

浮小麥

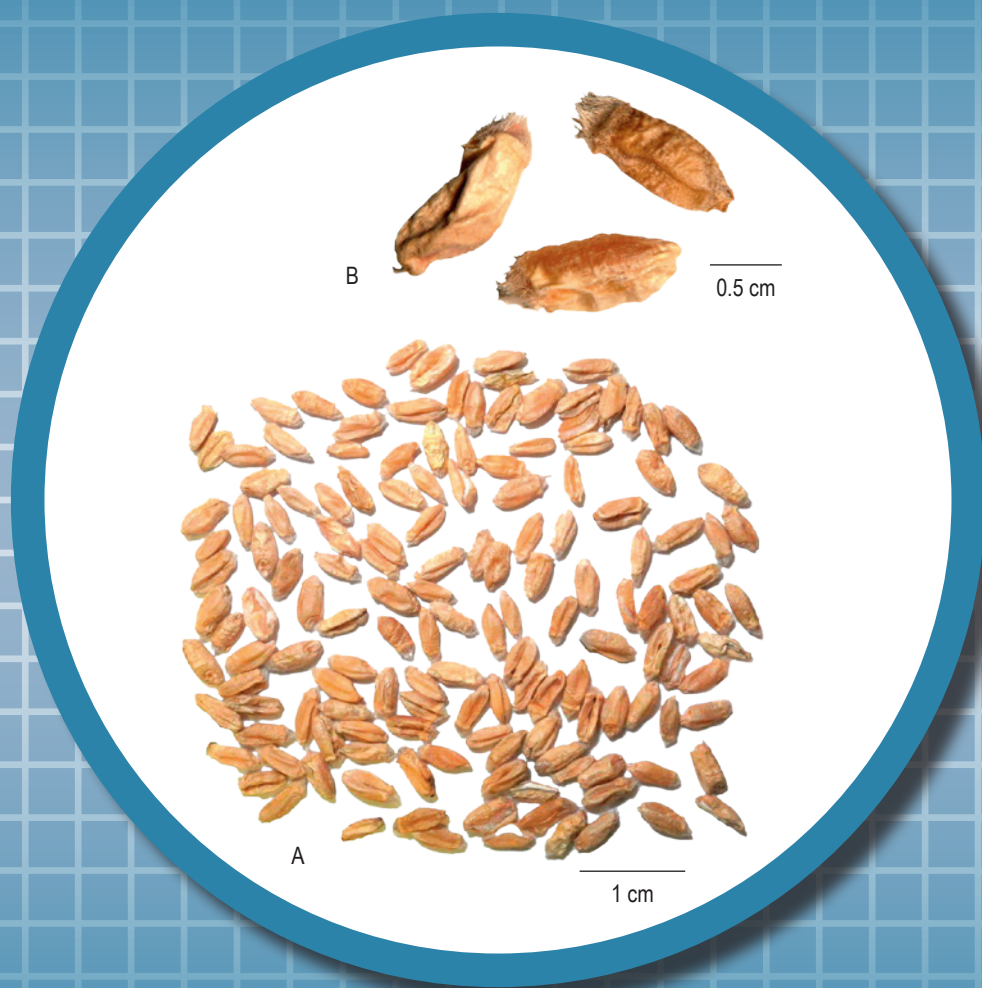


圖 1 浮小麥外觀圖

A. 浮小麥 B. 浮小麥放大圖

1. 名稱

藥材正名：Tritici Levis Fructus

中文名：浮小麥

漢語拼音名：Fuxiaomai

2. 來源

本品為禾本科植物小麥 *Triticum aestivum* L. 乾癟輕浮的穎果。夏至前後採收，篩去灰屑，用水清洗後，曬乾。

3. 性狀

呈長橢圓形，兩端略尖。長約 4-8 mm，直徑 1.5-3 mm。表面淡黃棕色至黃色，皺縮。腹面中央有一深陷的縱溝，背面基部有不明顯的胚 1 枚，頂端有鬍鬚狀淺黃色的茸毛。質硬而脆，易斷，斷面白色至黃白色，粉性。氣微，味淡(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

果皮與種皮癒合，果皮表皮細胞 1 列，壁較厚。果皮內側為一列橫細胞，細胞長形，排列整齊，壁較厚。糊粉層位於胚乳外側，細胞呈方形，內含糊粉粒。維管組織細小，位於腹股溝深處。胚由薄壁細胞組成，胚乳抱合胚，內含澱粉粒(圖 2)。

粉末

類白色。澱粉粒單粒形狀多變，球形至廣卵圓形、盔帽形或腎形，直徑 6-42 μm ，臍點裂縫狀，少數隱約可見層紋，偏光顯微鏡下呈黑色十字形；複粒由 2-4 或更多分粒組成。糊粉層細胞呈類方形或類圓形，有細胞間隙，壁稍增厚，細胞內含糊粉粒。橫細胞成片存在，排列整齊，細長圓柱形，壁念珠狀增厚。非腺毛單細胞，先端急尖和尖銳，基部圓形稍收縮，長 143-653 μm 。果皮表皮細胞表面觀呈類長方形或長多角形，垂周壁呈念珠狀(圖 3)。

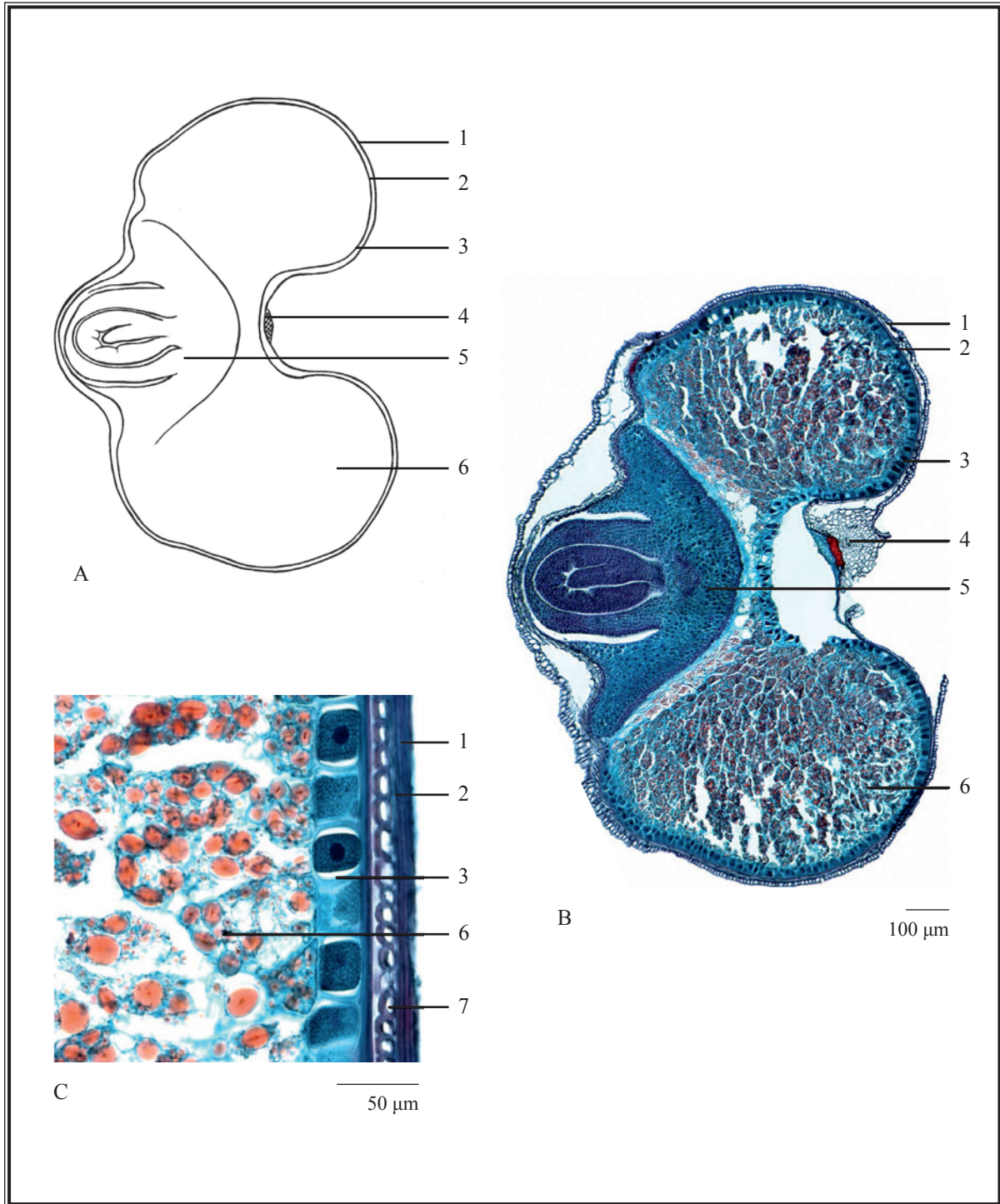


圖 2 浮小麥橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 糊粉層和胚乳

1. 果皮 2. 種皮 3. 糊粉層 4. 維管組織 5. 胚 6. 胚乳 7. 橫細胞

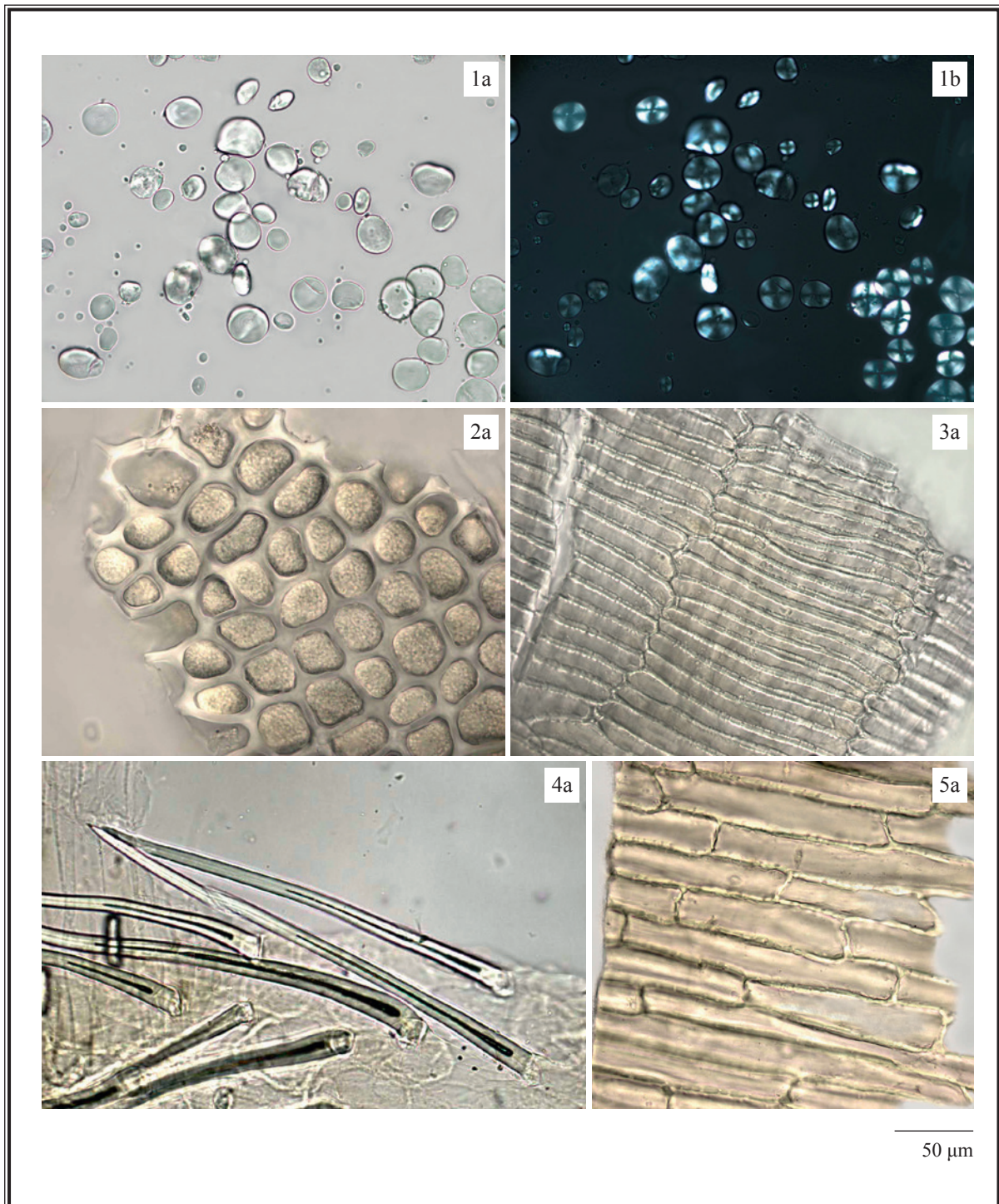


圖 3 浮小麥粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 糊粉層細胞(表面觀) 3. 橫細胞 4. 非腺毛 5. 果皮表皮細胞

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

5- 二十一烷基間苯二酚對照品溶液

取 5- 二十一烷基間苯二酚對照品 (圖 4) 0.1 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備石油醚 (60-80°C) – 丙酮 (5:3, 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 錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲 (100 W) 處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 甲醇，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取 5- 二十一烷基間苯二酚對照品溶液和供試品溶液各 2 μ L，點於同一高效硅膠 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 7 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 5-10 分鐘)。置紫外光 366 nm 下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與 5- 二十一烷基間苯二酚色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

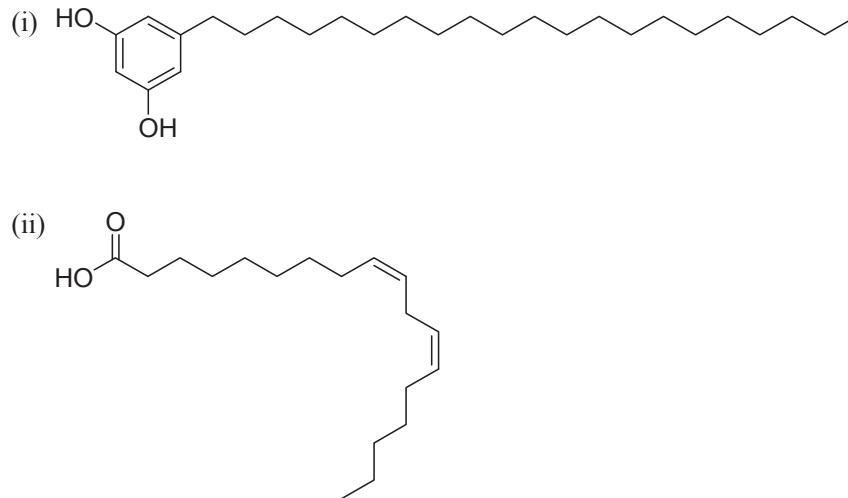


圖 4 化學結構式 (i) 5-二十一烷基間苯二酚 (ii) 亞油酸

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

亞油酸對照品溶液 *Std-FP* (350 mg/L)

取亞油酸對照品(圖 4) 3.5 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

5-二十一烷基間苯二酚對照品溶液 *Std-FP* (12 mg/L)

取 5-二十一烷基間苯二酚對照品 0.6 mg，溶解於 50 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 10 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，離心 5 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)	乙腈 (%, v/v)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	洗脫
0 – 25	30 → 100	70 → 0	綫性梯度
25 – 60	100	0	等度

系統適用性要求

吸取亞油酸對照品溶液 Std-FP 和 5- 二十一烷基間苯二酚對照品溶液 Std-FP 各 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：亞油酸和 5- 二十一烷基間苯二酚的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；亞油酸峰和 5- 二十一烷基間苯二酚峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按亞油酸峰和 5- 二十一烷基間苯二酚峰計算分別應不低於 160000 和 40000。

供試品測試中 2 號峰和 4 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.0 (圖 5)。

操作程序

分別吸取亞油酸、5- 二十一烷基間苯二酚對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 20 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中亞油酸峰和 5- 二十一烷基間苯二酚峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中亞油酸峰和 5- 二十一烷基間苯二酚峰。二色譜圖中亞油酸峰和 5- 二十一烷基間苯二酚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。

浮小麥提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 浮小麥提取液 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	0.93	± 0.03
2 (指標成份峰，亞油酸)	1.00	-
3	1.48	± 0.03
4 (5- 二十一烷基間苯二酚)	1.81	± 0.05

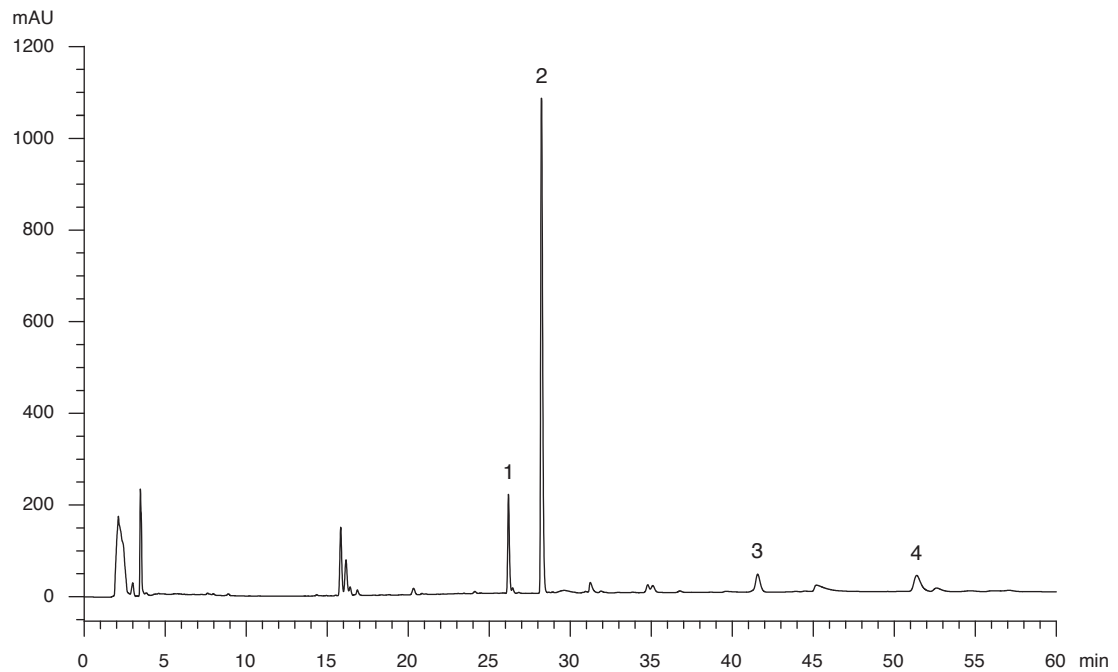


圖 5 浮小麥提取液對照指紋圖譜

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 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 2.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 5.0%。

酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分 (附錄 X)

烘乾法：不多於 15.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 10.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 1.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

5- 二十一烷基間苯二酚對照品儲備液 *Std-Stock* (565 mg/L)

精密稱取 5- 二十一烷基間苯二酚對照品 11.3 mg，溶解於 20 mL 甲醇中。

5- 二十一烷基間苯二酚對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取 5- 二十一烷基間苯二酚對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含 5- 二十一烷基間苯二酚分別為 2.83、5.65、14.13、28.3、56.5 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 25 mL，超聲 (100 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 3000 × g)。取上清液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次，合併上清液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，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 210 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。流動相為甲醇 - 水 (96:4, v/v) 的混合溶液；流程約 40 分鐘。

系統適用性要求

將 5- 二十一烷基間苯二酚對照品溶液 Std-AS (14.13 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：5- 二十一烷基間苯二酚的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；5- 二十一烷基間苯二酚峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按 5- 二十一烷基間苯二酚峰計算應不低於 10000。

供試品測試中 5- 二十一烷基間苯二酚峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲線

將 5- 二十一烷基間苯二酚對照品溶液 Std-AS 各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以 5- 二十一烷基間苯二酚的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲線得斜率、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 5- 二十一烷基間苯二酚對照品溶液 Std-AS 色譜圖中 5- 二十一烷基間苯二酚峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中 5- 二十一烷基間苯二酚峰。二色譜圖中 5- 二十一烷基間苯二酚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 5- 二十一烷基間苯二酚的濃度 (mg/L)，並計算樣品中 5- 二十一烷基間苯二酚的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含 5- 二十一烷基間苯二酚 (C₂₇H₄₈O₂) 不少於 0.010%。