

辛夷



圖1 辛夷外觀圖

1. 名稱

藥材正名: Flos Magnoliae

中文名: 辛夷

漢語拼音名: Xinyi

2. 來源

本品為木蘭科植物望春玉蘭 *Magnolia biondii* Pamp. 的乾燥花蕾。冬末春初花未開放時採收。採摘花蕾後，除去枝梗，陰乾。

3. 性狀

花蕾呈長卵形，似毛筆頭，長1.2-3.0 cm，直徑8-16 mm。基部常具短梗，梗上有類白色點狀皮孔。苞片2-3層，每層2片，兩層苞片間有小鱗芽，苞片外表面密被灰白色、灰黃色或灰綠色茸毛，內表面類棕色，無毛。花被片9，類棕色，外輪花被片3，條形，呈萼片狀，約為內兩輪長的1/4，內兩輪花被片6，每輪3，輪狀排列。雄蕊和雌蕊多數，螺旋狀排列。體輕，質脆。氣芳香，味辛涼而稍苦(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

花梗橫切面

表皮細胞1列，呈石細胞狀，多分化為非腺毛；非腺毛1-3細胞。皮層有少數油細胞及石細胞群，石細胞類圓形、梭形或不規則形，長34-206 μm ，直徑16-99 μm ，多數可見層紋。維管束環列。髓部有少數油細胞和石細胞群(圖2)。

粉末

灰綠色或淡黃綠色。非腺毛甚多，散在，多碎斷；完整者1-3細胞，亦有

單細胞，壁厚3-12 μm ，基部細胞短粗膨大，細胞壁極度增厚似石細胞，偏光顯微鏡下呈亮黃白色。石細胞多成群，呈橢圓形、不規則形或分枝狀，胞腔中可見棕黃色分泌物。花被片表皮細胞扁方形，垂周壁連珠狀，有氣孔分佈。油細胞較多，類圓形，油滴易見(圖3)。

4.2 理化鑒別

試劑

碘化鉍鉀試液 R_1

取鹼式硝酸鉍 0.85 g，加冰乙酸 10 mL 與水 40 mL 溶解後，加 40% (w/v) 碘化鉀溶液 20 mL。

操作程序

取本品粉末 2.0 g，置試管中，加甲醇 10 mL，超聲 (490 W) 處理 30 分鐘，濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 甲醇，轉移於試管中，加上述試液 2 滴，生成橙色或橙棕色沉澱。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

辛夷脂素對照品溶液

取辛夷脂素對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

木蘭脂素對照品溶液

取木蘭脂素對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備二氯甲烷 - 乙醚 (5:1, 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 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 10 mL，超聲 (490 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 $1800 \times g$)，濾過，即得。

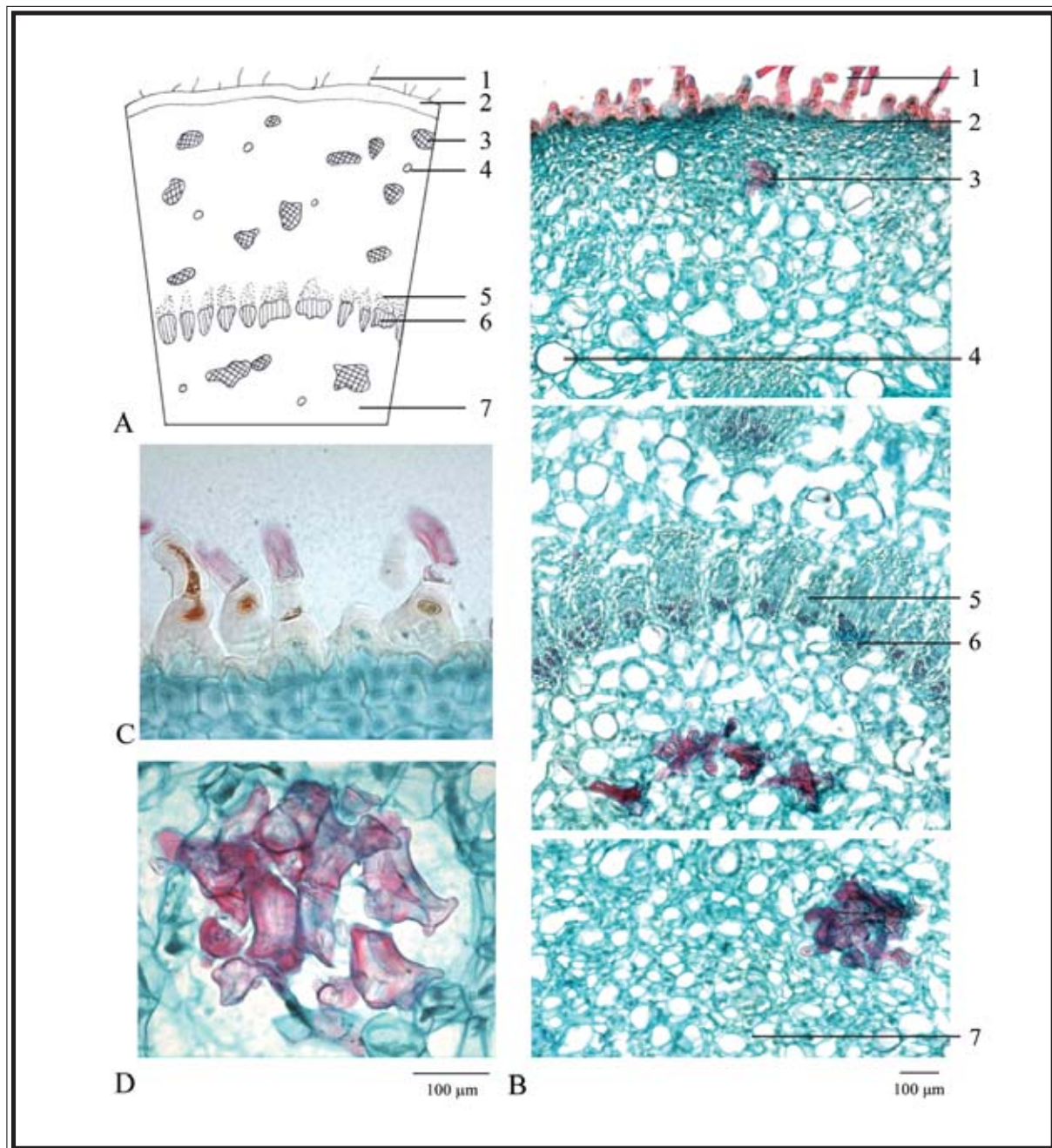


圖2 辛夷花梗橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 非毛茸 D. 石細胞群

1. 非毛茸 2. 表皮 3. 石細胞 4. 油細胞 5. 韌皮部 6. 木質部 7. 髓部

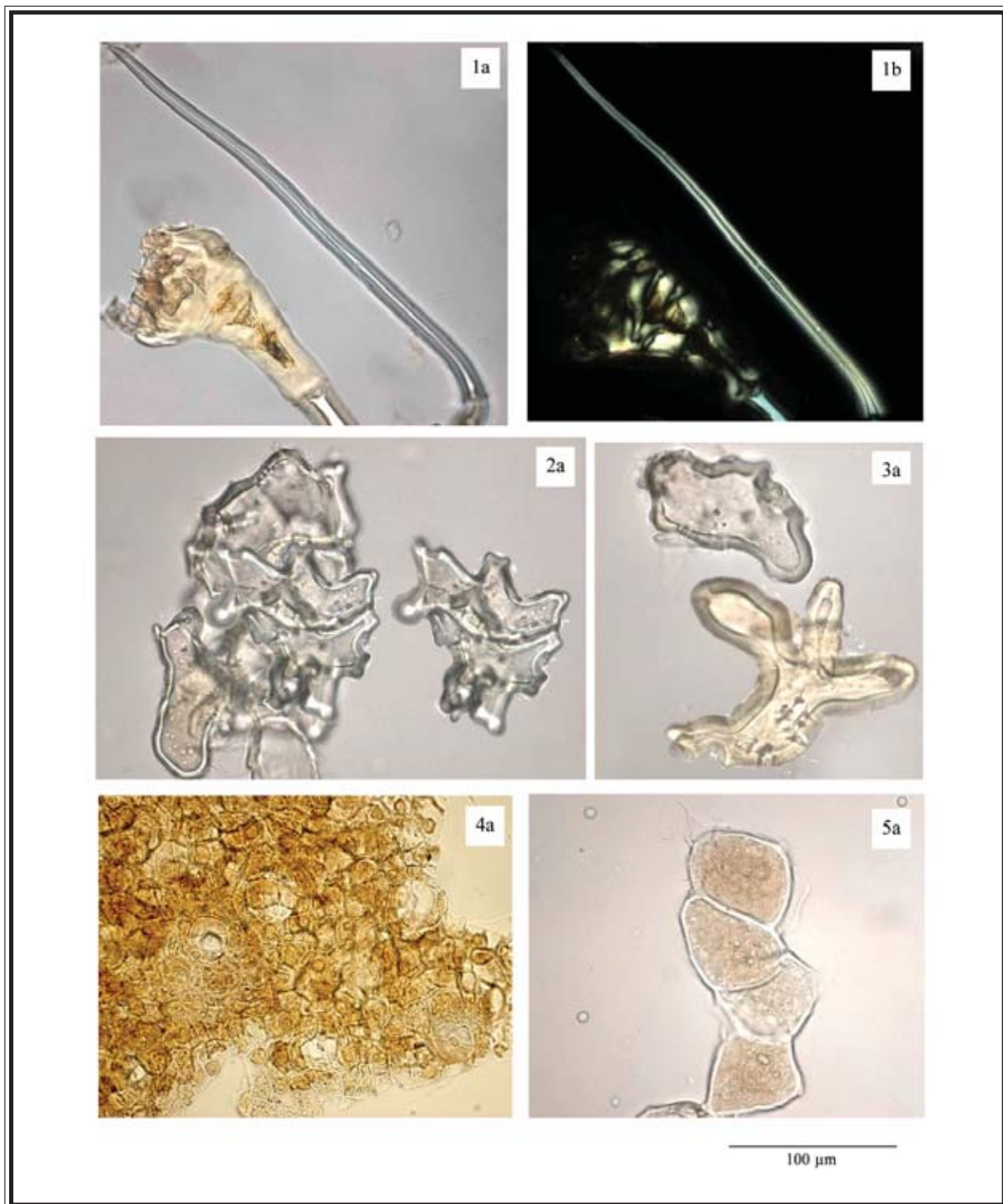


圖3 辛夷粉末顯微特徵圖

1. 非腺毛及非腺毛基部細胞
2. 石細胞群
3. 石細胞
4. 花被片表皮細胞及氣孔
5. 油細胞

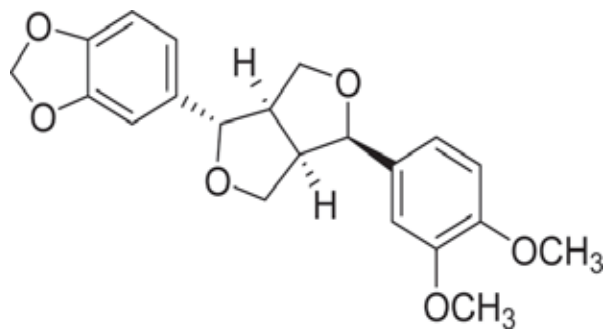
a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV(A)] 進行。分別吸取辛夷脂素、木蘭脂素對照品溶液和供試品溶液各 1 μL ，點於同一高效矽膠 F_{254} 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 70°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 10 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與辛夷脂素和木蘭脂素色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

(i)



(ii)

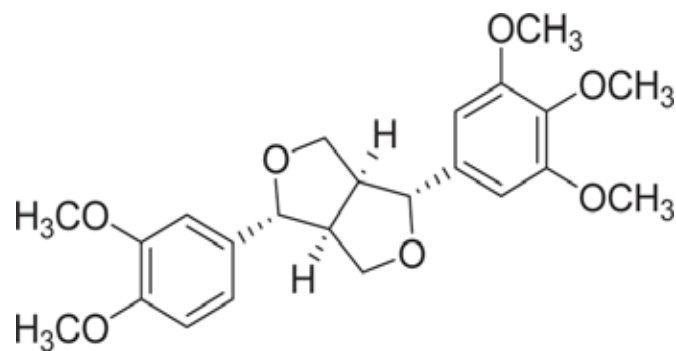


圖 4 化學結構式 (i) 辛夷脂素 (ii) 木蘭脂素

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

木蘭脂素對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取木蘭脂素對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.25 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 25 mL，超聲 (490 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 $1800 \times g$)，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 280 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 40	60 \rightarrow 45	40 \rightarrow 55	綫性梯度

系統適用性要求

吸取木蘭脂素對照品溶液 *Std-FP* 20 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：木蘭脂素的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；木蘭脂素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按木蘭脂素峰計算應不低於 15000。

供試品測試中 1 號峰與 2 號峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取木蘭脂素對照品溶液 *Std-FP* 和供試品溶液各 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中木蘭脂素峰的保留時間，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* 色譜圖中木蘭脂素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中木蘭脂素峰。二色譜圖中木蘭脂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。

辛夷提取液 6 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表 1 辛夷提取液 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	0.94	± 0.03
2 (指標成份峰，木蘭脂素)	1.00	-
3	1.07	± 0.03
4	1.16	± 0.03
5	1.30	± 0.04
6 (辛夷脂素)	1.50	± 0.05

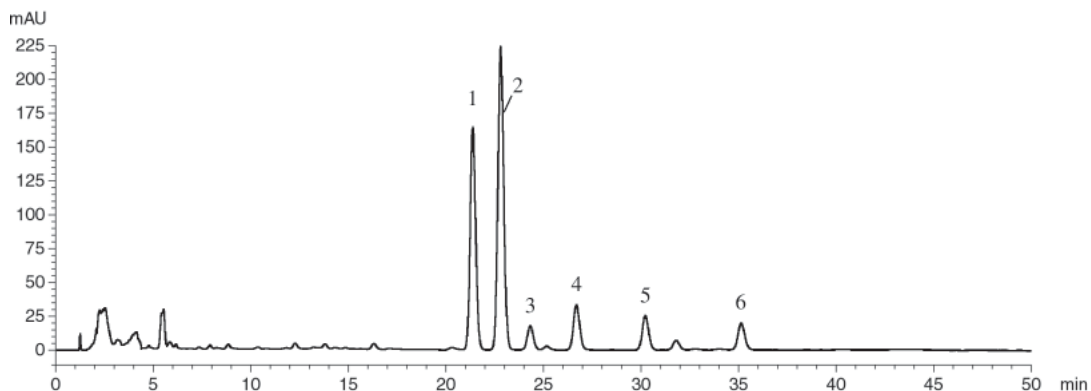


圖 5 辛夷提取液對照指紋圖譜

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 4.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

5.7 水分 (附錄 X)：不多於 10.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 11.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 17.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液

木蘭脂素對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取木蘭脂素對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

木蘭脂素對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取木蘭脂素對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含木蘭脂素分別為 20、40、60、100、200 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.25 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 25 mL，超聲 (490 W) 處理 90 分鐘，離心 5 分鐘 (約 1800 × g)，取上清液轉移於 100-mL 量瓶中。

重複提取 3 次，合併上清液，加甲醇至刻度。混勻，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 280 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 40	60 → 45	40 → 55	綫性梯度

系統適用性要求

將木蘭脂素對照品溶液 *Std-AS* (60 mg/L) 20 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：木蘭脂素的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；木蘭脂素峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按木蘭脂素峰計算應不低於 15000。

供試品測試中木蘭脂素與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將木蘭脂素系列對照品溶液 *Std-AS* 各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以木蘭脂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 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與木蘭脂素對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中木蘭脂素峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中木蘭脂素峰。二色譜圖中木蘭脂素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木蘭脂素的濃度 (mg/L)，並計算樣品中木蘭脂素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含木蘭脂素 (C₂₃H₂₈O₇) 不少於 3.0%。