

# 安徽省中药饮片炮制规范公示草案

## 草案 050-2018

### 制女贞子饮片质量标准（草案）

#### 制女贞子

#### Zhinüzhenzi

#### LIGUSTRI LUCIDI FRUCTUS

本品为木犀科植物女贞 *Ligustrum lucidum* Ait. 的干燥成熟果实。冬季果实成熟时采收，除去枝叶，稍蒸或置沸水中略烫后，干燥；或直接干燥。

**【炮制】** 取净女贞子，加清水拌匀，置适宜的蒸制容器内，上汽后蒸 4 小时，焖至色泽乌黑，干燥，筛去灰屑。

**【性状】** 本品呈卵形、椭圆形或肾形，长 6~8.5mm，直径 3.5~5.5mm。表面黑褐色至黑色，皱缩不平。果皮易碎，内核较硬，棕黑色，具纵棱，破开后种子通常为 1 粒，黑色肾形，皱缩。气微，味甘、微苦涩。

**【鉴别】** (1) 本品粉末灰棕色或黑灰色。果皮表皮细胞(外果皮)断面观略呈扁圆形，外壁及侧壁呈圆拱形增厚，腔内含黄棕色物。内果皮纤维无色或淡黄色，上下数层纵横交错排列，直径 9~35  $\mu\text{m}$ 。种皮细胞散有类圆形分泌细胞，淡棕色，直径 40~88  $\mu\text{m}$ ，内含黄棕色分泌物及油滴。

(2) 取本品粉末 0.5g，加三氯甲烷 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取齐墩果酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015 年版四部 通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 1~5  $\mu\text{l}$ ，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸（40:1:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的斑点；紫外光灯（365nm）下显相同颜色的荧光斑点。

**【检查】** 水分 不得过 8.0%（《中国药典》2015 年版四部 通则 0832 第二法）。

**总灰分** 不得过 5.5%（《中国药典》2015 年版四部 通则 2302）。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015 年版四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用 30%乙醇作溶剂，不得少于 25.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法（《中国药典》2015 年版四部 通则 0512）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(40:60)为流动相；检测波长为 224nm。理论板数按特女贞苷峰计算应不低于 4000。

**对照品溶液的制备** 取特女贞苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.25mg 的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品粉末（过三号筛）约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 50ml，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5  $\mu$  l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含特女贞苷（ $C_{31}H_{42}O_{17}$ ）不得少于 0.70%。

**【性味与归经】** 甘、苦，凉。归肝、肾经。

**【功能与主治】** 滋补肝肾，明目乌发。用于肝肾阴虚，眩晕耳鸣，腰膝酸软，须发早白，目暗不明，内热消渴，骨蒸潮热。

**【用法与用量】** 6~12g。

**【处方应付】** 写制女贞子付制女贞子。

**【贮藏】** 置干燥处。

## 起草说明

**【名称】** 制女贞子。

**【来源】** 本品为木犀科植物女贞 *Ligustrum lucidum* Ait.的干燥成熟果实。

**【采收与加工】** 冬季果实成熟时采收，除去枝叶，稍蒸或置沸水中略烫后，干燥；或直接干燥。

**【原植物】** 灌木或乔木，高可达25m；树皮灰褐色。枝黄褐色、灰色或紫红色，圆柱形，疏生圆形或长圆形皮孔。叶片常绿，革质，卵形、长卵形或椭圆形至宽椭圆形，长6~17cm，宽3~8cm，先端锐尖至渐尖或钝，基部圆形或近圆形，有时宽楔形或渐狭，叶缘平坦，上面光亮，两面无毛，中脉在上面凹入，下面凸起，侧脉4~9对，两面稍凸起或有时不明显；叶柄长1~3cm，上面具沟，无毛。圆锥花序顶生，长8~20cm，宽8~25cm；花序梗长0~3cm；花序轴及分枝轴无毛，紫色或黄棕色，果时具棱；花序基部苞片常与叶同型，小苞片披针形或线形，长0.5~6cm，宽0.2~1.5cm，凋落；花无梗或近无梗，长不超过1mm；花萼无毛，长1.5~2mm，齿不明显或近截形；花冠长4~5mm，花冠管长1.5~3mm，裂片长2~2.5mm，反折；花丝长1.5~3mm，花药长圆形，长1~1.5mm；花柱长1.5~2mm，柱头棒状。果肾形或近肾形，长7~10mm，径4~6mm，深蓝黑色，成熟时呈红黑色，被白粉；果梗长0~5mm。花期5~7月，果期7月至翌年5月。

**【产地】** 分布于江苏、浙江、湖南、福建、四川、安徽、广西等地。

**【成分】** 果实含齐墩果酸，乙酰齐墩果酸，熊果酸，女贞苷，特女贞苷，女贞子苷等。

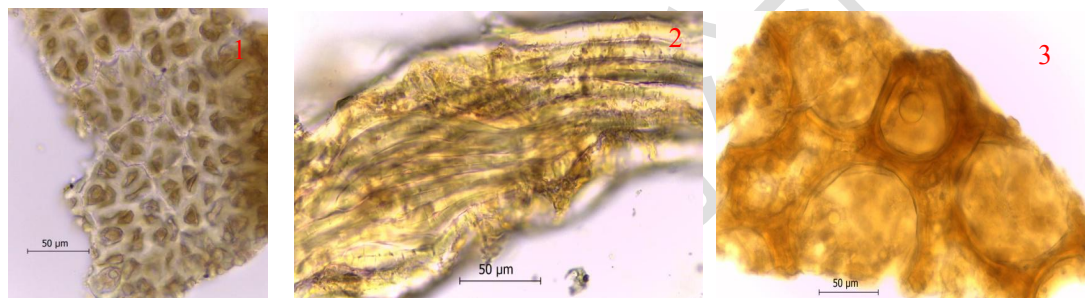
**【炮制】** 取净女贞子，加清水拌匀，置适宜的蒸制容器内，上汽后蒸4小时，焖至色泽乌黑，干燥，筛去灰屑。

**【性状】** 根据对收集样品的实际观察，并参照《中国药典》2015年版一部、《中华本草》、《安徽省中药饮片炮制规范》2005年版等进行描述。见图1。



图1 制女贞子饮片

**【鉴别】**（1）照显微鉴别法（《中国药典》2015年版四部 通则 2001）测定制女贞子果皮表皮细胞、内果皮纤维、分泌细胞等，并对其显微特征进行描述。见图2。



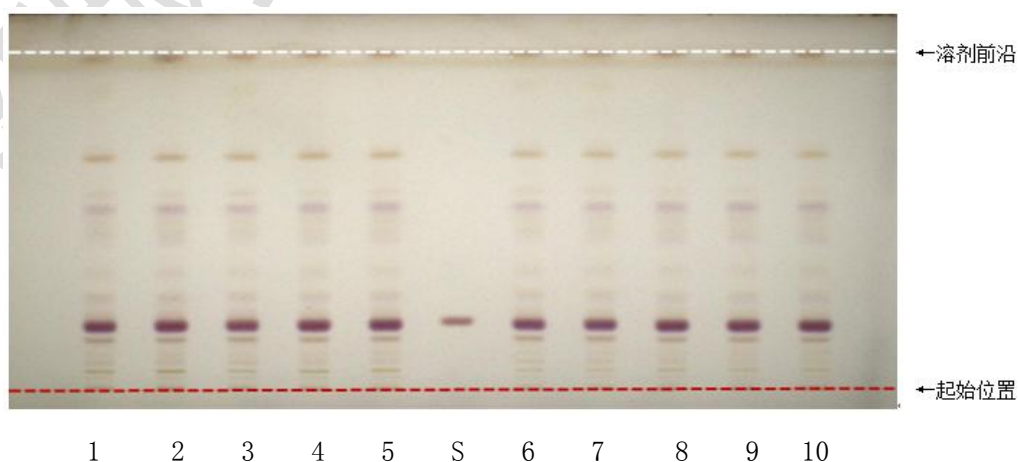
1. 果皮表皮细胞

2. 内果皮纤维

3. 分泌细胞

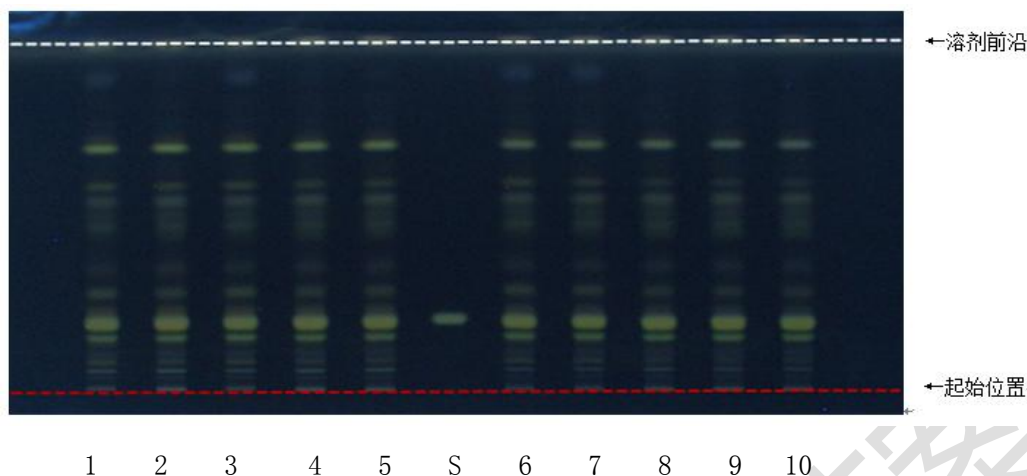
图2 制女贞子粉末显微图（×400）

（2）照薄层色谱法（《中国药典》2015年版 通则 0502）测定，以齐墩果酸对照品为对照，建立薄层色谱鉴别方法。薄层色谱图见图3。



1 2 3 4 5 S 6 7 8 9 10

S: 齐墩果酸对照品, 1~10: 制女贞子供试品溶液（日光下）



1 2 3 4 5 S 6 7 8 9 10  
S: 齐墩果酸对照品, 1~10: 制女贞子供试品溶液 (紫外光 365nm 下)

图3 制女贞子薄层图

**【检查】水分** 照水分测定法（《中国药典》2015年版四部 通则 0832 第二法）测定 10 批样品，结果在 7.1%~8.9%之间。根据测定结果，并参照《中国药典》2015年版一部女贞子项下规定，拟定限度为不得过 8.0%。

**总灰分** 照总灰分测定法（《中国药典》2015年版四部 通则 2302）测定 10 批样品，结果在 3.5%~4.5%之间。根据测定结果，并参照《中国药典》2015年版一部女贞子项下规定，拟定限度为不得过 5.5%。

**【浸出物】** 参照《中国药典》2015年版一部女贞子项下的浸出物测定方法，对 10 批样品进行测定，结果在 28.1%~37.8%之间。根据测定结果，并参照《中国药典》2015年版一部女贞子项下规定，拟定限度不得少于 25.0%。

**【含量测定】** 参照《中国药典》2015年版一部女贞子项下的含量测定方法，建立了制女贞子中特女贞苷的 HPLC 含量的方法。见图 4、图 5。

依法测定 6 批样品，结果在 1.6%~2.2%之间。但考虑此次起草收集样品批次较少，故参照《中国药典》2015年版一部女贞子项下规定，拟定本品按干燥品计算，含特女贞苷（ $C_{31}H_{42}O_{17}$ ）不得少于 0.70%。

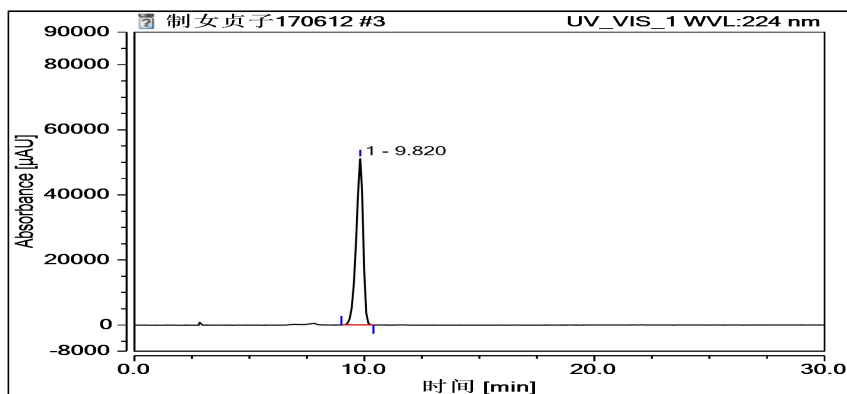


图 4. 特女贞苷对照品溶液高效液相色谱图

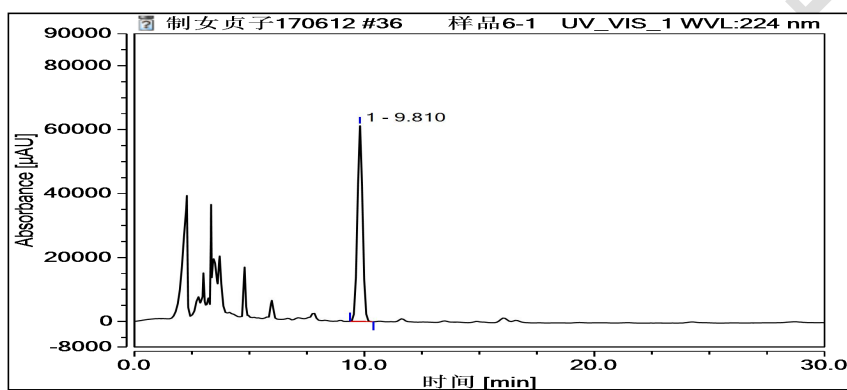


图 5. 制女贞子供试品溶液高效液相色谱图

**【性味与归经】【功能与主治】【用法与用量】【贮藏】** 参照《中国药典》2015年版一部女贞子项下拟定。

**【处方应付】** 参考《安徽省中药饮片炮制规范》2005年版女贞子项下拟定。

发布单位：安徽省食品药品监督管理局

起草单位：合肥师范学院

起草人：罗发宝

复核单位：蚌埠市食品药品检验中心

复核人：潘庭峰 姚莉

审核单位：安徽省食品药品检验研究院

审核人：郝自新 张亚中 程璐