毛冬青

圖 1　毛冬青外觀圖

A. 毛冬青　B. 莖切片放大圖　C. 根切片放大圖

1. 名稱

藥材正名：Ilicis Pubescentis Radix et Caulis

中文名：毛冬青

中文拼音：Maodongqing

2. 來源

本品為冬青科植物毛冬青 *Ilex pubescens* Hook. & Arn. 的乾燥根及莖。全年均可採挖，洗淨，砍成塊或片，曬乾。

3. 性狀

本品呈圓柱形塊狀，切成片狀，大小不等，直徑 10-80 mm，厚 1-10 mm。根表面灰棕色至棕色，稍粗糙，有細皺紋和橫向皮孔，皮部薄，有時脱落，老根稍厚；木部黃白色至淡黃棕色，有細密的紋理，斷面不整齊，有縱紋；質堅實，不易折斷，氣微，味苦、澀而後甘。莖表面灰棕色，稍粗糙，有細皺紋和橫向皮孔，皮部薄，木部寬闊，類白色至黃白色，木射線明顯，呈放射狀。髓部細小，偏心性；質堅實，不易折斷。氣微，味苦、澀而後甘(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別*(附錄 III)*

橫切面

根：木栓層由 5-10 列細胞組成。皮層窄。石細胞單個或成群散在皮層。韌皮部窄。形成層不明顯。木質部寬闊，佔根的大部分，導管單個散在或 2-4 個成群。木質部射線寬 1-8 列細胞，向外漸變寬。年輪明顯 [圖 2 (i)]。

莖：木栓層由數列切向延長的扁平細胞組成。皮層窄，寬 4-8 列細胞，有少數石細胞散在。韌皮部較窄，形成層成環。木質部寬闊，木射線明顯，呈放射狀。髓部細小，偏心性。草酸鈣結晶散在；偏光顯微鏡下呈多彩狀 [圖 2 (ii)]。

粉末

黃白色。石細胞單個散在或成群，類三角形、類方形、類圓形或形狀不規則，有的胞腔中含棕色物；偏光顯微鏡下呈亮黃色至棕色。木纖維多見，直徑 10-20 μm，有時可見螺旋紋理；偏光顯微鏡下呈多彩狀。木射線細胞孔溝明顯。導管主要為具緣紋孔導管。澱粉粒單粒，類圓形，直徑 5-10 μm，臍點點狀、短縫狀或星狀；偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒由 2-3 分粒組成。草酸鈣結晶類長方形或不規則方形，長 15-50 μm；偏光顯微鏡下呈多彩狀(圖 3)。

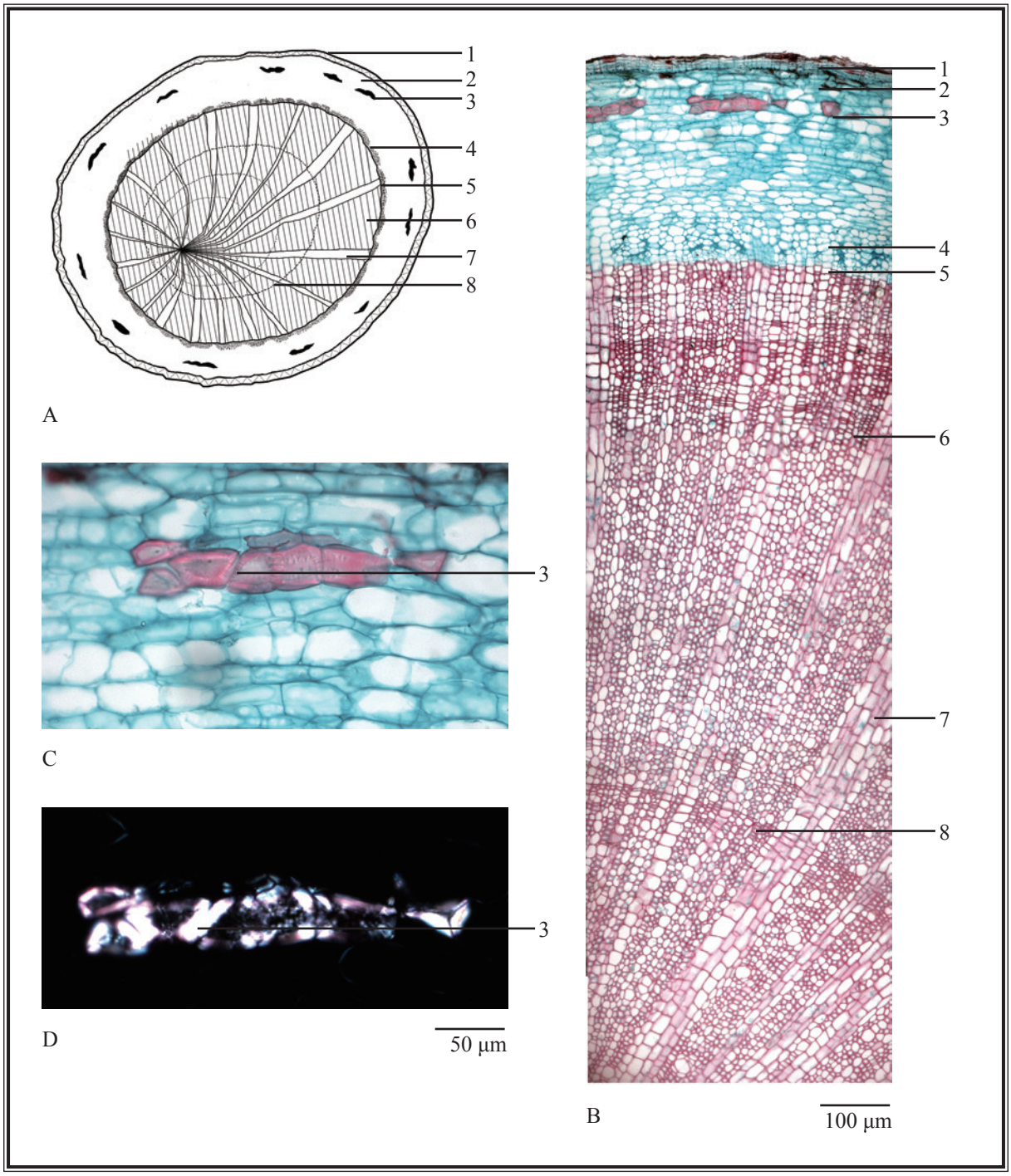

圖 2 (i) 毛冬青根橫切面特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞(光學顯微鏡下) D. 石細胞(偏光顯微鏡下)

1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 韌皮部 5. 形成層 6. 木質部
7. 木射線 8. 年輪

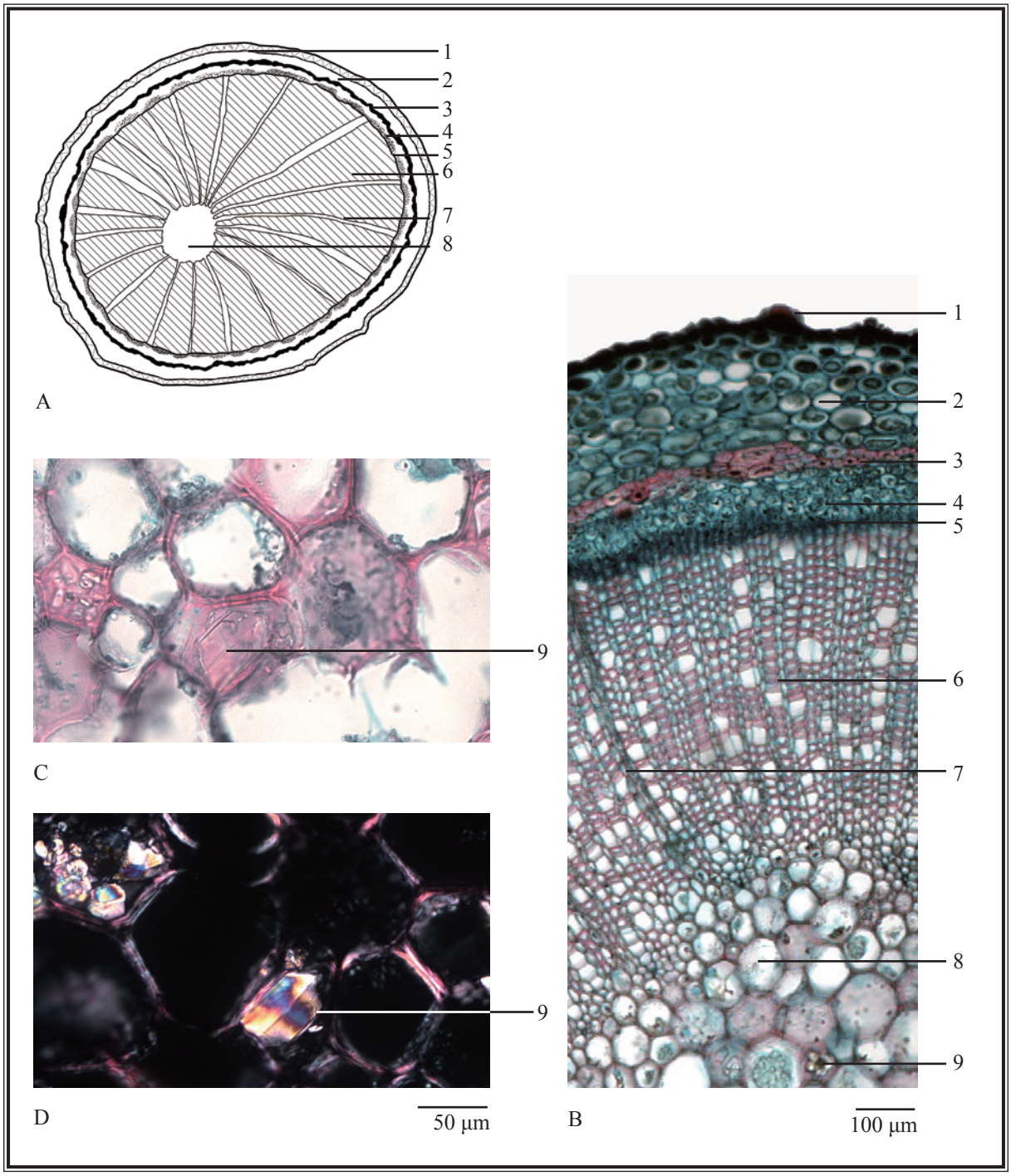

圖 2 (ii) 毛冬青莖橫切面特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣結晶(光學顯微鏡下)
D. 草酸鈣結晶(偏光顯微鏡下)

1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 韌皮部 5. 形成層 6. 木質部
7. 木射線 8. 髓 9. 草酸鈣結晶

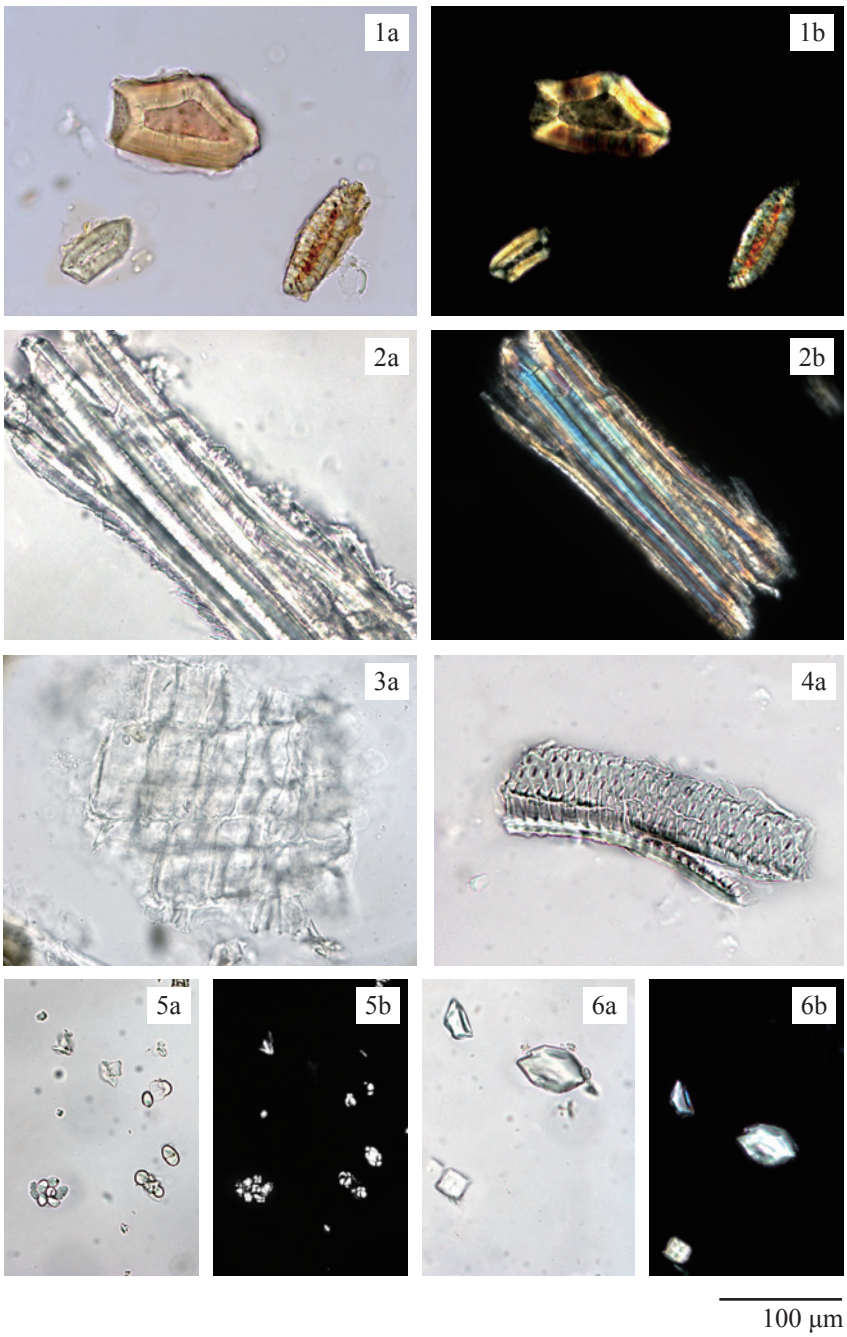

圖 3　毛冬青粉末顯微特徵圖

1. 石細胞　2. 木纖維　3. 木射線細胞　4. 具緣紋孔導管
5. 澱粉粒　6. 草酸鈣方晶

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

冬青素 A 對照品溶液

取冬青素 A 對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備二氯甲烷 – 乙酸乙酯 – 甲醇 – 水 – 甲酸（20:5:2:1:0.3, v/v）的混合溶液，振搖，取下層溶液備用。

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 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲(320 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 3000 × *g*)，取上清液，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取冬青素 A 對照品溶液 1 μL 和供試品溶液 5 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 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 2 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

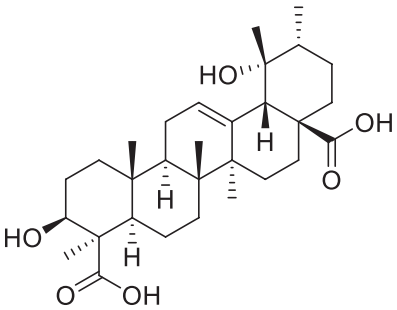

圖 4　冬青素 A 化學結構式

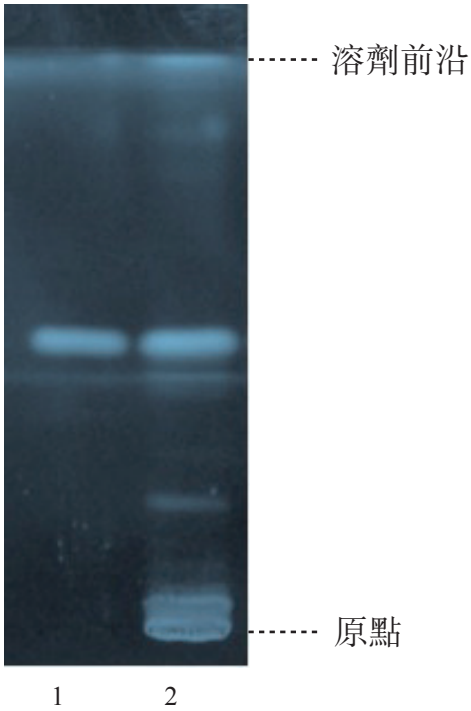

圖 5　毛冬青提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 冬青素 A 對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與冬青素 A 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

冬青素 A 對照品溶液 Std-FP (300 mg/L)

取冬青素 A 對照品 3.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲（500 W）處理 1 小時，離心 10 分鐘（約 3000 × *g*），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 210 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）	0.1% 磷酸（%, v/v）	乙腈（%, v/v）	洗脫
0 – 16	81 → 80	19 → 20	綫性梯度
16 – 30	80 → 70	20 → 30	綫性梯度
30 – 40	70 → 65	30 → 35	綫性梯度
40 – 50	65 → 55	35 → 45	綫性梯度
50 – 60	55 → 10	45 → 90	綫性梯度
60 – 65	10	90	等度

系統適用性要求

吸取冬青素 A 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：冬青素 A 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；冬青素 A 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按冬青素 A 峰計算應不低於 1200000。

供試品測試中 4 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.0（圖 6）。

操作程序

分別吸取冬青素 A 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 色譜圖中冬青素 A 峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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 色譜圖中冬青素 A 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中冬青素 A 峰。二色譜圖中冬青素 A 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。

毛冬青提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2　毛冬青提取液 4 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	0.28	± 0.03
2	0.61	± 0.03
3	0.82	± 0.03
4（指標成份峰，冬青素 A）	1.00	-

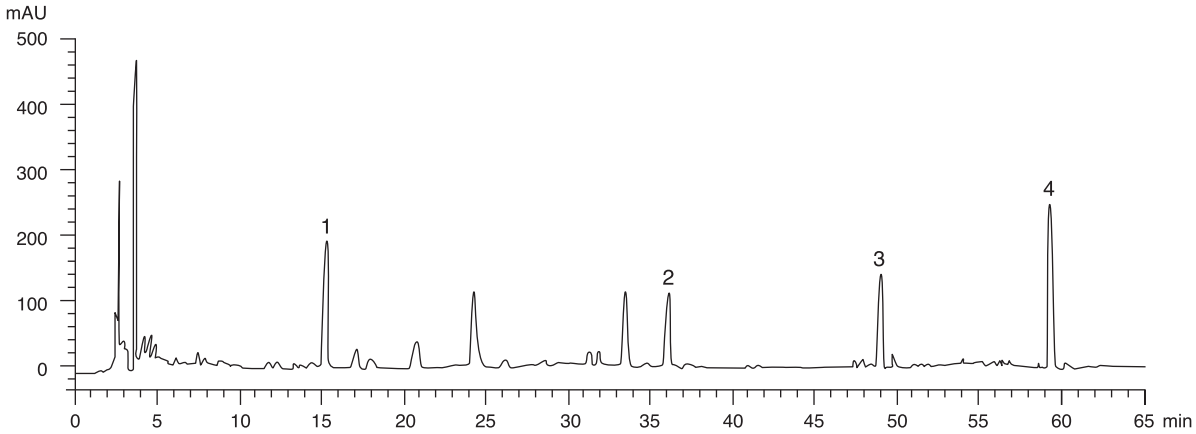

圖 6　毛冬青提取液對照指紋圖譜

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 4 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－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 XVI)*：應符合有關規定。

5.5 雜質*(附錄 VIII)*：不多於 3.0%。

5.6 灰分*(附錄 IX)*

總灰分：不多於 2.5%。
酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分*(附錄 X)*

烘乾法：不多於 8.0%。

6. 浸出物*(附錄 XI)*

水溶性浸出物（冷浸法）：不少於 3.0%。
醇溶性浸出物（冷浸法）：不少於 4.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

冬青素 A 對照品儲備液 Std-Stock（1000 mg/L）

精密稱取冬青素 A 對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

冬青素 A 對照品溶液 Std-AS

精密吸取冬青素 A 對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含冬青素 A 分別為 25、50、100、200、400 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 50-mL 離心管中，加甲醇 20 mL，超聲（500 W）處理 1 小時，離心 10 分鐘（約 3000 × *g*），取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併上清液，加甲醇至刻度。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 210 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 3）：

表 3 色譜洗脫條件

時間（分鐘）	0.1% 磷酸（%, v/v）	乙腈（%, v/v）	洗脫
0 – 30	70 → 20	30 → 80	綫性梯度

系統適用性要求

將冬青素 A 對照品溶液 Std-AS（100 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：冬青素 A 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；冬青素 A 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按冬青素 A 峰計算應不低於 60000。

供試品測試中冬青素 A 峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5（圖 7）。

標準曲綫

將冬青素 A 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。以冬青素 A 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。與冬青素 A 對照品溶液 Std-AS 色譜圖中冬青素 A 峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中冬青素 A 峰（圖 7）。二色譜圖中冬青素 A 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冬青素 A 的濃度（mg/L），並計算樣品中冬青素 A 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含冬青素 A（$C_{30}H_{46}O_6$）不少於 0.26%。

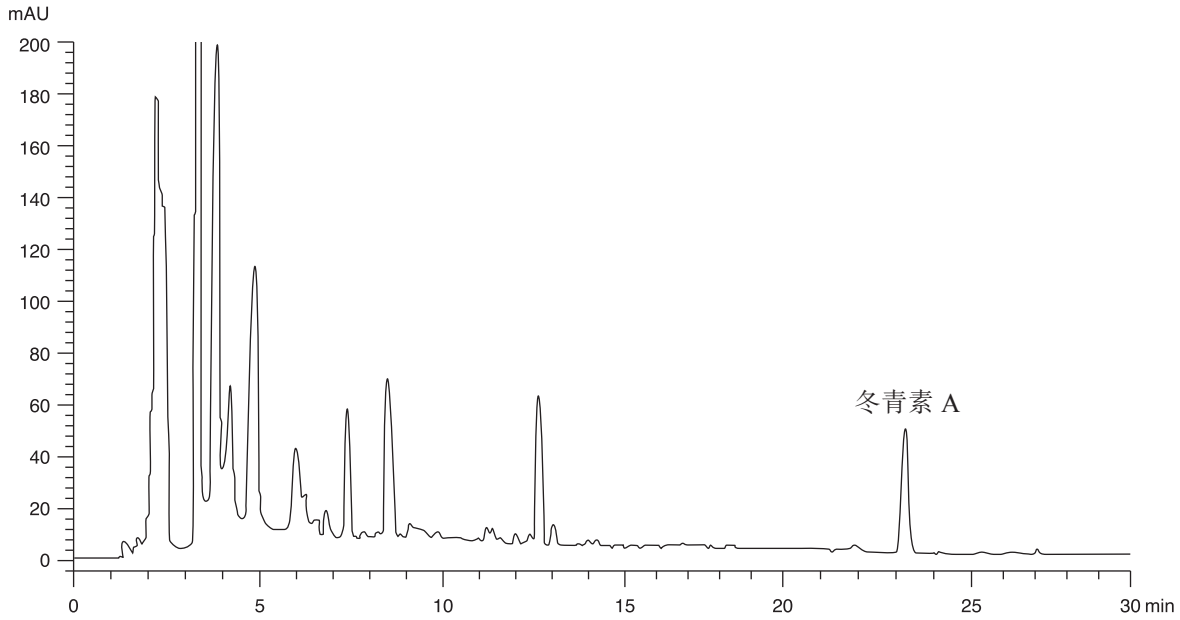

圖 7　毛冬青提取液對照含量測定色譜圖