

女貞子



圖1 女貞子外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Fructus Ligustri Lucidi

中文名：女貞子

漢語拼音名：Nüzhenzi

2. 來源

本品為木犀科植物女貞 *Ligustrum lucidum* Ait. 的乾燥成熟果實。冬季果實成熟時採收，除去枝葉，蒸或置沸水中燙數分鐘，乾燥；或直接乾燥。

3. 性狀

本品呈腎形，偶見卵形或橢圓形，長5-8.5 mm，直徑3-6.5 mm。表面黑紫色或灰黑色，皺縮不平，基部有果梗痕或具宿萼及短梗。體輕。外果皮薄，中果皮較鬆軟，易剝離，內果皮木質，黃棕色，具縱稜。種子一枚，腎形，紫黑色，油性。氣微，味甘、微苦澀（圖1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別（附錄III）

橫切面

外果皮為1列類多角形的表皮細胞，內含油滴，外壁及側壁增厚。中果皮為10-20餘列薄壁細胞，近內果皮處有維管束散在。內果皮為4-8列木化纖維，表面粗糙，不平坦。種皮表皮細胞為延長的圓型或長方形薄壁細胞，分泌細胞多存在於突起處，種皮薄壁組織為幾列薄壁細胞，多皺縮。胚乳與子葉由薄壁細胞組成。種子成熟時，二個胚珠，其中一個發育成種子（圖2）。

粉末

灰棕色或黑灰色。內果皮纖維，成束或單個，無色或淡黃色，成束者縱橫交錯排列；纖維呈帶狀或條狀，多彎曲，平直或扭曲，末端尖、鈍圓或分叉，有的纖維膨大呈靴狀，直徑9-54 μm。果皮表皮細胞，表面觀呈類扁圓形，外壁角質增厚，胞腔由伸入的外壁分隔成4-10個不規則的小腔，直徑36-80 μm，腔內含黃棕色或紫棕色物。種皮細胞散有分泌細胞，淡棕色或棕色。分泌細胞呈圓形或長圓形，直徑45-96 μm，內含黃棕色分泌物和油滴（圖3）。

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

對照品溶液

紅景天苷對照品溶液

取紅景天苷對照品（圖4）1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

展開劑

製備水-甲醇-乙酸（90:10:2, 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10.0 g，置500-mL 圓底燒瓶中，加二氯甲烷200 mL。超聲（220 W）處理30分鐘，濾過，棄去濾液，重複上述程序1次。殘渣加甲醇200 mL，超聲（220 W）處理30分鐘，濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於5 mL 甲醇，取溶液1 mL 置離心管中。離心10分鐘（約4000 × g）。取上清液200 μL，置預先以2 mL 乙酸乙酯處理的Diol 淨化柱（4 mL, 500 mg）上，加1.5 mL 乙酸乙酯洗脫，棄去洗脫液，再用2.5 mL 乙酸乙酯洗脫，收集洗脫液至10-mL 圓底燒瓶中，重複用2.5 mL 乙酸乙酯洗脫1次，合併乙酸乙酯洗脫液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於200 μL 甲醇，即得。

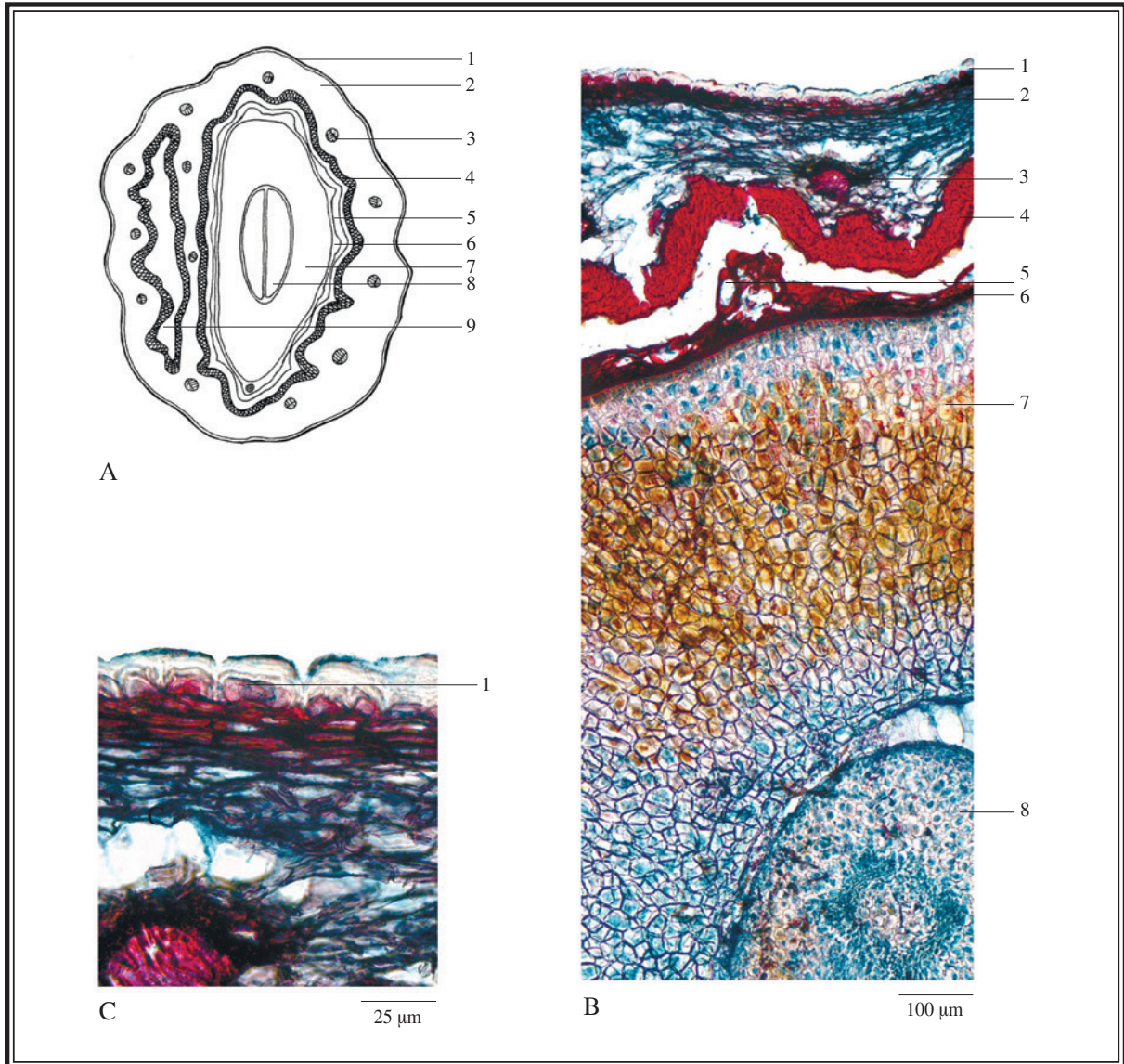


圖 2 女貞子橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 外果皮

1. 外果皮 2. 中果皮 3. 維管束 4. 內果皮 5. 種皮表皮細胞
 6. 種皮薄壁組織 7. 胚乳 8. 子葉 9. 未發育種子

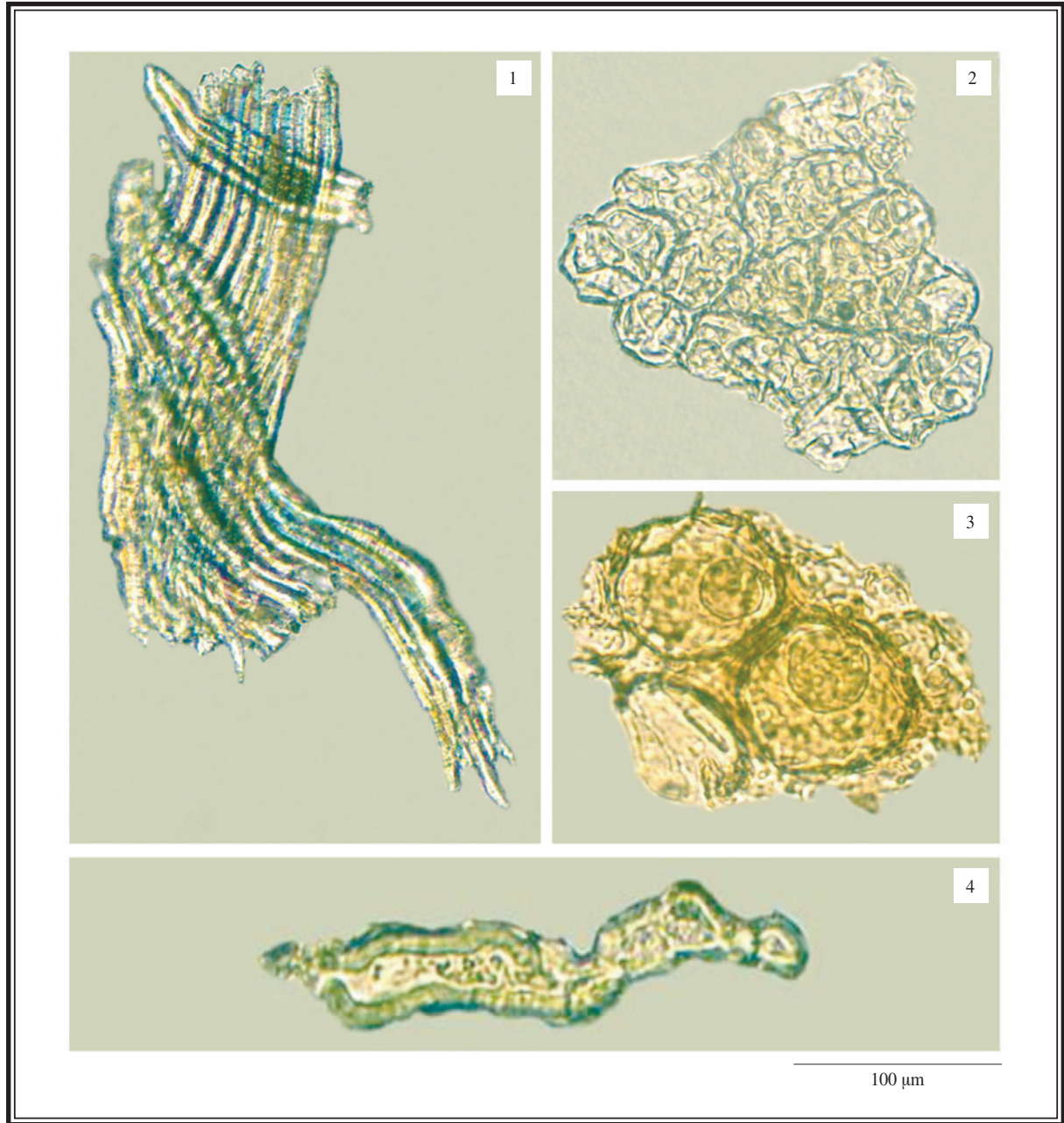


圖 3 女貞子粉末顯微特徵圖 (光學顯微鏡下)

- 1. 內果皮纖維
- 2. 果皮表皮細胞
- 3. 種皮表皮細胞
- 4. 單個內果皮纖維細胞

操作程序

照薄層色譜法[附錄 IV(A)] 進行。分別吸取紅景天苷對照品溶液 1 μL 及供試品溶液 10 μL ，點於同一高效硅膠 F_{254} 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105 $^{\circ}\text{C}$ 加熱，直至斑點或條帶清晰可見（約 15 分鐘）。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與紅景天苷色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

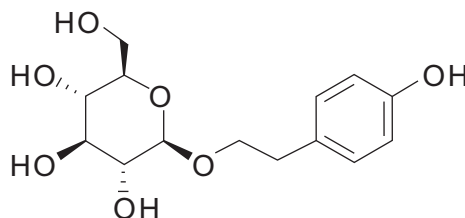


圖 4 紅景天苷化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

紅景天苷對照品溶液 *Std-FP* (200 mg/L)

取紅景天苷對照品 1.0 mg，溶解於 5 mL 70% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 100-mL 錐形瓶中，加甲醇 100 mL。超聲 (220 W) 處理 30 分鐘，濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 70% 甲醇，轉移於 10-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 230 nm；4.6 \times 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)	乙腈 (%, v/v)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 - 15	4	96	等度
15 - 35	4→6	96→94	綫性梯度
35 - 60	6→15	94→85	綫性梯度

系統適用性要求

吸取紅景天苷對照品溶液 Std-FP 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：紅景天苷的峰面積相對標準偏差應不大於3.0%；紅景天苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按紅景天苷峰計算應不低於14000。

供試品測試中2號峰與3號峰之間的分離度應不低於1.5；3號峰與4號峰之間的分離度應不低於1.5（圖5）。

操作程序

分別吸取紅景天苷對照品溶液 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 色譜圖中紅景天苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中5個特徵峰（圖5）的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中紅景天苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中紅景天苷峰。二色譜圖中紅景天苷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。

女貞子提取液5個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 女貞子提取液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	0.84 (相對於3號峰)	± 0.03
2 (紅景天苷元)	0.93 (相對於3號峰)	± 0.03
3 (指標成份峰，紅景天苷)	1.00	-
4	1.11 (相對於3號峰)	± 0.03
5	1.64 (相對於4號峰)	± 0.09

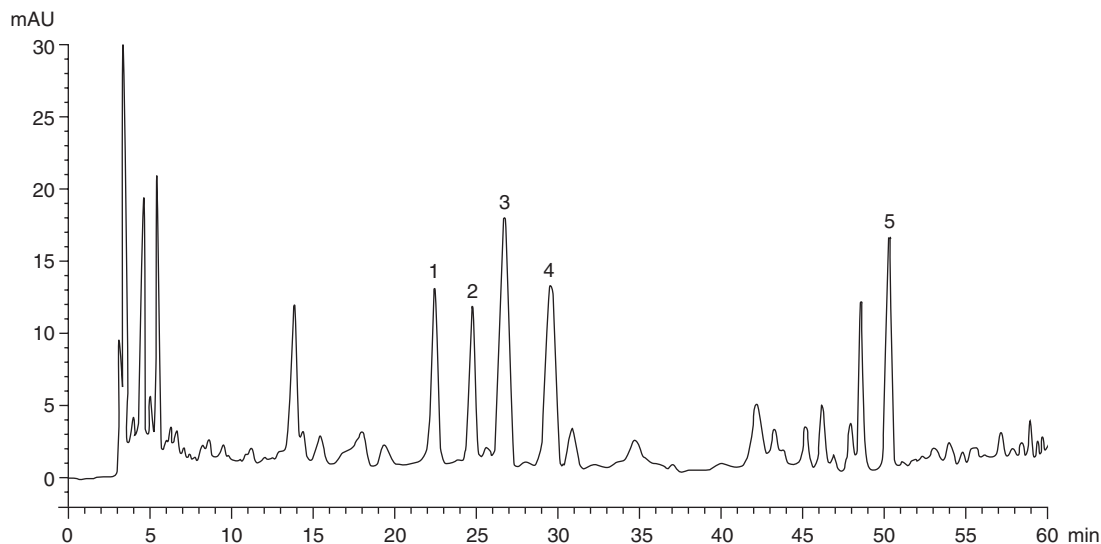


圖 5 女貞子提取液對照指紋圖譜

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 5）。

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 XV）：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 4.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

5.7 水分（附錄X）：不多於9.0%。

6. 浸出物（附錄XI）

水溶性浸出物（熱浸法）：不少於27.0%。

醇溶性浸出物（熱浸法）：不少於27.0%。

7. 含量測定

照附錄IV（B）進行。

對照品溶液

紅景天苷對照品儲備液 *Std-Stock* (400 mg/L)

精密稱取紅景天苷對照品4.0 mg，溶解於10 mL 70% 甲醇中。

紅景天苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取紅景天苷對照品儲備液適量，以70% 甲醇稀釋製成含紅景天苷分別為5、10、20、40、80 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末0.25 g，置50-mL 離心管中，加70% 甲醇50 mL。超聲（220 W）處理30分鐘，離心5分鐘（約3000 × g），濾過，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70% 甲醇，轉移於10-mL 量瓶中，加70% 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230 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μ m 粒徑，190 Å 孔徑和12% 碳載量）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)	乙腈 (%, v/v)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 - 15	4	96	等度
15 - 45	4 → 0	96 → 100	綫性梯度

系統適用性要求

將紅景天苷對照品溶液 Std-AS (20 mg/L) 10 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：紅景天苷的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；紅景天苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按紅景天苷峰計算應不低於3500。

供試品測試中紅景天苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5。

標準曲綫

將紅景天苷系列對照品溶液 Std-AS 各10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以紅景天苷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10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與紅景天苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中紅景天苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中紅景天苷峰。二色譜圖中紅景天苷相應峰的保留時間相差應不大於2.0%。測定峰面積，按附錄 IV(B) 公式計算供試品溶液中紅景天苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中紅景天苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含紅景天苷 (C₁₄H₂₀O₇) 不少於0.039%。