

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 條縱稜（偶有 4-9 稜），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）。

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
使君子

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)。

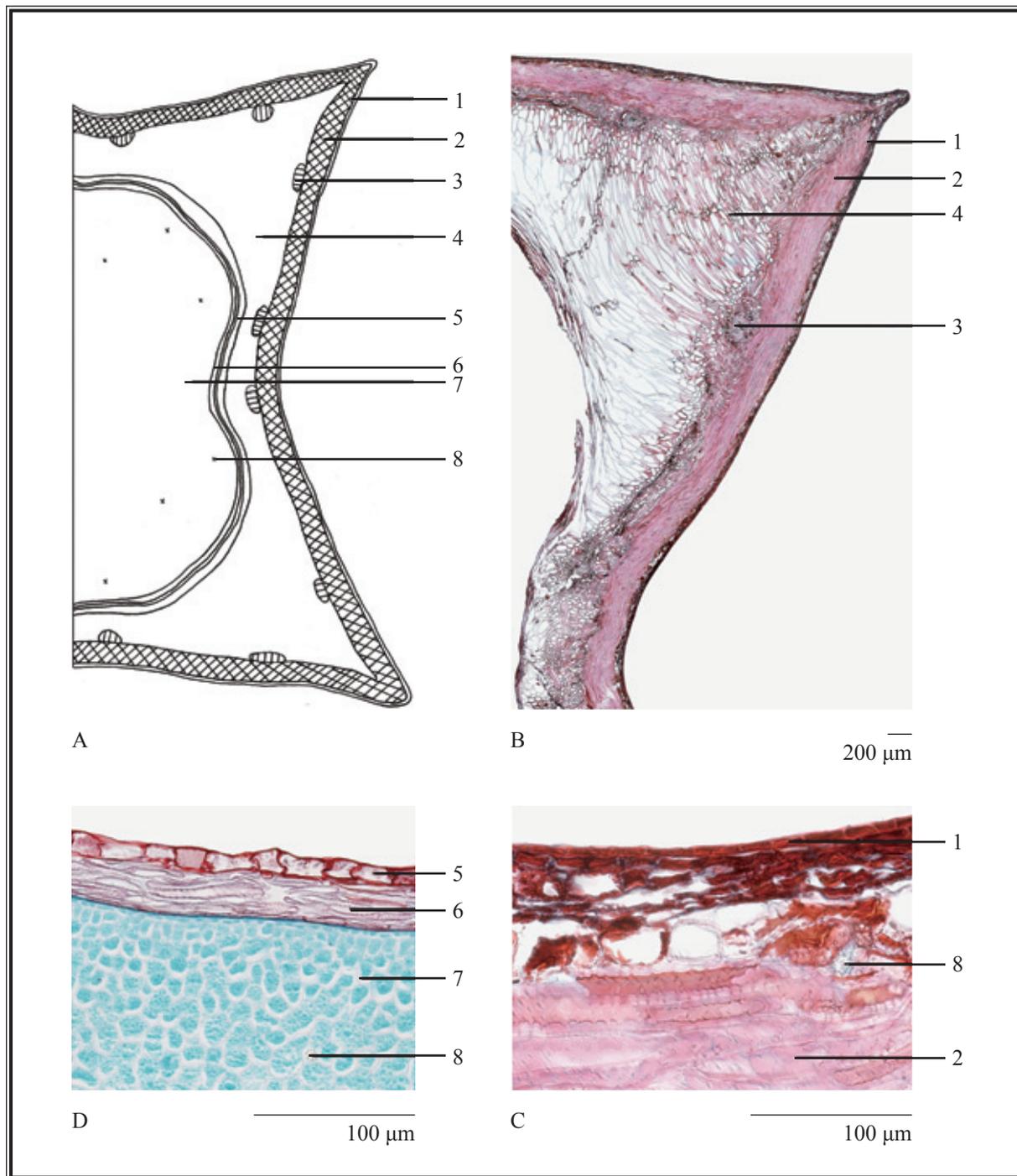


圖 2 使君子橫切面顯微特徵圖

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

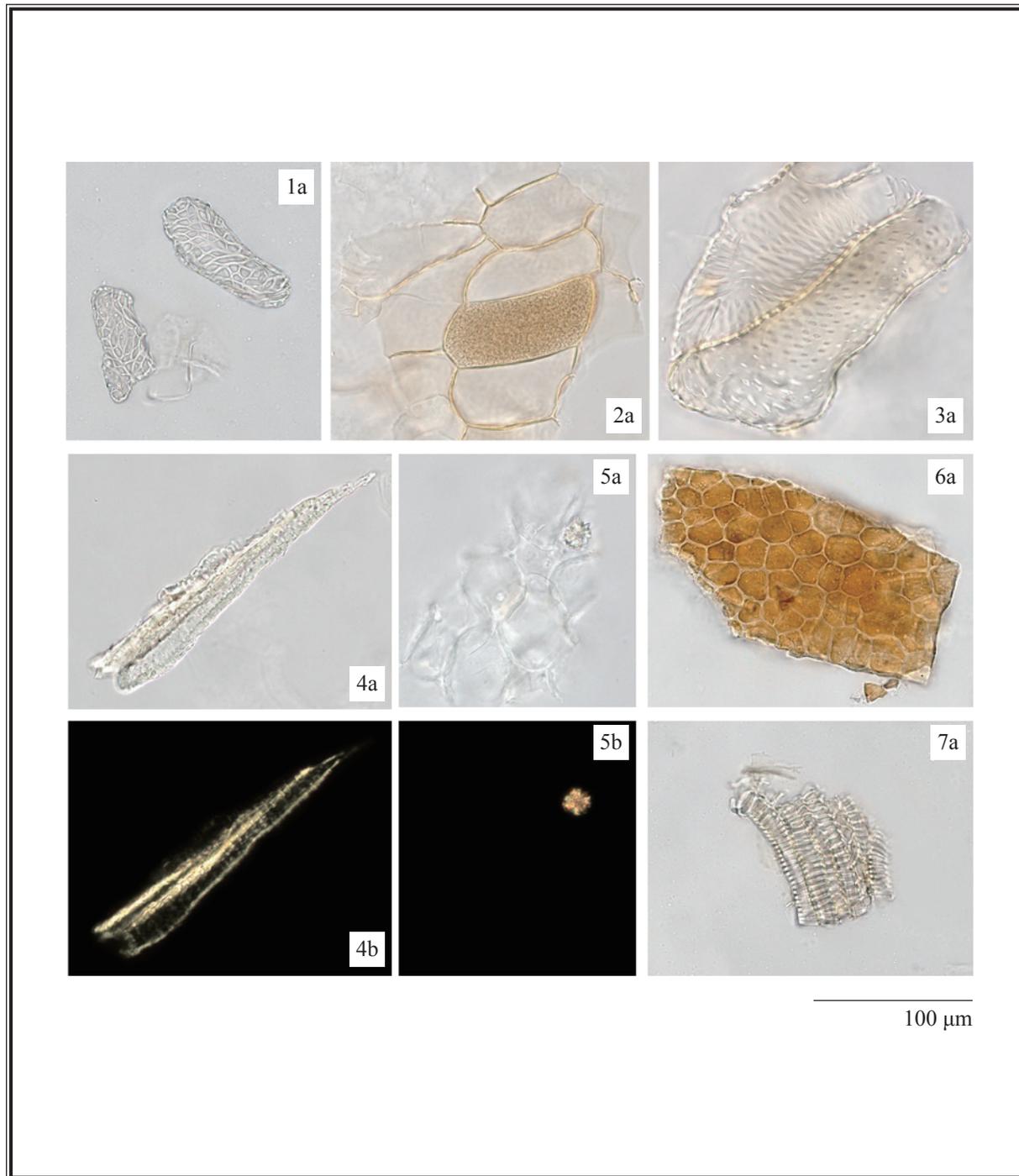


圖 3 使君子粉末顯微特徵圖

- 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

取茛三酮 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 $2800 \times g$)，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 GH₂₅₄ (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。

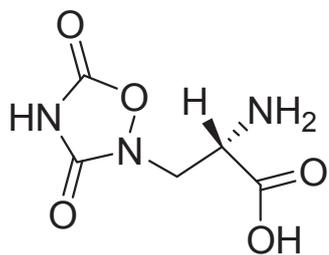


圖 4 使君子酸化學結構式

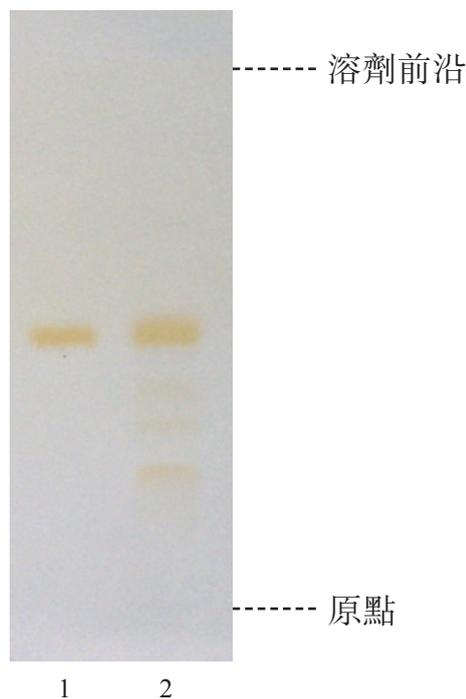


圖 5 使君子提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)

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- μ m 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 μ L，置 2-mL 小瓶中，再精密吸取鄰苯二甲醛溶液 400 μ L。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 μ m) 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 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：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 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

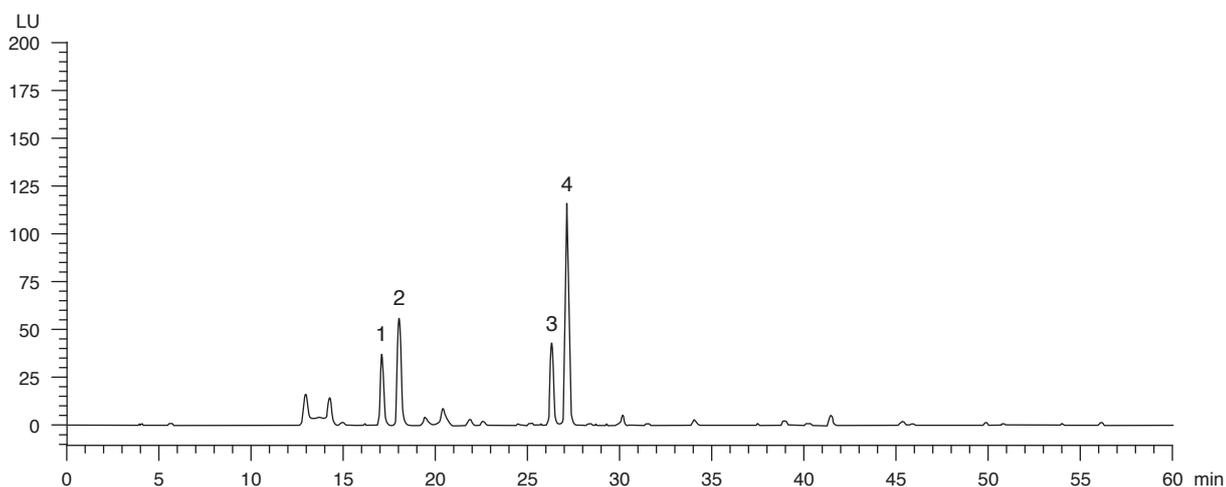


圖 6 使君子提取液對照指紋圖譜

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(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 $1800 \times g$)。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 $1800 \times g$)，合併上清液，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45- μ m 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 μ L，置 2-mL 小瓶中，再精密吸取鄰苯二甲醛溶液 400 μ L。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 μ m) 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 \rightarrow 20	20 \rightarrow 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。

標準曲線

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 點的標準曲線得斜率、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 (C₅H₇N₃O₅) 不少於 0.63%。