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，具縱棱。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。

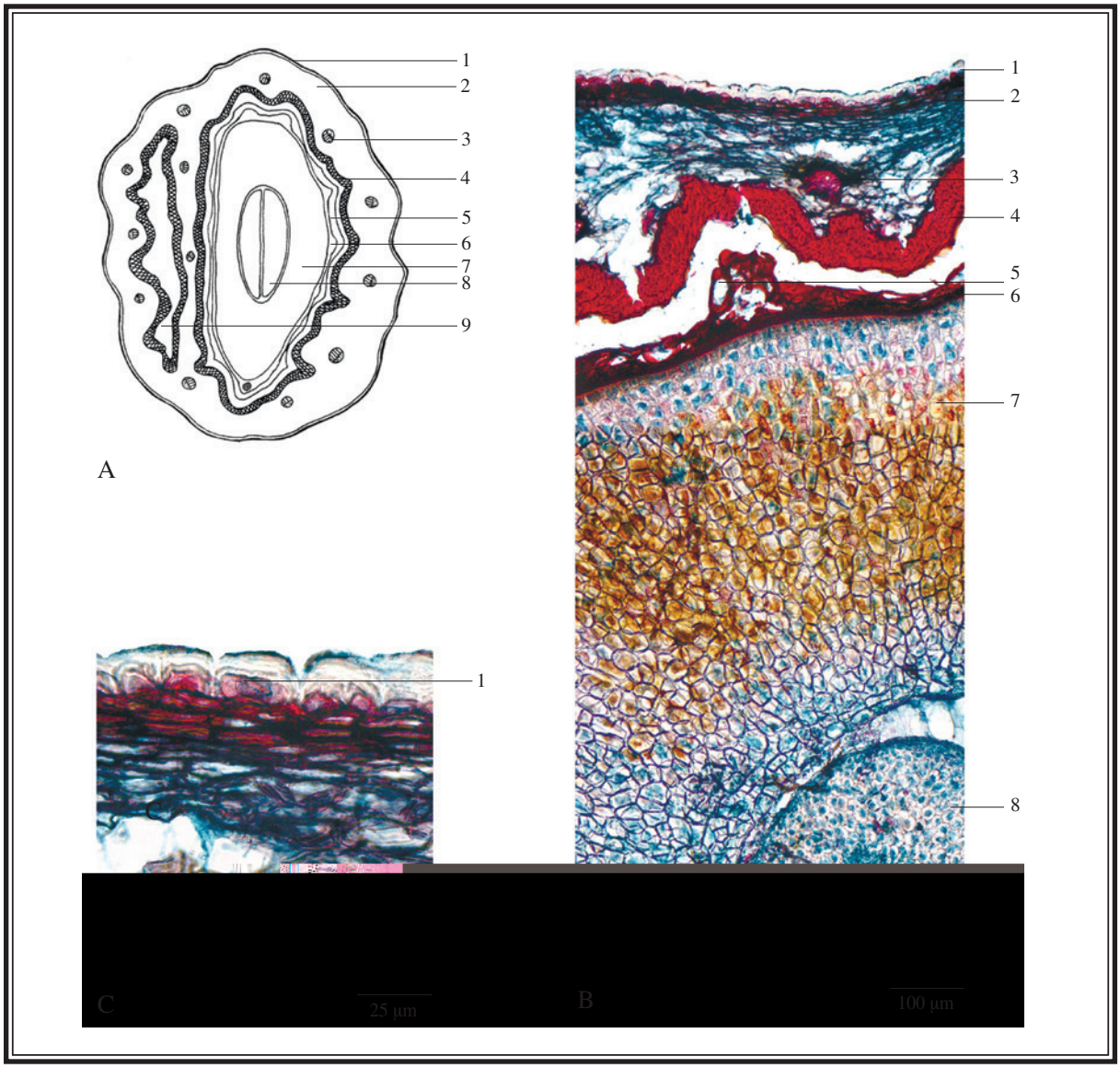


圖 2　女貞子橫切面顯微特徵圖

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

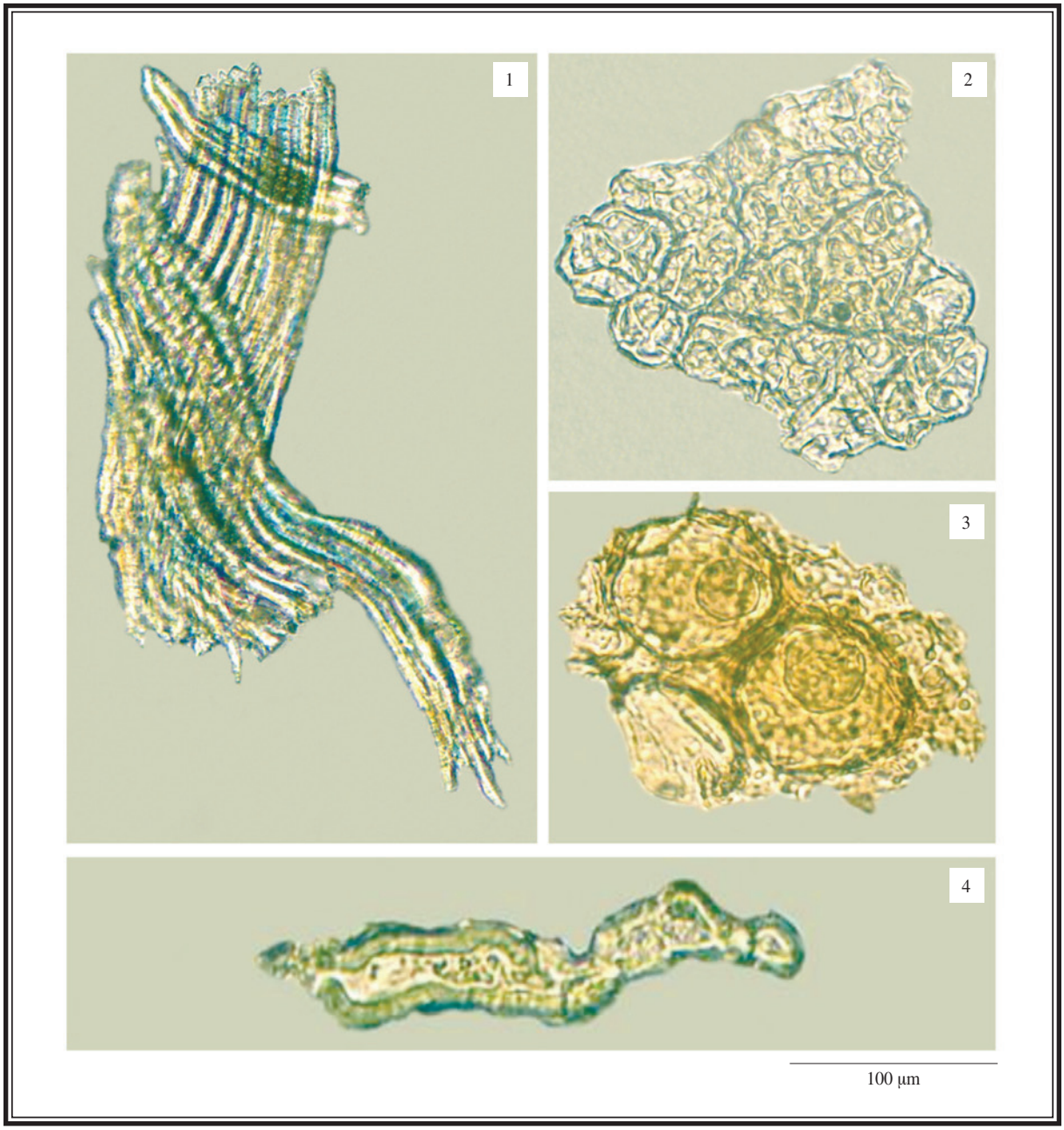


圖 3　女貞子粉末顯微特徵圖 (光學顯微鏡下)

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 ℃ 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。

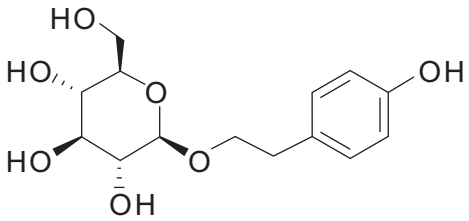


圖 4　紅景天苷化學結構式

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 × 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 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 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

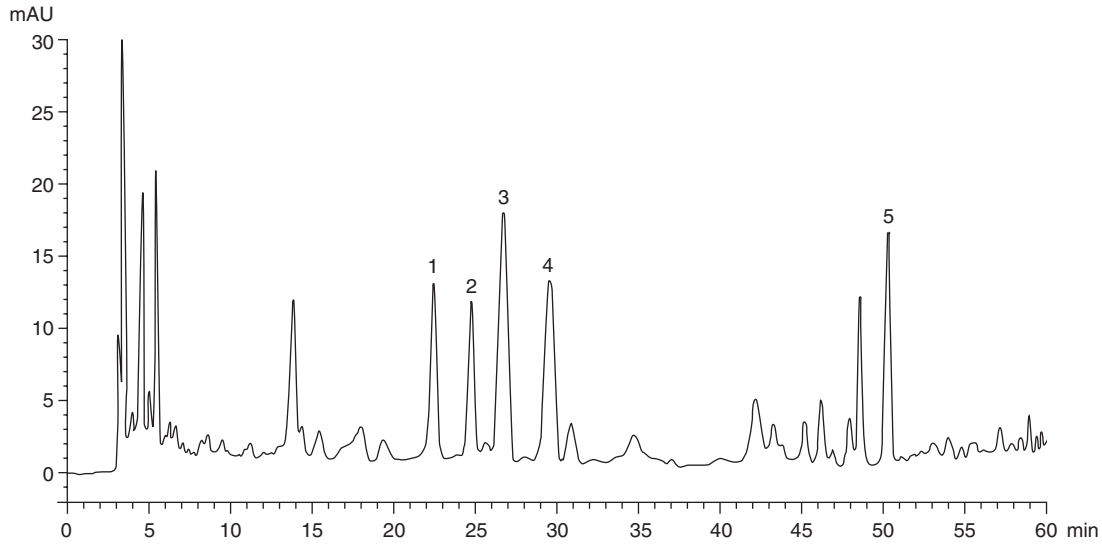


圖 5　女貞子提取液對照指紋圖譜

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 – 黃曲霉毒素**（*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 mL70% 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-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；4.6×250 mm十八烷基鍵合硅膠（5 μm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。

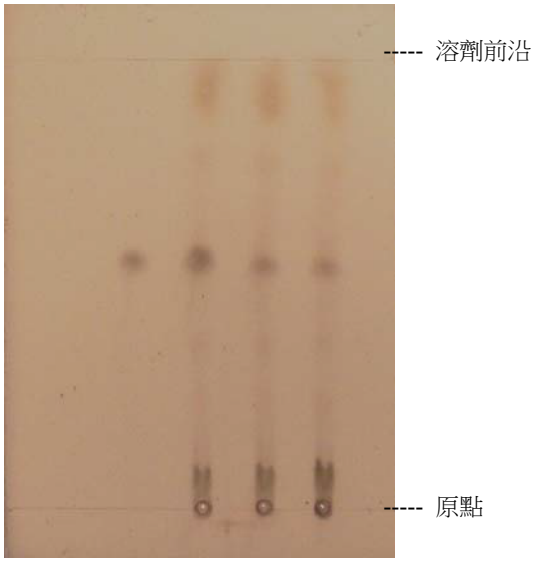
操作程序

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（$C_{14}H_{20}O_7$）不少於 0.039%。

Fructus Ligustri Lucidi (女貞子)



編號	樣品	結果
1	空白對照 (甲醇)	陰性
2	對照品 (紅景天苷)	紅景天苷 陽性
3	加標樣品 (樣品加紅景天苷)	紅景天苷 陽性
4	樣品 (女貞子)	紅景天苷 陽性
5	平行樣品 (女貞子)	紅景天苷 陽性

圖 1　　女貞子提取液的薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)