

草豆蔻

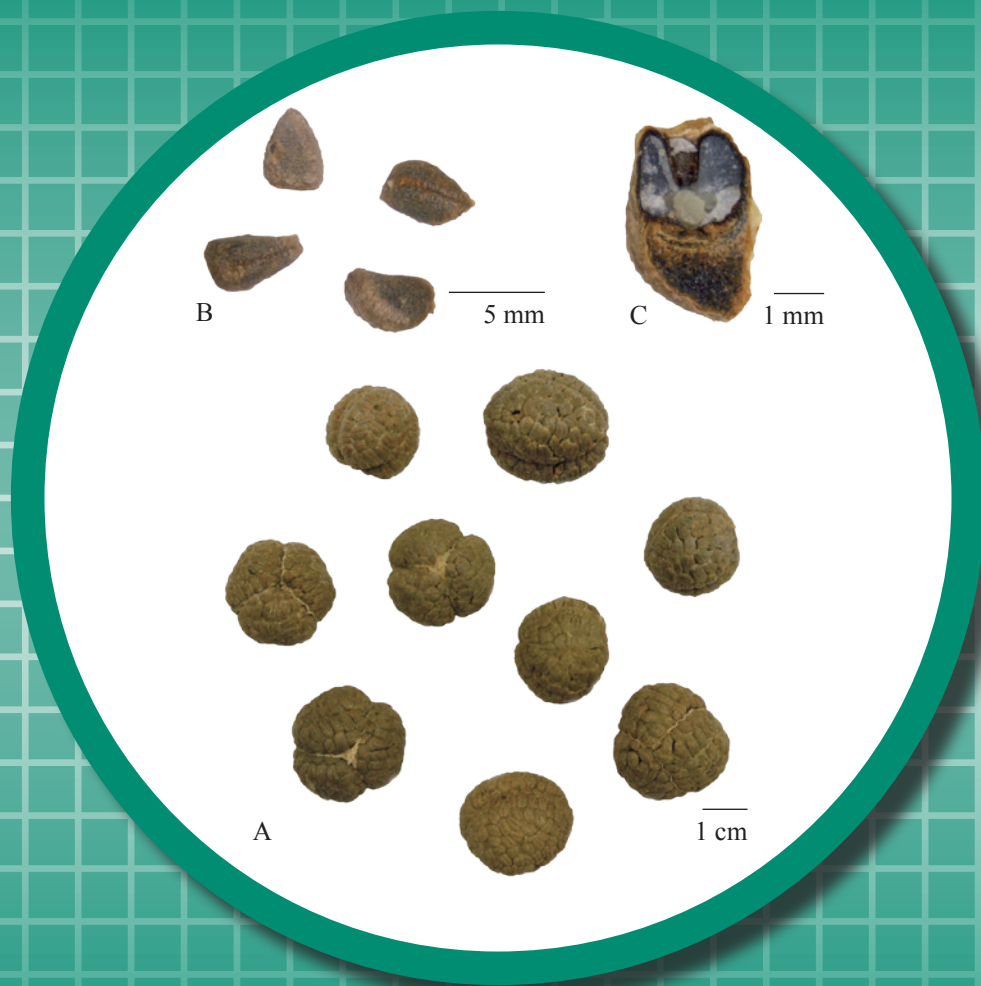


圖 1 草豆蔻外觀圖

A. 草豆蔻 B. 種子放大圖 C. 種子縱切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Alpiniae Katsumadai Semen

中文名：草豆蔻

漢語拼音名：Caodoukou

2. 來源

本品為薑科植物草豆蔻 *Alpinia katsumadai* Hayata 的乾燥近成熟種子。夏、秋二季果實成熟時採收，曬至近全乾或用水燙後曬至半乾，除去果皮後曬乾種子團。

3. 性狀

本品為類球形種子團，具 3 條明顯的淺溝，直徑 11-29 mm。表面灰棕色至黃棕色，中間有黃白色或淡棕色隔膜將種子團分成 3 瓣，每瓣有眾多種子緊密連結。種子呈卵圓狀多面體，直徑 1-4 mm，外被淡棕色膜質假種皮，種脊為一條縱溝，一端有種臍；縱切面可見種皮沿種脊伸入部分約佔種子表面積 1/2，胚乳灰白色。質硬。氣香，味辛、微苦(圖 1)。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus
密蒙花
Buddlejae Flos

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽
覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺
Gleditsiae Spina

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花
Sennae Folium
番瀉葉
鬱金
Curcumae Radix
豬牙皂
Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子
Astragali Complanati Semen
川楝子
Toosendan Fructus

Solidaginis Herba
一枝黃花
Cyathulae Radix
川牛膝

草豆蔻

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

種皮表皮細胞類圓形，假種皮偶見。下皮由 1-3 列切向延長的細胞組成。色素層由數列細胞組成，細胞邊界不明顯，散有類圓形油細胞。內種皮由 1 列柵狀厚壁細胞組成，內壁與側壁極厚，胞腔小，含硅質塊。外胚乳細胞充滿細小的澱粉粒，有的含有小草酸鈣方晶。內胚乳細胞含糊粉粒(圖 2)。

粉末

黃棕色。內種皮細胞橙黃色至黃棕色，表面觀呈多邊形或類圓形，壁厚，內含硅質塊；側面觀呈柵欄狀，胞腔位於一端，內含硅質塊；偏光顯微鏡下呈橙黃色或棕色。種皮表皮細胞無色或淡黃色，表面觀呈條狀；偏光顯微鏡下呈亮黃色。下皮細胞無色或淡黃色，下層常連有種皮表皮細胞。色素細胞黃棕色至紅棕色，邊界不明顯；油細胞常散在於色素細胞，類圓形，直徑 11-59 μm 。外胚乳細胞長方形或多邊形，充滿細小澱粉粒，有的內含直徑 1-13 μm 之草酸鈣方晶；偏光顯微鏡下呈淡白色(圖 3)。

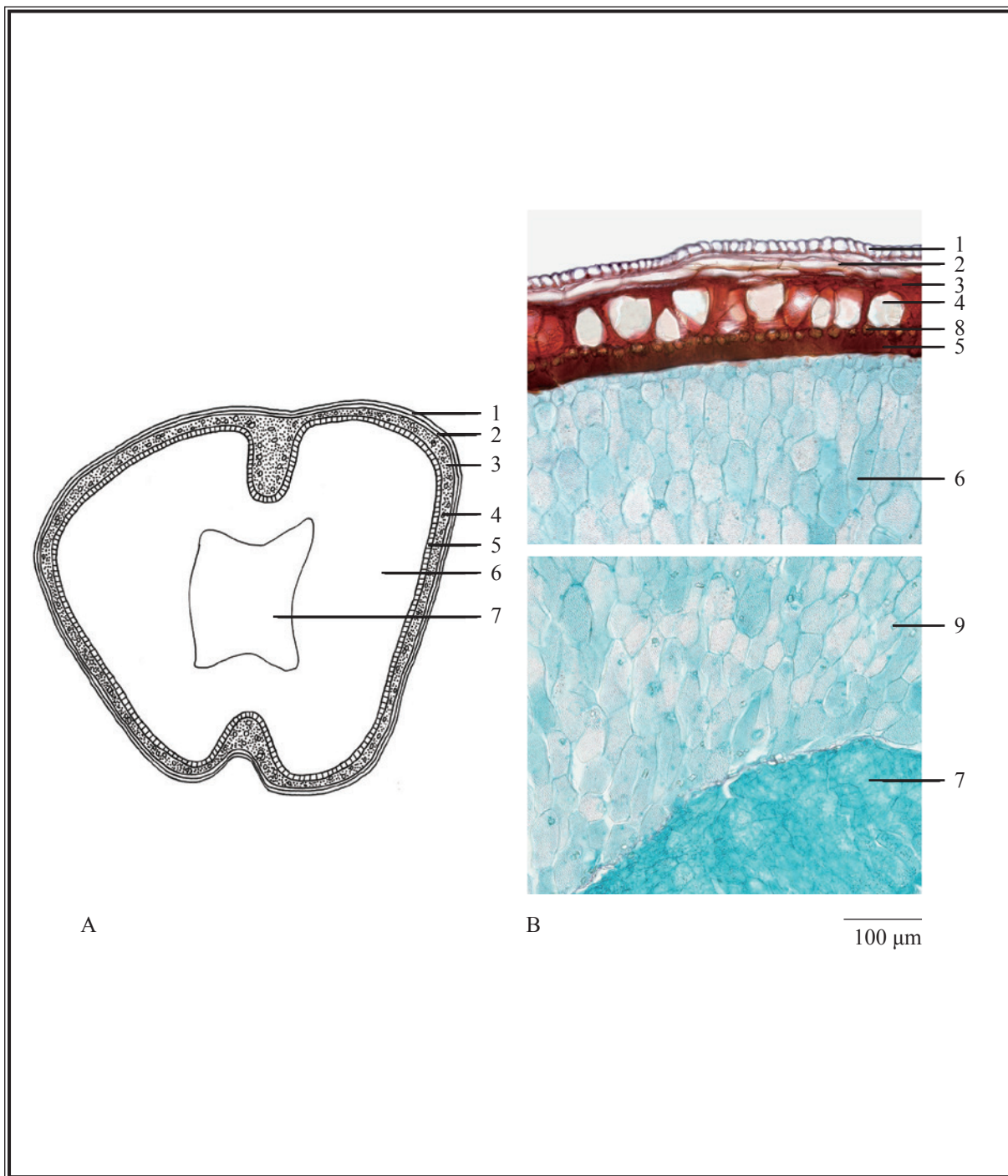


圖 2 草豆蔻橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖

- 1. 種皮表皮 2. 下皮 3. 色素層 4. 油細胞 5. 內種皮
- 6. 外胚乳 7. 內胚乳 8. 硅質塊 9. 草酸鈣方晶

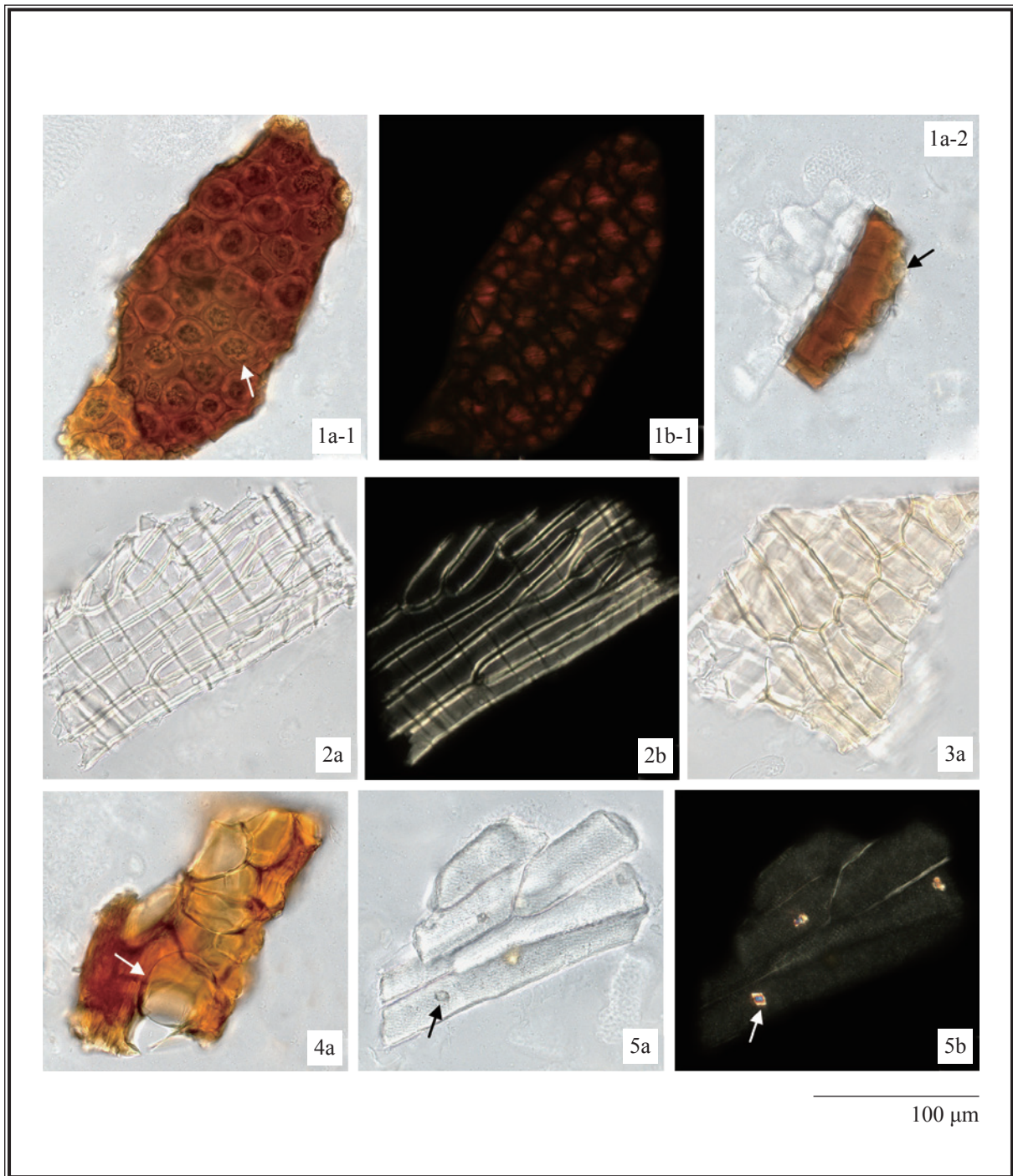


圖 3 草豆蔻粉末顯微特徵圖

1. 含硅質塊的內種皮細胞(1-1 表面觀，1-2 側面觀，硅質塊 →)
2. 種皮表皮細胞 3. 下皮細胞 4. 色素細胞(油細胞 →)
5. 外胚乳細胞(草酸鈣方晶 →)

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

橙木酮對照品溶液

取橙木酮對照品(圖 4) 2.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

山薑素對照品溶液

取山薑素對照品(圖 4) 2.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

小豆蔻明對照品溶液

取小豆蔻明對照品(圖 4) 2.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

喬松素對照品溶液

取喬松素對照品(圖 4) 2.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備正己烷－乙酸乙酯－甲醇(15:4:1, v/v) 的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 5 mL，超聲(140 W)處理 5 分鐘，離心 10 分鐘(約 2800 × g)，用 0.45- μ m 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取橙木酮對照品溶液 1.5 μ L、山薑素對照品溶液 1.5 μ L、小豆蔻明對照品溶液 1.5 μ L、喬松素對照品溶液 1.5 μ L 和供試品溶液 3 μ L，點於同一高效矽膠 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。置紫外光(254 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus

Buddlejae Flos
密蒙花

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽

覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺 Gleditsiae Spina

Sennae Folium
番瀉葉

Gleditsiae Fructus Abnormalis

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花

鬱金 Curcumae Radix
豬牙皂

沙苑子 Astragali Complanati Semen

川楝子
Toosendan Fructus

草豆蔻

Solidaginis Herba
一枝黃花

Cyathulae Radix
川牛膝

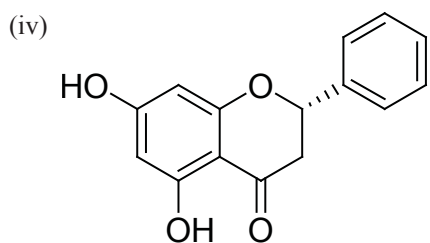
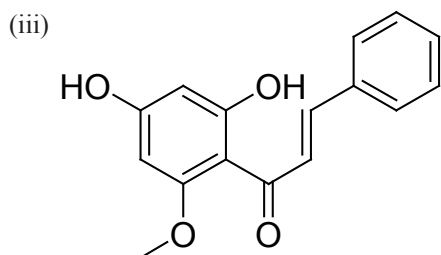
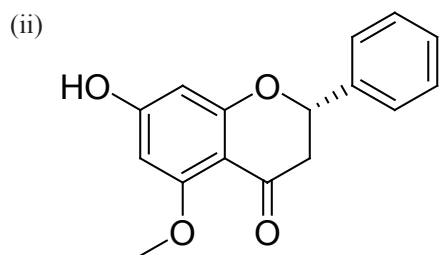
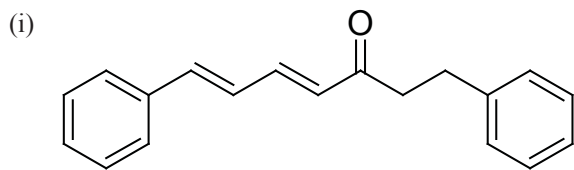


圖 4 化學結構式 (i) 橙木酮 (ii) 山薑素 (iii) 小豆蔻明 (iv) 喬松素

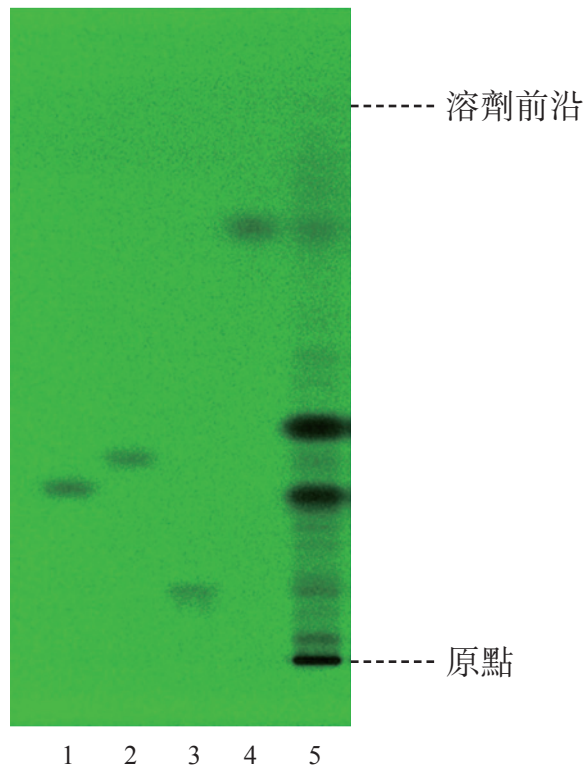


圖 5 草豆蔻提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 小豆蔻明對照品溶液 2. 喬松素對照品溶液 3. 山薑素對照品溶液
4. 檳木酮對照品溶液 5. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與檳木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素色澤相同、 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

檳木酮對照品溶液 *Std-FP* (50 mg/L)

取檳木酮對照品 0.5 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

山薑素對照品溶液 *Std-FP* (50 mg/L)

取山薑素對照品 0.5 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

小豆蔻明對照品溶液 *Std-FP* (75 mg/L)

取小豆蔻明對照品 0.75 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

喬松素對照品溶液 *Std-FP* (75 mg/L)

取喬松素對照品 0.75 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus
Buddlejae Flos
密蒙花

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽
覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺 Gleditsiae Spina

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花
Sennae Folium
番瀉葉
鬱金 Curcumae Radix
豬牙皂
Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子 Astragali Complanati Semen
川楝子
Toosendan Fructus

Solidaginis Herba
一枝黃花
Cyathulae Radix
川牛膝

草豆蔻

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量甲醇洗滌，離心 10 分鐘(約 4000 × g)，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 260 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m)填充柱；柱溫 40°C；流速約 0.8 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 – 45	60 → 48	40 → 52	綫性梯度
45 – 60	48 → 0	52 → 100	綫性梯度

系統適用性要求

吸取檜木酮對照品溶液 Std-FP、山薑素對照品溶液 Std-FP、小豆蔻明對照品溶液 Std-FP 和喬松素對照品溶液 Std-FP 各 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：檜木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；檜木酮峰、山薑素峰、小豆蔻明峰和喬松素峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按檜木酮峰、山薑素峰、小豆蔻明峰和喬松素峰計算分別應不低於 50000、10000、10000 和 10000。

供試品測試中 1 號峰、2 號峰、5 號峰和 7 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.0(圖 6)。

操作程序

分別吸取檜木酮、山薑素、小豆蔻明、喬松素對照品溶液 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 色譜圖中檜木酮峰、山薑素峰、小豆蔻明峰和喬松素峰的保留時間，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，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中檜木酮峰、山薑素峰、小豆蔻明峰和喬松

素峰。二色譜圖中檫木酮峰、山薑素峰、小豆蔻明峰和喬松素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。

草豆蔻提取液 7 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 草豆蔻提取液 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 (山薑素)	0.49	± 0.03
2 (指標成份峰, 喬松素)	1.00	-
3	1.35	± 0.04
4	1.39	± 0.04
5 (小豆蔻明)	1.63	± 0.03
6	1.70	± 0.04
7 (檫木酮)	2.56	± 0.11

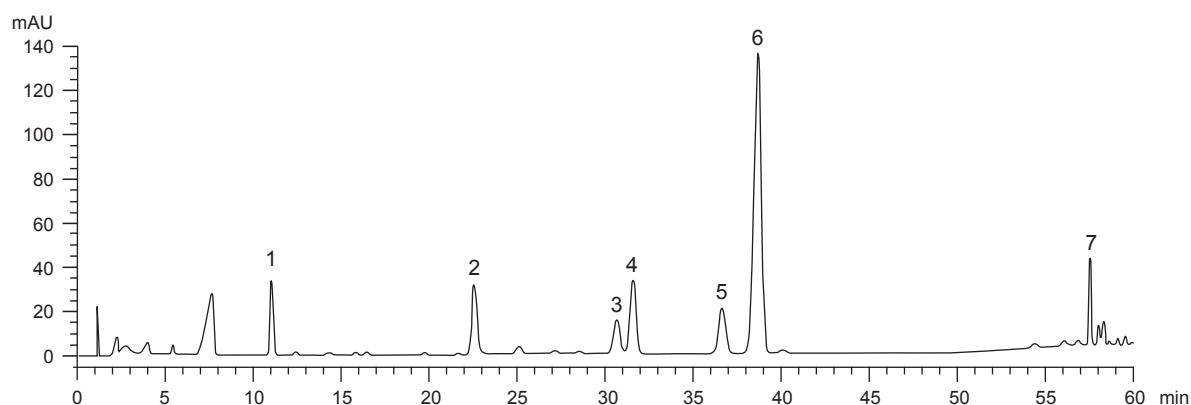


圖 6 草豆蔻提取液對照指紋圖譜

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(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 3.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

5.7 水分(附錄 X)

甲苯法：不多於 13.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 6.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 10.0%。

7. 含量測定

7.1 橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素混合對照品儲備液 *Std-Stock* (橙木酮 1000 mg/L、山薑素 1000 mg/L、小豆蔻明 1500 mg/L 和喬松素 1500 mg/L) 精密稱取橙木酮對照品 5.0 mg、山薑素對照品 5.0 mg、小豆蔻明對照品 7.5 mg 和喬松素對照品 7.5 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含橙木酮分別為 10、20、50、100、200 mg/L；含山薑素分別為 10、20、50、100、200 mg/L；含小豆蔻明分別為 15、30、75、150、300 mg/L 和含喬松素分別為 15、30、75、150、300 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，加甲醇 20 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 4000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量甲醇洗滌，離心 10 分鐘 (約 4000 × g)，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 300 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；柱溫 40°C；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 45	60 → 48	40 → 52	綫性梯度
45 – 60	48 → 0	52 → 100	綫性梯度

系統適用性要求

將橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素混合對照品溶液 Std-AS (橙木酮 50 mg/L、山薑素 50 mg/L、小豆蔻明 75 mg/L 和喬松素 75 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：橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；橙木酮峰、山薑素峰、小豆蔻明峰和喬松素峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按橙木酮峰、山薑素峰、小豆蔻明峰和喬松素峰計算分別應不低於 50000、10000、10000 和 10000。

供試品測試中橙木酮峰、山薑素峰、小豆蔻明峰和喬松素峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus
密蒙花
Buddlejae Flos

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽
覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺
Gleditsiae Spina

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花
Sennae Folium
番瀉葉
鬱金
Curcumae Radix
豬牙皂
Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子
Astragali Complanati Semen
川楝子
Toosendan Fructus

Solidaginis Herba
一枝黃花
Cyathulae Radix
川牛膝

草豆蔻

標準曲線

將橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲線得斜率、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。與橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中橙木酮峰、山薑素峰、小豆蔻明峰和喬松素峰。二色譜圖中橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式分別計算供試品溶液中橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素的濃度 (mg/L)，並計算樣品中橙木酮、山薑素、小豆蔻明和喬松素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含山薑素 ($C_{16}H_{14}O_4$)、小豆蔻明 ($C_{16}H_{14}O_4$) 和喬松素 ($C_{15}H_{12}O_4$) 的總量不少於 1.4%；橙木酮 ($C_{19}H_{18}O$) 不少於 0.31%。

7.2 揮發油含量測定

精密稱取本品粉末 75 g，置 1000-mL 圓底燒瓶中，加水 500 mL 與玻璃珠數粒，振搖混合。照附錄 XIII (甲法) 測定。

限度

本品含揮發油不少於 1.0% (v/w)。