

萹澄茄



圖 1 萹澄茄外觀圖

- A. 萹澄茄
- B. 果實放大圖
- C. 種子(具內果皮)放大圖

1. 名稱

藥材正名：Litseae Fructus

中文名：華澄茄

漢語拼音名：Bichengqie

2. 來源

本品為樟科植物山雞椒 *Litsea cubeba* (Lour.) Pers. 的乾燥成熟果實。秋季果實成熟時採收，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品呈類球形，直徑 3-7 mm。表面棕色至黑棕色，有網狀皺紋。基部偶有細果梗。除去外皮可見硬脆的果核。種子 1，子葉 2，黃棕色，富油性。氣芳香，味稍辣而微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

外果皮為 1 列細胞，外被厚角質層。中果皮寬廣，細胞類橢圓形；油細胞眾多，主要分佈於中果皮外側；石細胞單個散在或成群散於中果皮內則。內果皮狹窄，為 4-6 列梭形石細胞，柵狀排列，含草酸鈣方晶。種皮為數列薄壁細胞。頹廢的胚乳由 1 層細胞組成。子葉 2，佔橫切面的大部分，細胞類圓形(圖 2)。

粉末

棕色。中果皮石細胞單個散在或成群，長方形至類圓形，直徑 10-112 μm ，壁厚，胞腔小，紋孔及孔溝明顯。油細胞眾多，橢圓形或圓形，直徑 20-122 μm ，含黃棕色油滴。內果皮石細胞黃色，頂面觀多角形，側面觀梭形或呈柵狀鑲嵌排列，胞腔窄小。草酸鈣方晶眾多而小，直徑 1-15 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀(圖 3)。

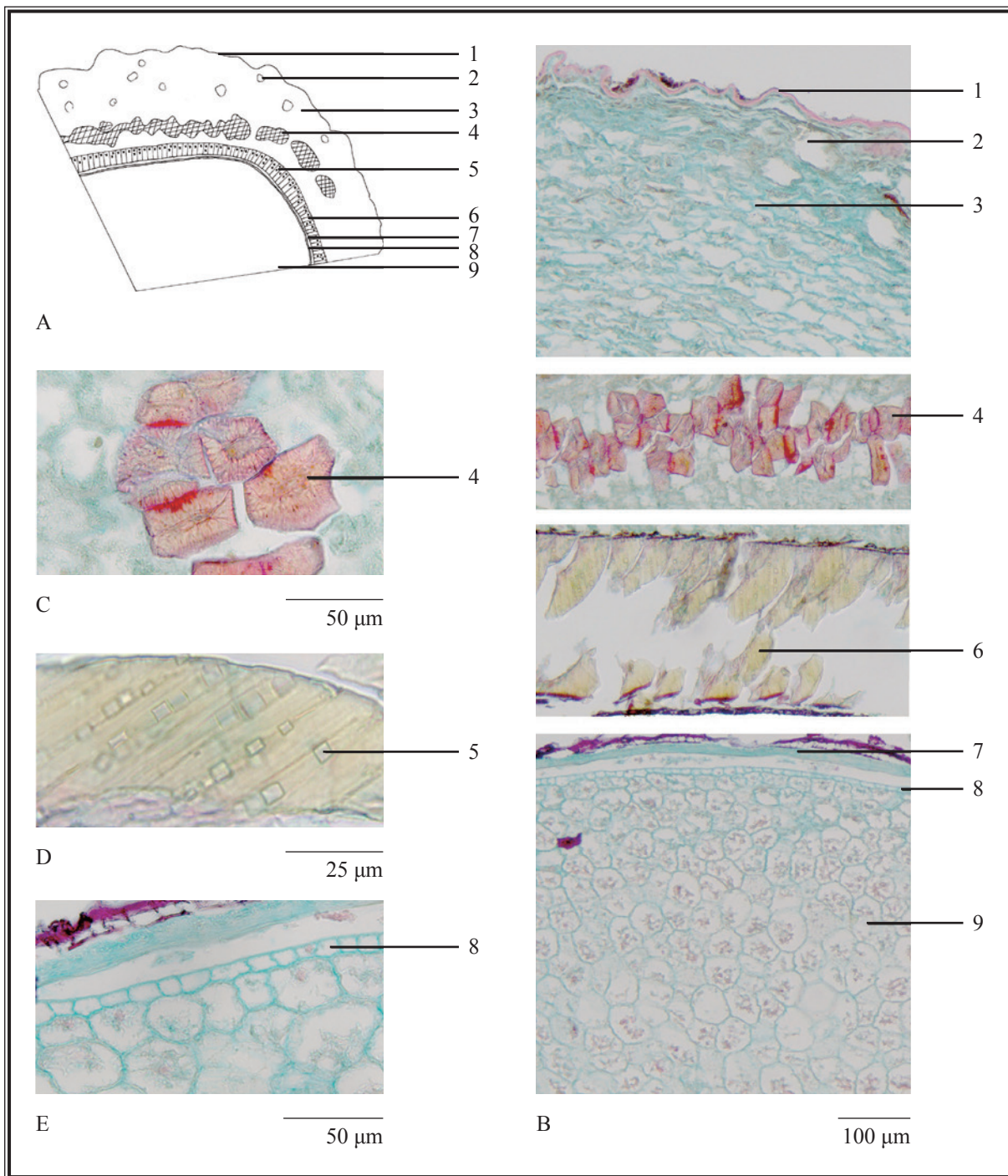


圖 2 華澄茄橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 中果皮石細胞 D. 內果皮石細胞 E. 胚乳

- 1. 外果皮 2. 油細胞 3. 中果皮 4. 中果皮石細胞 5. 草酸鈣方晶
- 6. 內果皮 7. 種皮 8. 胚乳 9. 子葉

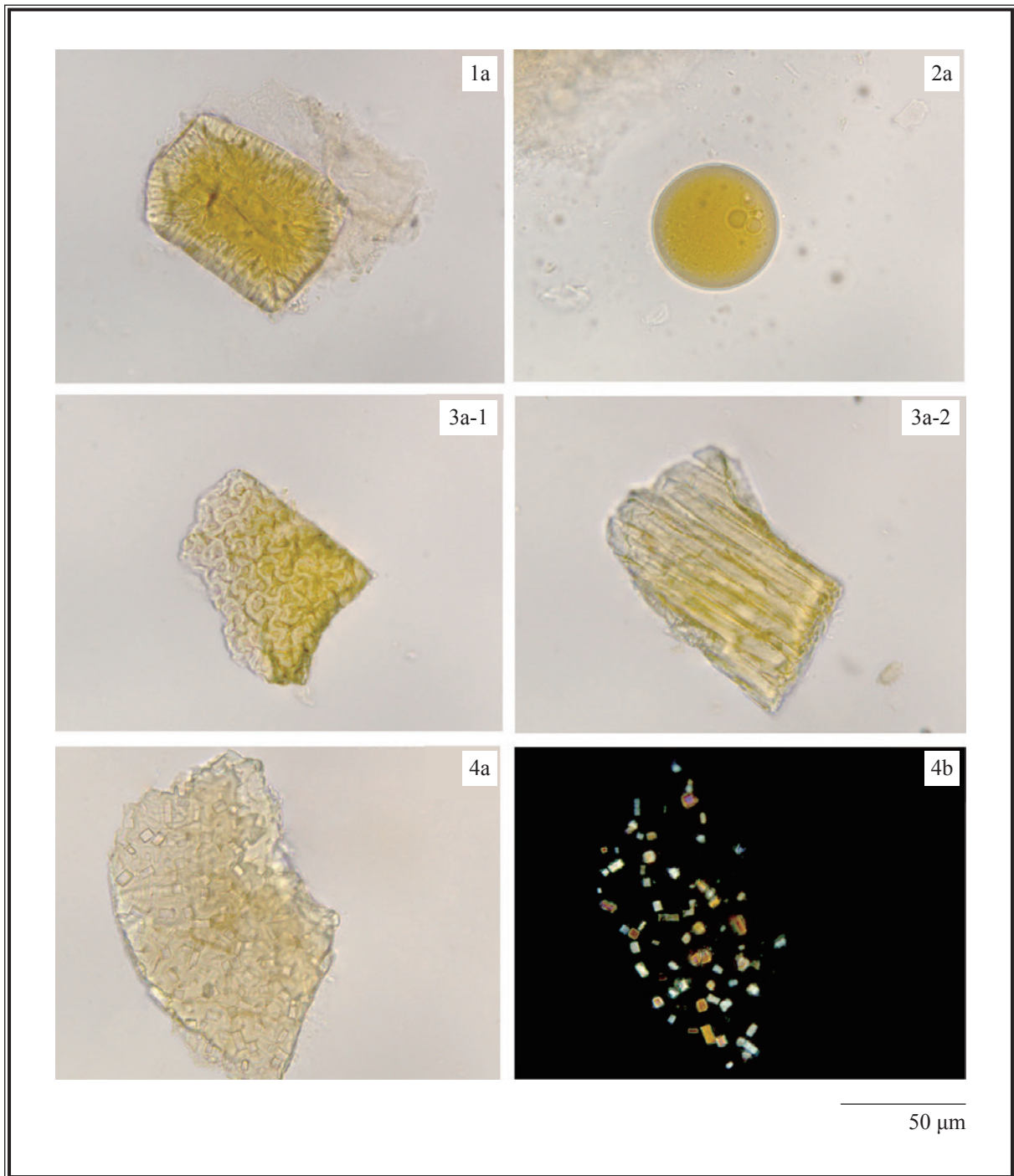


圖 3 華澄茄粉末顯微特徵圖

1. 中果皮石細胞
2. 油細胞
3. 內果皮石細胞 (3-1 頂面觀, 3-2 側面觀)
4. 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

亞油酸對照品溶液

取亞油酸對照品(圖 4) 1.5 mg，溶解於 1 mL 乙醇中。

展開劑

製備石油醚(60-80°C)–乙酸乙酯–甲酸(7:2:0.2, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加乙醇 25 mL，超聲(150 W)處理 30 分鐘，濾過，即得。必要時可適當稀釋。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取亞油酸對照品溶液 0.5 μ L 和供試品溶液 1.5 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。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱(約 2-4 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

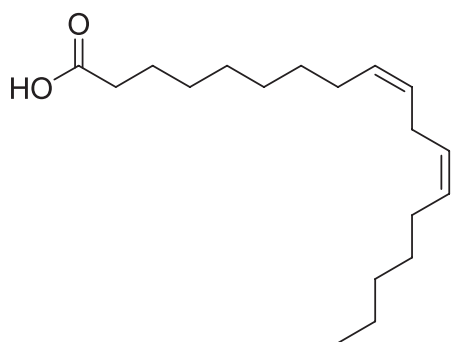


圖 4 亞油酸化學結構式

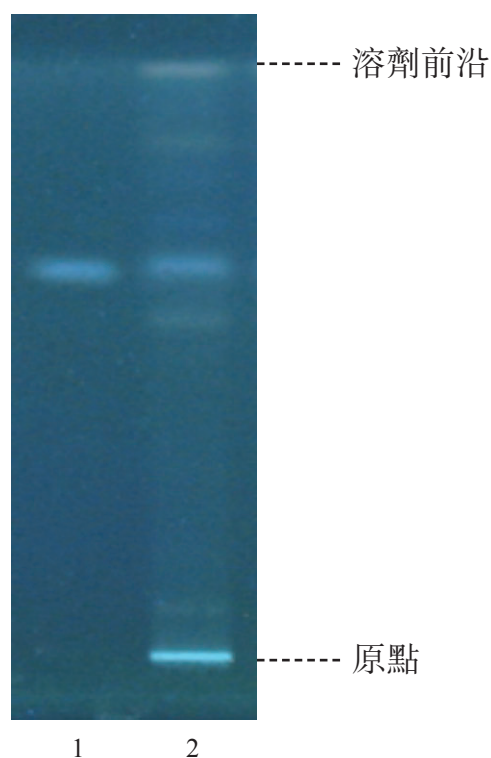


圖 5 蕁澄茄提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 亞油酸對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與亞油酸色澤相同、 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)

對照品溶液

亞油酸溶液 *Std-FP* (200 mg/L)

取亞油酸對照品 2.0 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 70% 乙醇 25 mL，超聲(150 W)處理 30 分鐘，用 0.45- μm 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 200 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)	0.01% 乙酸 - 乙腈 (%, v/v)	0.01% 乙酸 (%, v/v)	洗脫
0 - 42	30 → 90	70 → 10	綫性梯度
42 - 60	90	10	等度

系統適用性要求

吸取亞油酸對照品溶液 Std-FP 5 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：亞油酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；亞油酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按亞油酸峰計算應不低於 200000。

供試品測試中 4 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取亞油酸對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中亞油酸的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 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 色譜圖中亞油酸的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中亞油酸峰。二色譜圖中亞油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。

華澄茄提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 蕁澄茄提取液 5 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	0.53	± 0.03
2	0.71	± 0.03
3	0.91	± 0.03
4 (指標成份峰, 亞油酸)	1.00	-
5	1.14	± 0.03

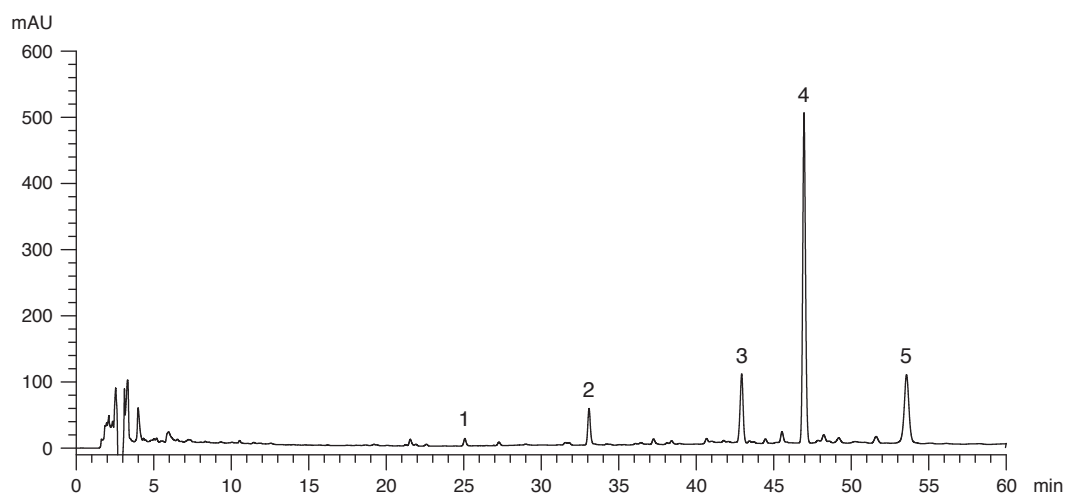


圖 6 蕁澄茄提取液對照指紋圖譜

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 5 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 5.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

5.7 水分(附錄 X)

甲苯法：不多於 7.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 4.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 13.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

亞油酸對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取亞油酸對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 乙醇中。

亞油酸對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取亞油酸對照品儲備液適量，以乙醇稀釋製成含亞油酸分別為 10、20、80、200、600 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，加乙醇 10 mL，超聲(150 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併上清液，加乙醇至刻度，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 200 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為 0.1% 乙酸-乙腈(14:86, v/v) 的混合溶液；流程約 25 分鐘。

系統適用性要求

將亞油酸對照品溶液 Std-AS (80 mg/L) 5 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：亞油酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；亞油酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按亞油酸峰計算應不低於 10000。

供試品測試中亞油酸峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將亞油酸系列對照品溶液 Std-AS 各 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以亞油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 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與亞油酸對照品溶液 Std-AS 色譜圖中亞油酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中亞油酸峰。二色譜圖中亞油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亞油酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中亞油酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含亞油酸 (C₁₈H₃₂O₂) 不少於 0.32%。