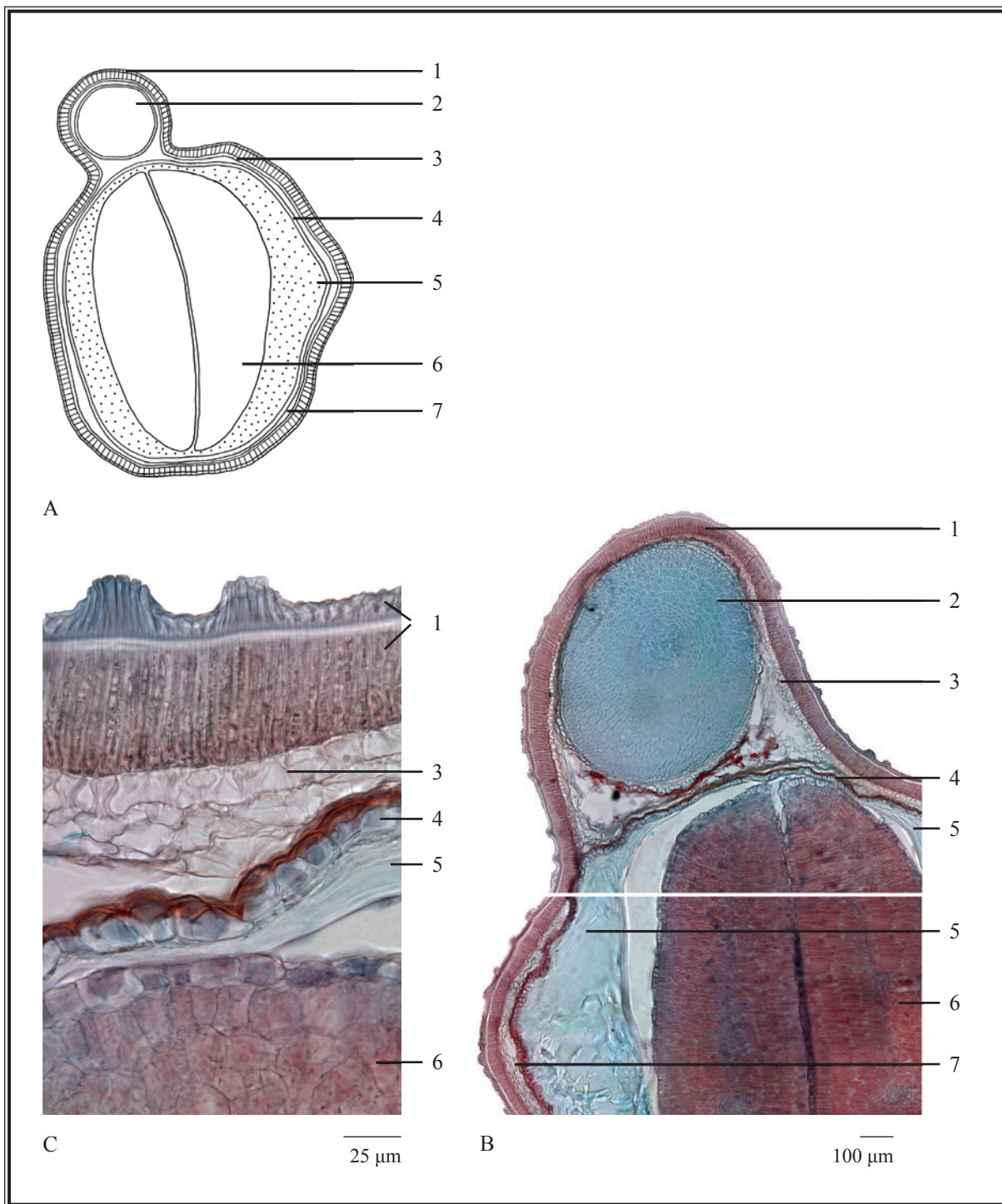


圖 2 胡蘆巴橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 部分橫切面放大圖

- 1. 種皮柵狀細胞
- 2. 胚根
- 3. 支持細胞
- 4. 糊粉層
- 5. 胚乳
- 6. 子葉
- 7. 薄壁細胞

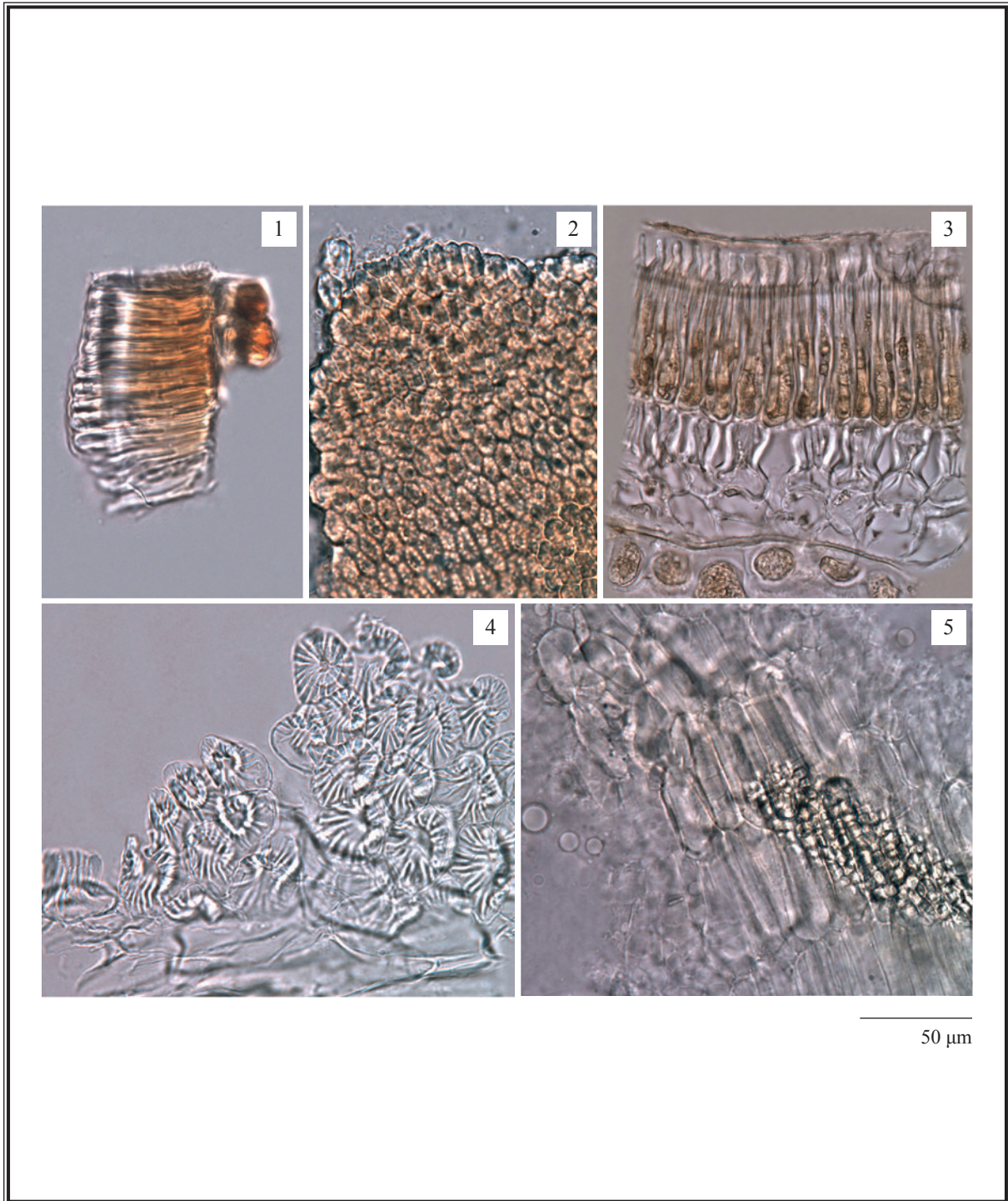


圖 3 胡蘆巴粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下特徵)

1. 種皮柵狀細胞(側面觀) 2. 種皮柵狀細胞(表面觀)
3. 種子外層碎片可見柵狀細胞、支持細胞、薄壁細胞和糊粉層
4. 支持細胞(表面觀) 5. 子葉細胞內含糊粉粒和油滴

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

胡蘆巴鹼對照品溶液

取胡蘆巴鹼對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 0.5 mL 乙醇中。

展開劑

製備正丁醇－鹽酸－乙酸乙酯(8:3:1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

溶液 A

取鹼式硝酸鉍 0.85 g，加冰醋酸 10 mL 和水 40 mL 的混合溶液，置 50°C 水浴中加熱溶解。

溶液 B

取碘化鉀 4 g，溶解於 10 mL 水中。

溶液 C

取溶液 A 1 mL，溶液 B 1 mL 和冰醋酸 4 mL 置 20-mL 量瓶中，加水至刻度。

溶液 D

取三氯化鐵 4.5 g，溶解於 50 mL 水中。

顯色劑

取溶液 C 10 mL 和溶液 D 5 mL 置 50-mL 錐形瓶中，混合。所有試液均需臨用製備。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加石油醚(60-80°C) 30 mL，超聲(160 W)處理 30 分鐘。離心 5 分鐘(約 5000 × g)。棄去上清液。殘渣加乙醇 30 mL，超聲(160 W)處理 30 分鐘，濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 乙醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取胡蘆巴鹼對照品溶液 3 μL 和供試品溶液 5 μL，點於同一高效矽膠 F₂₅₄ 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 4 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。在約 105°C 加熱 1 小時，冷卻至室溫。均勻噴上顯色劑，晾乾直至斑點或條帶清晰可見。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與胡蘆巴鹼色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

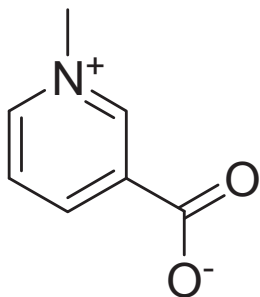


圖 4 胡蘆巴鹼化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

胡蘆巴鹼對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取胡蘆巴鹼對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 50% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 乙醇 10 mL，超聲 (160 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 $5000 \times g$)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加 50% 乙醇至刻度，用 0.45- μm 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 265 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 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (% v/v)	乙腈 (% v/v)	洗脫
0 - 40	95 → 71	5 → 29	綫性梯度

系統適用性要求

吸取胡蘆巴鹼對照品溶液 Std-FP 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：胡蘆巴鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；胡蘆巴鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按胡蘆巴鹼峰計算應不低於 5000。

供試品測試中 1 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取胡蘆巴鹼對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中胡蘆巴鹼峰的保留時間，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 色譜圖中胡蘆巴鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中胡蘆巴鹼峰。二色譜圖中胡蘆巴鹼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。

胡蘆巴提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 胡蘆巴提取液 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 (指標成份峰，胡蘆巴鹼)	1.00	-
2	8.93	± 0.05
3	10.78	± 0.03
4	11.02	± 0.03

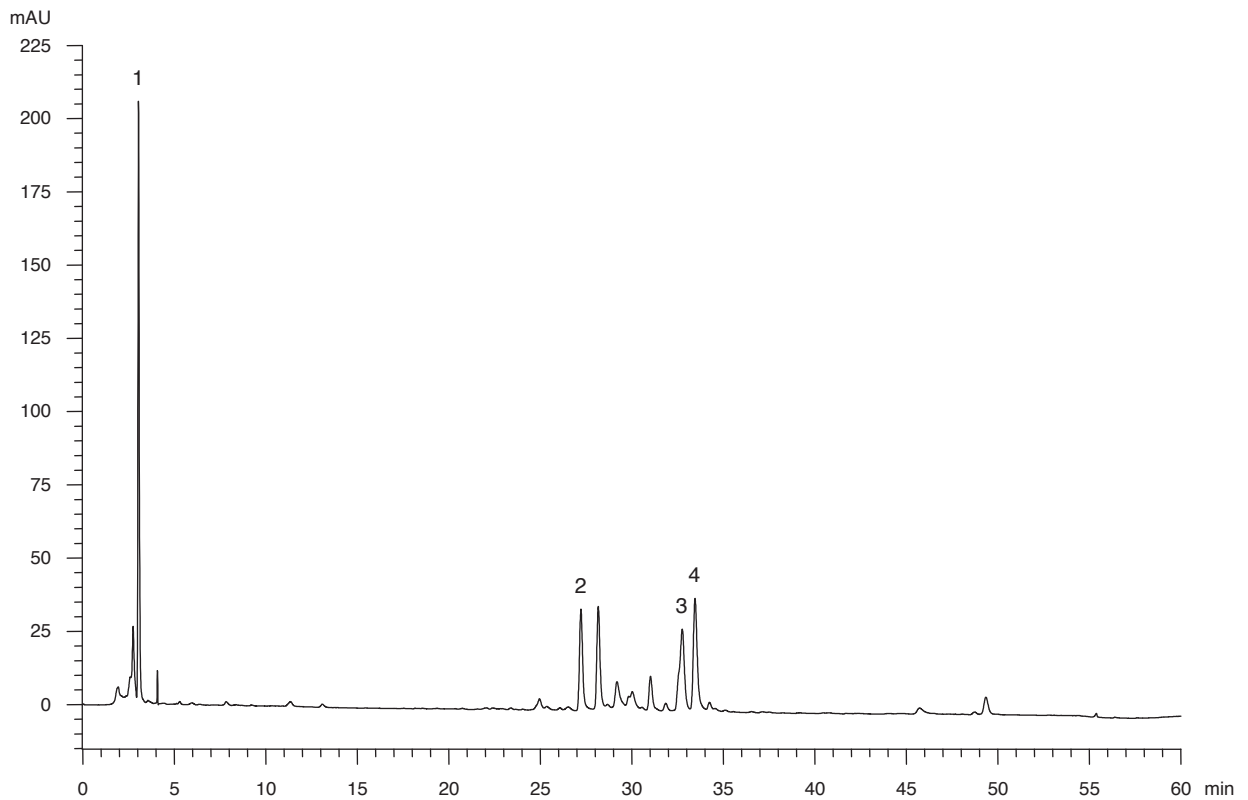


圖 5 胡蘆巴提取液對照指紋圖譜

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 4.0%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法：不多於 12.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 18.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

胡蘆巴鹼對照品儲備液 *Std-Stock* (300 mg/L)

精密稱取胡蘆巴鹼 3.0 mg，溶解於 10 mL 50% 乙醇中。

胡蘆巴鹼對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取胡蘆巴鹼對照品儲備液適量，以 50% 乙醇稀釋製成含胡蘆巴鹼分別為 1.5、30、60、100、150 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 乙醇 10 mL，超聲 (160 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 5000 × *g*)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加 50% 乙醇至刻度，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 265 nm；4.6 × 250 mm Hydrophilic Interaction Chromatography (HILIC) 色譜柱 (5 μ m)；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)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 30	30 → 40	70 → 60	綫性梯度

系統適用性要求

將胡蘆巴鹼對照品溶液 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：胡蘆巴鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；胡蘆巴鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按胡蘆巴鹼峰計算應不低於 10000。

供試品測試中胡蘆巴鹼峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將胡蘆巴鹼系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以胡蘆巴鹼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。與胡蘆巴鹼對照品溶液 Std-AS 色譜圖中胡蘆巴鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中胡蘆巴鹼峰。二色譜圖中胡蘆巴鹼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胡蘆巴鹼的濃度 (mg/L)，並計算樣品中胡蘆巴鹼的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含胡蘆巴鹼 (C₇H₇NO₂) 不少於 0.45%。