

忍冬藤



圖 1 忍冬藤外觀圖

A. 忍冬藤 B. 嫩枝上的節和茸毛 C. 橫切面

1. 名稱

藥材正名：Lonicerae Japonicae Caulis

中文名：忍冬藤

漢語拼音名：Rendongteng

2. 來源

本品為忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的乾燥莖枝。秋、冬二季採割，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品呈長圓柱形，直徑 1-7 mm。表面棕紅色或淡灰色，光滑或被茸毛，外皮易剝落，剝落處呈黃白色。枝上多節，有葉痕。質脆，斷面不平坦，黃白色，中空。氣微，老枝味微苦，嫩枝味淡(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

嫩枝：表皮由一列內含色素的扁平細胞組成。皮層較外側為數列壓扁狀細胞，內側 1-2 列纖維。木栓層由數列類多角形細胞組成。韌皮部窄，有的韌皮射線細胞內含草酸鈣簇晶。形成層成環。木質部導管常單個散在或數個成群，木射線由 1-2 列細胞組成。髓部中空，髓細胞木質化(圖 2)。

老莖：最外側為木栓層。韌皮纖維常成束存在，壁極厚。韌皮射線明顯(圖 2)。

粉末

淡紅棕色。薄壁細胞中的草酸鈣簇晶常排成一列，直徑 5-28 μm ，偏光顯微鏡下呈多彩狀。單細胞非腺毛長 40-374 μm ，偶至 907 μm ，直徑 6-32 μm ，偶至 46 μm ，常破碎，壁厚，基部稍膨大，偏光顯微鏡下呈亮黃白色。表皮細胞棕黃色，類多角形，常可見非腺毛脫落後的痕跡，如石細胞狀。木栓細胞類長方形或多角形。皮層纖維直徑 14-98 μm ，偶至 122 μm ，壁平直，胞腔大，偏光顯微鏡下呈黃白色。韌皮纖維直徑 8-40 μm ，壁極厚，紋孔和孔溝不明顯，偏光顯微鏡下呈亮黃白色。木纖維直徑 7-36 μm ，紋孔明顯，偏光顯微鏡下呈亮白色。導管主要為螺紋導管和網紋導管，直徑 5-75 μm (圖 3)。

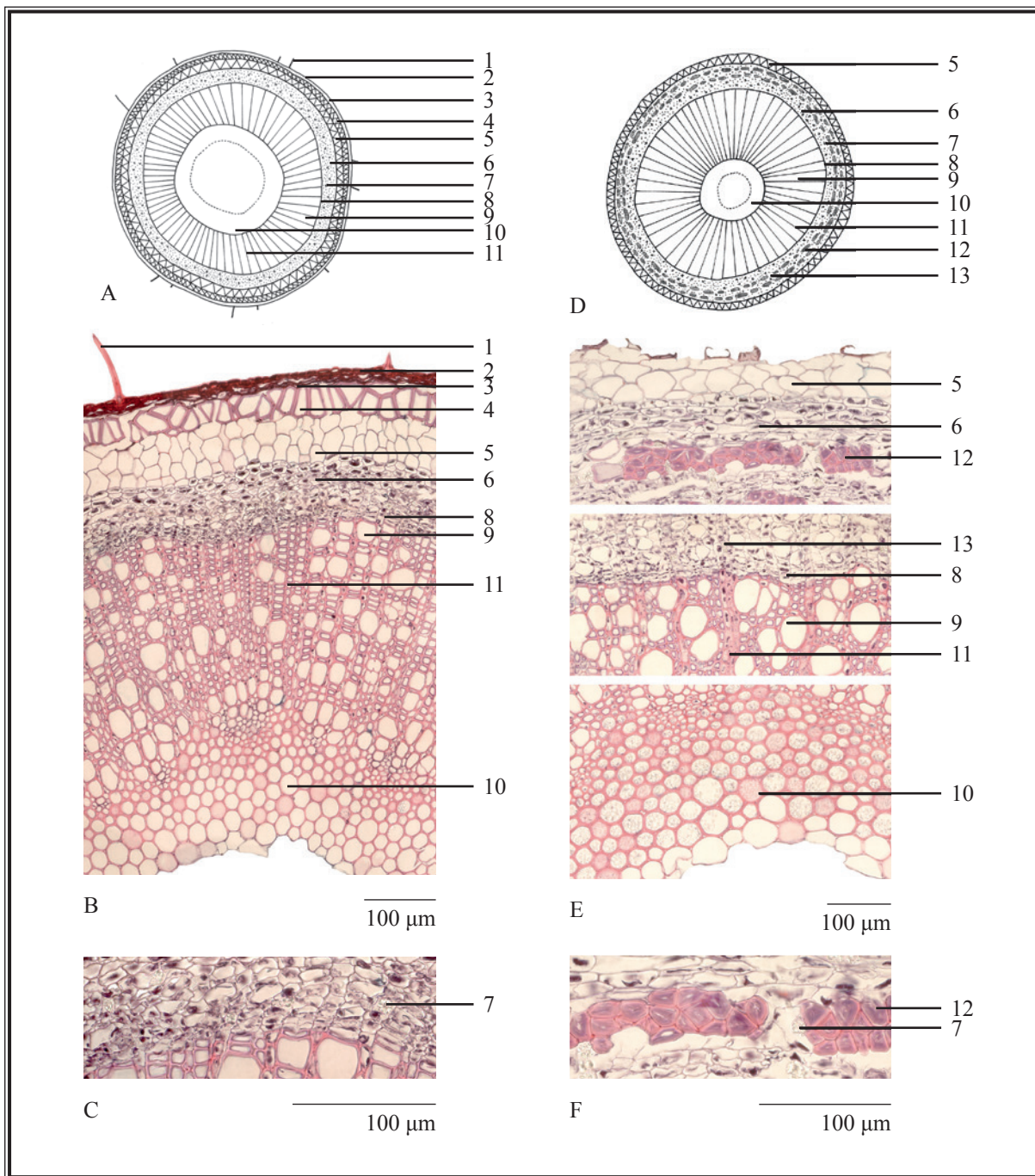


圖 2 忍冬藤橫切面顯微特徵圖

A. 嫩枝橫切面簡圖 B. 嫩枝橫切面圖 C. 韌皮部中的草酸鈣簇晶
 D. 老莖橫切面簡圖 E. 老莖橫切面圖 F. 草酸鈣簇晶與韌皮纖維

1. 非腺毛 2. 表皮 3. 皮層 4. 皮層纖維 5. 木栓層 6. 韌皮部
7. 草酸鈣簇晶 8. 形成層 9. 木質部 10. 髓 11. 木射線
12. 韌皮纖維 13. 韌皮射線

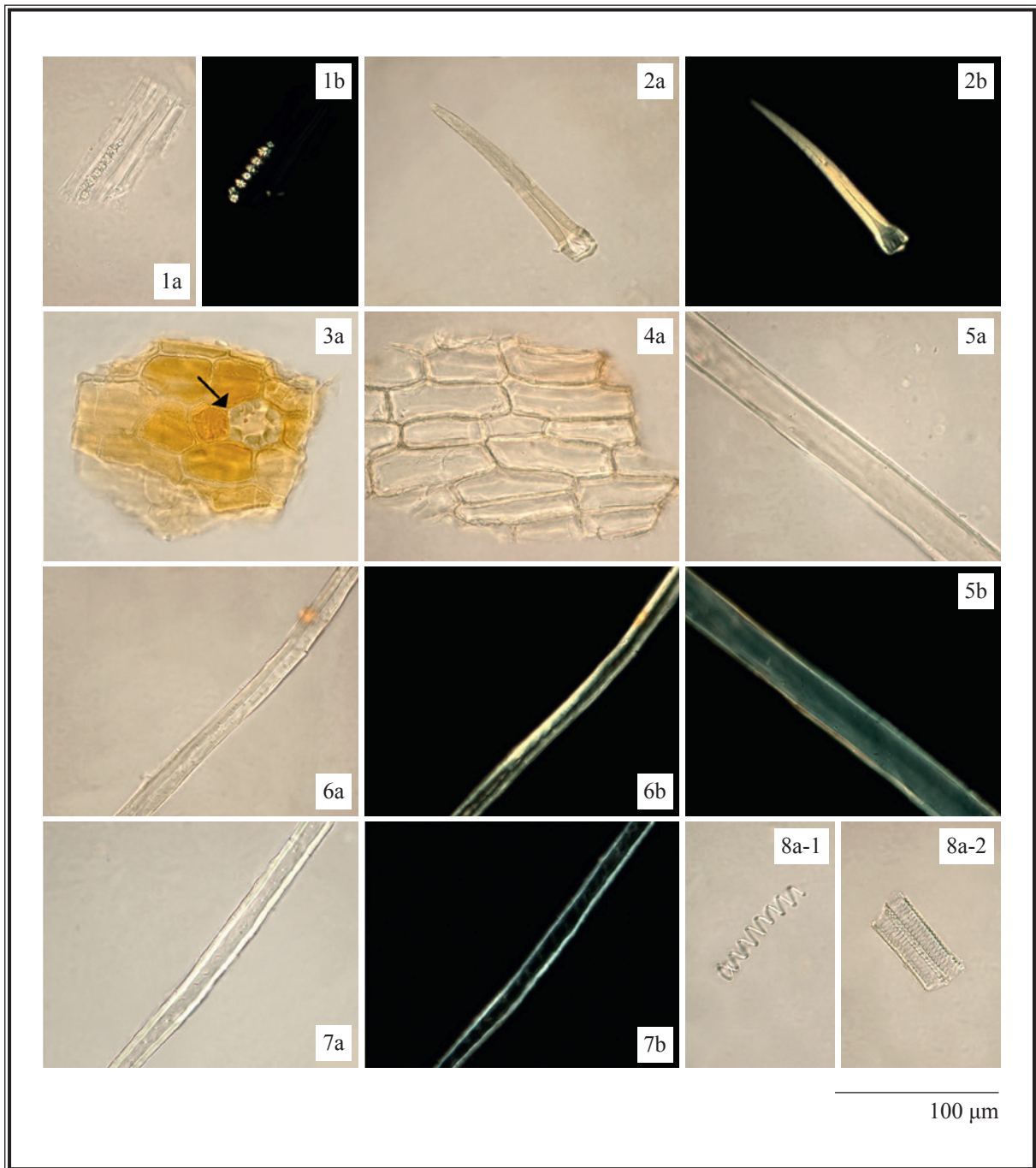


圖 3 忍冬藤粉末顯微特徵圖

1. 草酸鈣簇晶
2. 非腺毛
3. 表皮細胞和非腺毛脫落後痕跡
4. 木栓細胞
5. 皮層纖維
6. 韌皮纖維
7. 木纖維
8. 導管(8-1 螺紋導管，8-2 網紋導管)

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

馬錢苷對照品溶液

取馬錢苷對照品(圖 4) 0.5 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－甲醇－水 (10:1.5:0.5, 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 1.0 g，置 15-mL 離心管中，加甲醇 10 mL，超聲(140 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 $2800 \times g$)，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。分別吸取馬錢苷對照品溶液 1 μL 和供試品溶液 2 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 15 分鐘，再將展開劑小心傾入置薄層板的槽中，展開約 6 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 3-5 分鐘)。置紫外光 (366 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與馬錢苷色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

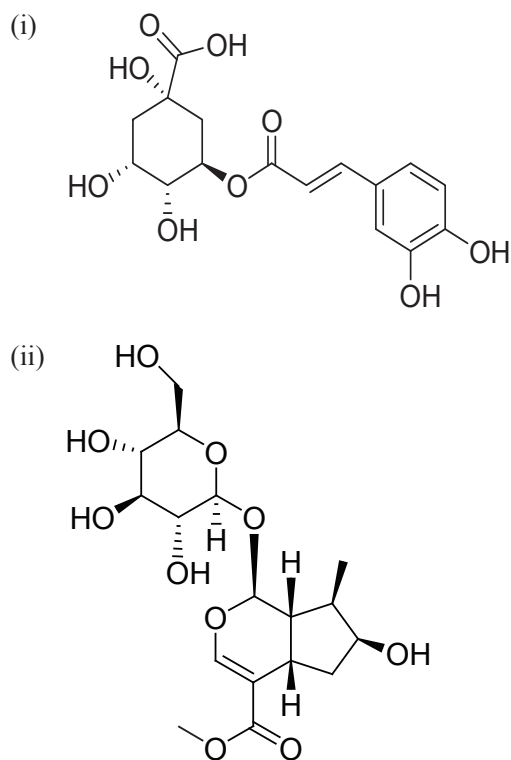


圖 4 化學結構式 (i) 綠原酸 (ii) 馬錢苷

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

綠原酸對照品溶液 *Std-FP* (60 mg/L)

取綠原酸對照品(圖 4) 1.5 mg，溶解於 25 mL 50% 甲醇中。

馬錢苷對照品溶液 *Std-FP* (40 mg/L)

取馬錢苷對照品 1.0 mg，溶解於 25 mL 50% 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加 50% 甲醇 45 mL，加熱回流 40 分鐘，冷卻至室溫。離心 10 分鐘(約 $3800 \times g$)，取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，用 $0.45\text{-}\mu\text{m}$ 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 236 nm； 4.6×250 mm 十八烷基鍵合硅膠($5\ \mu\text{m}$) 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% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0–6	88	12	等度
6–7	88 → 87	12 → 13	綫性梯度
7–9	87 → 86	13 → 14	綫性梯度
9–35	86	14	等度

系統適用性要求

吸取綠原酸對照品溶液 Std-FP 和馬錢苷對照品溶液 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：綠原酸和馬錢苷的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；綠原酸峰和馬錢苷峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰和馬錢苷峰計算均應不低於 20000。

供試品測試中 4 號峰和 5 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.0 (圖 5)。

操作程序

分別吸取綠原酸、馬錢苷對照品溶液 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 色譜圖中綠原酸峰和馬錢苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 6 個特徵峰 (圖 5) 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綠原酸峰和馬錢苷峰。二色譜圖中綠原酸峰和馬錢苷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。

忍冬藤提取液 6 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 忍冬藤提取液 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	0.37	± 0.03
2	0.46	± 0.03
3	0.71	± 0.03
4 (綠原酸)	0.89	± 0.03
5 (指標成份峰, 馬錢苷)	1.00	-
6	1.07	± 0.03

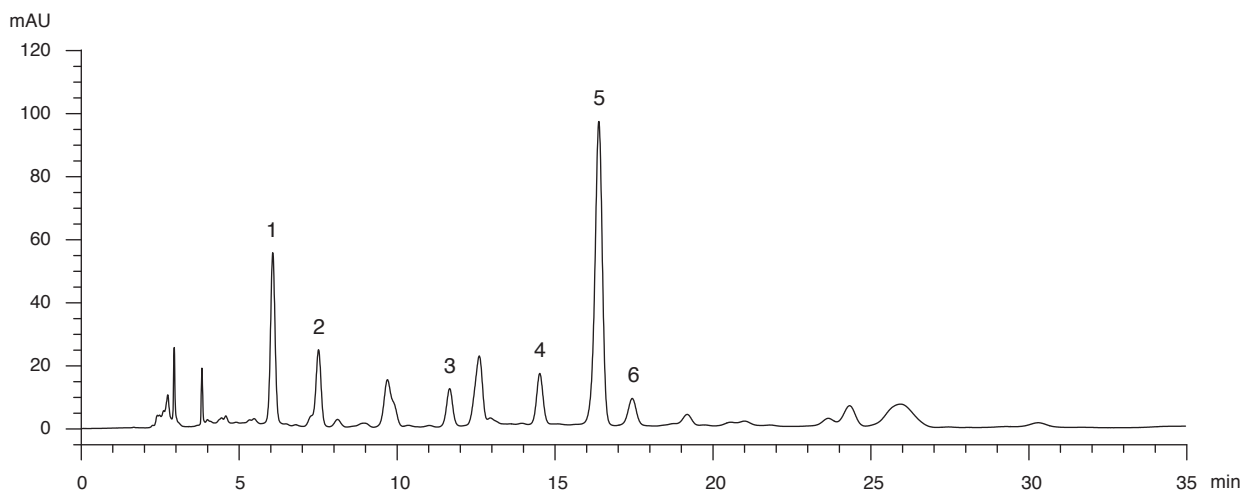


圖 5 忍冬藤提取液對照指紋圖譜

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 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 XVII)：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 4.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

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 6.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 9.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

馬錢苷對照品儲備液 *Std-Stock* (100 mg/L)

精密稱取馬錢苷對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

馬錢苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取馬錢苷對照品儲備液適量，以 50% 甲醇稀釋製成含馬錢苷分別為 10、20、40、80、120 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加 50% 甲醇 45 mL，加熱回流 40 分鐘，冷卻至室溫。離心 10 分鐘(約 $3800 \times g$)，取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，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 236 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 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% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 6	88	12	等度
6 – 7	88 → 87	12 → 13	綫性梯度
7 – 9	87 → 86	13 → 14	綫性梯度
9 – 35	86	14	等度

系統適用性要求

將馬錢苷對照品溶液 Std-AS (40 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：馬錢苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；馬錢苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按馬錢苷峰計算應不低於 20000。

供試品測試中馬錢苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將馬錢苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以馬錢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。與馬錢苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中馬錢苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中馬錢苷峰。二色譜圖中馬錢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馬錢苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中馬錢苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含馬錢苷 (C₁₇H₂₆O₁₀) 不少於 0.15%。