

砂仁

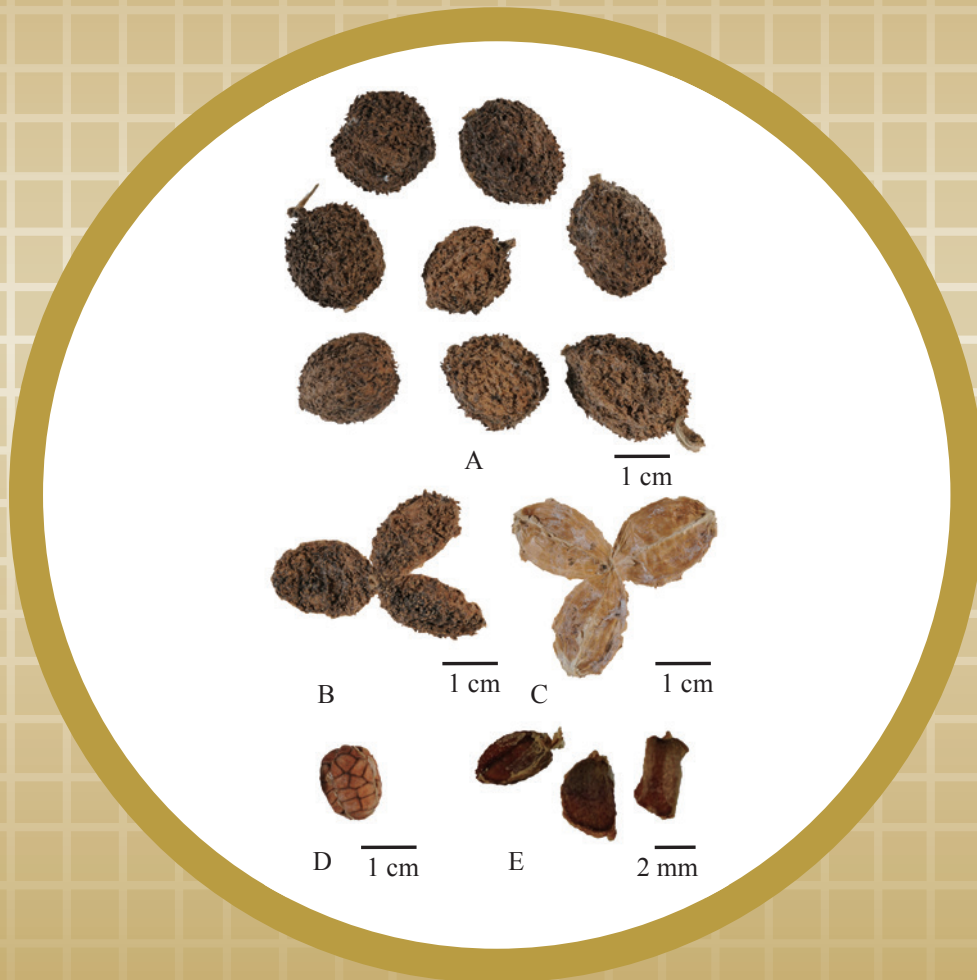


圖 1 (i) 陽春砂乾燥成熟果實外觀圖

- A. 果實 B. 果皮外表面
C. 果皮內表面 D. 種子團
E. 種子放大圖

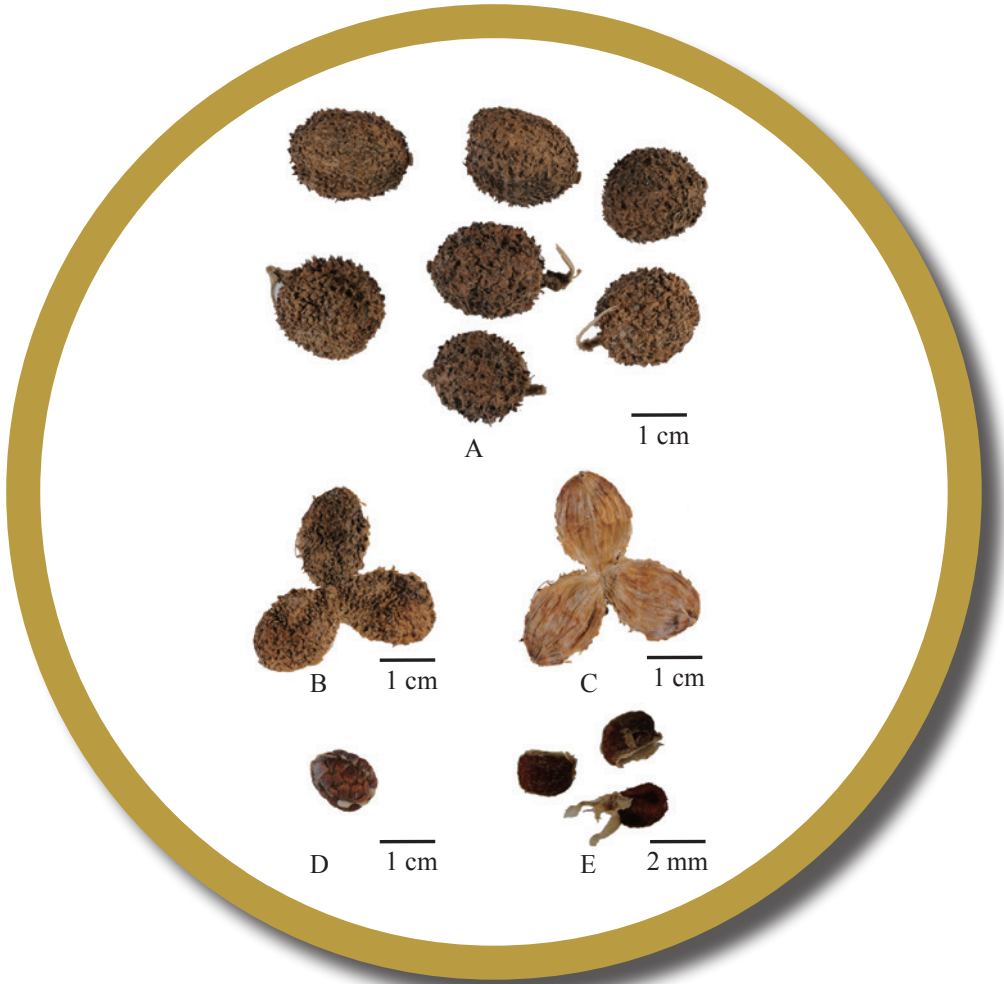


圖 1 (ii) 綠殼砂乾燥成熟果實外觀圖

- A. 果實
- B. 果皮外表面
- C. 果皮內表面
- D. 種子團
- E. 種子放大圖

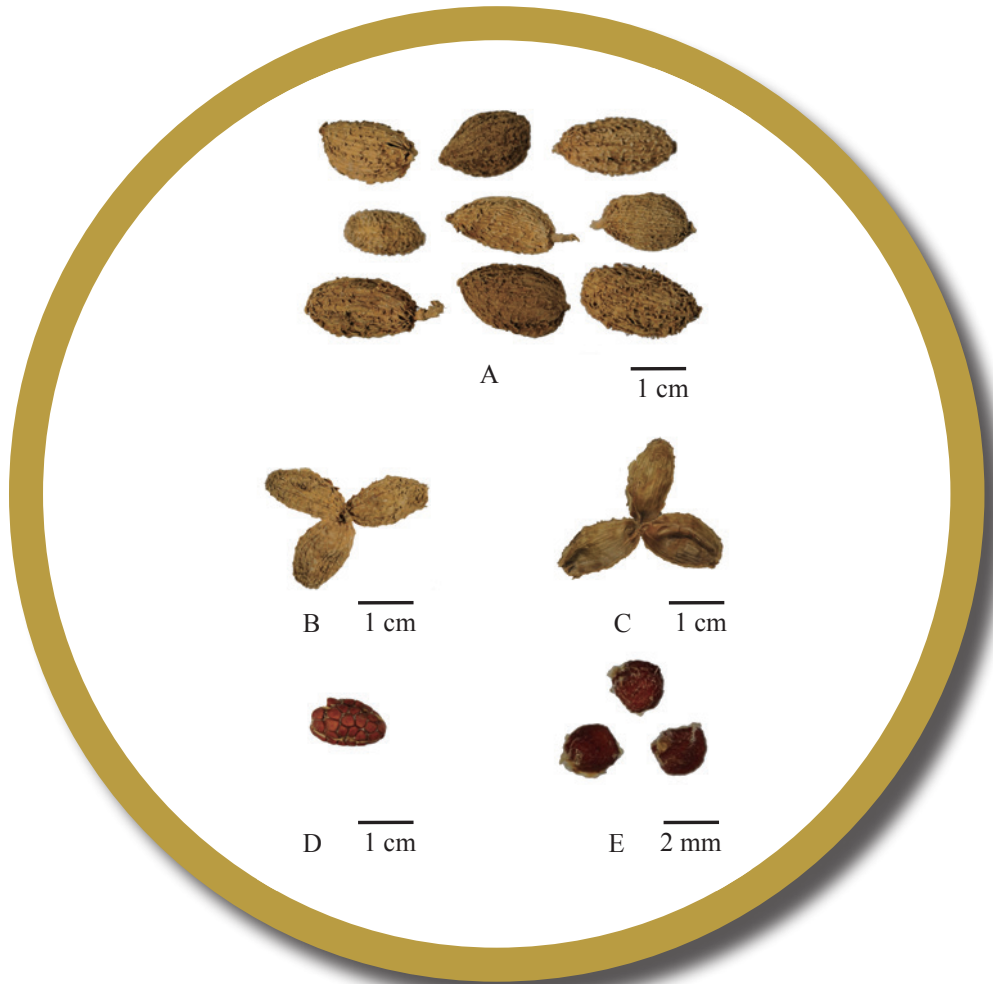


圖 1 (iii) 海南砂乾燥成熟果實外觀圖

- A. 果實
- B. 果皮外表面
- C. 果皮內表面
- D. 種子團
- E. 種子放大圖

1. 名稱

藥材正名：Amomi Fructus

中文名：砂仁

中文拼音名：Sharen

2. 來源

本品為薑科植物陽春砂 *Amomum villosum* Lour.，綠殼砂 *Amomum villosum* Lour. var. *xanthioides* T. L. Wu et Senjen 或海南砂仁 *Amomum longiligulare* T. L. Wu 的乾燥成熟果實。夏、秋二季果實成熟時採收，曬乾。

第一部份 陽春砂和綠殼砂的乾燥成熟果實

3. 性狀

陽春砂：本品呈橢球形或卵圓形，有不明顯的三稜，長 0.7-2.3 cm，直徑 5-16 mm；表面灰棕色至暗棕色，密生刺狀突起，頂端有花被殘基，基部常有果梗。果皮薄而軟。種子集結成團，具三鈍稜，中間有白色隔膜將種子團分成 3 瓣，每瓣有種子 3-26 顆。種子為不規則多面體，直徑 2-3 mm；表面棕紅色至暗棕色，有細皺紋，外被淡棕色膜質假種皮；質硬，胚乳灰白色。氣芳香而濃烈，味辛涼，微苦 [圖 1 (i)]。

綠殼砂：本品呈橢球形或卵圓形，有不明顯的三稜，長 0.9-2.5 cm，直徑 6-20 mm。種子集結成團，具三鈍稜，中間有白色隔膜將種子團分成 3 瓣，每瓣有種子 4-26 顆 [圖 1 (ii)]。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

陽春砂

果皮：外果皮由 1 列扁平的方形細胞組成。中果皮寬廣，薄壁細胞較大，近圓形至長圓形；維管束外韌型，在中果皮內側不連續排列成環，周圍有新月形纖維束；篩管和導管可見；草酸鈣結晶分散在薄壁細胞中。內果皮由 1 列方形細胞組成，多數皺縮 [圖 2 (i)]。

種子：假種皮有時殘存，由數列細長的細胞組成。種皮表皮由 1 層細胞組成，細胞徑向延長，壁稍厚。下皮由 1 列含棕色至紅棕色內含物的細胞組成。油細胞層為 1 列類方形細胞，壁薄。色素層由數列細胞組成，細胞多角形，不規則排列，內含暗紅棕色物。內種皮為 1 列柵欄狀厚壁細胞，細胞小，內含硅質塊，內壁及側壁極厚。外胚乳細胞充滿小澱粉粒，有的含草酸鈣結晶。內胚乳和胚細胞中含有糊粉粒。種臍深凹陷 [圖 2 (ii)]。

綠殼砂：與陽春砂相比，橫切片特徵沒有顯著差異 [圖 2 (iii-iv)]。

粉末

陽春砂：灰棕色。內種皮細胞黃棕色至紅棕色，表面觀多角形，壁厚，非木化，腔內含有硅質塊。種皮表皮細胞淡黃色，表面觀長條形。下皮細胞方形至橢圓形，含棕色至紅棕色物。油細胞幾乎無色至淡黃色，易破碎，類方形，直徑 16-96 μm ，有時可見油滴。草酸鈣簇晶和方晶散於薄壁細胞中，直徑 2-41 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。導管多為螺紋導管，直徑 8-41 μm 。色素細胞常皺縮，邊界不明顯，含紅棕色至暗棕色物。外胚乳細胞類方形或形狀不規則，充滿細小澱粉粒形成的澱粉糊塊 [圖 3 (i)]。

綠殼砂：油細胞直徑 17-76 μm 。螺紋導管直徑 11-52 μm 。草酸鈣簇晶和方晶直徑 2-46 μm [圖 3 (ii)]。

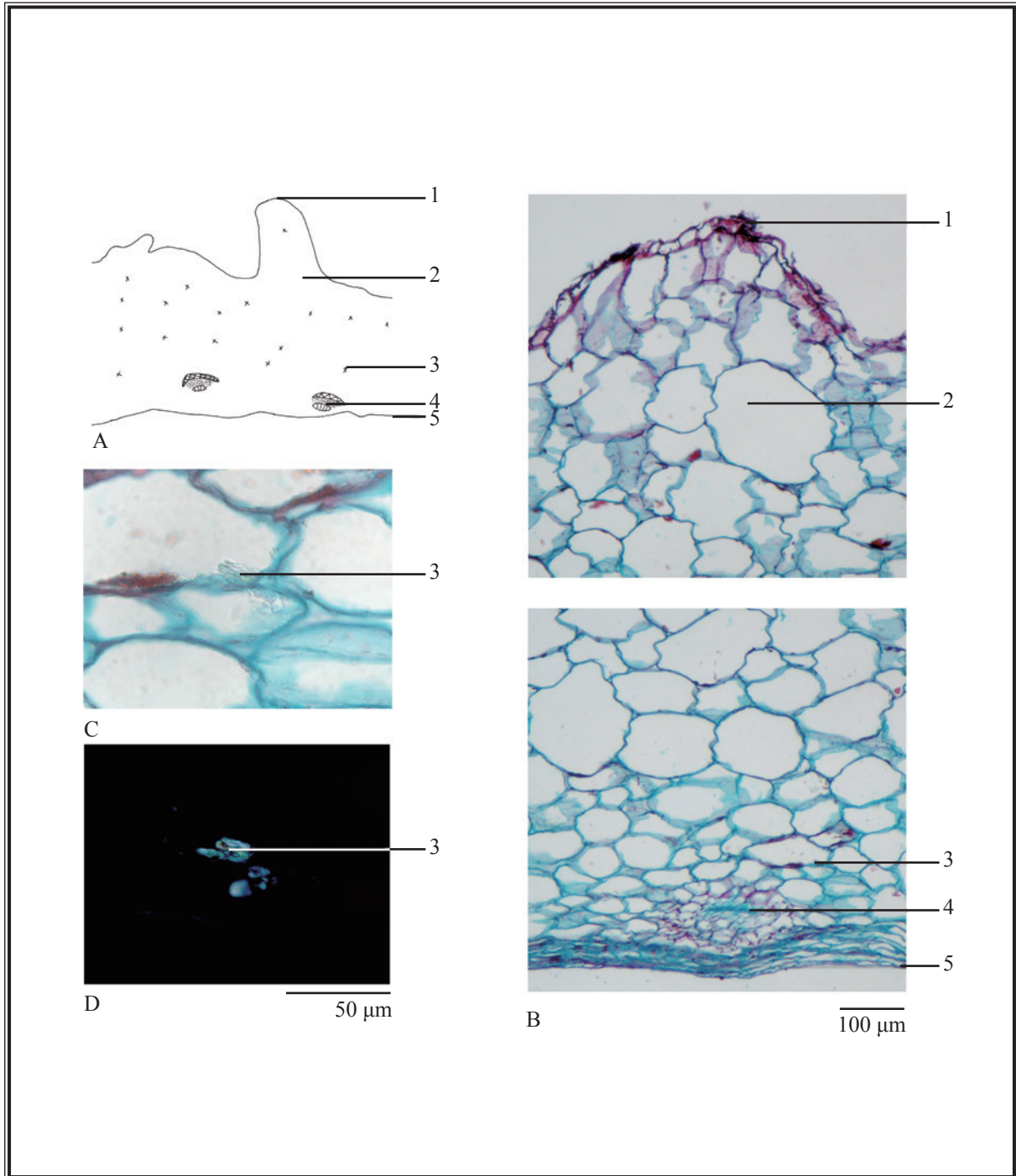


圖 2 (i) 陽春砂果皮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 中果皮草酸鈣結晶(光學顯微鏡下)

D. 中果皮草酸鈣結晶(偏光顯微鏡下)

1. 外果皮 2. 中果皮 3. 草酸鈣結晶 4. 維管束 5. 內果皮

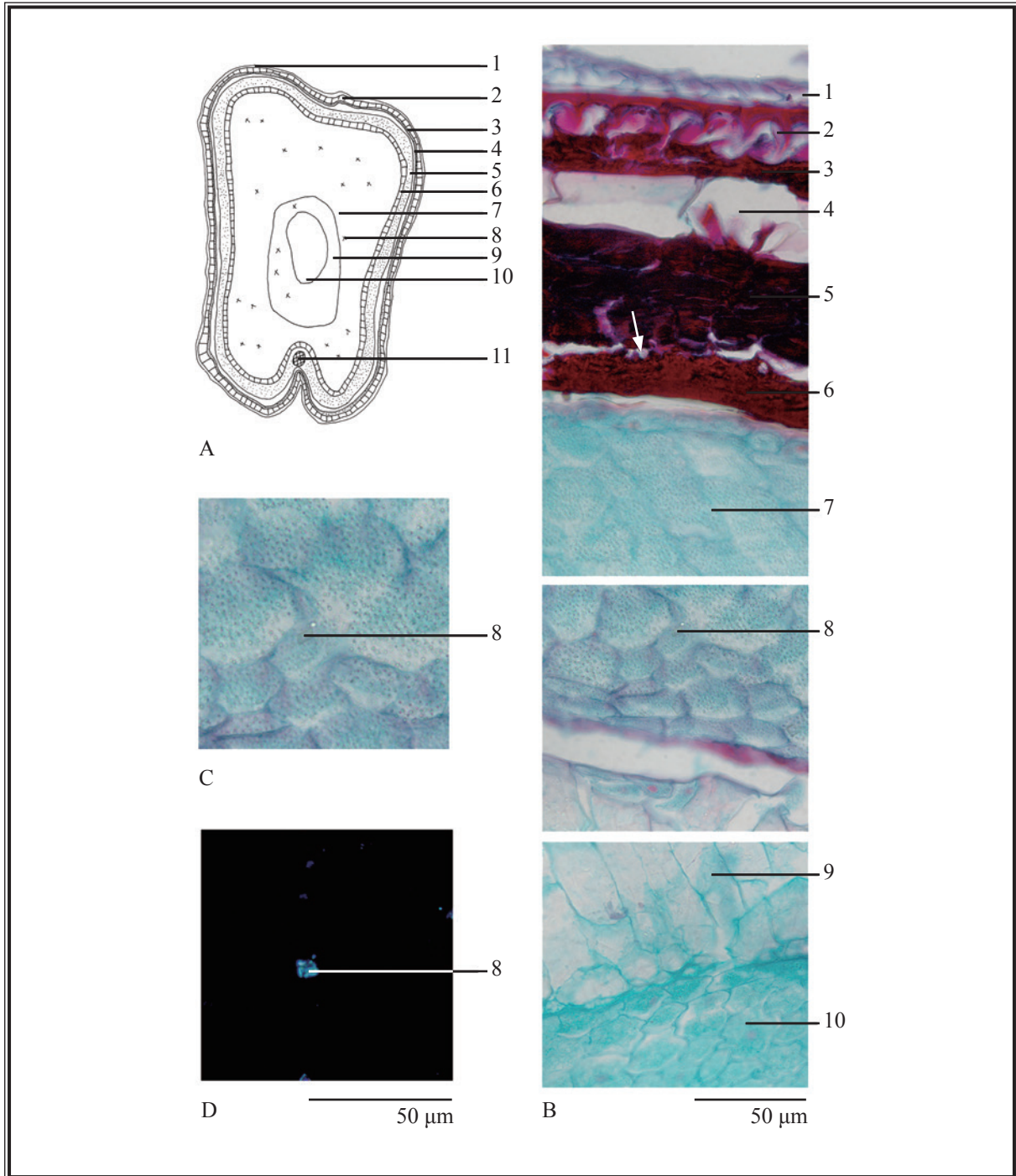


圖 2 (ii) 陽春砂種子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 橫切面放大圖(光學顯微鏡下)

D. 橫切面放大圖(偏光顯微鏡下)

1. 假種皮
2. 種皮表皮
3. 下皮
4. 油細胞
5. 色素層
6. 內種皮(硅質塊 →)
7. 外胚乳
8. 草酸鈣結晶
9. 內胚乳
10. 胚
11. 種臍

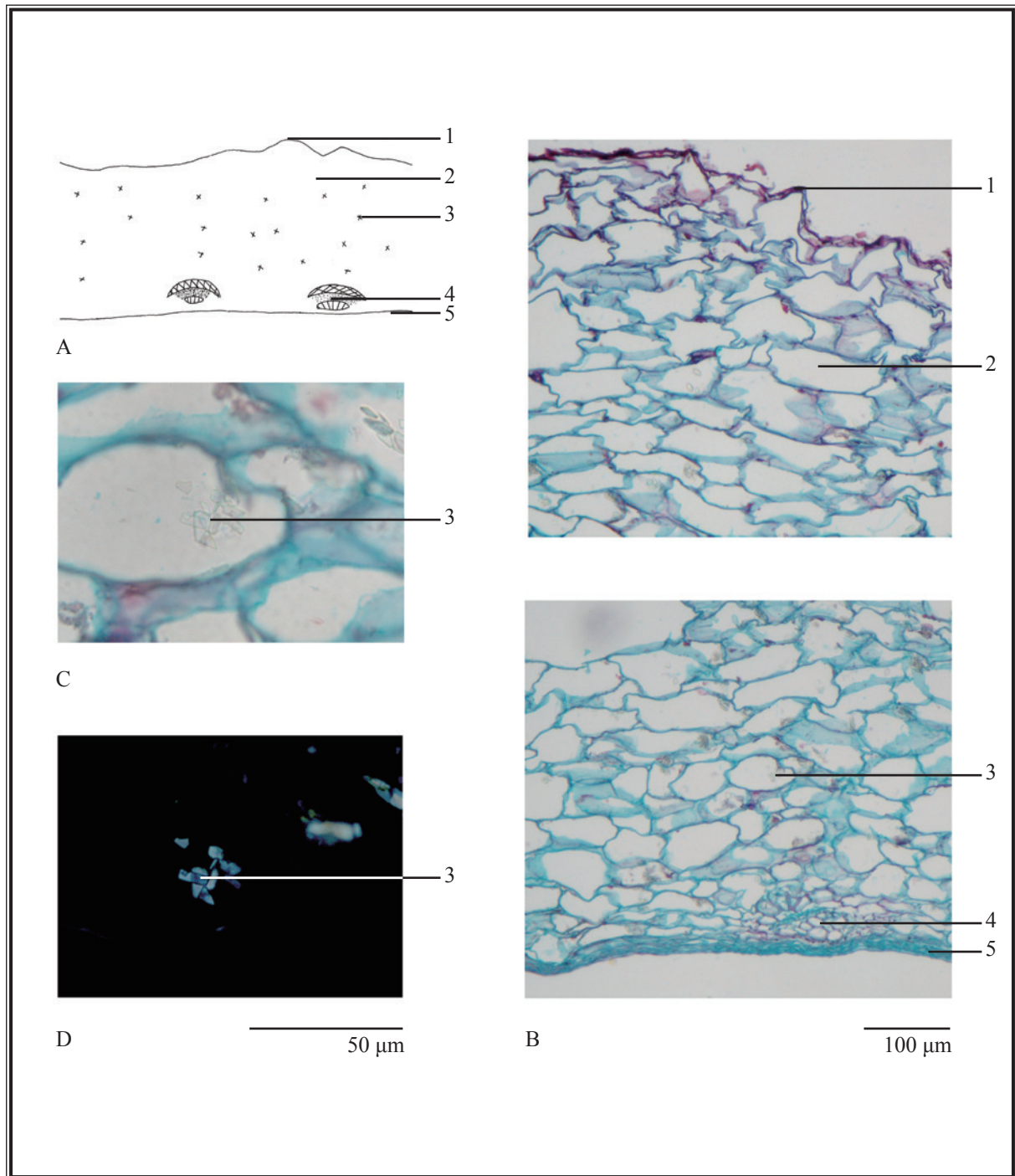


圖 2 (iii) 綠殼砂果皮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 中果皮草酸鈣結晶(光學顯微鏡下)

D. 中果皮草酸鈣結晶(偏光顯微鏡下)

1. 外果皮 2. 中果皮 3. 草酸鈣結晶 4. 維管束 5. 內果皮

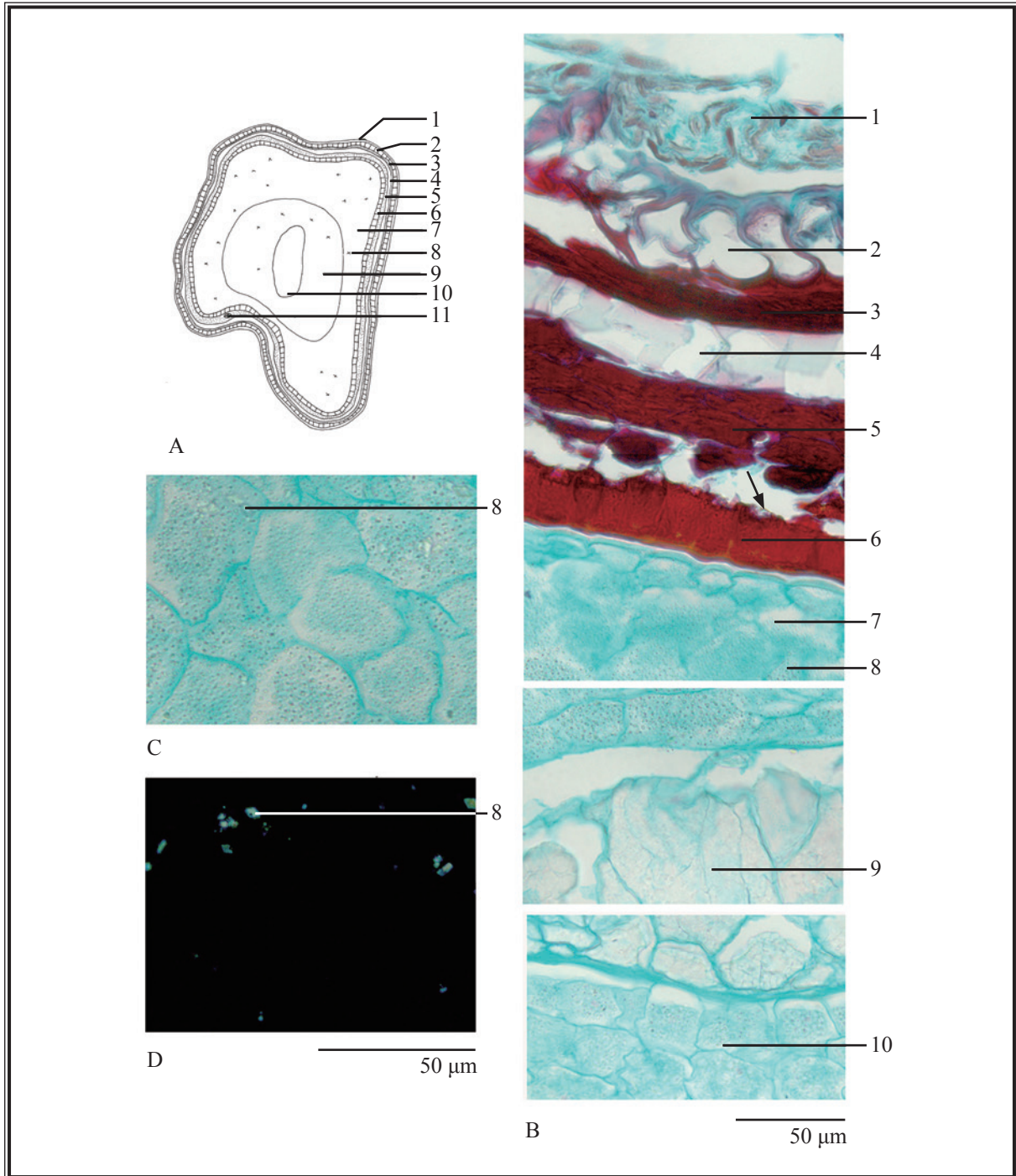


圖 2 (iv) 綠殼砂種子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 橫切面放大圖(光學顯微鏡下)

D. 橫切面放大圖(偏光顯微鏡下)

1. 假種皮 2. 種皮表皮 3. 下皮 4. 油細胞 5. 色素層 6. 內種皮(硅質塊 →)
7. 外胚乳 8. 草酸鈣結晶 9. 內胚乳 10. 胚 11. 種臍

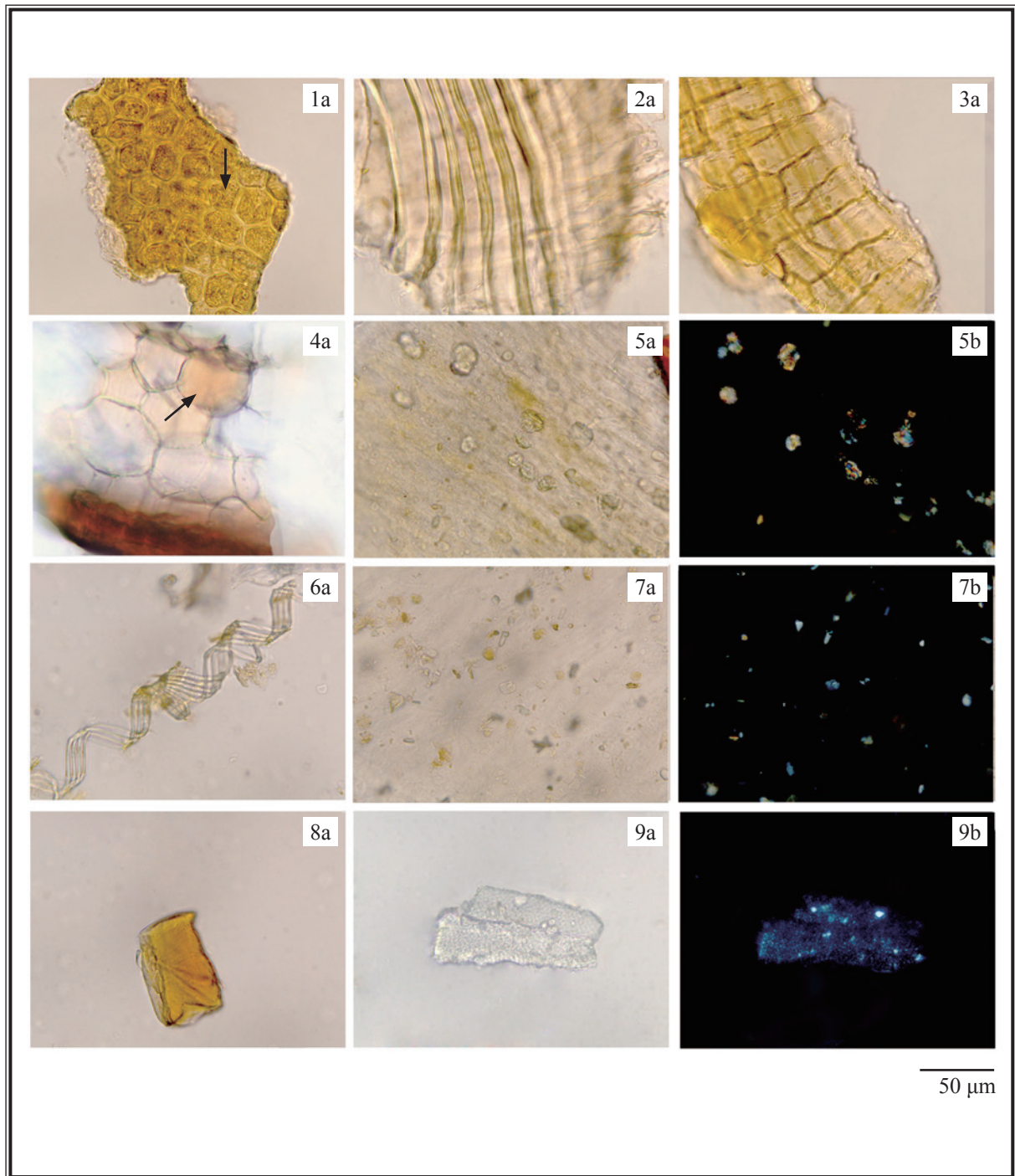


圖 3 (i) 陽春砂乾燥成熟果實粉末顯微特徵

1. 內種皮細胞及硅質塊(表面觀，硅質塊→)
2. 種皮表皮細胞
3. 下皮細胞
4. 油細胞(油滴→)
5. 草酸鈣簇晶
6. 螺紋導管
7. 草酸鈣方晶
8. 色素塊
9. 外胚乳細胞

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

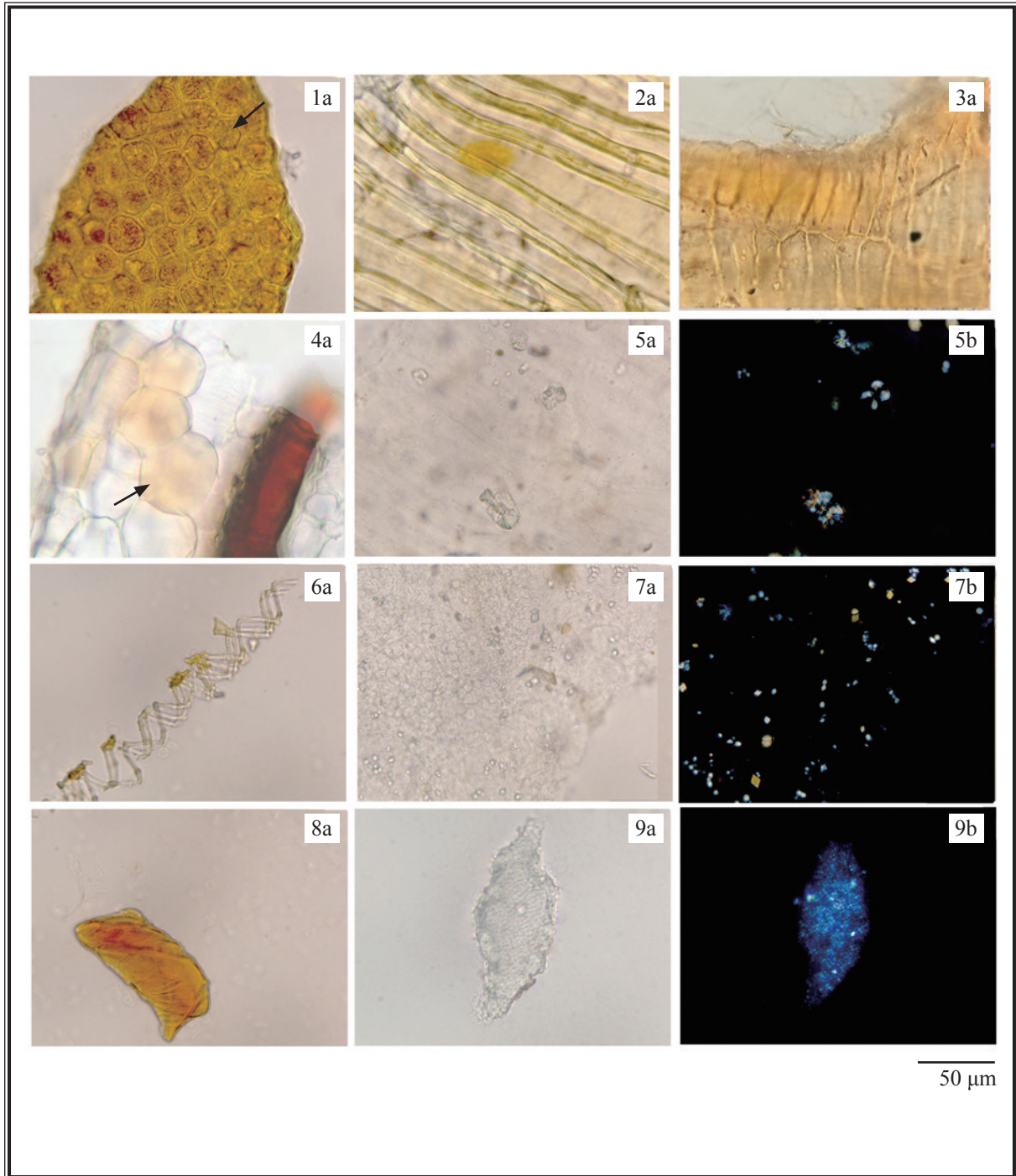


圖 3 (ii) 綠殼砂乾燥成熟果實粉末顯微特徵

1. 內種皮細胞及硅質塊(表面觀，硅質塊→)
2. 種皮表皮細胞
3. 下皮細胞
4. 油細胞(油滴→)
5. 草酸鈣簇晶
6. 螺紋導管
7. 草酸鈣方晶
8. 色素塊
9. 外胚乳細胞

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

乙酸龍腦酯對照品溶液

取乙酸龍腦酯對照品(圖 4) 5.5 mg，溶解於 5 mL 乙酸乙酯中。

展開劑

製備環己烷－乙酸乙酯 (11:0.5, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中，溶解香草醛 5 g。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加乙酸乙酯 10 mL，超聲 (150 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。分別吸取乙酸龍腦酯對照品溶液和供試品溶液各 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。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 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

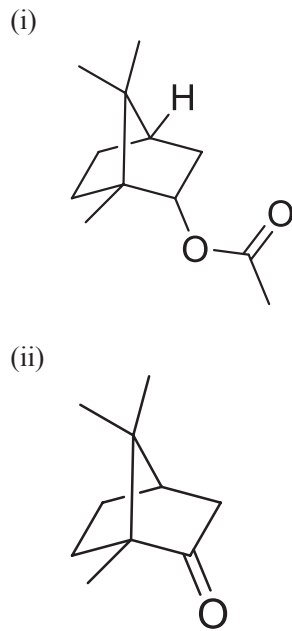


圖 4 化學結構式 (i) 乙酸龍腦酯 (ii) 樟腦

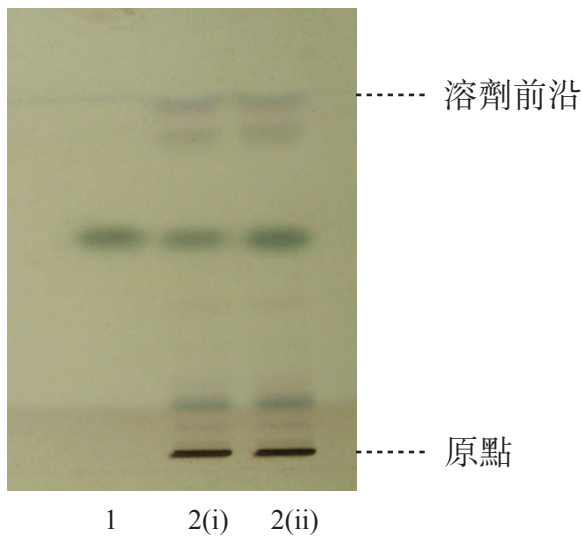


圖 5 砂仁提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)

1. 乙酸龍腦酯對照品溶液
2. 供試品溶液
 - (i) 陽春砂乾燥成熟果實
 - (ii) 綠殼砂乾燥成熟果實

供試品色譜應顯出與乙酸龍腦酯色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶 (圖 5)。

4.3 氣相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

乙酸龍腦酯對照品溶液 Std-FP (60 mg/L)

取乙酸龍腦酯對照品 0.6 mg，溶解於 10 mL 乙酸乙酯中。

樟腦對照品溶液 Std-FP (20 mg/L)

取樟腦對照品 (圖 4) 0.2 mg，溶解於 10 mL 乙酸乙酯中。

供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加乙酸乙酯 20 mL，超聲 (400 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 4000 × g)，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

氣相色譜：火焰離子檢測器；毛細管色譜柱 (HP-1，柱長 30 m，內徑 0.25 mm，聚二甲基硅氧烷為固定相，塗膜厚度 0.25 μ m)；進樣口溫度 230°C；檢測器溫度 250°C；分流比 10:1。程序升溫如下 (表 1)：

表 1 程序升溫條件

時間 (分鐘)	溫度 (°C)	速率 (°C/分鐘)
0 – 10	70	-
10 – 12	70 → 80	5
12 – 17	80	-
17 – 25	80 → 160	10
25 – 30	160	-

系統適用性要求

吸取乙酸龍腦酯對照品溶液 Std-FP 和樟腦對照品溶液 Std-FP 各 1 μ L，注入氣相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：乙酸龍腦酯和樟腦的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；乙酸龍腦酯峰和樟腦峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按乙酸龍腦酯峰和樟腦峰計算分別應不低於 2000000 和 300000。

供試品測試中 1 號峰和 3 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 [圖 6 (i) 或 (ii)]。

操作程序

分別吸取乙酸龍腦酯、樟腦對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 1 μ L，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中乙酸龍腦酯峰和樟腦峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰 [圖 6 (i) 或(ii)] 的保留時間。在相同氣相色譜條件下，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中乙酸龍腦酯峰和樟腦峰。二色譜圖中乙酸龍腦酯峰和樟腦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。

陽春砂和綠殼砂的乾燥成熟果實提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 陽春砂和綠殼砂的乾燥成熟果實提取液 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 (樟腦)	0.80	± 0.03
2 (龍腦)	0.86	± 0.03
3 (指標成份峰，乙酸龍腦酯)	1.00	-
4 (石竹烯)	1.12	± 0.03

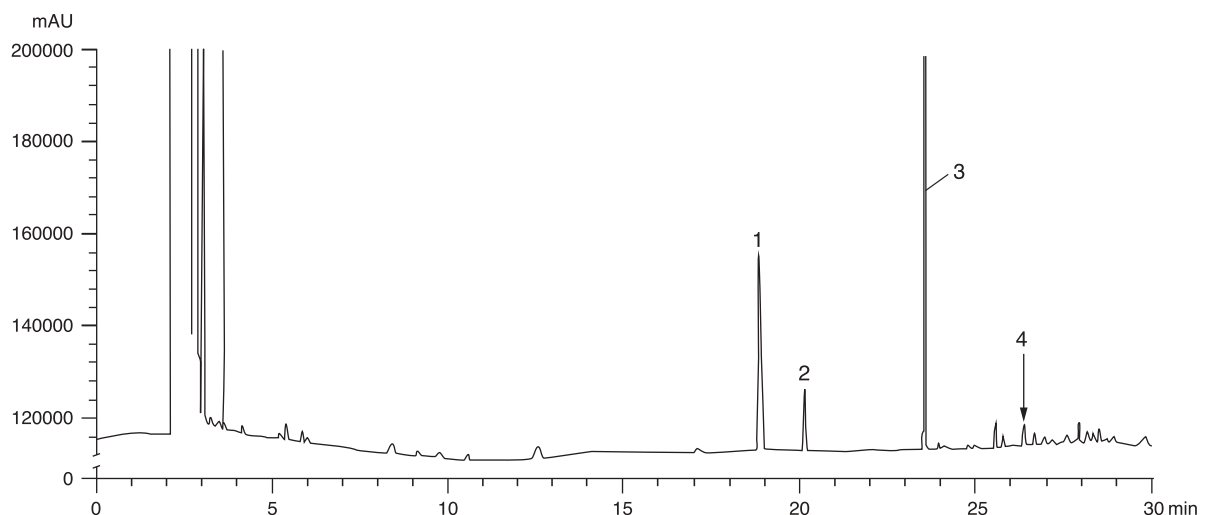


圖 6 (i) 陽春砂乾燥成熟果實提取液對照氣相指紋圖譜

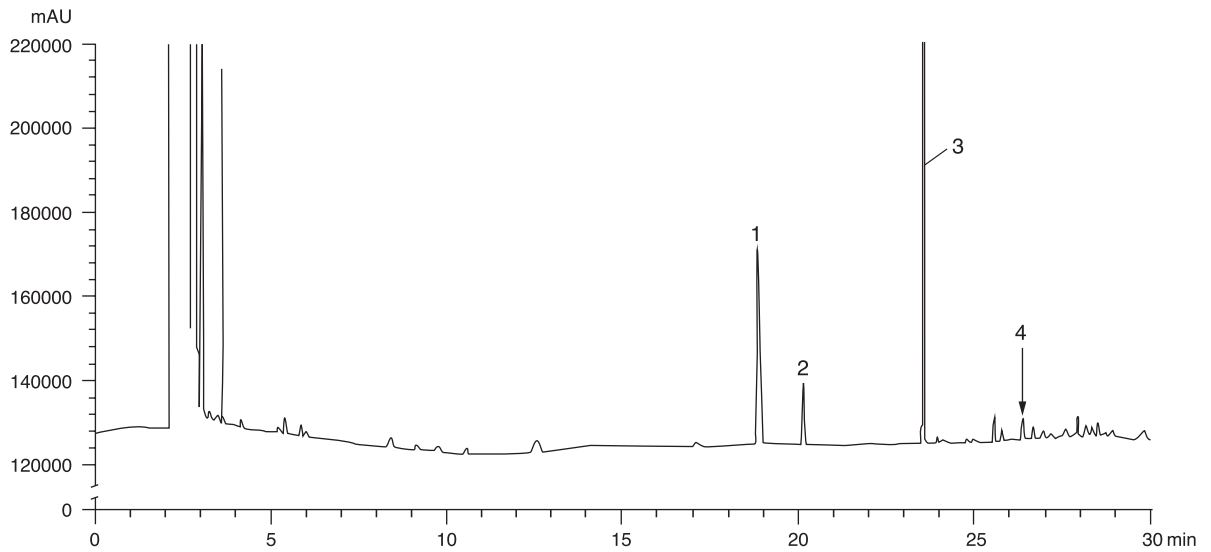


圖 6 (ii) 綠殼砂乾燥成熟果實提取液對照氣相指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照氣相指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 4 個特徵峰 [圖 6 (i) 或 (ii)]。

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 XVI)：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 10.5%。

酸不溶性灰分：不多於 2.0%。

5.7 水分(附錄 X)

甲苯法：不多於 12.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 10.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 6.0%。

7. 含量測定

7.1 乙酸龍腦酯和樟腦含量測定

照附錄 IV (C) 進行。

對照品溶液

乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品儲備液 *Std-Stock* (各 500 mg/L)

精密稱取乙酸龍腦酯對照品和樟腦對照品各 5.0 mg，溶解於 10 mL 乙酸乙酯中。

乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品儲備液適量，以乙酸乙酯稀釋製成含乙酸龍腦酯分別為 8、16、24、50、60 mg/L 和含樟腦分別為 2、4、8、12、25 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 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加乙酸乙酯 20 mL，超聲(400 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 4000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次。殘渣用適量乙酸乙酯洗滌，離心 5 分鐘(約 4000 × g)，合併上清液，加乙酸乙酯至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

色譜系統

氣相色譜：火焰離子檢測器；毛細管色譜柱(HP-1，柱長 30 m，內徑 0.25 mm，聚二甲基硅氧烷為固定相，塗膜厚度 0.25 μm)；進樣口溫度

230°C；檢測器溫度 250°C；分流比 10:1。程序升溫如下(表 3)：

表 3 程序升溫條件

時間 (分鐘)	溫度 (°C)	速率 (°C/分鐘)
0 – 10	70	-
10 – 12	70 → 80	5
12 – 17	80	-
17 – 25	80 → 160	10
25 – 30	160	-

系統適用性要求

將乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品溶液 Std-AS (乙酸龍腦酯 24 mg/L 和樟腦 8 mg/L) 1 μL，注入氣相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：乙酸龍腦酯和樟腦的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；乙酸龍腦酯峰和樟腦峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按乙酸龍腦酯峰和樟腦峰計算分別應不低於 2000000 和 300000。

供試品測試中乙酸龍腦酯峰和樟腦峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 [圖 7 (i) 或 (ii)]。

標準曲線

將乙酸龍腦酯和樟腦系列混合對照品溶液 Std-AS 各 1 μL，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以乙酸龍腦酯和樟腦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 1 μL，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。與乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中乙酸龍腦酯峰和樟腦峰 [圖 7 (i) 或 (ii)]。二色譜圖中乙酸龍腦酯和樟腦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乙酸龍腦酯和樟腦的濃度 (mg/L)，並計算樣品中乙酸龍腦酯和樟腦的百分含量。

限度

按乾燥品計算，陽春砂和綠殼砂的乾燥成熟果實含乙酸龍腦酯 (C₁₂H₂₀O₂) 和樟腦 (C₁₀H₁₆O) 的總量不少於 1.4%。

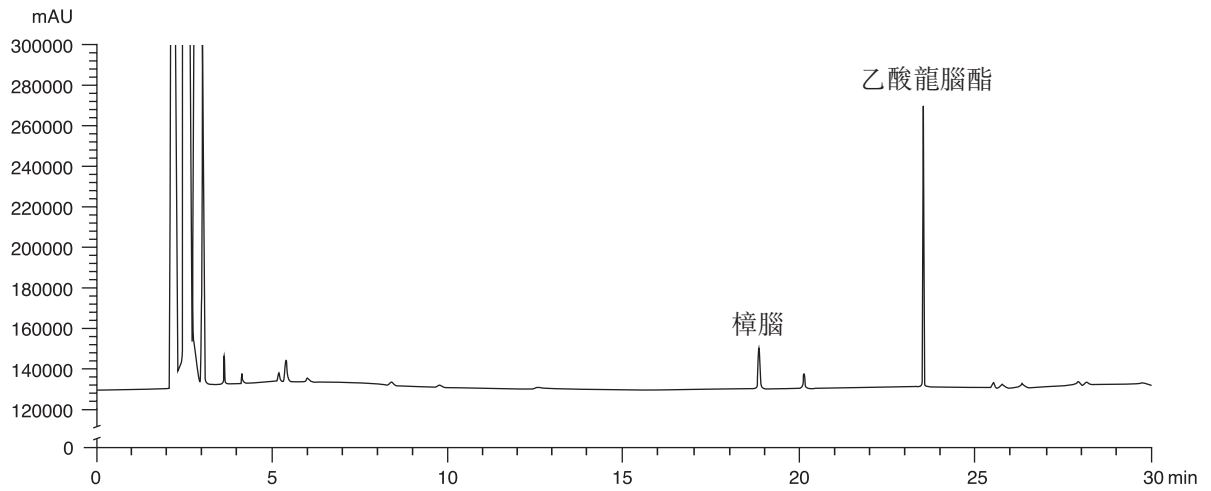


圖 7(i) 陽春砂乾燥成熟果實提取液對照氣相含量測定色譜圖

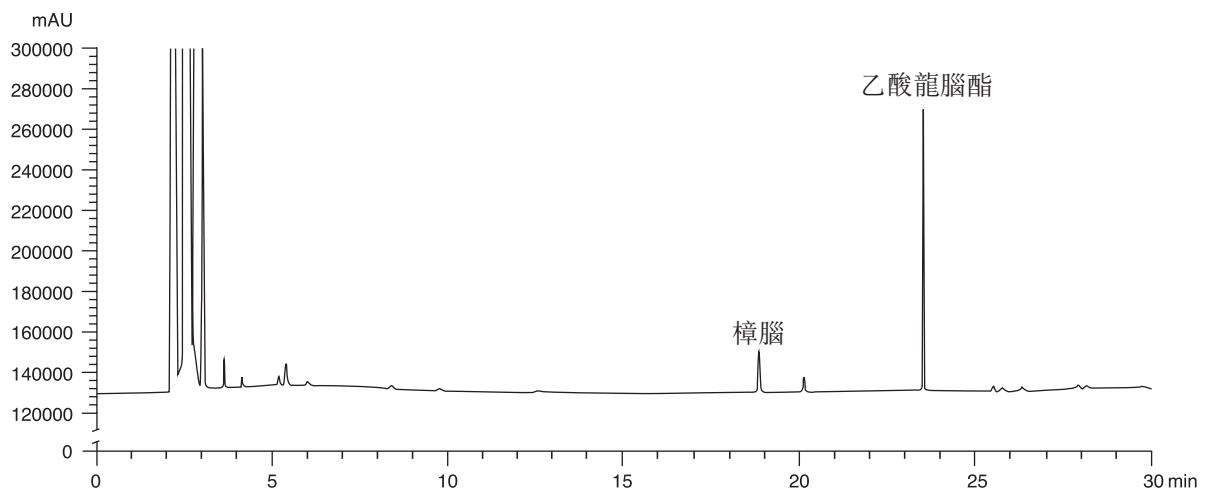


圖 7(ii) 綠殼砂乾燥成熟果實提取液對照氣相含量測定色譜圖

7.2 揮發油含量測定

精密稱取本品粉末 50 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

陽春砂和綠殼砂的乾燥成熟果實含揮發油不少於 1.9 % (v/w)。

第二部份 海南砂的乾燥成熟果實

3. 性狀

本品呈長橢球形或卵圓形，有明顯的三稜，長0.8-2.8 cm，直徑6-23 mm。表面被片狀、分枝狀的軟刺，基部具果梗或果梗痕。果皮厚而硬。種子集結成團，具3鈍稜，中間有白色隔膜將種子團分成3瓣，每瓣有種子2-28顆。種子為不規則多面體，直徑1-4 mm，表面棕紅色至暗棕色，有細皺紋，外被淡棕色膜質假種皮；質硬，胚乳灰白色。氣味稍淡，芳香，味辛涼，微苦 [圖 1 (iii)]。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

果皮：外果皮由1列扁平的長方形細胞組成。中果皮寬廣；薄壁細胞較大，類圓形至長圓形；維管束外韌型，在中果皮內部排列成不連續的環，周圍有新月形纖維束；篩管和導管可見；草酸鈣結晶分散在薄壁細胞中。內果皮由1列方形細胞組成，多數皺縮 [圖 8 (i)]。

種子：假種皮有時殘存，由數列細長的細胞組成。種皮表皮由1層細胞組成，徑向延長，壁稍厚。下皮由1列含棕色至紅棕色物的細胞組成。油細胞層為1列類方形細胞，壁薄。色素層由數列細胞組成，細胞多角形，不規則排列，內含暗紅棕色物。內種皮為1列柵欄狀厚壁細胞，細胞小，內含硅質塊，內壁及側壁極厚。外胚乳細胞充滿小澱粉粒，有的含草酸鈣結晶。內胚乳和胚細胞中含有糊粉粒。種臍深凹陷 [圖 8 (ii)]。

粉末

灰棕色。內種皮細胞黃棕色至紅棕色，表面觀多角形，壁厚，非木化，腔內含硅質塊。種皮表皮細胞淡黃色，表面觀長條形。下皮細胞長方形至橢圓形，含棕色至紅棕色物。油細胞近無色至淡黃色，易破碎，類方形，直徑4-76 μm ，有時可見油滴。草酸鈣簇晶和方晶散於薄壁細胞中，直徑2-39 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。導管多為螺紋導管，直徑5-68 μm 。色素細胞常皺縮，邊界不明顯，含有紅棕色至暗棕色物。外胚乳細胞類方形或形狀不規則，充滿細小澱粉粒形成的澱粉糊塊(圖 9)。

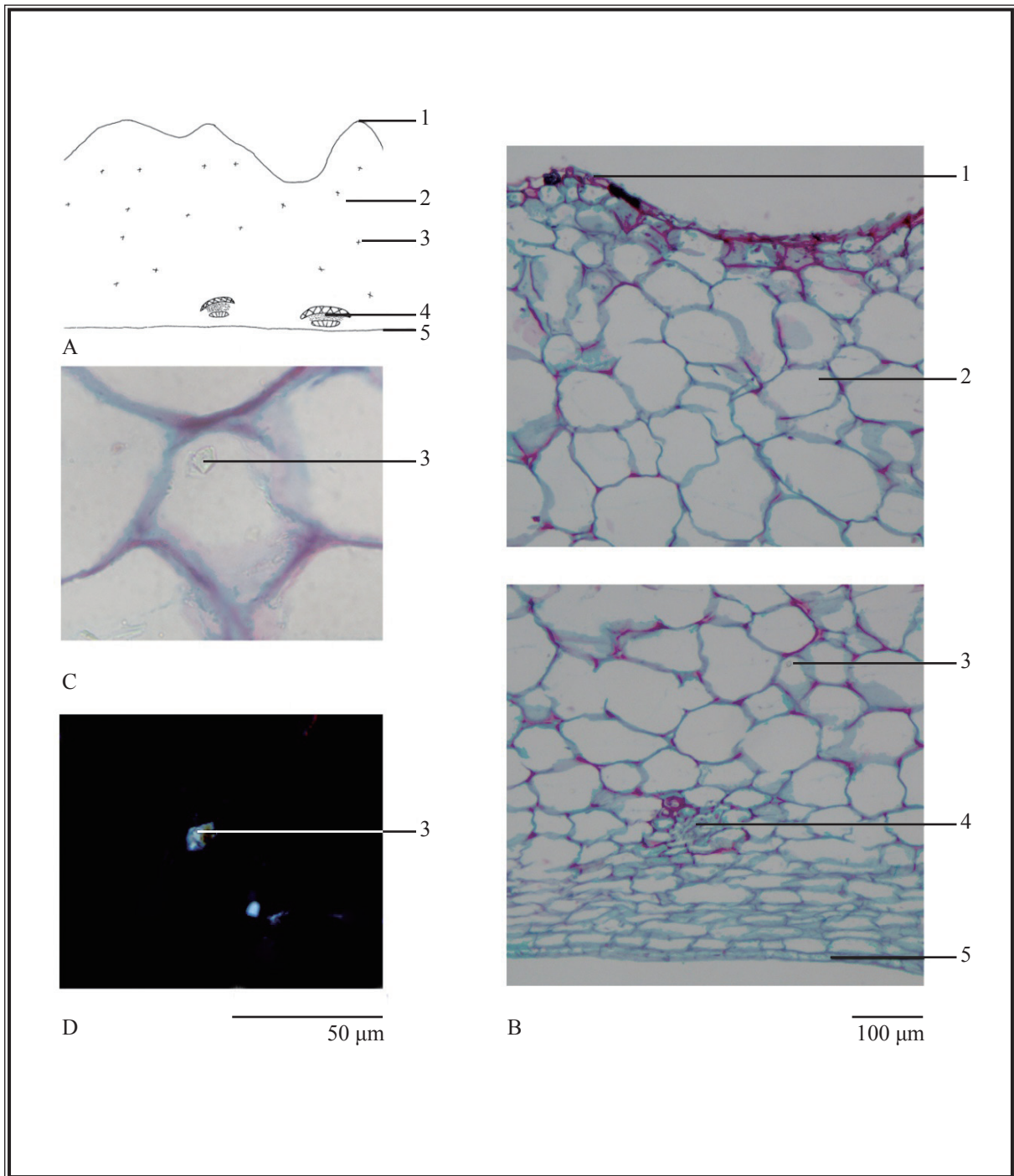


圖 8 (i) 海南砂果皮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 中果皮草酸鈣結晶(光學顯微鏡下)

D. 中果皮草酸鈣結晶(偏光顯微鏡下)

1. 外果皮 2. 中果皮 3. 草酸鈣結晶 4. 維管束 5. 內果皮

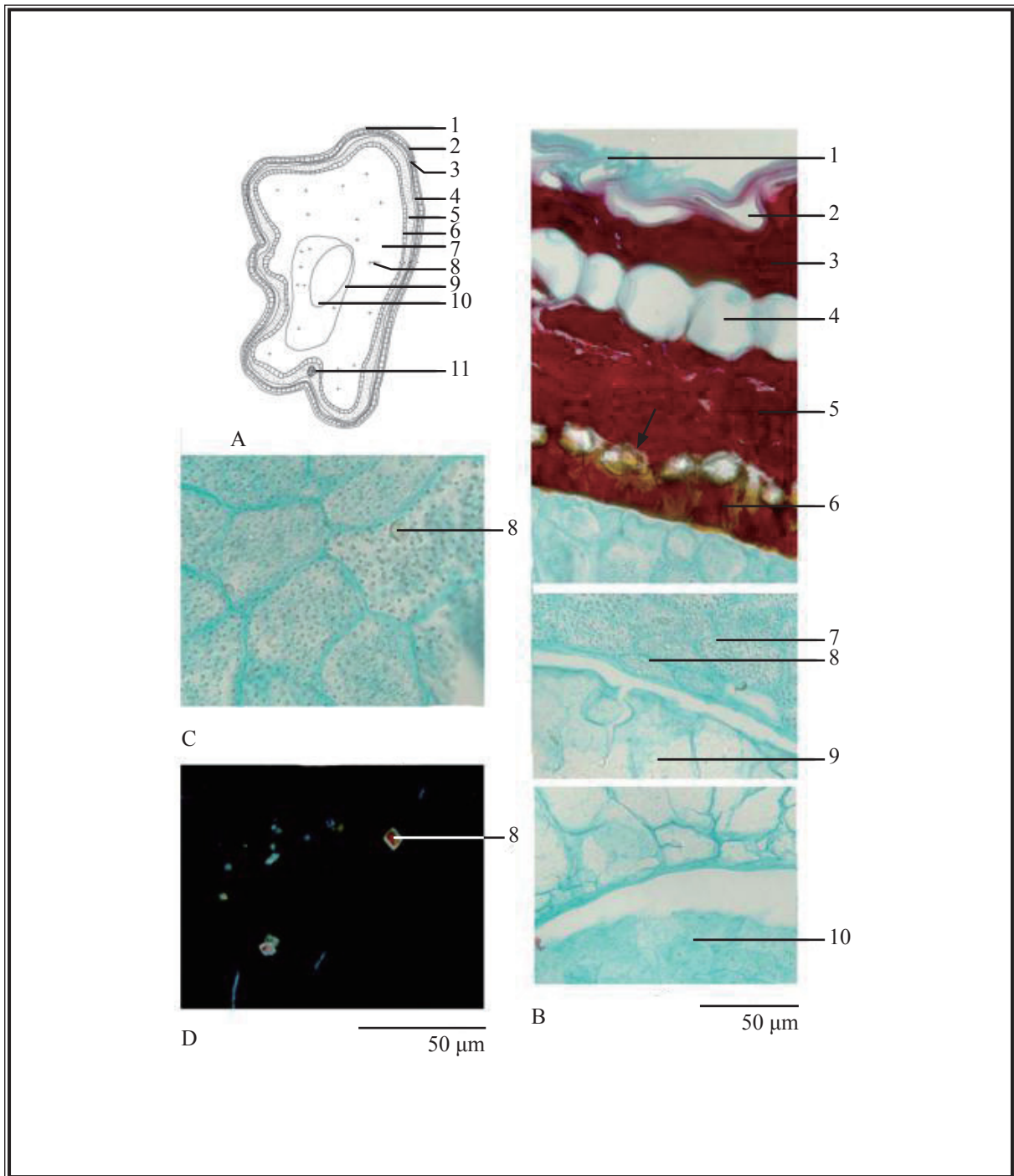


圖 8 (ii) 海南砂種子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 橫切面放大圖(光學顯微鏡下)

D. 橫切面放大圖(偏光顯微鏡下)

- 1. 假種皮 2. 種皮表皮 3. 下皮 4. 油細胞 5. 色素層 6. 內種皮(硅質塊 →)
- 7. 外胚乳 8. 草酸鈣結晶 9. 內胚乳 10. 胚 11. 種臍

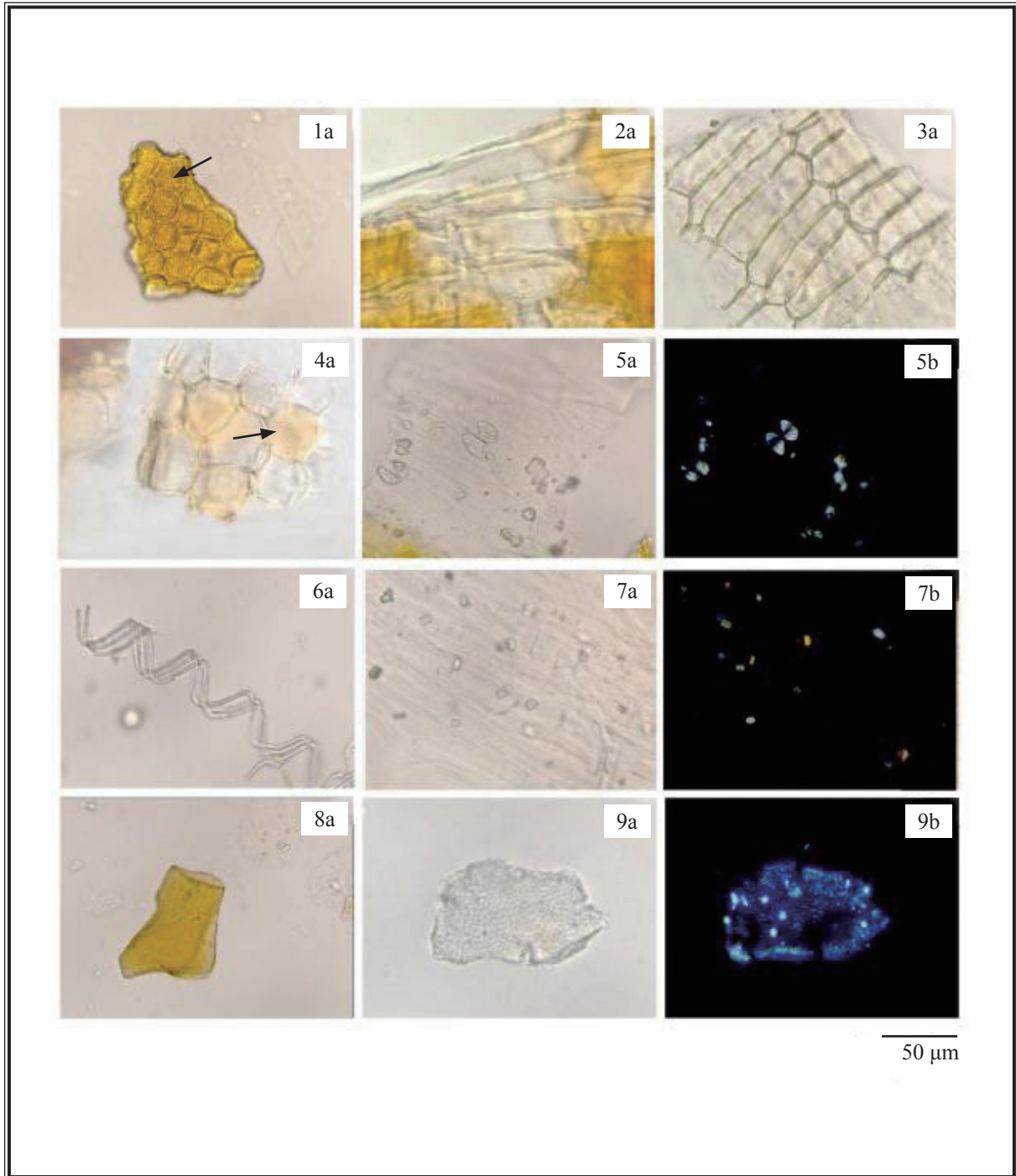


圖 9 海南砂乾燥成熟果實粉末顯微特徵

1. 內種皮細胞及硅質塊 (表面觀, 硅質塊→)
2. 種皮表皮細胞
3. 下皮細胞
4. 油細胞 (油滴→)
5. 草酸鈣簇晶
6. 螺紋導管
7. 草酸鈣方晶
8. 色素塊
9. 外胚乳細胞

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

乙酸龍腦酯對照品溶液

取乙酸龍腦酯對照品 (圖 10) 5.5 mg，溶解於 5 mL 乙酸乙酯中。

展開劑

製備環己烷 - 乙酸乙酯 (11:0.5, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中，溶解香草醛 5 g。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加乙酸乙酯 10 mL，超聲 (150 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。分別吸取乙酸龍腦酯對照品溶液和供試品溶液各 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 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

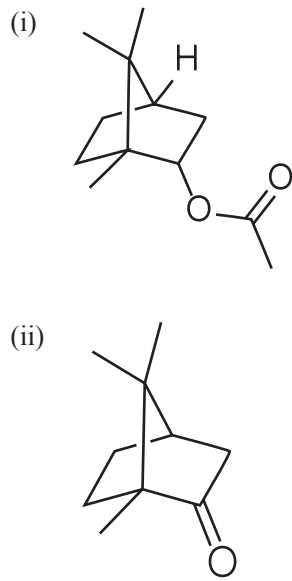


圖 10 化學結構式 (i) 乙酸龍腦酯 (ii) 樟腦

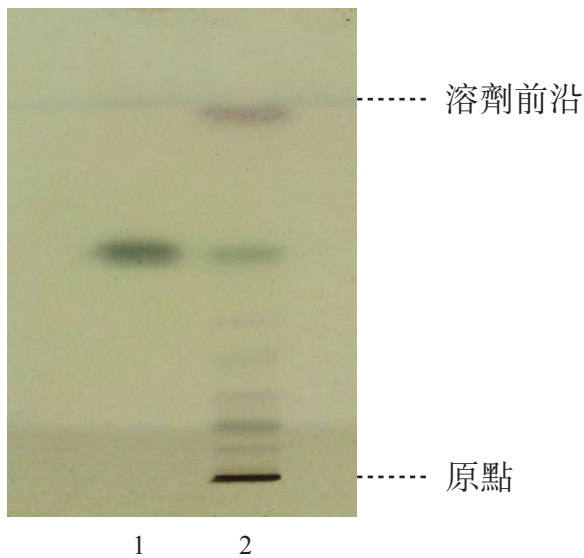


圖 11 海南砂乾燥成熟果實提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)

1. 乙酸龍腦酯對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與乙酸龍腦酯色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶 (圖 11)。

4.3 氣相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

乙酸龍腦酯對照品溶液 Std-FP (60 mg/L)

取乙酸龍腦酯對照品 0.6 mg，溶解於 10 mL 乙酸乙酯中。

樟腦對照品溶液 Std-FP (20 mg/L)

取樟腦對照品 (圖 10) 0.2 mg，溶解於 10 mL 乙酸乙酯中。

供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加乙酸乙酯 20 mL，超聲 (400 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 4000 × g)，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

氣相色譜：火焰離子檢測器；毛細管色譜柱 (HP-1，柱長 30 m，內徑 0.25 mm，聚二甲基硅氧烷為固定相，塗膜厚度 0.25 μ m)；進樣口溫度 230°C；檢測器溫度 250°C；分流比 10:1。程序升溫如下 (表 4)：

表 4 程序升溫條件

時間 (分鐘)	溫度 (°C)	速率 (°C/分鐘)
0 – 10	70	-
10 – 12	70 → 80	5
12 – 17	80	-
17 – 25	80 → 160	10
25 – 30	160	-

系統適用性要求

吸取乙酸龍腦酯對照品溶液 Std-FP 和樟腦對照品溶液 Std-FP 各 1 μ L，注入氣相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：乙酸龍腦酯和樟腦的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；乙酸龍腦酯峰和樟腦峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按乙酸龍腦酯峰和樟腦峰計算分別應不低於 2000000 和 300000。

供試品測試中 1 號峰和 3 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 12)。

操作程序

分別吸取乙酸龍腦酯、樟腦對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 1 μ L，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中乙酸龍腦酯峰和樟腦峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 12)的保留時間。在相同氣相色譜條件下，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中乙酸龍腦酯峰和樟腦峰。二色譜圖中乙酸龍腦酯峰和樟腦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。

海南砂的乾燥成熟果實提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 5。

表 5 海南砂的乾燥成熟果實提取液 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 (樟腦)	0.80	± 0.03
2 (龍腦)	0.85	± 0.03
3 (指標成份峰，乙酸龍腦酯)	1.00	-
4 (石竹烯)	1.12	± 0.03

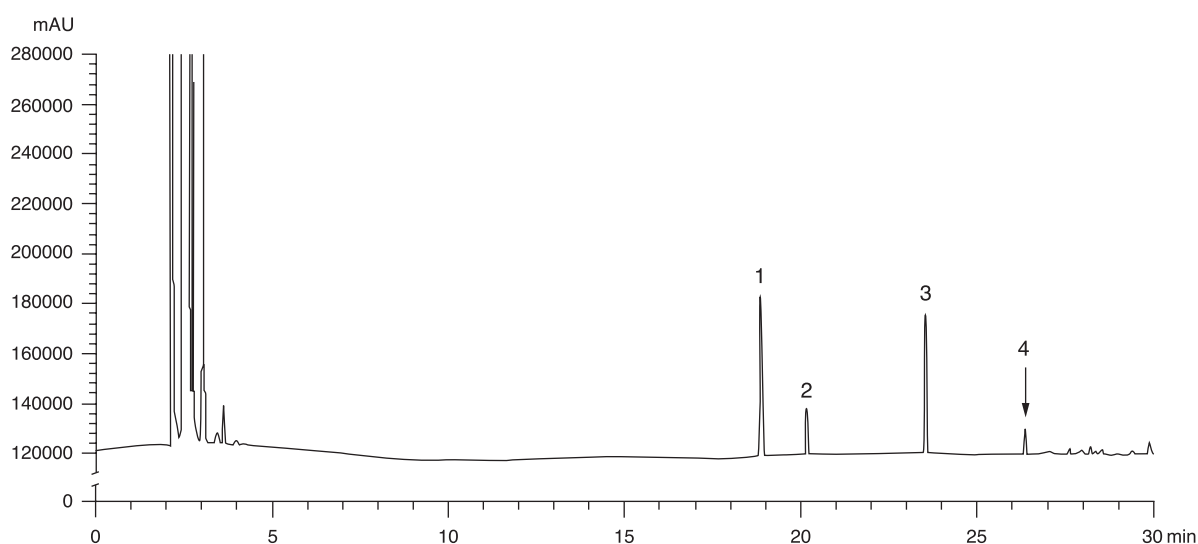


圖 12 海南砂乾燥成熟果實提取液對照氣相指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照氣相指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 4 個特徵峰(圖 12)。

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 XVI)：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 10.0%。

酸不溶性灰分：不多於 2.0%。

5.7 水分(附錄 X)

甲苯法：不多於 12.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 11.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 7.0%。

7. 含量測定

7.1 乙酸龍腦酯和樟腦含量測定

照附錄 IV (C) 進行。

對照品溶液

乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品儲備液 *Std-Stock* (各 500 mg/L)

精密稱取乙酸龍腦酯對照品和樟腦對照品各 5.0 mg，溶解於 10 mL 乙酸乙酯中。

乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品儲備液適量，以乙酸乙酯稀釋製成含乙酸龍腦酯分別為 1、2、4、8、16 mg/L 和含樟腦分別為 2、4、8、12、25 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 0.1 g，置 50-mL 離心管中，加乙酸乙酯 20 mL，超聲 (400 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 4000 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次。殘渣用適量乙酸乙酯洗滌，離心 5 分鐘 (約 4000 × g)，合併上清液，加乙酸乙酯至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

氣相色譜：火焰離子檢測器；毛細管色譜柱 (HP-1，柱長 30 m，內徑 0.25 mm，聚二甲基硅氧烷為固定相，塗膜厚度 0.25 μ m)；進樣口溫度 230°C；檢測器溫度 250°C；分流比 10:1。程序升溫如下 (表 6)：

表 6 程序升溫條件

時間 (分鐘)	溫度 (°C)	速率 (°C/分鐘)
0 – 10	70	-
10 – 12	70 → 80	5
12 – 17	80	-
17 – 25	80 → 160	10
25 – 30	160	-

系統適用性要求

將乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品溶液 Std-AS (乙酸龍腦酯 4 mg/L 和樟腦 8 mg/L) 1 μ L，注入氣相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：乙酸龍腦酯和樟腦的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；乙酸龍腦酯峰和樟腦峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按乙酸龍腦酯峰和樟腦峰計算分別應不低於 2000000 和 300000。

供試品測試中乙酸龍腦酯峰和樟腦峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 13)。

標準曲綫

將乙酸龍腦酯和樟腦系列混合對照品溶液 Std-AS 各 1 μ L，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以乙酸龍腦酯和樟腦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 1 μ L，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。與乙酸龍腦酯和樟腦混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中乙酸龍腦酯峰和樟腦峰(圖 13)。二色譜圖中乙酸龍腦酯和樟腦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乙酸龍腦酯和樟腦的濃度 (mg/L)，並計算樣品中乙酸龍腦酯和樟腦的百分含量。

限度

按乾燥品計算，海南砂乾燥成熟果實含乙酸龍腦酯(C₁₂H₂₀O₂)和樟腦(C₁₀H₁₆O)的總量不少於 0.58%。

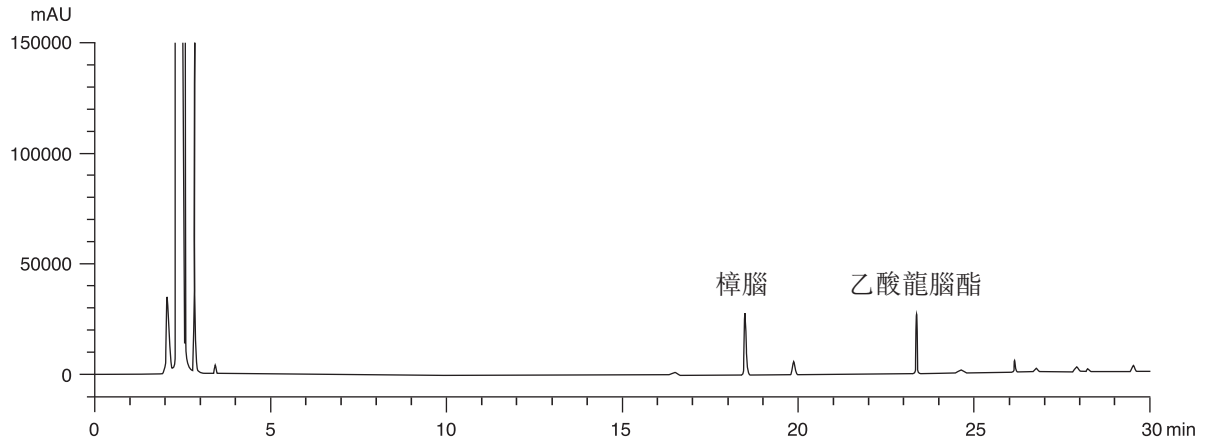


圖 13 海南砂乾燥成熟果實提取液對照氣相含量測定色譜圖

7.2 揮發油含量測定

精密稱取本品粉末 50 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

海南砂乾燥成熟果實含揮發油不少於 1.0 % (v/w)。