

亞麻子

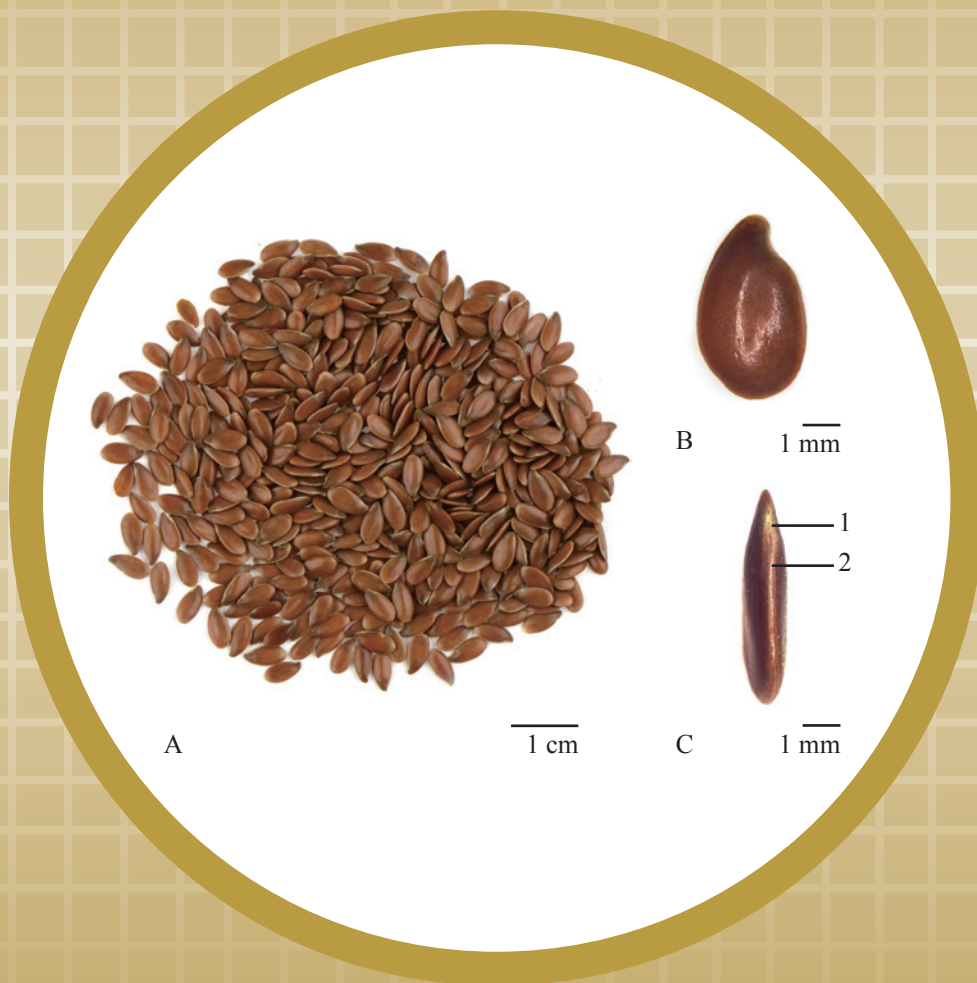


圖 1 亞麻子外觀圖

- A. 亞麻子 B. 種子放大圖
C. 種臍 (1) 及 種脊 (2) 放大圖

1. 名稱

藥材正名：Lini Semen

中文名：亞麻子

漢語拼音名：Yamazi

2. 來源

本品為亞麻科植物亞麻 *Linum usitatissimum* L. 的乾燥成熟種子。秋季果實成熟後採割植株，曬乾，打下種子，除去雜質，收集種子再曬乾。

3. 性狀

本品呈扁卵圓形，長 2.3-5.9 mm，寬 1.6-2.9 mm，厚 0.7-1.3 mm。表面棕色至紅棕色，光滑有光澤，一端尖而略偏斜，另一端鈍圓，種臍及種脊位於較尖端。種皮及胚乳薄，子葉 2，黃白色，富油性。氣微，嚼之微香及有黏性(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別(附錄 III)

橫切面

種皮表皮由 1 列長方形、壁黏液質化細胞組成。下皮由 1 列細胞組成，壁稍厚。厚壁細胞層由 1 列排列緊密的細胞組成，壁厚。薄壁細胞層由頹廢組成，細胞界線不明顯。色素層由 1 列扁平、內含色素塊的細胞組成。胚乳由數層多角形細胞組成，充滿糊粉粒。子葉細胞較細，充滿糊粉粒(圖 2)。

粉末

黃棕色至淺棕色。色素細胞淺黃色至黃色，表面觀呈方形、長方形或多角形，直徑 9-49 μm ，垂周壁細連珠狀，常含黃棕色、棕色或紅棕色塊。色素塊黃棕色、棕色或紅棕色，方形、長方形或多角形，邊緣多呈細鋸齒狀。種皮表皮細胞大，表面觀呈多角形，直徑 16-69 μm ，具黏液質化的細胞壁。厚壁細胞淡黃色至黃色，條狀，直徑 4-23 μm ，壁增厚或稍增厚，具細密紋孔；偏光顯微鏡下呈黃色或白色。下皮細胞無色至淡黃色，表面觀呈類多角形至類圓形，壁稍增厚。胚乳細胞多角形至類多角形，壁稍厚，內充滿糊粉粒及油滴。子葉細胞多角形至類多角形，較小，內充滿糊粉粒及油滴(圖 3)。

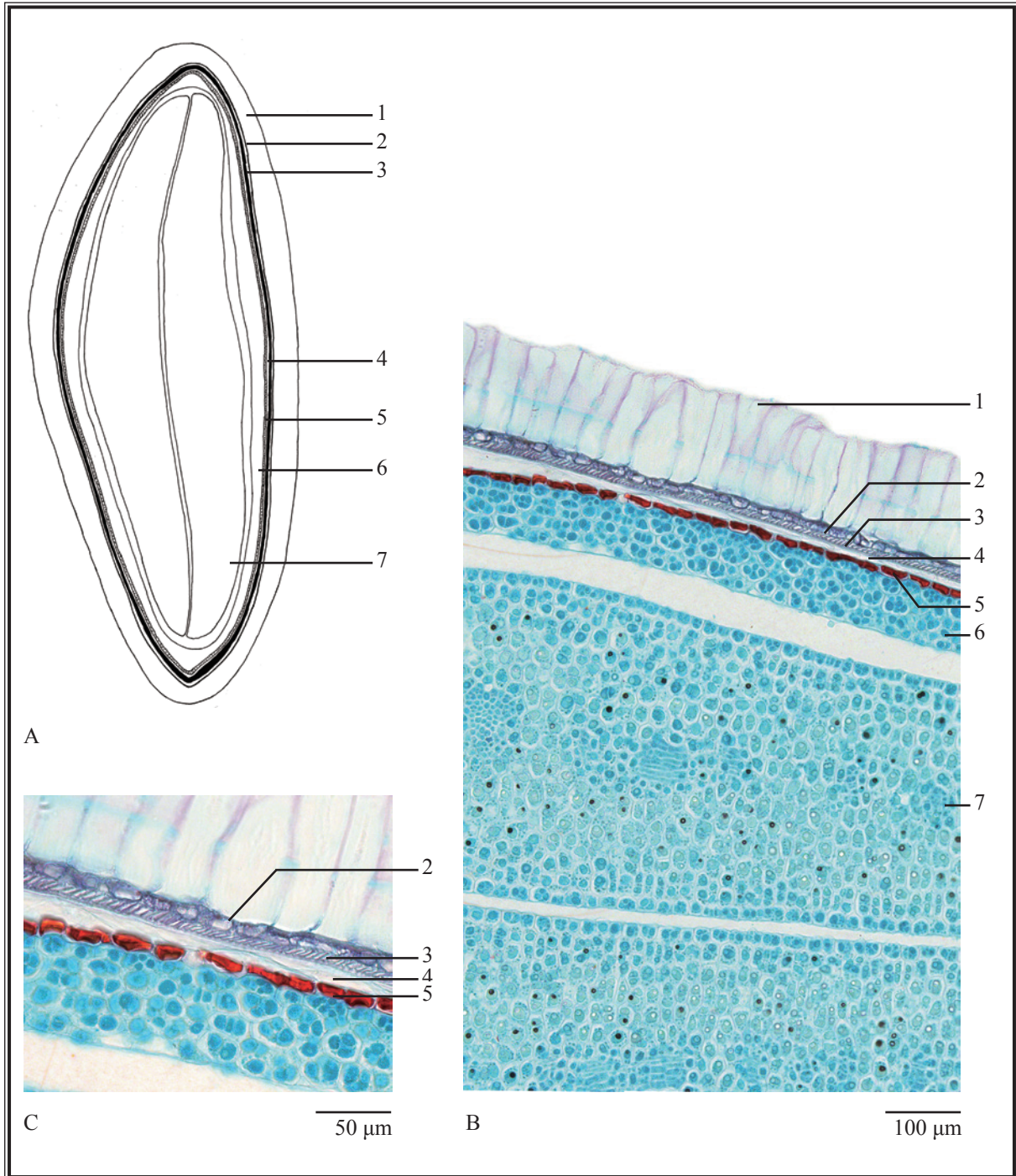


圖 2 亞麻子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 種皮放大圖

1. 種皮表皮
2. 下皮
3. 厚壁細胞層
4. 薄壁細胞層
5. 色素層
6. 胚乳
7. 子葉

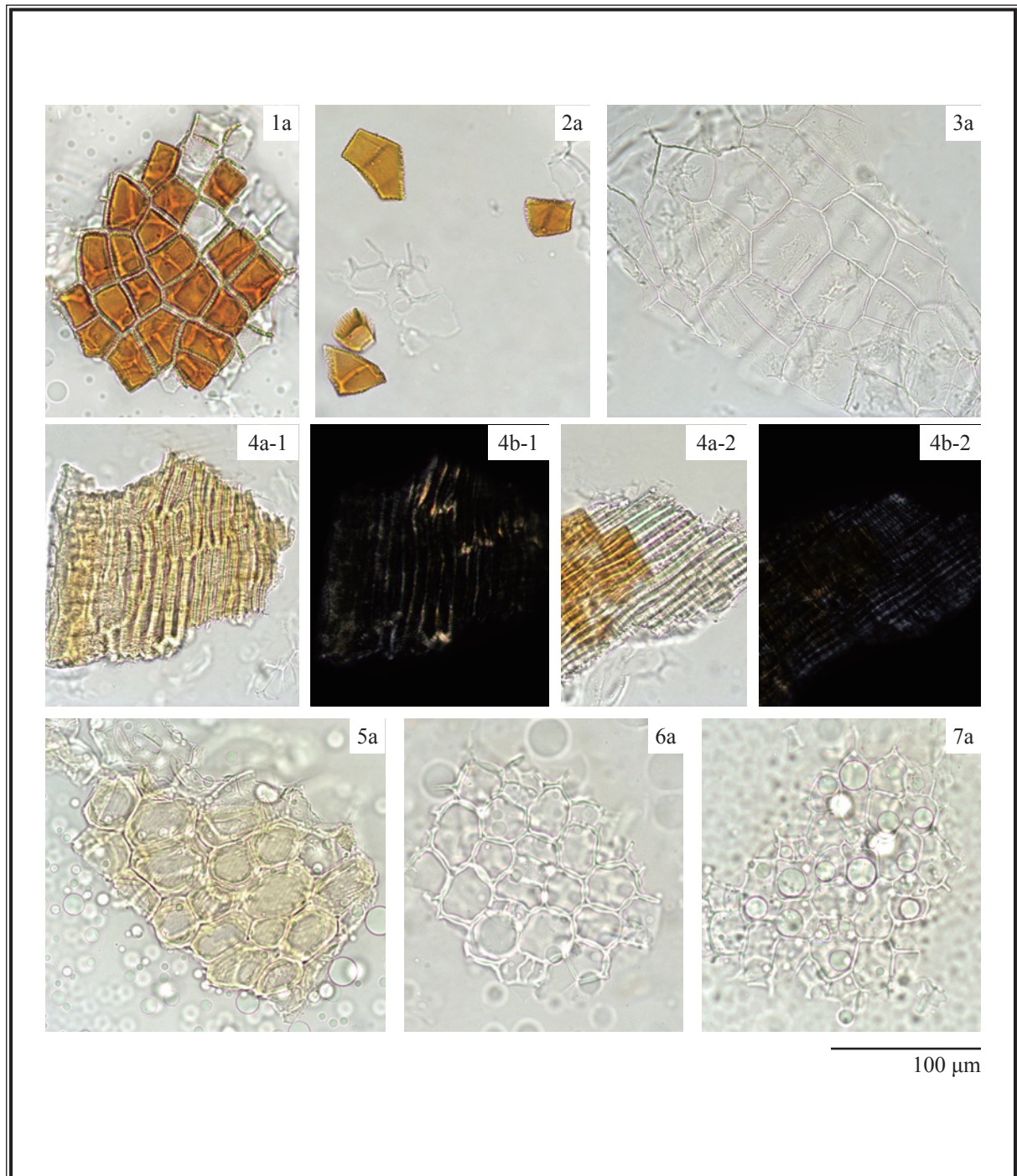


圖 3 亞麻子粉末顯微特徵圖

1. 色素細胞 2. 色素塊 3. 種皮表皮黏液細胞 4. 厚壁細胞 (4-1 壁厚者, 4-2 壁稍厚者)
5. 下皮細胞 6. 胚乳細胞 7. 子葉細胞

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

亞油酸對照品溶液

取亞油酸對照品 (圖 4) 0.2 mg，溶解於 1 mL 乙醇中。

α -亞麻酸對照品溶液

取 α -亞麻酸對照品 (圖 4) 0.2 mg，溶解於 1 mL 乙醇中。

展開劑

製備丙酮 - 冰醋酸 - 二氯甲烷 (5:4:2, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 5 mL，緩緩加至 95 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 100-mL 錐形瓶中，加正己烷 50 mL，置約 60°C 水浴中超聲 (300 W) 處理 1 小時。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 5 mL 異丙醇，用 0.45- μ m 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。分別吸取亞油酸對照品溶液 3.5 μ L、 α -亞麻酸對照品溶液 2.5 μ L 和供試品溶液 6 μ L，點於同一高效矽膠 RP-18 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 (約 3-5 分鐘)。置紫外光 (366 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

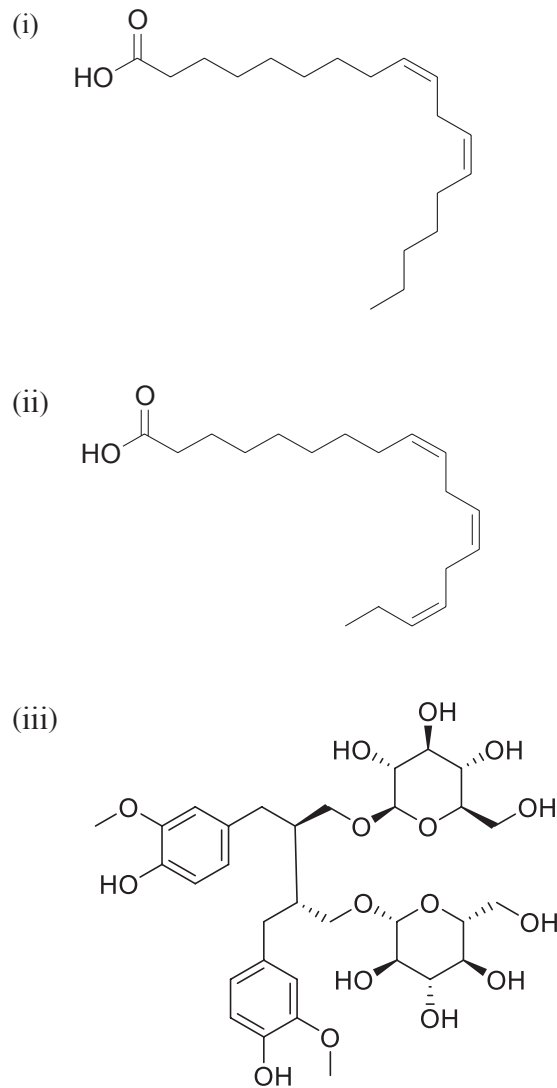


圖 4 化學結構式 (i) 亞油酸 (ii) α -亞麻酸
(iii) 開環異落葉松樹脂酚 1,4-二葡萄糖苷

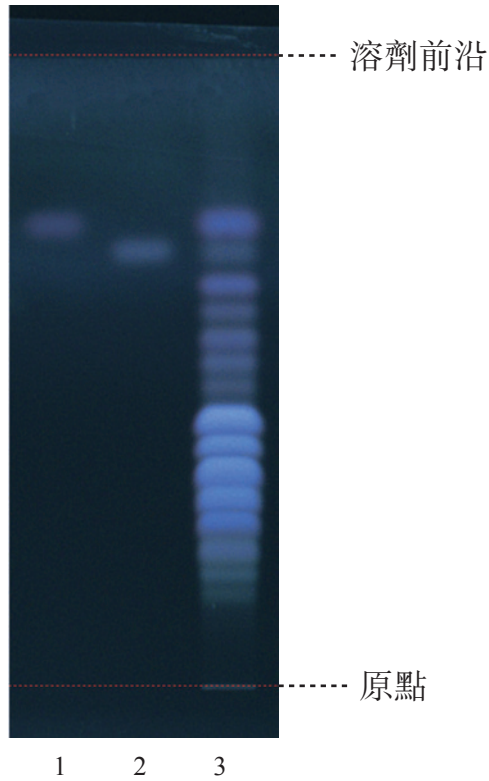


圖 5 亞麻子提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. α -亞麻酸對照品溶液 2. 亞油酸對照品溶液 3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與亞油酸和 α -亞麻酸色澤相同、 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

亞油酸對照品溶液 *Std-FP* (30 mg/L)

取亞油酸對照品 0.3 mg，溶解於 10 mL 乙醇中。

α -亞麻酸對照品溶液 *Std-FP* (40 mg/L)

取 α -亞麻酸對照品 0.4 mg，溶解於 10 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加正己烷 50 mL，置約 60°C 水浴中超聲 (300 W) 處理 1 小時，離心 10 分鐘 (約 4000 × g)。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次，合併濾液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於異丙醇，轉移於 25-mL 量瓶中，加異丙醇至刻度，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 210 nm；2.1 × 100 mm 八烷基鍵合硅膠 (3.5 μ m) 填充柱；柱溫 40°C；流速約 0.6 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)	乙腈 : 異丙醇 (9:1, v/v) (%, v/v)	洗脫
0 – 5	80 → 25	20 → 75	綫性梯度
5 – 10	25	75	等度
10 – 18	25 → 0	75 → 100	綫性梯度
18 – 40	0	100	等度

系統適用性要求

吸取亞油酸對照品溶液 Std-FP 和 α -亞麻酸對照品溶液 Std-FP 各 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：亞油酸和 α -亞麻酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；亞油酸峰和 α -亞麻酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按亞油酸峰和 α -亞麻酸峰計算均應不低於 32000。

供試品測試中 1 號峰和 2 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取亞油酸、 α -亞麻酸對照品溶液 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 色譜圖中亞油酸峰和 α -亞麻酸峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 6 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 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中亞油酸峰和 α -亞麻酸峰。二色譜圖中亞油酸峰和 α -亞麻酸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。

亞麻子提取液 6 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 亞麻子提取液 6 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（指標成份峰， α -亞麻酸）	1.00	-
2（亞油酸）	1.11	± 0.03
3	2.77	± 0.08
4	2.87	± 0.08
5	2.99	± 0.07
6	3.16	± 0.07

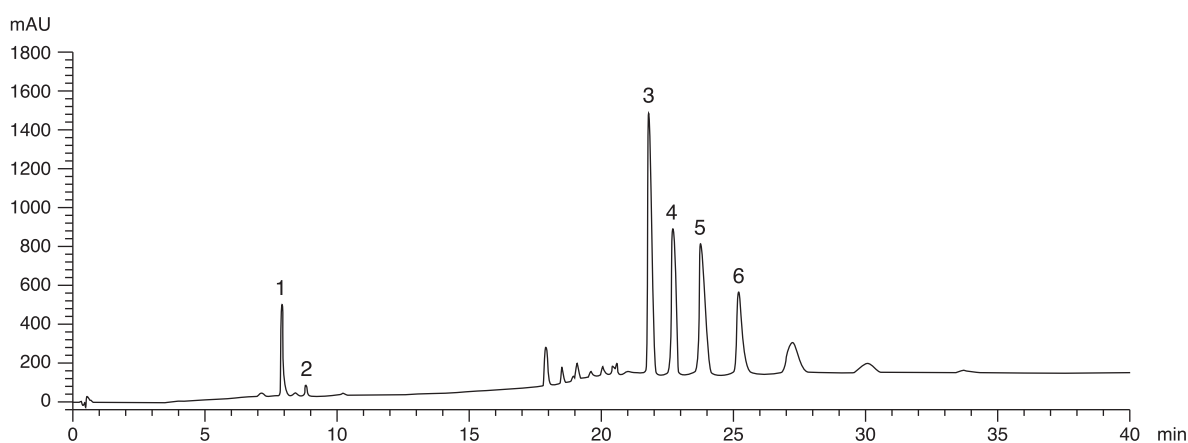


圖 6 亞麻子提取液對照指紋圖譜

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 6 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 XVI)：應符合有關規定。

5.5 雜質(附錄 VIII)：不多於 2.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 4.0%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 8.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 16.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 7.0%。

7. 含量測定

7.1 亞油酸和 α -亞麻酸含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

亞油酸和 α -亞麻酸混合對照品儲備液 *Std-Stock* (亞油酸 320 mg/L 和 α -亞麻酸 400 mg/L)

精密稱取亞油酸對照品 1.6 mg 和 α -亞麻酸對照品 2.0 mg，溶解於 5 mL 乙醇中。

亞油酸和 α -亞麻酸混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取亞油酸和 α -亞麻酸混合對照品儲備液適量，以乙醇稀釋製成含亞油酸分別為 5、10、20、40、80 mg/L 和含 α -亞麻酸分別為 6.25、12.5、25、50、100 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 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加正己烷 50 mL，置約 60°C 水浴中超聲 (300 W) 處理 1 小時，離心 10 分鐘 (約 4000 × g)。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次 (殘渣作開環異落葉松樹脂酚 1,4-二葡萄糖苷的含量測定)，合併濾液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於異丙醇，轉移於 25-mL 量瓶中，加異丙醇至刻度，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 210 nm；2.1 × 100 mm 八烷基鍵合硅膠 (3.5 μ m) 填充柱；柱溫 40°C；流速約 0.6 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈：異丙醇 (9:1, v/v) (%, v/v)	洗脫
0-5	80 → 25	20 → 75	綫性梯度
5-10	25	75	等度
10-18	25 → 0	75 → 100	綫性梯度
18-40	0	100	等度

系統適用性要求

將亞油酸和 α -亞麻酸混合對照品溶液 Std-AS (亞油酸 20 mg/L 和 α -亞麻酸 25 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：亞油酸和 α -亞麻酸的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；亞油酸峰和 α -亞麻酸峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按亞油酸峰和 α -亞麻酸峰計算均應不低於 32000。

供試品測試中亞油酸峰和 α -亞麻酸峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 7)。

標準曲線

將亞油酸和 α -亞麻酸系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以亞油酸和 α -亞麻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 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與亞油酸和 α -亞麻酸混合對照品溶液 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亞油酸峰和 α -亞麻酸峰 (圖 7)。二色譜圖中亞油酸和 α -亞麻酸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亞油酸和 α -亞麻酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中亞油酸和 α -亞麻酸的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含亞油酸 ($C_{18}H_{32}O_2$) 和 α -亞麻酸 ($C_{18}H_{30}O_2$) 的總量不少於 0.56%。

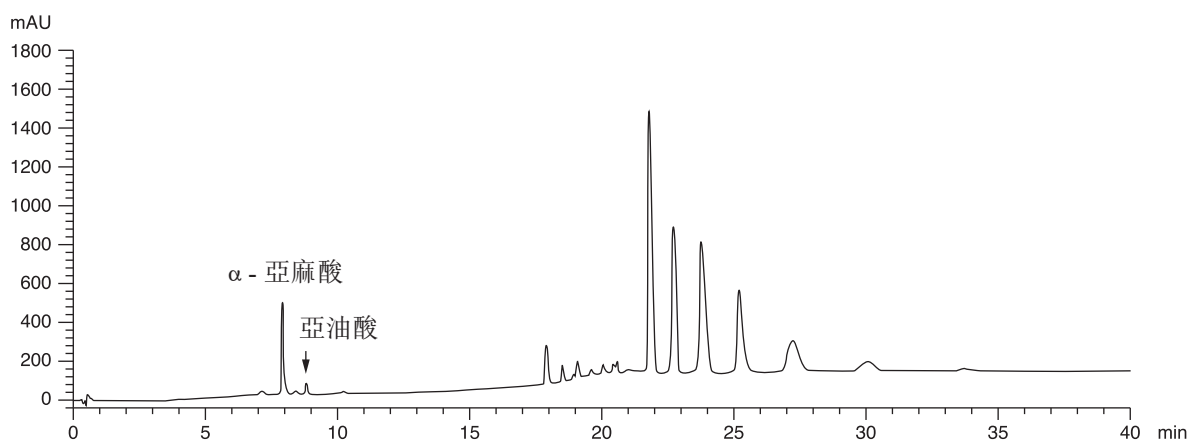


圖 7 亞麻子提取液的亞油酸和 α -亞麻酸對照含量測定色譜圖

7.2 開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷對照品儲備液 *Std-Stock* (720 mg/L) 精密稱取開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷對照品 (圖 4) 3.6 mg，溶解於 5 mL 70% 甲醇中。

開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷對照品儲備液適量，以 70% 甲醇稀釋製成含開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷分別為 4.5、9、18、36、72 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，加正己烷 50 mL，置約 60°C 水浴中超聲 (300 W) 處理 1 小時，離心 10 分鐘 (約 4000 × g)。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次 (濾液作亞油酸和 α- 亞麻酸的含量測定)。殘渣靜置乾燥 2 小時，置殘渣於 50-mL 錐形瓶中，加 70% 甲醇含氫氧化鈉 (4%, w/v) 溶液 20 mL，加蓋，置約 60°C 水浴中超聲 (300 W) 處理 1 小時，轉移於 50-mL 離心管中，離心 10 分鐘 (約 4000 × g)。濾過，取濾液轉移於 250-mL 錐形瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，用 70% 甲醇含鹽酸 (4.37%, w/v) 溶液調 pH 值至 3，轉移於 100-mL 量瓶中，加 70% 甲醇至刻度，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 280 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 4)：

表 4 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	85	15	等度
5 – 15	85 → 78	15 → 22	綫性梯度
15 – 20	78 → 10	22 → 90	綫性梯度
20 – 25	10	90	等度

系統適用性要求

將開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷對照品溶液 Std-AS (18 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：開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷峰計算應不低於 25000。

供試品測試中開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 8)。

標準曲線

將開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷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 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷峰 (圖 8)。二色譜圖中開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷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開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含開環異落葉松樹脂酚 1,4- 二葡萄糖苷 ($C_{32}H_{46}O_{16}$) 不少於 0.81%。

Potentillae Discoloris Herba
翻白草

了哥王
Wikstroemiae Radix

Lini Semen
亞麻子

Hedyotidis Diffusae Herba
白花蛇舌草

Psidii Guajavae Folium
番石榴葉

天花粉
Trichosanthis Radix

Sparganii Rhizoma
三棱

天葵子
Aquilegiae Radix

瓜子金
Polygalae Japonicae Herba

芥子
Sinapis Semen

Wenyujin Rhizoma Concisum
片薑黃

半邊蓮
Lobeliae Chinensis Herba

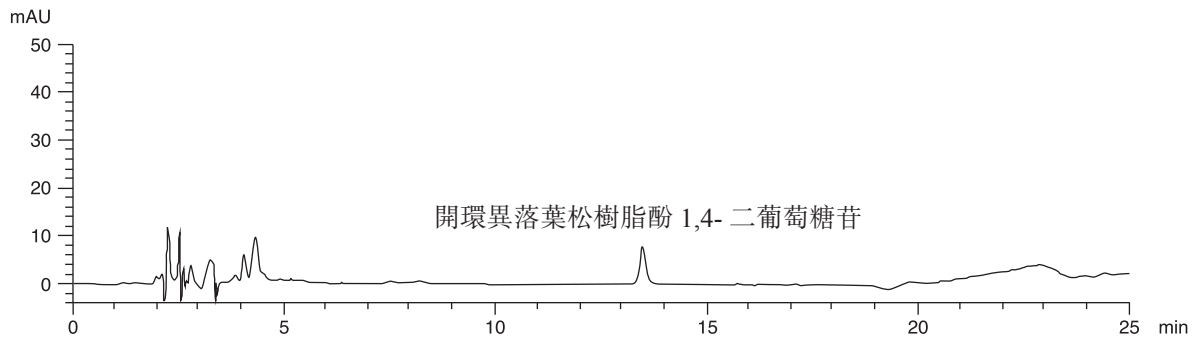


圖 8 亞麻子提取液的開環異落葉松樹脂酚 1,4-二葡萄糖苷對照含量測定色譜圖