

牡荊葉



圖 1 牡荊葉外觀圖

- A. 牡荊葉 B. 掌狀複葉上表面
C. 掌狀複葉下表面

1. 名稱

藥材正名：Viticis Negundo Folium

中文名：牡荊葉

漢語拼音名：Mujingye

2. 來源

本品為馬鞭草科植物牡荊 *Vitex negundo* L. var. *cannabifolia* (Sieb. et Zucc.) Hand.-Mazz. 的乾燥葉。夏、秋二季枝葉茂盛時採收，曬乾。

3. 性狀

本品呈掌狀複葉。小葉 3-5 片，披針形或橢圓狀披針形，中葉大，長為 2-11 cm，寬 1-4 cm，側生葉較小，頂端漸尖，基部楔形，邊緣鋸齒狀。上表面暗綠色，下表面淺綠色，兩面沿葉脈有短柔毛，嫩葉下表面柔毛較密。葉柄長 1-9 cm，有一淺溝槽，密集灰白色柔毛。氣芳香，味辛、微苦(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

上表皮細胞排列整齊。厚角組織由數列細胞組成，位於上、下表皮內側。柵欄組織由 3-4 列細胞組成。海綿組織細胞排列鬆散。主脈維管束外韌型，呈月牙形或 U 形，U 形維管束的凹部有 1-5 個小維管束。上下表面具有非腺毛，下表面相對較多(圖 2)。

粉末

暗綠色至淺綠色。非腺毛由 1-4 個細胞組成，頂端細胞較長，表面有疣狀突起。腺鱗頭部由 4 個細胞組成，柄單個細胞，直徑 31-54 μm 。小腺毛頭部由 1-4 個細胞組成，柄 1-3 個細胞，甚短，直徑 15-34 μm 。下表皮細胞類多角形或形狀不規則，垂周壁微彎曲，氣孔不定式，眾多。石細胞偶見，方形、長方形或三角形，壁厚，有明顯的紋孔和孔溝，直徑長 12-82 μm 。螺紋導管多見(圖 3)。

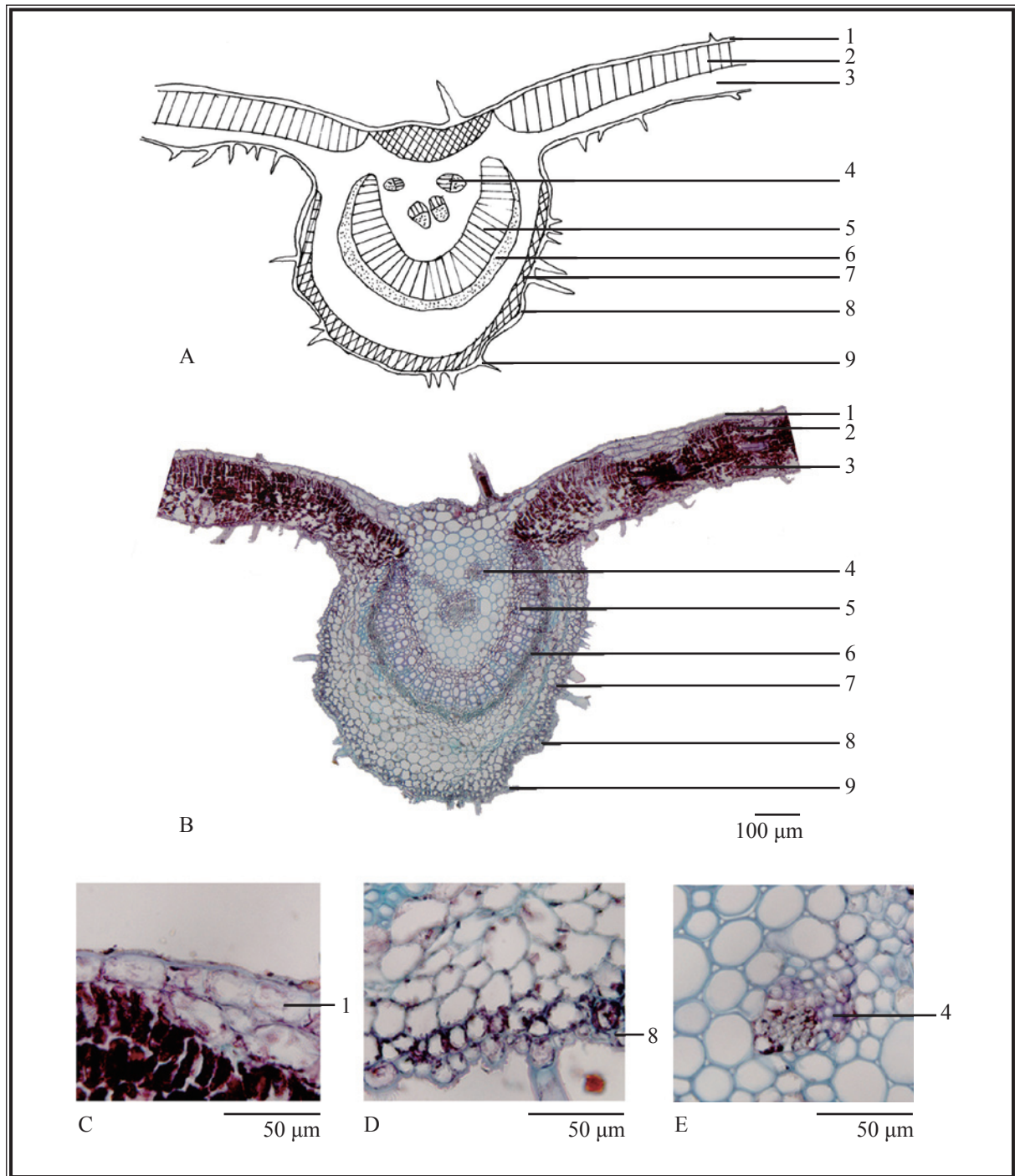


圖 2 牡荊葉橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 上表皮 D. 下表皮 E. 小維管束

1. 上表皮 2. 柵欄組織 3. 海綿組織 4. 小維管束 5. 木質部 6. 韌皮部
7. 厚角組織 8. 下表皮 9. 非腺毛

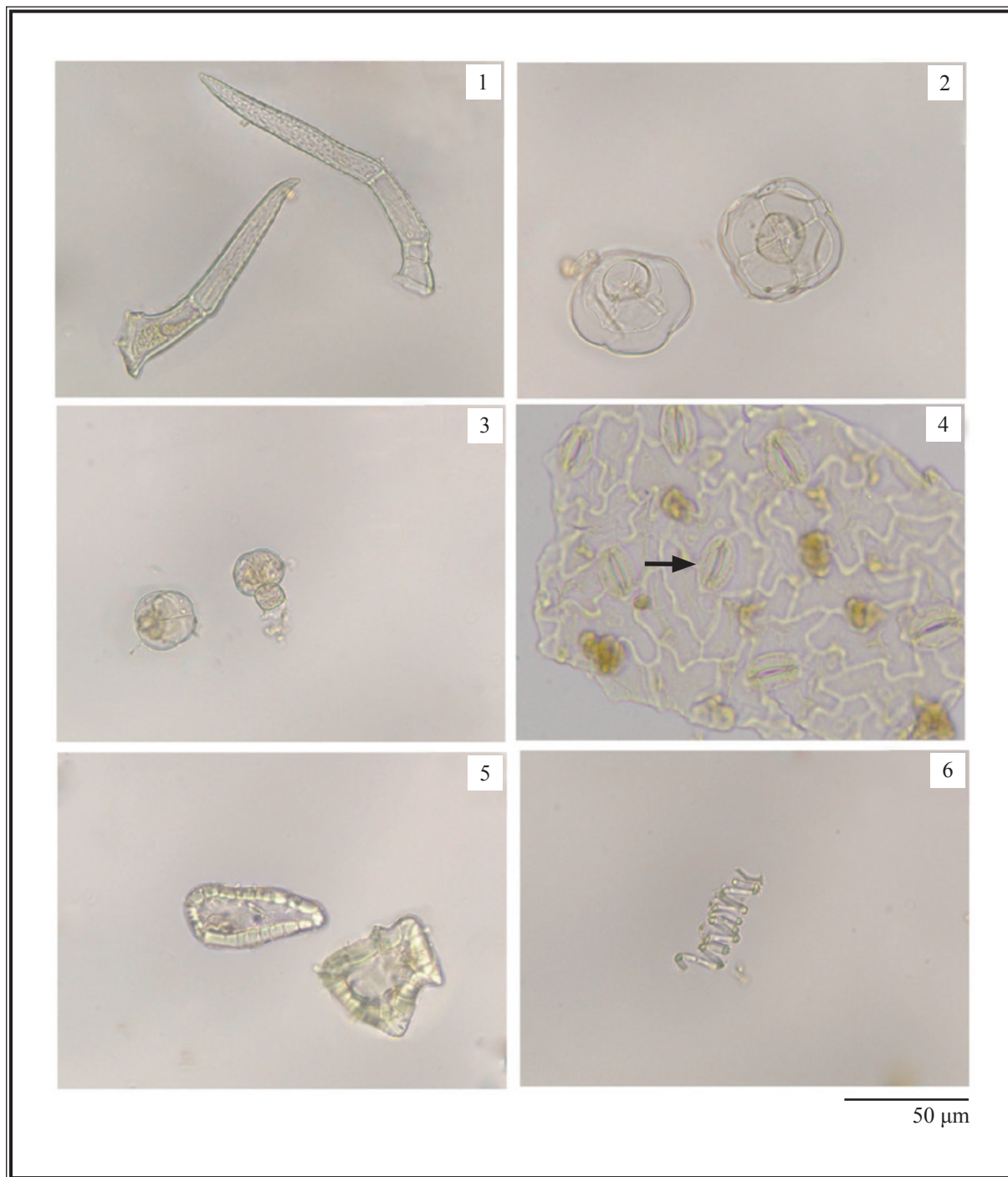


圖 3 牡荊葉粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

- 1. 非腺毛 2. 腺鱗 3. 小腺毛 4. 下表皮細胞與氣孔(→)
- 5. 石細胞 6. 螺紋導管

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

異牡荊素對照品溶液

取異牡荊素對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 20 mL 70% 乙醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－甲酸－水(7.5:1:0.5, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取三氯化鋁 1 g，溶解於 100 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 30 分鐘，過濾，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取異牡荊素對照品溶液 1.5 μ L 和供試品溶液 2 μ L，點於同一聚酰胺薄層板上。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 5 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

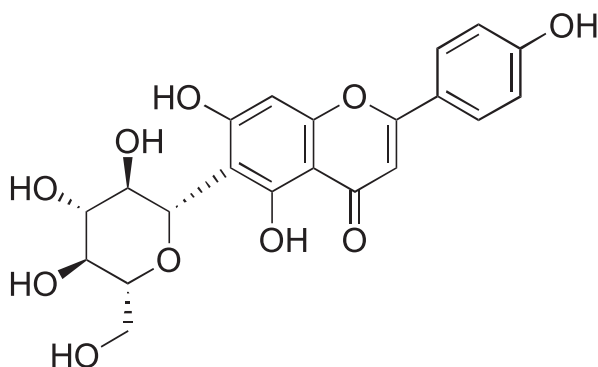


圖 4 異牡荊素化學結構式

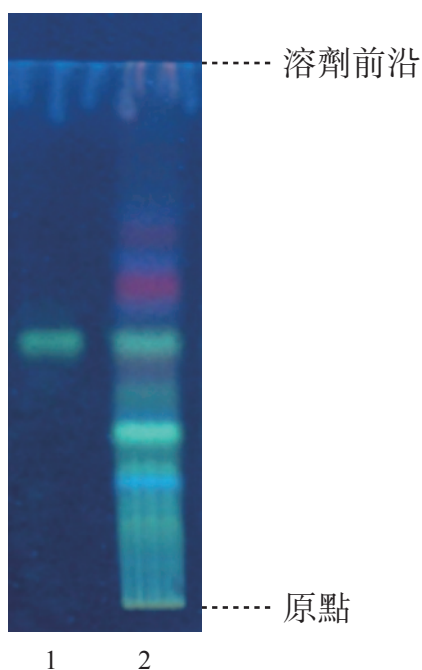


圖 5 牡荊葉提取液對照薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 異牡荊素對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與異牡荊素色澤相同、 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

異牡荊素對照品溶液 *Std-FP* (40 mg/L)

取異牡荊素對照品 0.4 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 25 mL，超聲(150 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 $4000 \times g$)，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 340 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)	0.05% 甲酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 20	15 → 20	85 → 80	綫性梯度
20 – 43	20 → 23	80 → 77	綫性梯度
43 – 60	23 → 40	77 → 60	綫性梯度

系統適用性要求

吸取異牡荊素對照品溶液 Std-FP 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：異牡荊素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；異牡荊素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按異牡荊素峰計算應不低於 30000。

供試品測試中 2 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取異牡荊素對照品溶液 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 色譜圖中異牡荊素的保留時間，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，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中異牡荊素的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中異牡荊素峰。二色譜圖中異牡荊素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。

牡荊葉提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 牡荊葉提取液 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	0.69	± 0.03
2 (指標成份峰，異牡荊素)	1.00	-
3	1.10	± 0.03
4	1.80	± 0.05
5	2.46	± 0.05

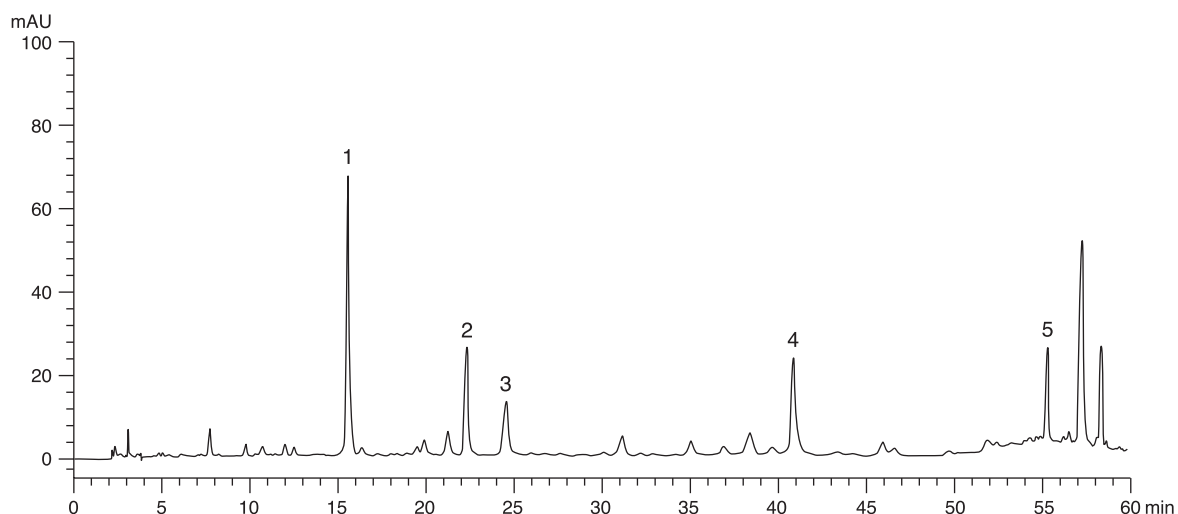


圖 6 牡荊葉提取液對照指紋圖譜

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)：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 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 7.5%。

酸不溶性灰分：不多於 2.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 15.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 12.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 13.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

異牡荊素對照品儲備液 *Std-Stock* (500 mg/L)

精密稱取異牡荊素對照品 5.0 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

異牡荊素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取異牡荊素對照品儲備液適量，以 70% 乙醇稀釋製成含異牡荊素分別為 0.5、5、10、20、30 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 70% 乙醇 15 mL，超聲(150 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 4000 × *g*)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 2 次，殘渣用適量 70% 乙醇洗滌，合併提取液，加 70% 乙醇至刻度，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 340 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。流動相為 0.05% 甲酸 - 乙腈(82.5:17.5, v/v) 的混合溶液；流程約 30 分鐘。

系統適用性要求

將異牡荊素對照品溶液 *Std-AS* (10 mg/L) 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：異牡荊素的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；異牡荊素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按異牡荊素峰計算應不低於 8000。

供試品測試中異牡荊素峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將異牡荊素系列對照品溶液 Std-AS 各 5 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以異牡荊素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。與異牡荊素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中異牡荊素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中異牡荊素峰。二色譜圖中異牡荊素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異牡荊素的濃度 (mg/L)，並計算樣品中異牡荊素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含異牡荊素 ($\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{10}$) 不少於 0.048%。