使君子

圖 1　使君子外觀圖

A. 使君子　B. 果實底面觀放大圖
C. 果實橫切面放大圖　D. 種子放大圖

1. 名稱

藥材正名：Quisqualis Fructus

中文名：使君子

漢語拼音名：Shijunzi

2. 來源

本品為使君子科植物使君子 *Quisqualis indica* L. 的乾燥成熟果實。秋季果實成熟時採收，除去雜質，曬乾或烘乾。

3. 性狀

橢圓形或卵圓形，具 5 條縱棱(偶有 4-9 棱)，長 1.8-4.9 cm，直徑 9-26 mm，表面棕色至黑棕色，光滑，略具光澤。頂端漸尖，基部鈍圓，有一突起的圓形果梗痕。質硬而輕，橫切面多呈五角星狀，中央空腔類圓形，具種子 1 枚。種子橢圓形至紡錘形，表面棕色至黑棕色，具多數縱皺紋；種皮薄，易剝離；子葉 2 片，黃白色，油性。氣微香，味微甜(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *(附錄 III)*

橫切面

果皮表皮由 1 列細胞組成，壁較厚；內側為數列薄壁細胞，有時散有草酸鈣簇晶。果皮纖維層由十餘列橫向排列的纖維組成，內側有維管束。果皮木化細胞於棱角處較多，外側細胞的細胞壁相對較厚。種皮表皮細胞為 1 列類長方形細胞。網紋細胞層由數列切向延長的網紋細胞組成。子葉細胞含糊粉粒及草酸鈣簇晶(圖 2)。

粉末

棕色。網紋細胞眾多，橢圓形、類圓形或形狀不規則，壁稍厚，具密集網狀紋孔。種皮表皮細胞黃色至黃棕色，表面觀呈類長方形或多角形，有的含黃棕色物。果皮木化細胞眾多，梭形、類橢圓形或形狀不規則，多破碎，壁稍厚，具密集紋孔。纖維多成束，直徑 7-34 μm，紋孔及孔溝明顯；偏光顯微鏡下呈白色至黃白色。草酸鈣簇晶散在或存於子葉細胞中，直徑 5-41 μm；偏光顯微鏡下呈多彩狀。果皮表皮細胞黃棕色，表面觀呈多角形。導管主要為螺紋，直徑 7-34 μm（圖 3）。

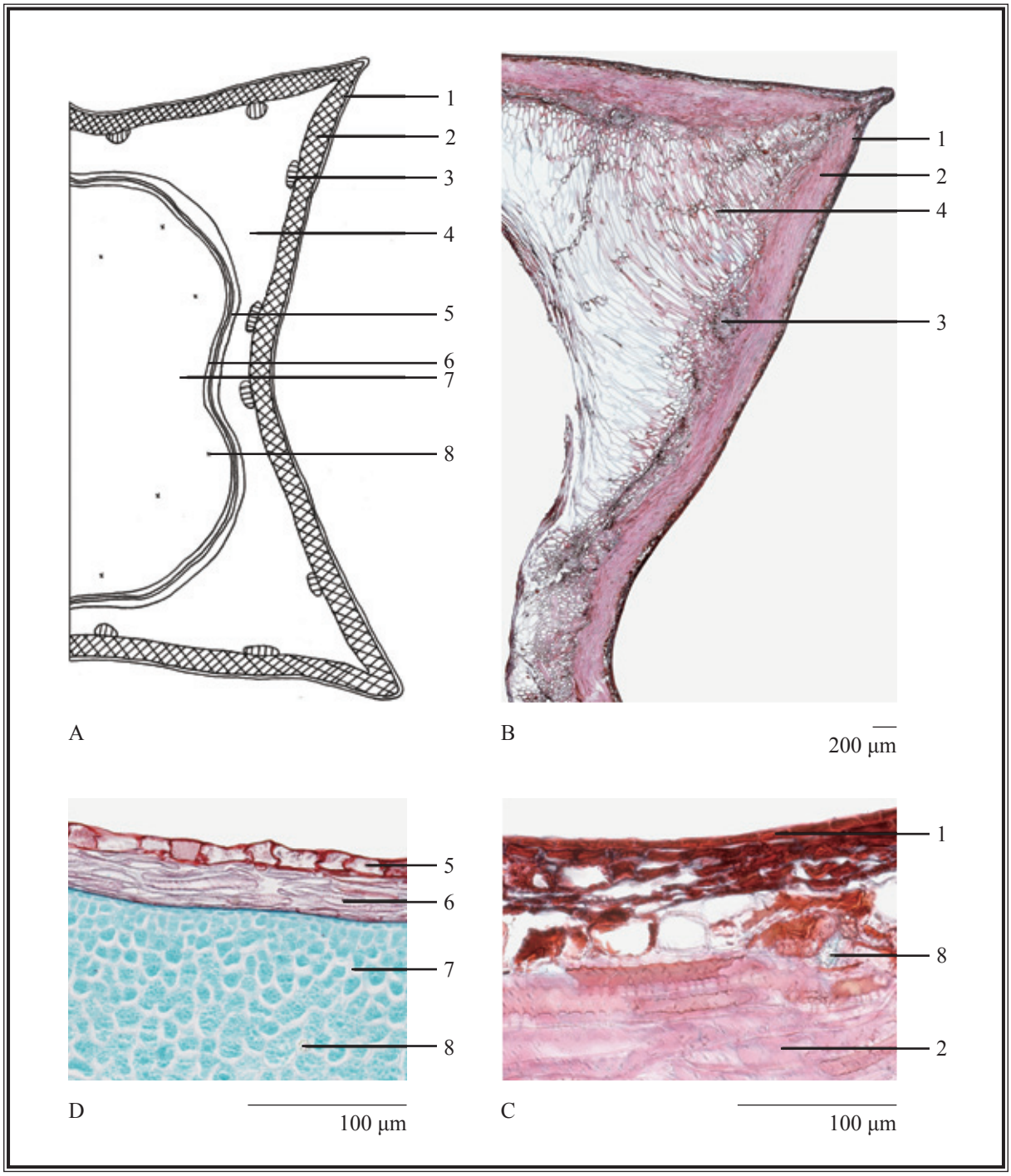

圖 2　使君子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 果皮橫切面圖　C. 果皮橫切面放大圖　D. 種子橫切面圖

1. 果皮表皮　2. 果皮纖維層　3. 維管束　4. 果皮木化細胞
5. 種皮表皮細胞　6. 網紋細胞層　7. 子葉　8. 草酸鈣簇晶

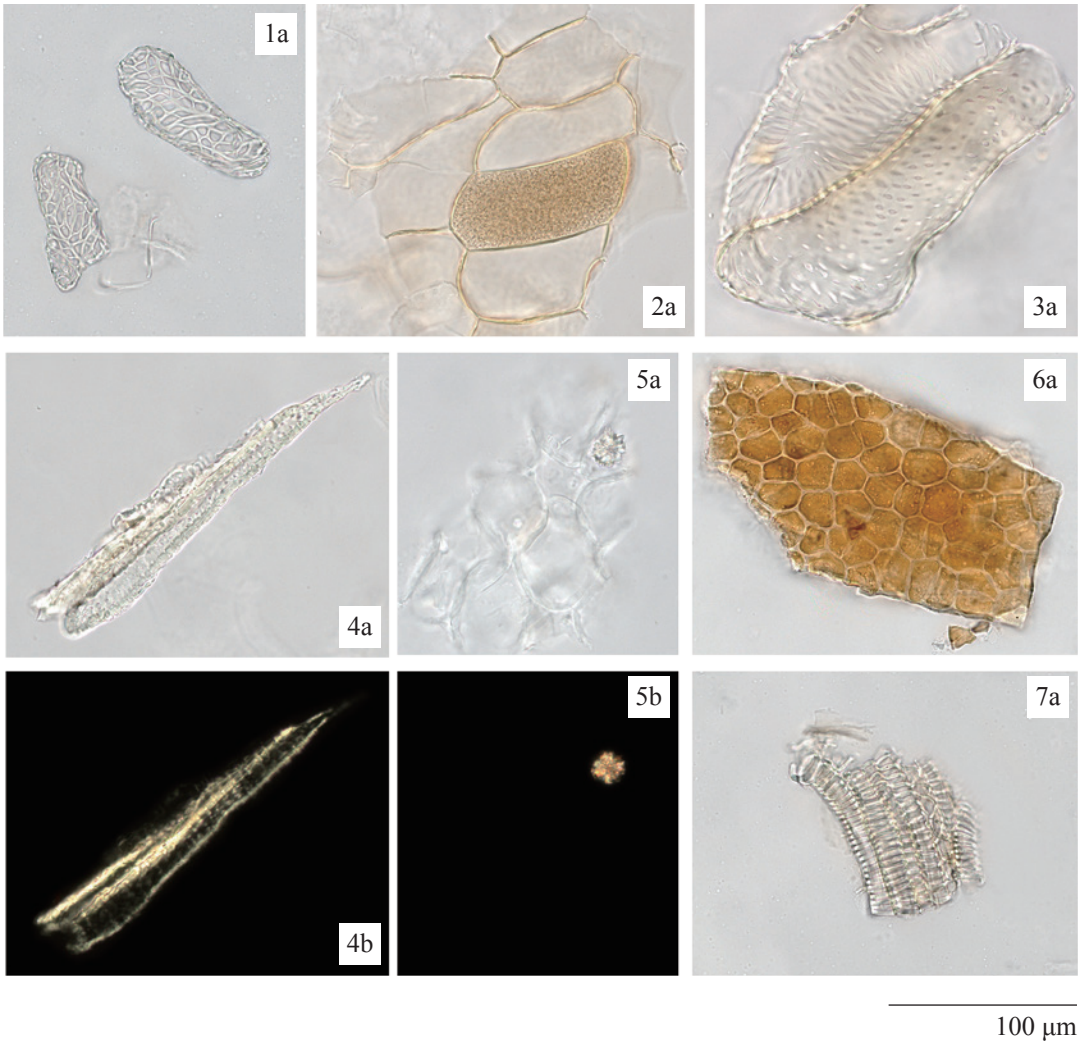

圖 3　使君子粉末顯微特徵圖

1. 網紋細胞　2. 種皮表皮細胞　3. 果皮木化細胞　4. 纖維
5. 草酸鈣簇晶　6. 果皮表皮細胞　7. 螺紋導管

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

使君子酸對照品溶液

取使君子酸對照品（圖 4）0.5 mg，溶解於 1 mL 50% 甲醇中。

展開劑

製備正丁醇 – 冰醋酸 – 水（3:1:1, v/v）的混合溶液。

顯色劑

取茚三酮 2 g，溶解於 100 mL 丙酮中。

供試品溶液

取本品粉末 0.4 g，置 15-mL 離心管中，加 50% 甲醇 5 mL，超聲（140 W）處理 15 分鐘，離心 10 分鐘（約 2800 × *g*），用 0.45-μm 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。分別吸取使君子酸對照品溶液 1.5 μL 和供試品溶液 1.5 μL-4.5 μL，點於同一高效硅膠 $GHLF_{254}$（厚度 150 μm）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。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 3-5 分鐘）。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

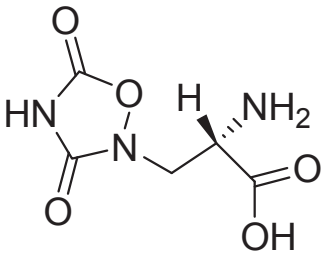

圖 4　使君子酸化學結構式

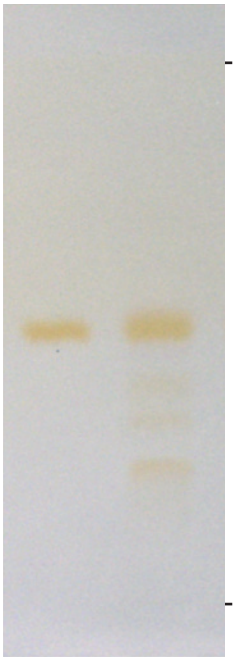

圖 5　使君子提取液對照高效薄層色譜圖（顯色後在可見光下檢視）

1. 使君子酸對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與使君子酸色澤相同、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)*

試劑

0.2 M 醋酸溶液

精密吸取醋酸 11.4 mL，加水 1000 mL。

0.01 M 醋酸鈉緩衝溶液(pH 4.6)

取醋酸鈉 16.4 g，溶解於 1000 mL 水中。精密吸取溶液 24.5 mL 和 0.2 M 醋酸溶液 25.5 mL，置 1000-mL 量瓶中，加水至刻度。

10 M 氫氧化鈉溶液

取氫氧化鈉 40.0 g，溶解於 100 mL 水中。

0.04 M 硼酸緩衝溶液(pH 10.5)

取硼酸 2.5 g，溶解於 1000 mL 水中，用 10 M 氫氧化鈉溶液調 pH 值至 10.5。

鄰苯二甲醛溶液

取鄰苯二甲醛 70.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇、95 mL 0.04 M 硼酸緩衝溶液（pH 10.5）和 0.2 mL 2- 氫硫乙醇的混合溶液中。臨用製備。

對照品溶液

使君子酸對照品溶液 Std-FP（50 mg/L）

取使君子酸對照品 0.5 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇 10 mL，超聲（270 W）處理 30 分鐘，離心 10 分鐘（約 1800 × *g*）。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 50% 甲醇洗滌，離心 10 分鐘（約 1800 × *g*），合併上清液，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜（PTFE）濾過，即得。

衍生反應

精密吸取對照品溶液或供試品溶液 200 μL，置 2-mL 小瓶中，再精密吸取鄰苯二甲醛溶液 400 μL。臨用製備。溶液須於 10 分鐘內進行分析。

色譜系統

液相色譜：熒光檢測器，激發波長（λ_{ext}）338 nm 及發射波長（λ_{em}）450 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；柱溫 30°C；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）	0.01 M 醋酸鈉緩衝溶液（pH 4.6）（%, v/v）	甲醇（%, v/v）	洗脫
0 – 5	80	20	等度
5 – 60	80 → 20	20 → 80	綫性梯度

系統適用性要求

吸取使君子酸對照品溶液 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：使君子酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；使君子酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按使君子酸峰計算應不低於 20000。

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

分別吸取使君子酸對照品溶液 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 色譜圖中使君子酸峰的保留時間，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 色譜圖中使君子酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中使君子酸峰。二色譜圖中使君子酸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。

使君子提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2　使君子提取液 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 （天冬酰胺）	0.95	± 0.03
2 （指標成份峰，使君子酸）	1.00	-
3 （谷氨酸）	1.47	± 0.03
4 （精氨酸）	1.55	± 0.05

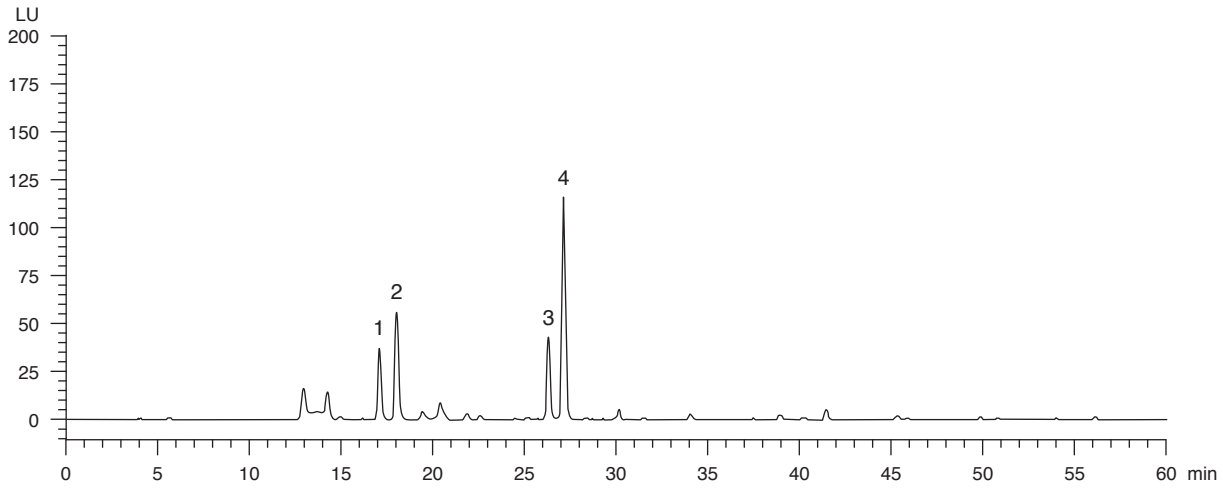

圖 6　使君子提取液對照指紋圖譜

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 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－黃曲霉毒素*(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 0.5%。

5.7 水分*(附錄 X)*

烘乾法：不多於 16.0%。

6. 浸出物*(附錄 XI)*

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 12.0%。
醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 14.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B)進行。

試劑
0.2 M 醋酸溶液
精密吸取醋酸 11.4 mL，加水 1000 mL。
0.01 M 醋酸鈉緩衝溶液(pH 4.6)
取醋酸鈉 16.4 g，溶解於 1000 mL 水中。精密吸取溶液 24.5 mL 和 0.2 M 醋酸溶液 25.5 mL，置 1000-mL 量瓶中，加水至刻度。

10 M 氫氧化鈉溶液

取氫氧化鈉 40.0 g，溶解於 100 mL 水中。

0.04 M 硼酸緩衝溶液(pH 10.5)

取硼酸 2.5 g，溶解於 1000 mL 水中，用 10 M 氫氧化鈉溶液調 pH 值至 10.5。

鄰苯二甲醛溶液

取鄰苯二甲醛 70.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇、95 mL 0.04 M 硼酸緩衝溶液(pH 10.5)和 0.2 mL 2- 氫硫乙醇的混合溶液中。臨用製備。

對照品溶液

使君子酸對照品儲備液 Std-Stock（200 mg/L）

精密稱取使君子酸對照品 1.0 mg，溶解於 5 mL 50% 甲醇中。

使君子酸對照品溶液 Std-AS

精密吸取使君子酸對照品儲備液適量，以 50% 甲醇稀釋製成含使君子酸分別為 10、20、50、100、200 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇 10 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 1800 × *g*)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 50% 甲醇洗滌，離心 10 分鐘(約 1800 × *g*)，合併上清液，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

衍生反應

精密吸取對照品溶液或供試品溶液 200 μL，置 2-mL 小瓶中，再精密吸取鄰苯二甲醛溶液 400 μL。臨用製備。溶液須於 10 分鐘內進行分析。

色譜系統

液相色譜：熒光檢測器，激發波長(λ_{ext}) 338 nm 及發射波長(λ_{em}) 450 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；柱溫 30°C；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)	0.01 M 醋酸鈉緩衝溶液(pH 4.6)(%, v/v)	甲醇(%, v/v)	洗脫
0 – 5	80	20	等度
5 – 60	80 → 20	20 → 80	綫性梯度

系統適用性要求

將使君子酸對照品溶液 Std-AS（50 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：使君子酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；使君子酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按使君子酸峰計算應不低於 20000。

供試品測試中使君子酸峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將使君子酸系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以使君子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。與使君子酸對照品溶液 Std-AS 色譜圖中使君子酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中使君子酸峰。二色譜圖中使君子酸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使君子酸的濃度（mg/L），並計算樣品中使君子酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含使君子酸（$C_5H_7N_3O_5$）不少於 0.63%。