

鴉膽子

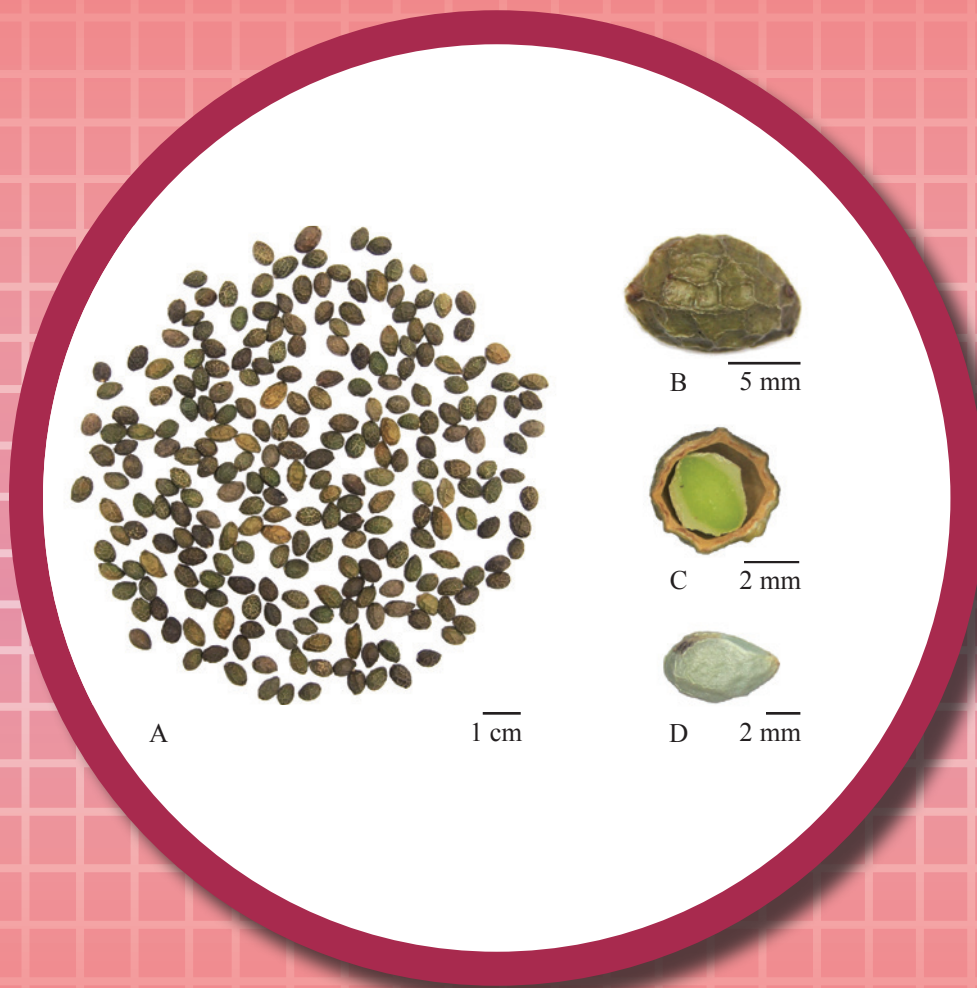


圖 1 鴉膽子外觀圖

- A. 鴉膽子 B. 果實放大圖
C. 果實橫切面放大圖 D. 種子放大圖

1. 名稱

藥材正名：Bruceae Fructus

中文名：鴉膽子

漢語拼音名：Yadanzi

2. 來源

本品為苦木科植物鴉膽子 *Brucea javanica* (L.) Merr. 的乾燥成熟種子。秋季果實成熟時採收，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

卵形至橢圓形，略扁，長 3-10 mm，直徑 2-8 mm。表面黃綠色、黃棕色、深綠色至深棕色，具隆起的多角形網狀皺紋。頂端漸尖，基部有凹陷的果梗痕，兩側有明顯稜線。殼質硬而脆，種子 1 枚，卵形，表面類白色至黃白色，胚乳黃白色，子葉綠色，富油性。氣微而特異，味極苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

外果皮最外為 1 列表皮細胞，外被角質層，內為 1-2 列類方形細胞。中果皮由類圓形薄壁細胞組成，散有草酸鈣簇晶，靠近內果皮處有外韌型維管束。內果皮外側波狀突起，由 2 條石細胞環帶及 1 條含晶細胞層組成；外側環帶由 1 至數列胞腔明顯的石細胞組成；中間含晶細胞層由 1 至數列壁稍厚的細胞組成，內常含方晶；內側環帶較闊，由細胞界線不明顯的石細胞組成。種皮由 1 列細胞組成，細胞界線不明顯。胚乳細胞多角形，充滿糊粉粒。子葉細胞較細，充滿糊粉粒(圖 2)。

粉末

黃棕色至深棕色。內果皮內側石細胞淡黃色至鮮黃色，多為團塊狀，形狀不規則，壁厚，細胞界線不明顯；偏光顯微鏡下呈亮黃色。內果皮外側石細胞無色或淡黃色，散在或成群，類圓形、類多角形或形狀不規則，長 15-119 μm ，直徑 14-84 μm ，孔溝及紋孔明顯；偏光顯微鏡下呈黃白色。含晶細胞黃色至黃棕色，成群，類多角形或類圓形，壁略連珠狀增厚，常含草酸鈣方晶；偏光顯微鏡下含晶細胞呈暗黃棕色，草酸鈣方晶呈多彩狀。草酸鈣方晶散在或存於含晶細胞中，直徑 4-37 μm ；偏光顯微鏡下多彩狀。草酸鈣簇晶散在或存於薄壁細胞中，直徑 6-36 μm ；偏光顯微鏡下多彩狀。果皮表皮細胞無色或淡黃棕色，表面觀呈類多角形，有時略連珠狀增厚，氣孔少見，不定式。種皮表皮細胞表面顆粒狀，細胞界線不明顯。油滴眾多，無色或淡黃色(圖 3)。

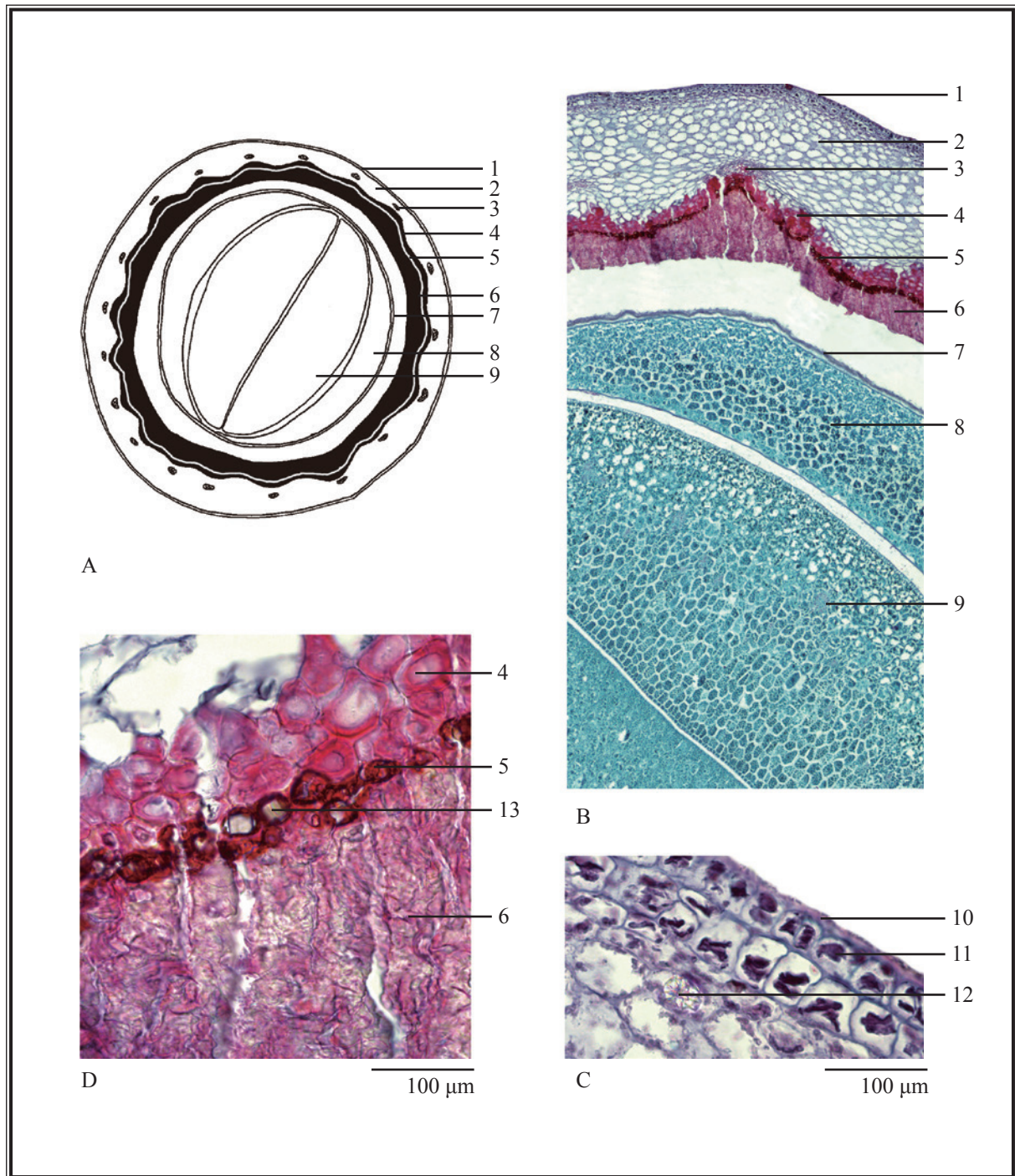


圖 2 鴉膽子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 外果皮放大圖 D. 內果皮放大圖

1. 外果皮 2. 中果皮 3. 維管束 4. 內果皮外側石細胞帶
5. 內果皮含晶細胞 6. 內果皮內側石細胞帶 7. 種皮 8. 胚乳
9. 子葉 10. 角質層 11. 表皮 12. 草酸鈣簇晶 13. 草酸鈣方晶

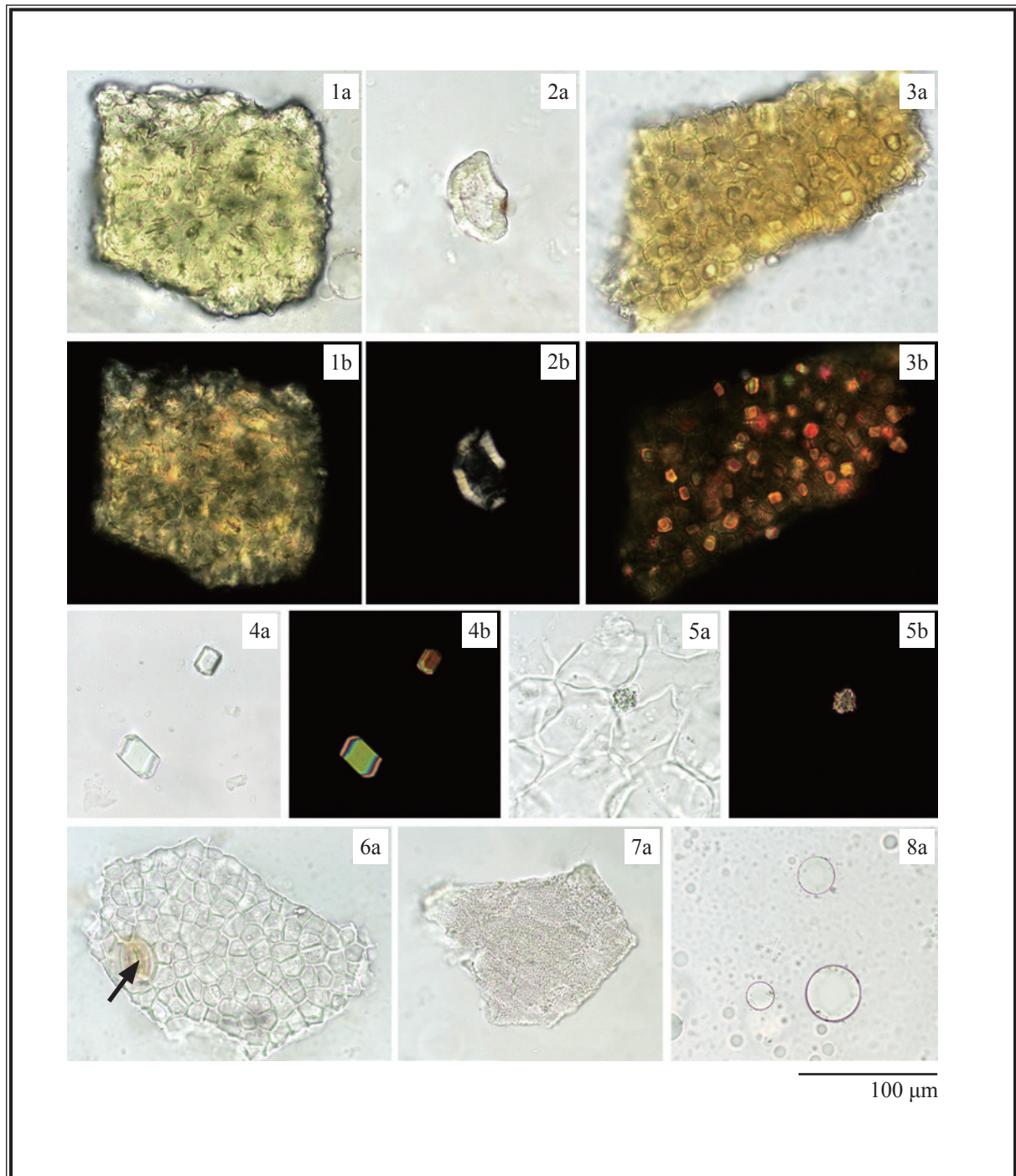


圖 3 鴉膽子粉末顯微特徵圖

1. 內果皮內側石細胞
2. 內果皮外側石細胞
3. 含晶細胞
4. 草酸鈣方晶
5. 草酸鈣簇晶
6. 果皮表皮細胞(→ 氣孔)
7. 種皮表皮細胞
8. 油滴

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

鴉膽子素 D 對照品溶液

取鴉膽子素 D 對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－甲醇－甲酸－水 (15:1:1:1, v/v) 的混合溶液。

供試品溶液

取本品臨用製備的粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 $2800 \times g$)。取上清液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 4 mL 甲醇，用 0.45- μm 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取鴉膽子素 D 對照品溶液 1.5 μL 和供試品溶液 7 μL ，點於同一高效硅膠 F_{254} 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 10 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。置紫外光 (254 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

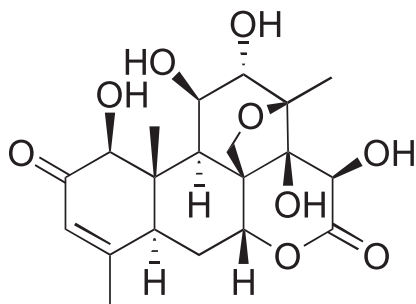


圖 4 鴉膽子素 D 化學結構式

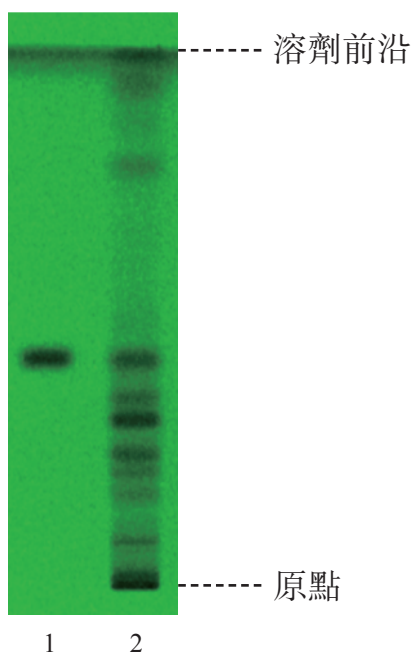


圖 5 鴉膽子提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 鴉膽子素 D 對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與鴉膽子素 D 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

鴉膽子素 D 對照品溶液 *Std-FP* (25 mg/L)

取鴉膽子素 D 對照品 0.25 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

供試品溶液

取本品臨用製備的粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇 20 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 $2800 \times g$)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用 10 mL 50% 甲醇洗滌。合併提取液，加 50% 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 250 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm 粒徑，100 Å 孔徑，16% 碳載量，325 m²/g 表面積) 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)	0.4% 甲酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 6	95	5	等度
6 – 30	95 → 90	5 → 10	綫性梯度
30 – 35	90	10	等度
35 – 40	90 → 82	10 → 18	綫性梯度

系統適用性要求

吸取鴉膽子素 D 對照品溶液 Std-FP 20 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：鴉膽子素 D 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；鴉膽子素 D 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按鴉膽子素 D 峰計算應不低於 30000。

供試品測試中 5 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取鴉膽子素 D 對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中鴉膽子素 D 峰的保留時間，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 色譜圖中鴉膽子素 D 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中鴉膽子素 D 峰。二色譜圖中鴉膽子素 D 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。

鴉膽子提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 鴉膽子提取液 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	0.42	± 0.03
2	0.52	± 0.03
3	0.66	± 0.03
4	0.83	± 0.03
5 (指標成份峰, 鴉膽子素 D)	1.00	-

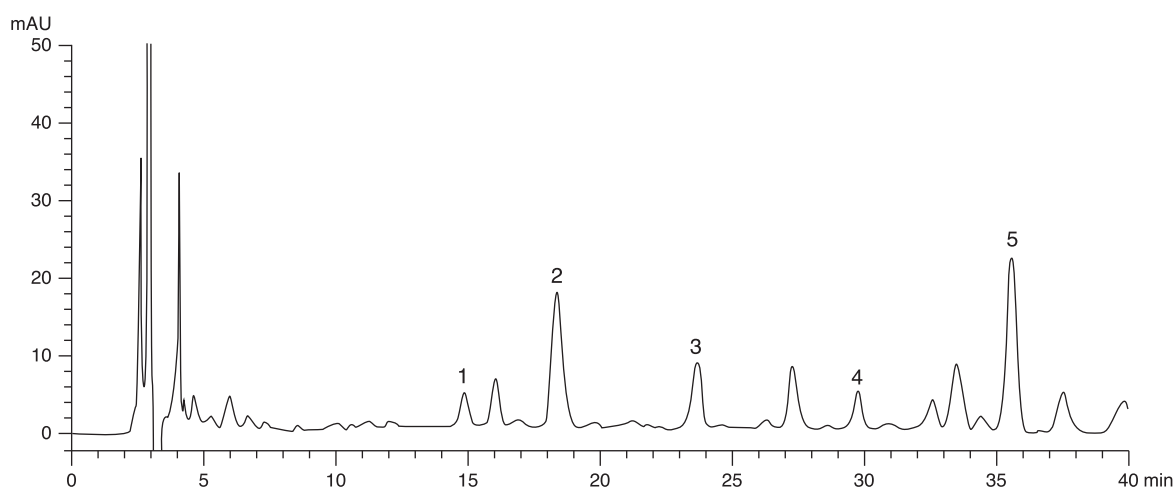


圖 6 鴉膽子提取液對照指紋圖譜

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 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 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 6.5%。
酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 10.0%。

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 7.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

鴉膽子素 D 對照品儲備液 *Std-Stock* (100 mg/L)

精密稱取鴉膽子素 D 對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

鴉膽子素 D 對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取鴉膽子素 D 對照品儲備液適量，以 50% 甲醇稀釋製成含鴉膽子素 D 分別為 3、6、12、25、50 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品臨用製備的粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 甲醇 20 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 2800 × g)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用 10 mL 50% 甲醇洗滌。合併提取液，加 50% 甲醇至刻度，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 250 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m 粒徑，100 Å 孔徑，16% 碳載量，325 m²/g 表面積)填充柱；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)	0.4% 甲酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 6	95	5	等度
6 – 30	95 → 90	5 → 10	綫性梯度
30 – 35	90	10	等度
35 – 40	90 → 82	10 → 18	綫性梯度

系統適用性要求

將鴉膽子素 D 對照品溶液 Std-AS (12 mg/L) 20 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：鴉膽子素 D 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；鴉膽子素 D 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按鴉膽子素 D 峰計算應不低於 30000。

供試品測試中鴉膽子素 D 峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將鴉膽子素 D 系列對照品溶液 Std-AS 各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以鴉膽子素 D 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 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與鴉膽子素 D 對照品溶液 Std-AS 色譜圖中鴉膽子素 D 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中鴉膽子素 D 峰。二色譜圖中鴉膽子素 D 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鴉膽子素 D 的濃度 (mg/L)，並計算樣品中鴉膽子素 D 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含鴉膽子素 D (C₂₀H₂₆O₉) 不少於 0.070%。