

豆蔻

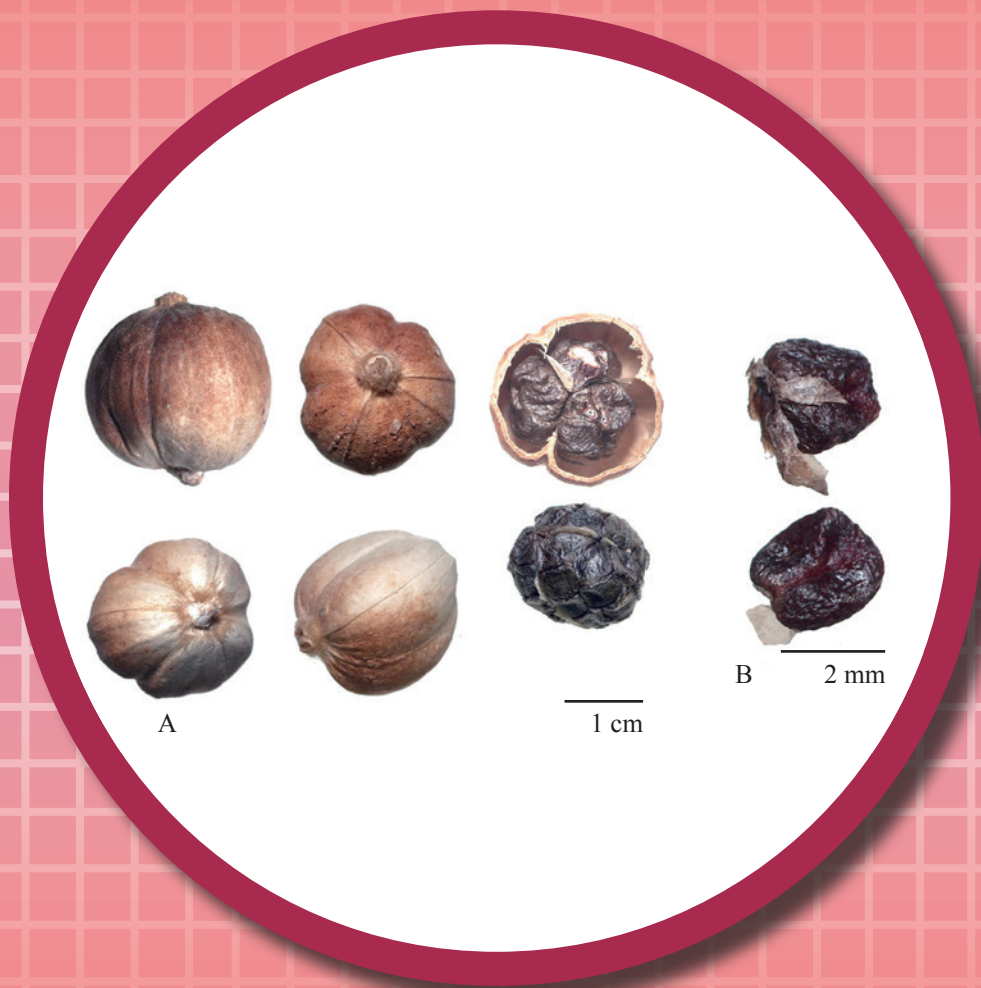


圖 1 豆蔻外觀圖

A. 豆蔻 B. 果實橫切面和種子放大圖

1. 名稱

藥材正名：Amomi Fructus Rotundus

中文名：豆蔻

漢語拼音名：Doukou

2. 來源

本品為薑科植物爪哇白豆蔻 *Amomum compactum* Soland ex Maton 的乾燥成熟果實。多於 7-8 月果實即將成熟變黃但未開裂時採集果穗，去淨殘留的花被和果柄後，曬乾。

3. 性狀

本品呈類球形，直徑 8-15 mm。表面黃白色至黃棕色，有的微顯紫棕色，有 3 條較深的縱向槽紋，頂端有突起的柱基，基部有果柄痕，兩端均具淺棕色絨毛。果皮體輕，質脆，易縱向裂開，內分 3 室，每室含種子 4-10 粒。種子呈不規則多面體，背面略隆起，直徑 3-4 mm，表面灰棕色或暗棕色，有皺紋，外被類白色膜狀假種皮。氣芳香，味辛涼，略似樟腦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

種子縱切面：

假種皮或殘存，為數列狹長薄壁細胞，有的含草酸鈣砂晶。種皮表皮細胞 1 列，徑向延長，外被角質層。種皮下皮細胞 1-2 列，內含黃棕色或紅棕色物(染色前)。油細胞 1 列，類方形，直徑 40-75 μm ，壁薄。色素層細胞數列，含深紅棕色物(染色前)。內種皮細胞 1 列，紅棕色或黃棕色(染色前)，直徑 10-35 μm ，內壁與側壁極厚，胞腔位於上端，內含硅

質塊。外胚乳細胞充滿細小澱粉粒，或含草酸鈣方晶。內胚乳及胚薄壁細胞含糊粉粒及油滴(染色前)。種臍位於種子凹陷端，細胞含紅棕色物(染色前)(圖 2)。

果皮橫切面

外果皮為 1 列扁長方形薄壁細胞，長 25-60 μm ，寬約 8 μm 。中果皮薄壁細胞類圓形至長圓形，中果皮內側可見外韌型維管束。維管束外可見纖維束，呈半月形，維管束間有 1-4 列石細胞斷續成帶，石細胞類圓形至類方形，壁孔明顯。薄壁細胞中散有草酸鈣方晶。內果皮為 1 列排列整齊的長方形薄壁細胞，多皺縮(圖 3)。

粉末

淺棕色或灰棕色。石細胞形狀多樣，直徑 35-150 μm ，紋孔明顯，胞腔較大。內種皮細胞黃棕色或紅棕色，表面觀多角形，直徑 10-35 μm ，內含硅質塊；側面觀為柵狀細胞 1 列，內壁及側壁極厚，胞腔位於上端，內含硅質塊。種皮表皮細胞淡黃色，表面觀呈長條形，壁稍厚，與黃棕色下皮細胞上下層垂直排列。外胚乳細胞類長方形，充滿細小澱粉粒，常伴草酸鈣方晶；偏光顯微鏡下呈多彩狀。油細胞淡黃色至近無色，類方形，直徑 40-75 μm 。草酸鈣方晶散在，直徑 2-20 μm ；偏光顯微鏡下呈亮白色或多彩狀。假種皮細胞壁薄，稍彎曲，有的含草酸鈣砂晶。纖維多碎斷，直徑 15-25 μm ，胞腔明顯(圖 4)。

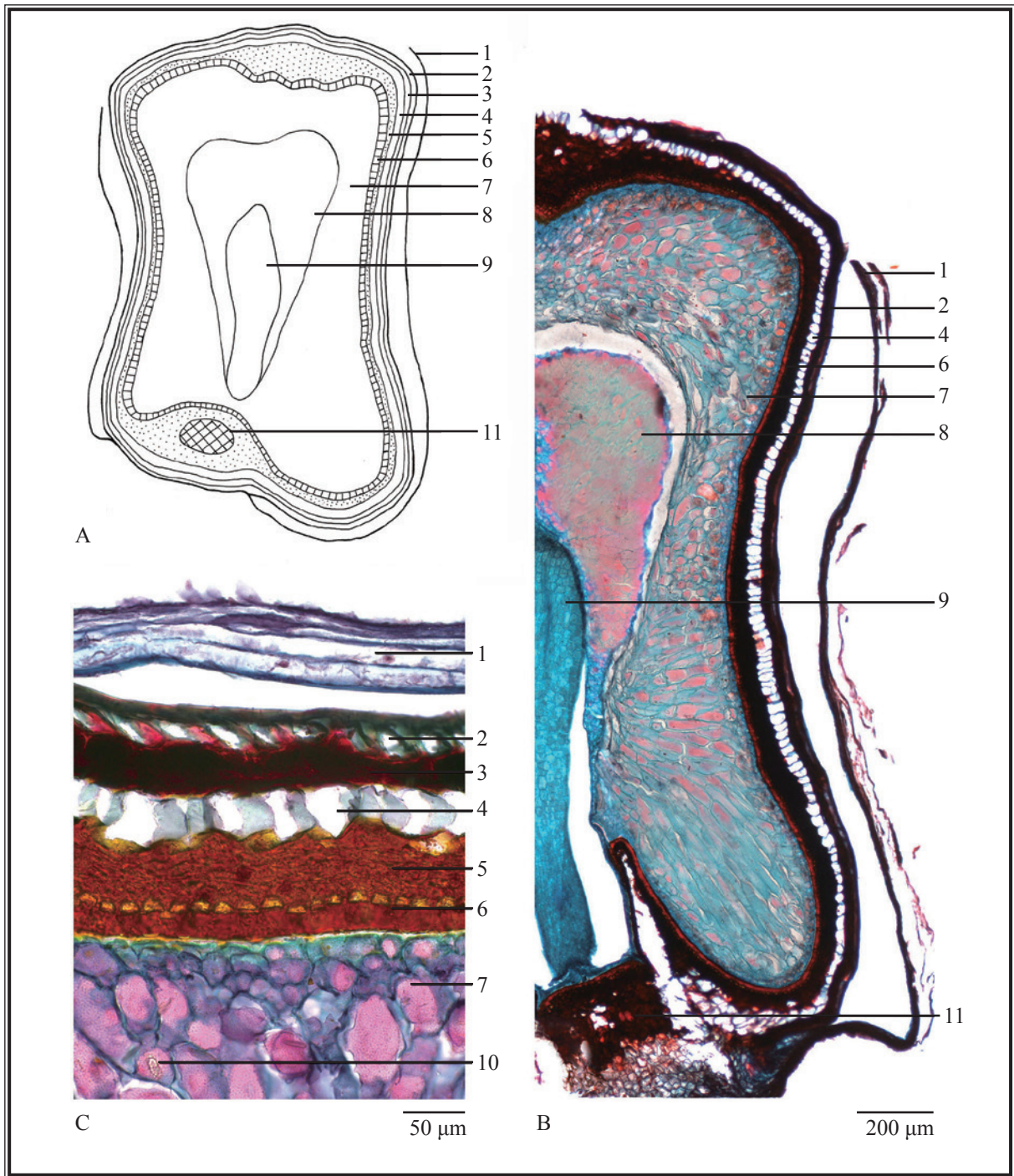


圖 2 豆蔻種子縱切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 縱切面圖 C. 縱切面放大圖

1. 假種皮 2. 種皮表皮 3. 種皮下皮 4. 油細胞層 5. 色素層 6. 內種皮
 7. 外胚乳 8. 內胚乳 9. 胚 10. 草酸鈣方晶 11. 種臍

山豆根

Saururi Herba 三白草

牡荊葉

車前草

蓮鬚

Saussureae Involucratae Herba

Polygoni Perfoliati Herba

Lonicerae Flos

Plantaginis Herba

Bruceae Fructus 鴉膽子

天山雪蓮

白花丹

杠板歸

北豆根

山銀花

Plumbaginis Zeylanicae Radix

Menispermii Rhizoma

豆蔻

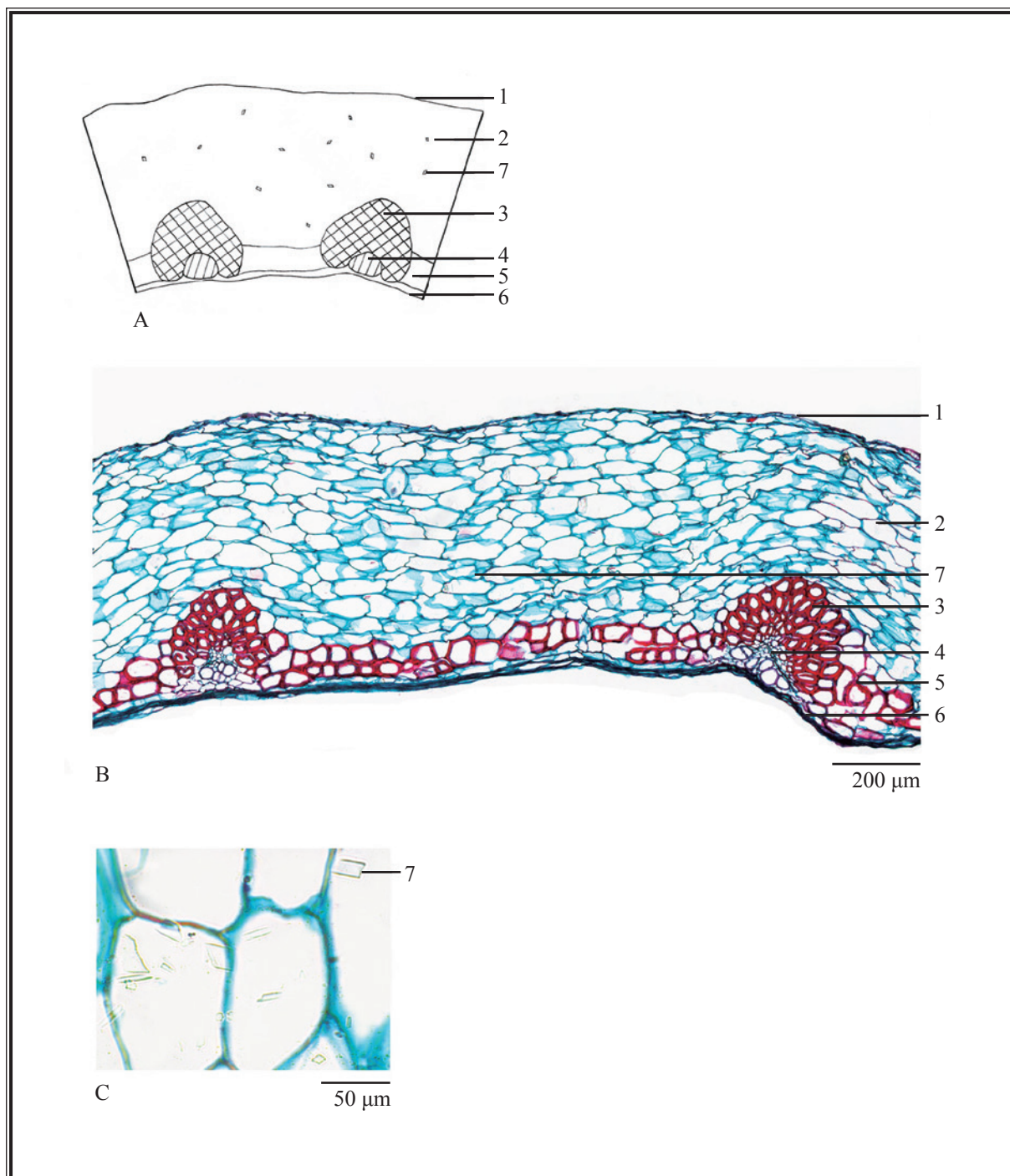


圖 3 豆蔻果皮橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 中果皮內草酸鈣方晶

- 1. 外果皮 2. 中果皮 3. 纖維束 4. 維管束
- 5. 石細胞 6. 內種皮 7. 草酸鈣方晶

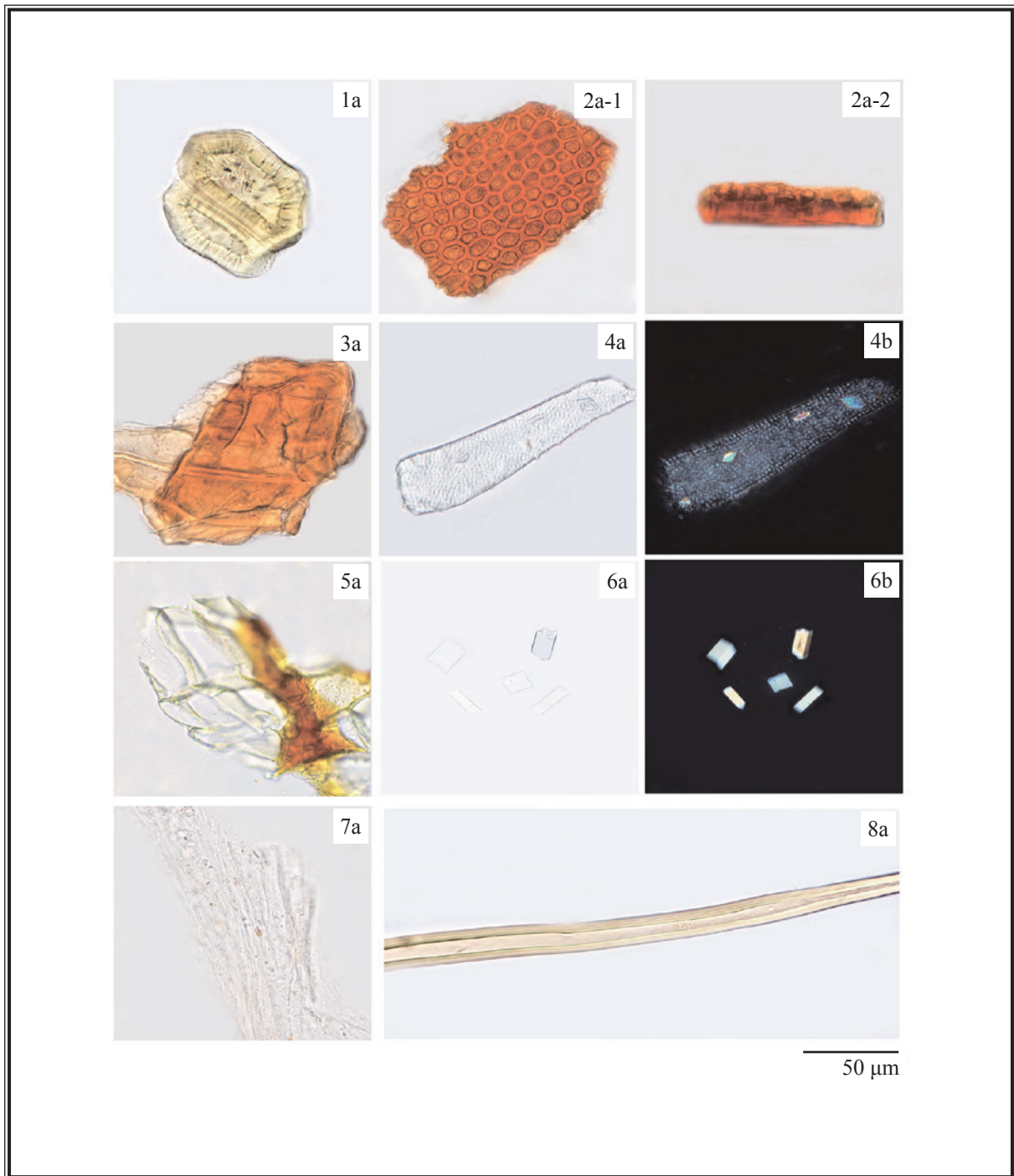


圖 4 豆蔻粉末顯微特徵圖

1. 石細胞
2. 內種皮細胞與硅質塊 (2-1 表面觀，2-2 側面觀)
3. 種皮表皮細胞
4. 外胚乳細胞
5. 油細胞
6. 草酸鈣方晶
7. 假種皮細胞
8. 纖維

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

1,8- 桉油精對照品溶液

取 1,8- 桉油精對照品 (圖 5) 5.0 mg，溶解於 5 mL 乙酸乙酯中。

展開劑

製備環己烷 - 乙酸乙酯 (19:1, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取香草醛 5 g，溶解於 100 mL 硫酸中。

供試品溶液

樣品加入硅藻土後粉碎，而樣品及硅藻土比例為 2:1。取本品粉末 1.5 g，置 100-mL 錐形瓶中，加乙酸乙酯 50 mL，超聲 (320 W) 處理 30 分鐘。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 (約 40°C)。殘渣溶於 2 mL 乙酸乙酯，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取 1,8- 桉油精對照品溶液 3 μ L 和供試品溶液 2 μ L，點於同一高效硅膠 G60 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 2 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

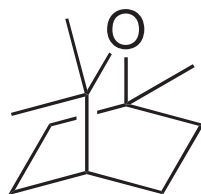


圖 5 1,8- 桉油精化學結構式

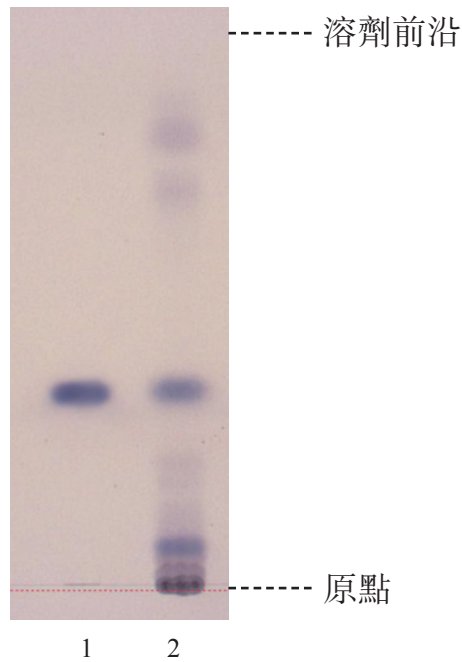


圖 6 豆蔻提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 1,8- 桉油精對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與 1,8- 桉油精色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖 6)。

4.3 氣相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

1,8- 桉油精對照品溶液 *Std-FP* (1000 mg/L)

取 1,8- 桉油精對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 正己烷中。

供試品溶液

樣品加入硅藻土後粉碎，而樣品及硅藻土比例為 2:1。取本品粉末 1.5 g，置 500-mL 圓底燒瓶中，加水 200 mL。連接圓底燒瓶與揮發油測定器，加水 20 mL 及正己烷 3 mL。連接回流冷凝管，緩緩加熱至沸，並保持 2 小時，冷卻至室溫。靜置至兩液層分離，取正己烷提取液轉移於 25-mL 量瓶中，取水層轉移於 100-mL 分液漏斗中。用 5 mL 正己烷洗滌揮發油測定器，轉移於 100-mL 分液漏斗中，振搖提取。收集正己烷提取液，通過鋪有無水硫酸鈉 1 g 的漏斗。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中。水層用

5 mL 正己烷振搖提取，收集正己烷提取液，通過鋪有無水硫酸鈉 1 g 的漏斗。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中。漏斗用 5 mL 正己烷洗滌。合併正己烷提取液，加正己烷至刻度，用 0.45- μm 微孔濾膜(nylon) 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(DB-1701，柱長 30 m，內徑 0.32 mm，交聯(14%- 氰丙基 – 苯基) – 甲基聚硅氧烷為固定相，塗膜厚度 0.25 μm)；進樣口溫度 210 $^{\circ}\text{C}$ ；檢測器溫度 230 $^{\circ}\text{C}$ ；分流比 20:1。程序升溫如下(表 1)：

表 1 程序升溫條件

時間 (分鐘)	溫度 ($^{\circ}\text{C}$)	速率 ($^{\circ}\text{C}/\text{分鐘}$)
0 – 3	40	-
3 – 39	40 \rightarrow 220	5

系統適用性要求

吸取 1,8- 桉油精對照品溶液 Std-FP 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：1,8- 桉油精的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；1,8- 桉油精峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按 1,8- 桉油精峰計算應不低於 100000。

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 7)。

操作程序

分別吸取 1,8- 桉油精對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 1 μL ，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 1,8- 桉油精峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 個特徵峰(圖 7)的保留時間。在相同氣相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中 1,8- 桉油精峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 1,8- 桉油精峰。二色譜圖中 1,8- 桉油精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。

豆蔻提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 豆蔻提取液 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 (α - 蒎烯)	0.74	± 0.03
2	0.89	± 0.04
3 (檸檬烯)	0.96	± 0.03
4 (指標成份峰, 1,8- 桉油精)	1.00	-
5 (4- 萜品醇)	1.42	± 0.03

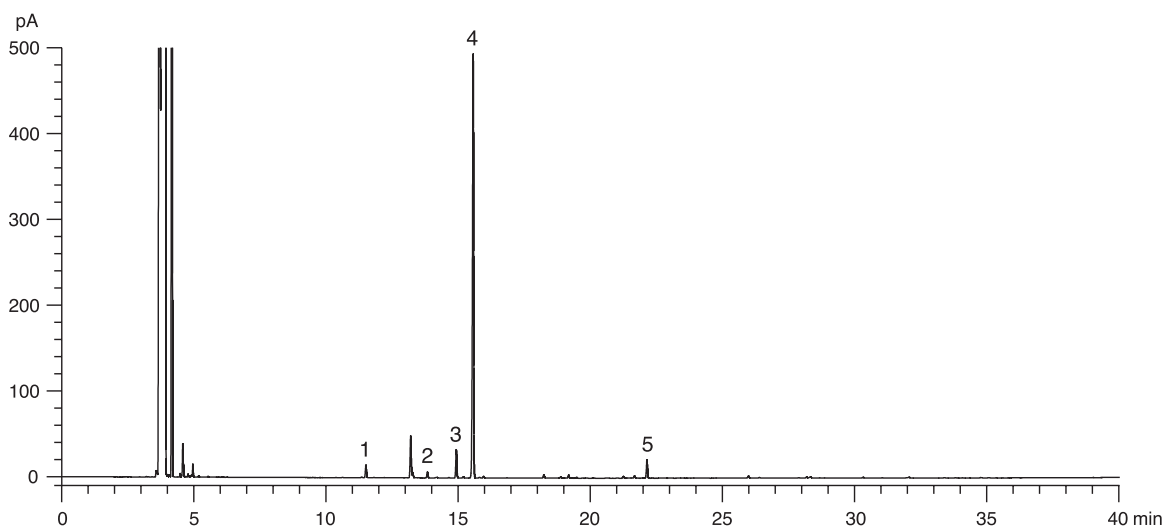


圖 7 豆蔻提取液對照氣相指紋圖譜

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 5 個特徵峰(圖 7)。

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 11.0%。

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(熱浸法)：不少於 12.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 5.0%。

7. 含量測定

7.1 1,8- 桉油精含量測定

照附錄 IV (C)進行。

對照品溶液

1,8- 桉油精對照品儲備液 Std-Stock (5000 mg/L)

精密稱取 1,8- 桉油精對照品 50.0 mg，溶解於 10 mL 正己烷中。

1,8- 桉油精對照品溶液 Std-AS

精密吸取 1,8- 桉油精對照品儲備液適量，以正己烷稀釋製成含 1,8- 桉油精分別為 200、500、1000、2000、2500 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

樣品加入硅藻土後粉碎，而樣品及硅藻土比例為 2:1。精密稱取本品粉末 1.5 g，置 500-mL 圓底燒瓶中，加水 200 mL。連接圓底燒瓶與揮發油測定器，加水 20 mL 及 正己烷 3 mL。連接回流冷凝管，緩緩加熱至沸，並保持 2 小時，冷卻至室溫。靜置至兩液層分離，取正己烷提取液

轉移於 25-mL 量瓶中，取水層轉移於 100-mL 分液漏斗中。用 5 mL 正己烷洗滌揮發油測定器，轉移於 100-mL 分液漏斗中，振搖提取。收集正己烷提取液，通過鋪有無水硫酸鈉 1 g 的漏斗。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中。水層用 5 mL 正己烷振搖提取，收集正己烷提取液，通過鋪有無水硫酸鈉 1 g 的漏斗。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中。漏斗用 5 mL 正己烷洗滌。合併正己烷提取液，加正己烷至刻度，用 0.45- μm 微孔濾膜 (nylon) 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 (DB-1701，柱長 30 m，內徑 0.32 mm，交聯 (14%- 氰丙基 - 苯基) - 甲基聚硅氧烷為固定相，塗膜厚度 0.25 μm)；進樣口溫度 210 $^{\circ}\text{C}$ ；檢測器溫度 230 $^{\circ}\text{C}$ ；分流比 20:1。程序升溫如下 (表 3)：

表 3 程序升溫條件

時間 (分鐘)	溫度 ($^{\circ}\text{C}$)	速率 ($^{\circ}\text{C}/\text{分鐘}$)
0 - 3	40	-
3 - 39	40 \rightarrow 220	5

系統適用性要求

將 1,8- 桉油精對照品溶液 Std-AS (1000 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：1,8- 桉油精的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；1,8- 桉油精峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按 1,8- 桉油精峰計算應不低於 100000。

供試品測試中 1,8- 桉油精峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲線

將 1,8- 桉油精系列對照品溶液 Std-AS 各 1 μL ，注入氣相色譜儀，並記錄色譜圖。以 1,8- 桉油精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 1,8- 桉油精對照品溶液 Std-AS 色譜圖中 1,8- 桉油精峰的保留時間比較，鑒定供試品

溶液色譜圖中 1,8- 桉油精峰。二色譜圖中 1,8- 桉油精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 1,8- 桉油精的濃度 (mg/L)，並計算樣品中 1,8- 桉油精的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含 1,8- 桉油精 (C₁₀H₁₈O) 不少於 3.0%。

7.2 揮發油含量測定

精密稱取本品粉末 30 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

本品含揮發油不少於 4.0% (v/w)。