

救必應



圖 1 救必應外觀圖

- A. 救必應 B. 外表面放大圖
C. 內表面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Ilicis Rotundae Cortex

中文名：救必應

漢語拼音名：Jiubiying

2. 來源

本品為冬青科植物鐵冬青 *Ilex rotunda* Thunb. 的乾燥樹皮。夏、秋二季剝取，曬乾。

3. 性狀

本品呈捲筒狀、半筒狀或略捲曲的板狀，長短不一，長 1.5-25.7 cm，寬 0.4-8.2 cm，厚 1-25 mm。外表面灰白色至灰棕色，較粗糙，有皺紋。內表面黃棕色至黑棕色，有淺縱紋。質硬而脆，斷面略平坦。氣微香，味苦、微澀(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層為 5-12 列切向延長的細胞。石細胞單個或成群，散布於皮層內，斷續排列成環。韌皮部寬廣，有石細胞和草酸鈣方晶散在。韌皮射線由 1-5 列徑向延長的細胞組成。草酸鈣方晶分散於皮層和韌皮部(圖 2)。

粉末

淺棕色至棕色。石細胞眾多，單個散在或成群，淺黃綠色或淺黃色，類方形、橢圓形或形狀不規則，直徑 13-138 μm ，孔溝明顯，有的內含草酸鈣方晶；偏光顯微鏡下草酸鈣方晶呈多彩狀。草酸鈣方晶眾多，散在於薄壁細胞中，多面體、方形、梭形或類雙錐形，長 9-58 μm ，寬 6-43 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。木栓細胞單個散在或成群，無色或淺棕色，多邊形，壁厚，小孔溝可見。草酸鈣簇晶偶見，單個散在。纖維稀少及破碎(圖 3)。

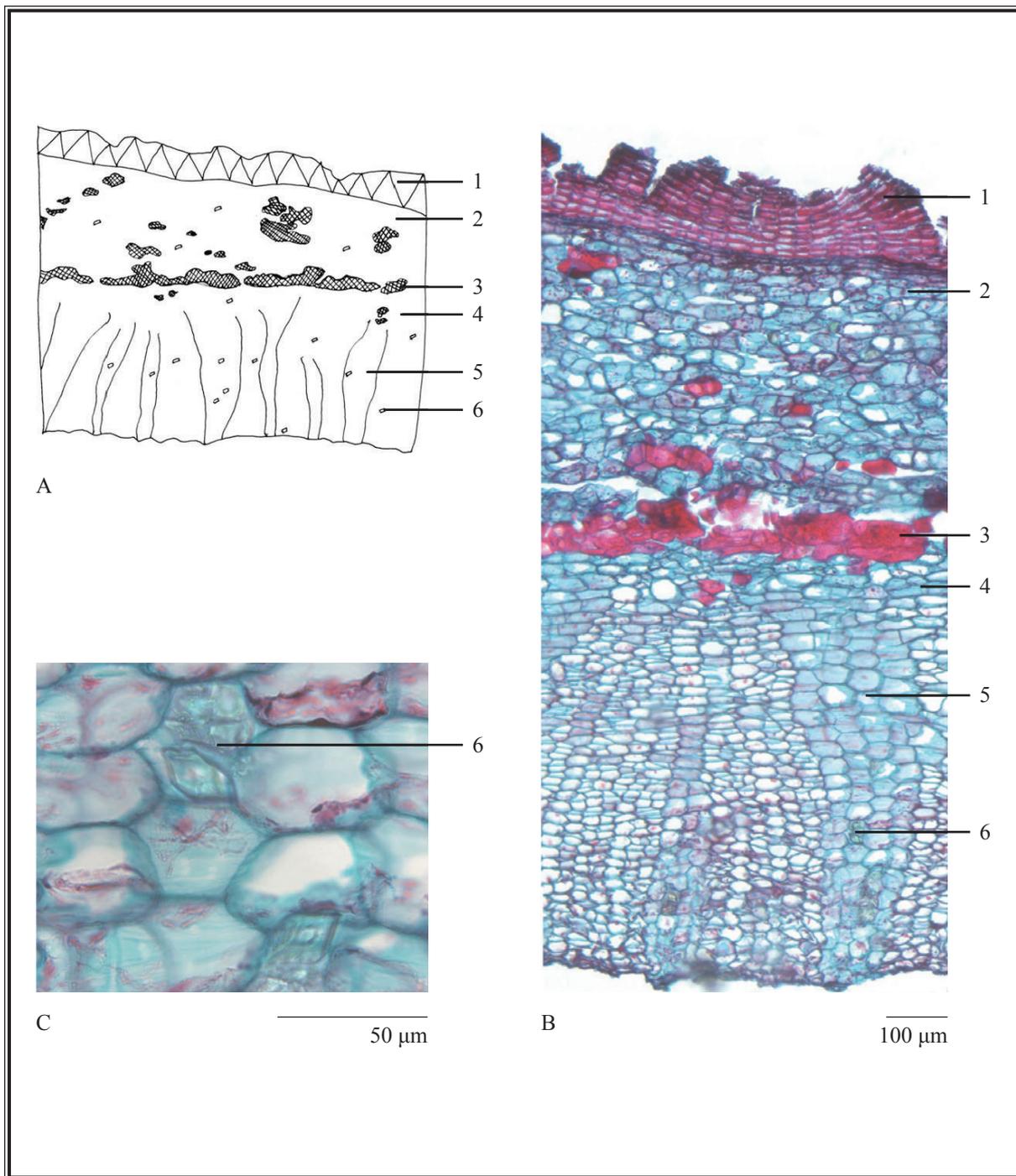


圖 2 救必應橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣方晶

1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 韌皮部 5. 韌皮射線 6. 草酸鈣方晶

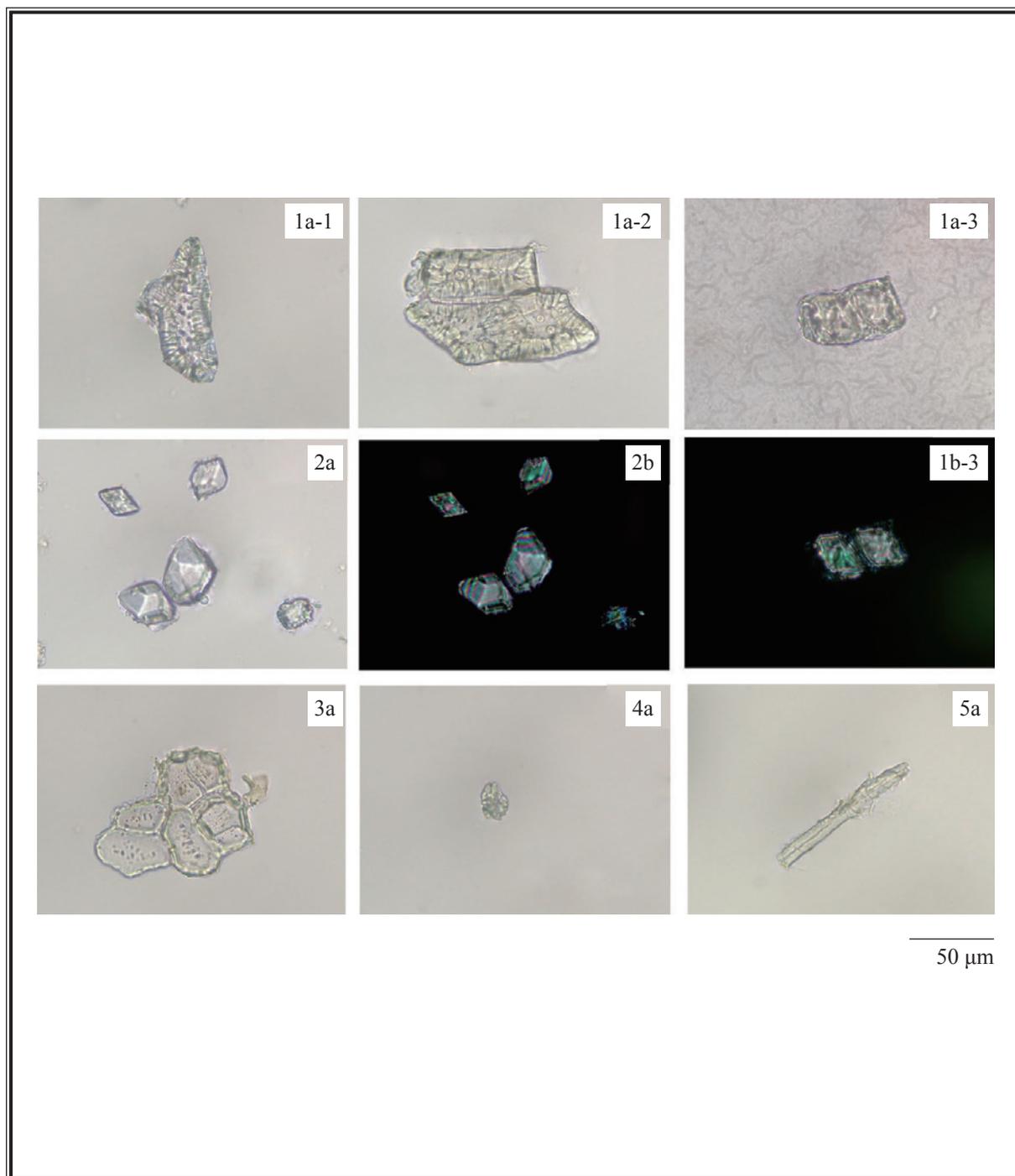


圖 3 救必應粉末顯微特徵圖

1. 石細胞(1-1 單個散在，1-2 成群，1-3 含草酸鈣方晶)
 2. 草酸鈣方晶 3. 木栓細胞 4. 草酸鈣簇晶 5. 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

具棲冬青苷對照品溶液

取具棲冬青苷對照品(圖 4) 2.0 mg，溶解於 2 mL 70% 乙醇中。

紫丁香苷(刺五加苷 B)對照品溶液

取紫丁香苷對照品(圖 4) 2.0 mg，溶解於 2 mL 70% 乙醇中。

展開劑

製備二氯甲烷－甲醇－甲酸－水(8.5:1:1:0.1, 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 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 70% 乙醇 10 mL，超聲(150 W)處理 1 小時，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取具棲冬青苷對照品溶液 4 μ L、紫丁香苷對照品溶液 1 μ L 和供試品溶液 2 μ L，點於同一高效矽膠 F₂₅₄ 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 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(約 1-2 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

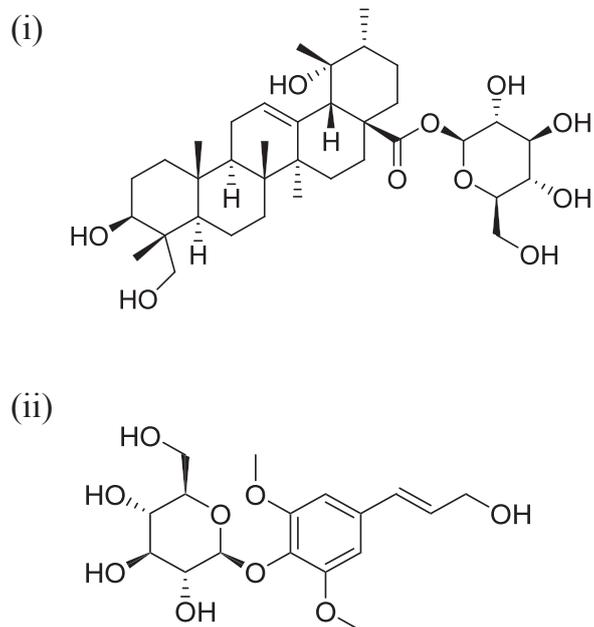


圖 4 化學結構式 (i) 具棲冬青苷 (ii) 紫丁香苷(刺五加苷 B)

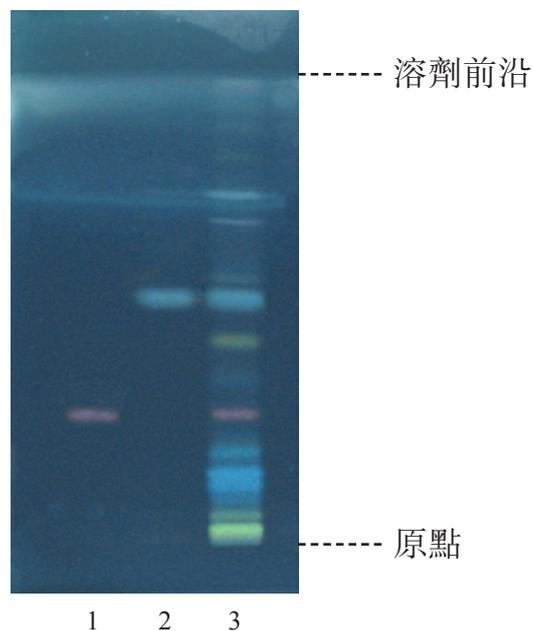


圖 5 救必應提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 紫丁香苷對照品溶液
2. 具棲冬青苷對照品溶液
3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與具棲冬青苷和紫丁香苷色澤相同、 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

具棲冬青苷對照品溶液 Std-FP (340 mg/L)

取具棲冬青苷對照品 3.4 mg，溶解於 10 mL 50% 乙醇中。

紫丁香苷(刺五加苷 B)對照品溶液 Std-FP (40 mg/L)

取紫丁香苷對照品 0.4 mg，溶解於 10 mL 50% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.1 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加 50% 乙醇 40 mL，加熱回流 30 分鐘，冷卻至室溫。取提取液轉移於 50-mL 離心管中，離心 5 分鐘(約 3000 × g)，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 220 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 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	乙腈 (%, v/v)	0.05% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	5 → 10	95 → 90	綫性梯度
5 – 20	10 → 20	90 → 80	綫性梯度
20 – 30	20	80	等度
30 – 60	20 → 40	80 → 60	綫性梯度

系統適用性要求

吸取具棲冬青苷對照品溶液 Std-FP 和紫丁香苷對照品溶液 Std-FP 各 5 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：具棲冬青苷和紫丁香苷的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；具棲冬青苷峰和紫丁香苷峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按具棲冬青苷峰和紫丁香苷峰計算分別應不低於 400000 和 50000。

供試品測試中 1 號峰和 5 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取具棲冬青苷、紫丁香苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中具棲冬青苷峰和紫丁香苷峰的保留時間，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，與相應對照品溶液 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具棲冬青苷峰和紫丁香苷峰。二色譜圖中具棲冬青苷峰和紫丁香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。

救必應提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 救必應提取液 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（紫丁香苷）	0.23	± 0.03
2	0.25	± 0.03
3	0.53	± 0.04
4	0.61	± 0.05
5（指標成份峰，具棲冬青苷）	1.00	-

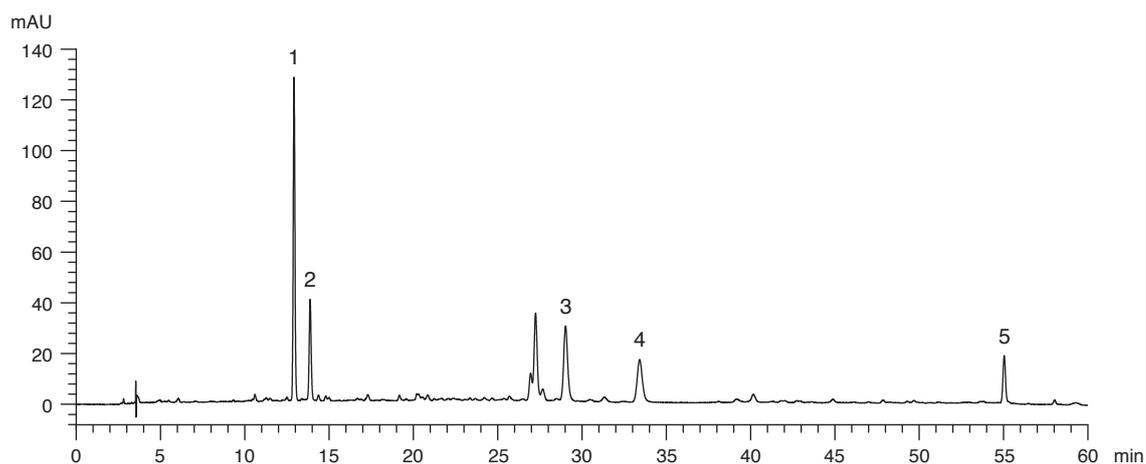


圖 6 救必應提取液對照指紋圖譜

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)：除鎘應不多於 5.5 mg/kg 外，其餘元素應符合有關規定。

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 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 8.0%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 11.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 24.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 31.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

具棲冬青苷和紫丁香苷(刺五加苷 B) 混合對照品儲備液 *Std-Stock* (具棲冬青苷 800 mg/L 和紫丁香苷 80 mg/L)

精密稱取具棲冬青苷對照品 8.0 mg 和紫丁香苷對照品 0.8 mg，溶解於 10 mL 50% 乙醇中。

具棲冬青苷和紫丁香苷混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取具棲冬青苷和紫丁香苷混合對照品儲備液適量，以 50% 乙醇稀釋製成含具棲冬青苷分別為 60、80、100、200、400 mg/L 和含紫丁香苷分別為 8、10、20、40、60 mg/L 系列的混合對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 50-mL 圓底燒瓶中，加 50% 乙醇 20 mL，加熱回流 30 分鐘，冷卻至室溫。取提取液轉移於 50-mL 離心管中，離心 5 分鐘（約 $3000 \times g$ ）。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量 50% 乙醇洗滌。合併提取液，加 50% 乙醇至刻度，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，檢測波長具棲冬青苷 210 nm 及紫丁香苷 220 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 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	乙腈 (%, v/v)	0.05% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	10	90	等度
10 – 20	10 \rightarrow 31	90 \rightarrow 69	綫性梯度
20 – 40	31	69	等度

系統適用性要求

將具棲冬青苷和紫丁香苷混合對照品溶液 Std-AS (具棲冬青苷 100 mg/L 和紫丁香苷 20 mg/L) 5 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：具棲冬青苷和紫丁香苷的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；具棲冬青苷峰和紫丁香苷峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按具棲冬青苷峰和紫丁香苷峰計算分別應不低於 40000 和 7000。

供試品測試中具棲冬青苷峰和紫丁香苷峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

標準曲綫

將具棲冬青苷和紫丁香苷混合系列對照品溶液 Std-AS 各 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以具棲冬青苷和紫丁香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 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與具棲冬青苷和紫丁香苷混合對照品溶液 Std-AS 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具棲冬青苷峰和紫丁香苷峰。二色譜圖中具棲冬青苷和紫丁香苷相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式分別計算供試品溶液中具棲冬青苷和紫丁香苷的濃度(mg/L)，並計算樣品中具棲冬青苷和紫丁香苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含具棲冬青苷($\text{C}_{36}\text{H}_{58}\text{O}_{10}$)不少於 4.5% 和紫丁香苷($\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{O}_9$)不少於 1.0%。

8. 警告

此藥材須經適當處理，如煎煮，方可使用。