

益智



圖 1 益智外觀圖

- A. 益智 B. 橫切面圖顯示隔膜將種子團分為 3 瓣
C. 種子團及分離種子

1. 名稱

藥材正名：Alpiniae Oxyphyllae Fructus

中文名：益智

漢語拼音名：Yizhi

2. 來源

本品為薑科植物益智 *Alpinia oxyphylla* Miq. 的乾燥成熟果實。夏、秋間果實成熟時採收，曬乾。

3. 性狀

本品呈橢圓形，兩端略尖，長 0.7-2.2 cm，直徑 4-14 mm。表面黃棕色至紅棕色至灰棕色，有縱向凹凸不平的突起稜線 13-20 條，頂端有花被殘基，基部常殘存果梗。果皮薄而稍韌，與種子緊貼，種子集結成團，中間有隔膜將種子團分為 3 瓣，每瓣種子 6-11 粒。種子呈不規則的扁圓形，略有鈍稜，直徑約 3 mm，表面灰棕色至灰黃色，外被淡棕色膜質的假種皮。質堅硬，胚乳白色。具特異香氣，味辛、微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

果皮：外果皮由 1 列類方形表皮細胞組成，外被角質層。中果皮由長方形或切向延長的薄壁細胞組成。薄壁細胞中有油細胞與維管束散在，韌皮部外側有纖維束覆蓋。內果皮由 1 列切向延長的薄壁細胞組成，果棱細胞壁薄 [圖 2 (i)]。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus
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
益智

種子：假種皮有時殘存，由數列薄壁細胞組成。種皮表皮細胞類圓形、類方形或長方形，略徑向延長，壁較厚。下皮細胞為 1 列薄壁細胞，含黃棕色物。油細胞 1 列，類方形或長方形，含黃色油滴。色素層為數列黃棕色細胞，散有 1-3 列較大的類圓形油細胞，含黃色油滴。內種皮為 1 列柵狀厚壁細胞，黃棕色或紅棕色，內壁與側壁極厚，胞腔小，內含硅質塊。外胚乳細胞充滿澱粉團，散有草酸鈣方晶。內胚乳細胞含糊粉粒 [圖 2 (ii)]。

粉末

黃棕色。種皮表皮細胞表面觀呈條狀，直徑可達 29 μm ，壁稍厚，常與下皮細胞垂直排列。下皮細胞類長方形或形狀不規則，內含淺黃色或黃棕色物質。油細胞散在於色素層細胞中，類方形或長方形。色素層細胞皺縮，界線不清楚，含紅棕色和深棕色物，多破裂成形狀不規則的色素碎片。內種皮厚壁細胞黃棕色或棕色，側面觀柵狀細胞 1 列，內壁及側壁極厚，胞腔偏外側，內含硅質塊；表面觀多角形，壁厚及非木化，內含硅質塊；外胚乳細胞充滿由細小澱粉粒集結成的澱粉團。草酸鈣方晶直徑 0.6-15 μm ；偏光顯微鏡下呈亮黃白色。果皮油細胞黃棕色至紅棕色，類圓形。纖維細長，直徑 7-42 μm ，壁厚，紋孔明顯。導管主要為梯紋導管，直徑 6-46 μm (圖 3)。

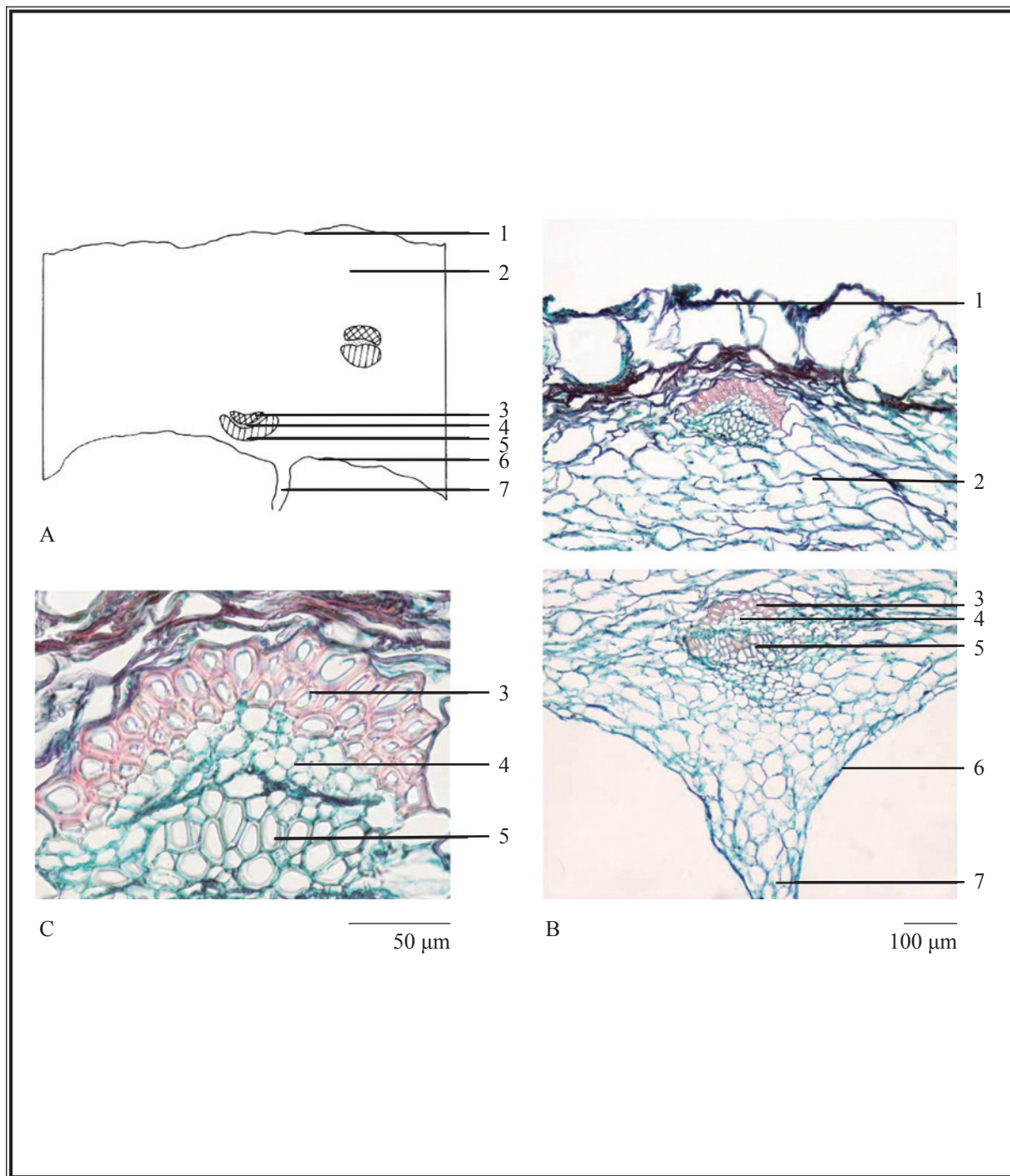


圖 2 (i) 益智果皮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 維管束

1. 外果皮 2. 中果皮 3. 纖維束 4. 韌皮部 5. 木質部 6. 內果皮 7. 果棱

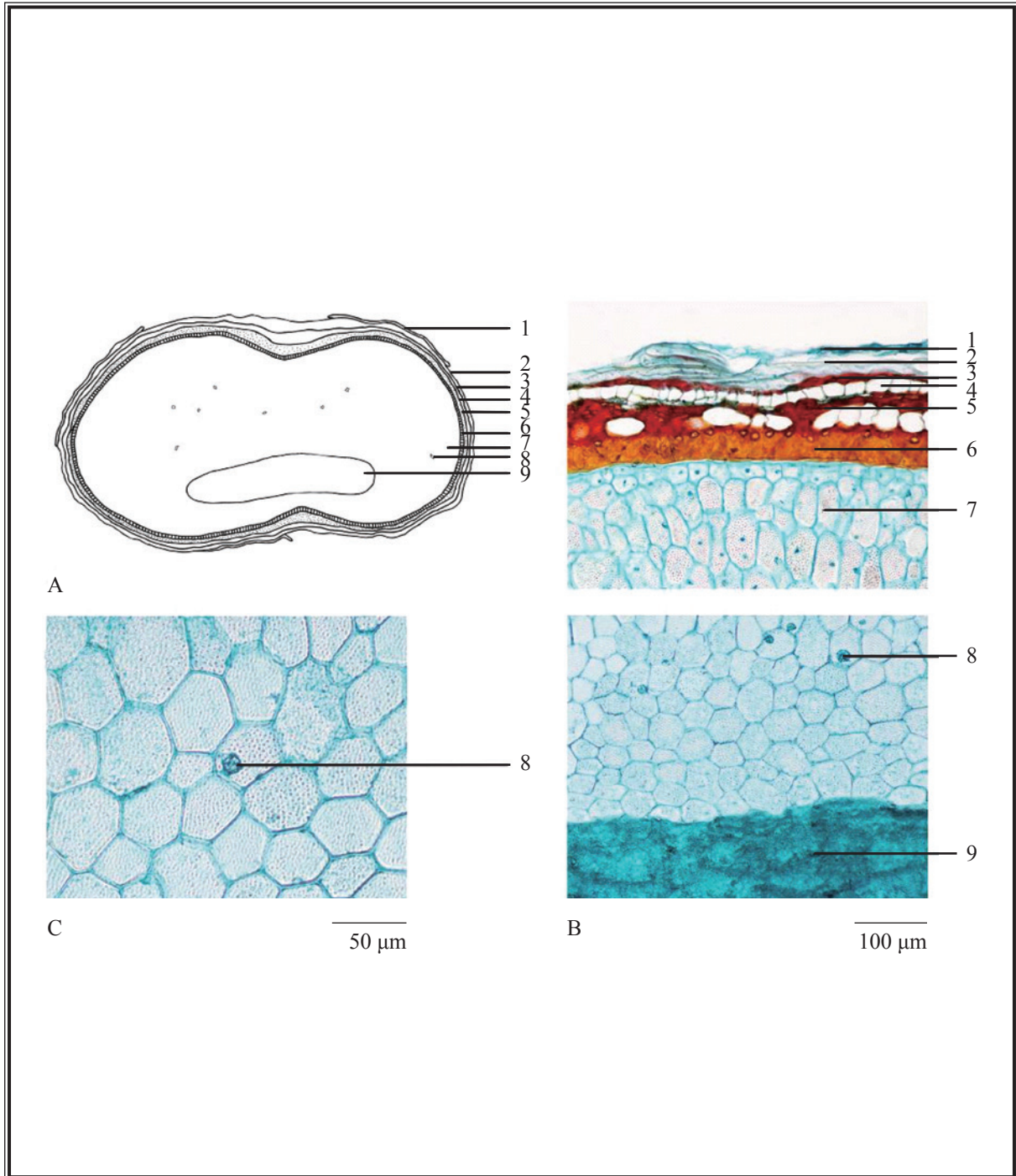


圖 2(ii) 益智種子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 內胚乳草酸鈣方晶

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

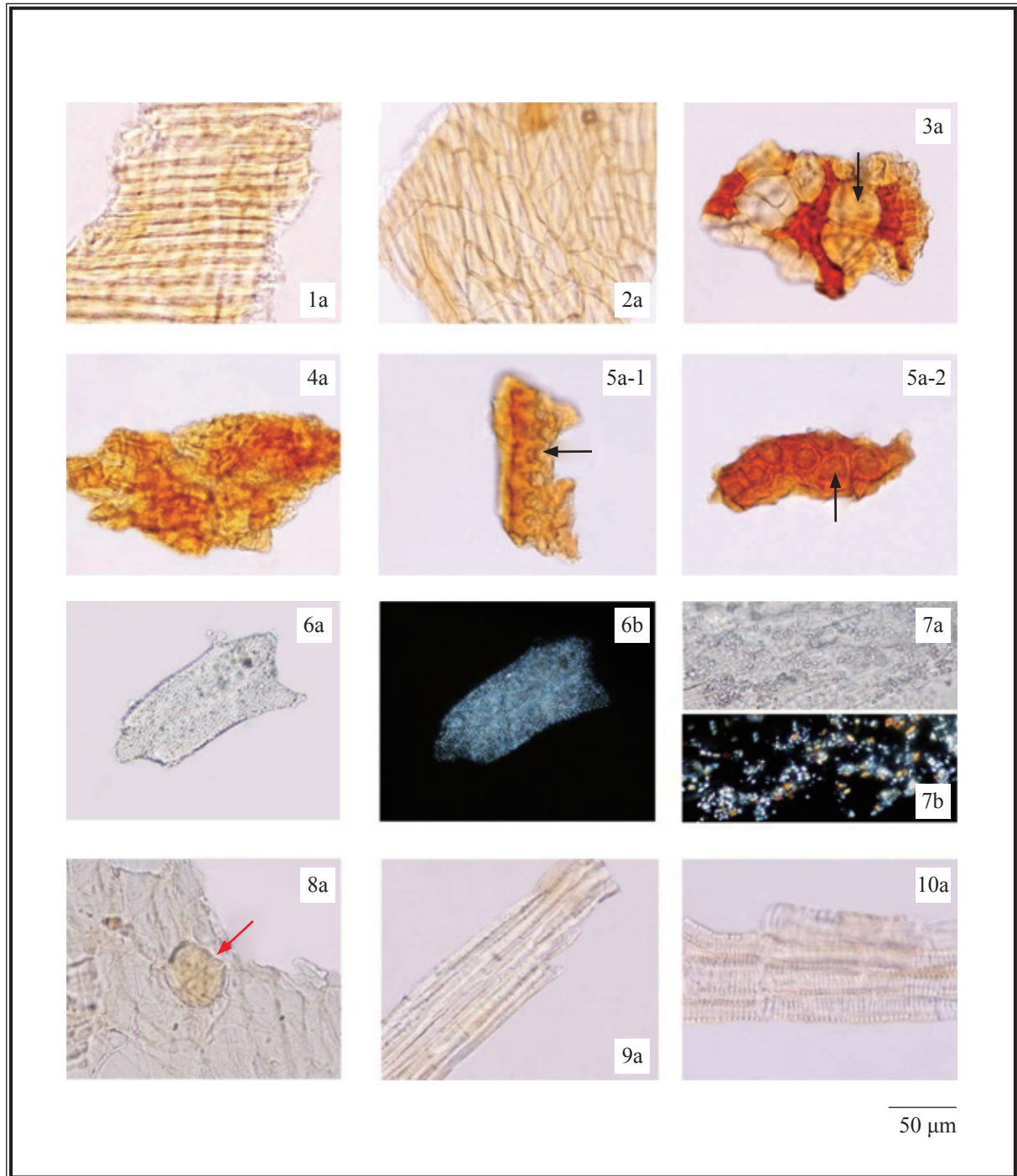


圖 3 益智粉末顯微特徵圖

1. 種皮表皮細胞 2. 下皮細胞 3. 油細胞 4. 色素層細胞
5. 內種皮厚壁細胞(硅質塊 →) (5-1 側面觀, 5-2 表面觀)
6. 外胚乳細胞及澱粉團 7. 草酸鈣方晶 8. 果皮油細胞(→)
9. 果皮纖維 10. 導管

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

諾卡酮對照品溶液

取諾卡酮對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備石油醚(60-80°C) – 乙酸乙酯(3:2, v/v) 的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 100-mL 錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲(140 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。分別吸取諾卡酮對照品溶液 5 μ L 和供試品溶液 10 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 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。

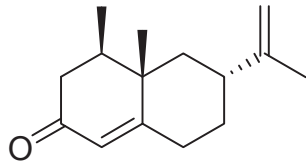


圖 4 諾卡酮化學結構式

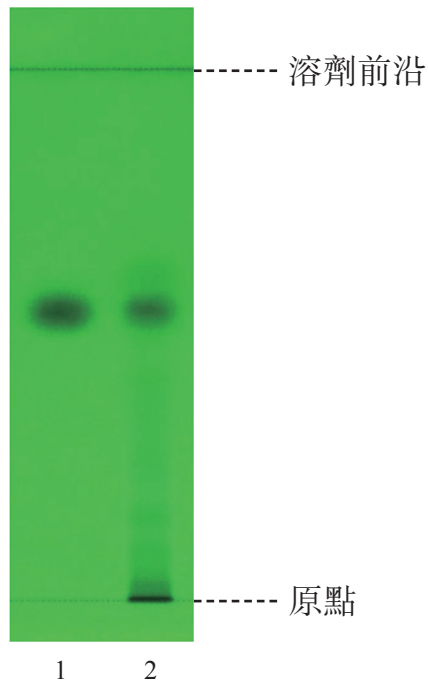


圖 5 益智提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 諾卡酮對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與諾卡酮色澤相同、 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

諾卡酮對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取諾卡酮對照品 5.0 mg，溶解於 50 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 25-mL 錐形瓶中，加甲醇 12.5 mL，超聲(400 W)處理 40 分鐘。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次，殘渣用 5 mL 甲醇洗滌，合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，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 254 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)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	36	64	等度
10 – 60	36 → 30	64 → 70	綫性梯度

系統適用性要求

吸取諾卡酮對照品溶液 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：諾卡酮的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；諾卡酮峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按諾卡酮峰計算應不低於 10000。

供試品測試中 2 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取諾卡酮對照品溶液 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 色譜圖中諾卡酮峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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 色譜圖中諾卡酮峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中諾卡酮峰。二色譜圖中諾卡酮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。

益智提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 益智提取液 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	0.92	± 0.03
2 (指標成份峰，諾卡酮)	1.00	-
3	1.07	± 0.03
4	1.11	± 0.03

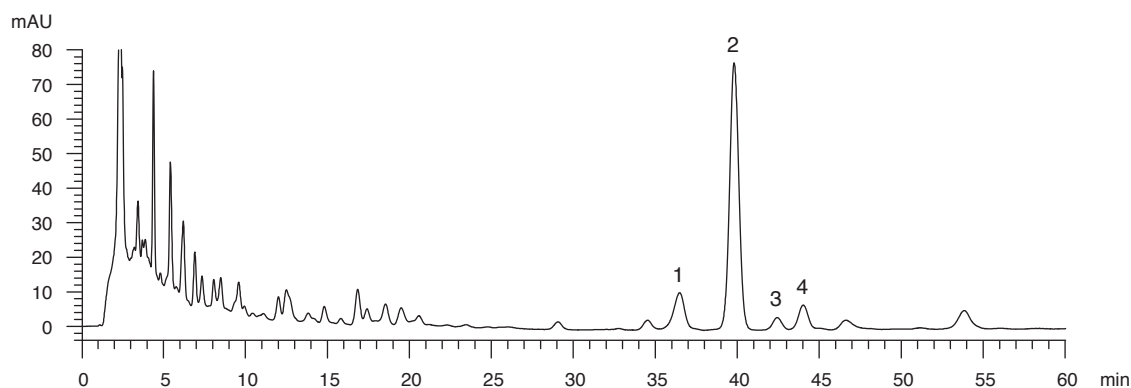


圖 6 益智提取液對照指紋圖譜

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 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 7.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 14.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 15.0%。
醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 8.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

諾卡酮對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取諾卡酮對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

諾卡酮對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取諾卡酮對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含諾卡酮分別為 25、50、100、250、500 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 25-mL 錐形瓶中，加甲醇 12.5 mL，超聲(400 W)處理 40 分鐘。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次，殘渣用 5 mL 甲醇洗滌，合併濾液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，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 240 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。流動相為 0.1% 甲酸-乙腈(50:50, v/v) 的混合溶液；流程約 30 分鐘。

系統適用性要求

將諾卡酮對照品溶液 *Std-AS* (100 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：諾卡酮的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；諾卡酮峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按諾卡酮峰計算應不低於 9000。

供試品測試中諾卡酮峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將諾卡酮系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以諾卡酮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。與諾卡酮對照品溶液 Std-AS 色譜圖中諾卡酮峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中諾卡酮峰。二色譜圖中諾卡酮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諾卡酮的濃度 (mg/L)，並計算樣品中諾卡酮的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含諾卡酮 ($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{O}$) 不少於 0.077%。