

合歡花



圖 1 合歡花外觀圖

A. 合歡花 B. 花放大圖

C. 花序及花放大圖 D. 花序及花蕾放大圖

1. 名稱

藥材正名：Albiziae Flos

中文名：合歡花

漢語拼音名：Hehuanhua

2. 來源

本品為豆科植物合歡 *Albizia julibrissin* Durazz. 的乾燥花序。夏季花開時擇晴天採收，除去雜質，及時曬乾。

3. 性狀

本品為頭狀花序皺縮成團。總花梗長 3-4 cm，有時與花序脫離，黃綠色，有縱紋，被稀疏毛茸。花全體密被毛茸，細長而彎曲，淡黃色至淡黃棕色，無花梗或短花梗。花萼和花冠長 0.7-1 cm。花萼筒狀，先端 5 齒；花冠筒長約為萼筒的 2 倍，先端 5 裂，裂片披針形。雄蕊多數，花絲細長，黃棕色，下部合生，上部分離，伸出花冠筒外。花蕾偶見，棒狀，花萼筒狀，花冠未開放。氣微香，味淡(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

粉末

灰黃色。複合花粉粒呈扁球形，為 16 合體，直徑 70-105 μm ，中間 8 個分體呈十字形排列，以及週邊有另外 8 個分體；單個分體類方形或長球形。非腺毛單細胞，長 81-447 μm 。草酸鈣方晶常存於薄壁細胞中，直徑 3-21 μm ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。導管主要為螺紋或具緣紋孔。花絲表皮細胞呈長條方形，表面觀具有角質紋理(圖 2)。

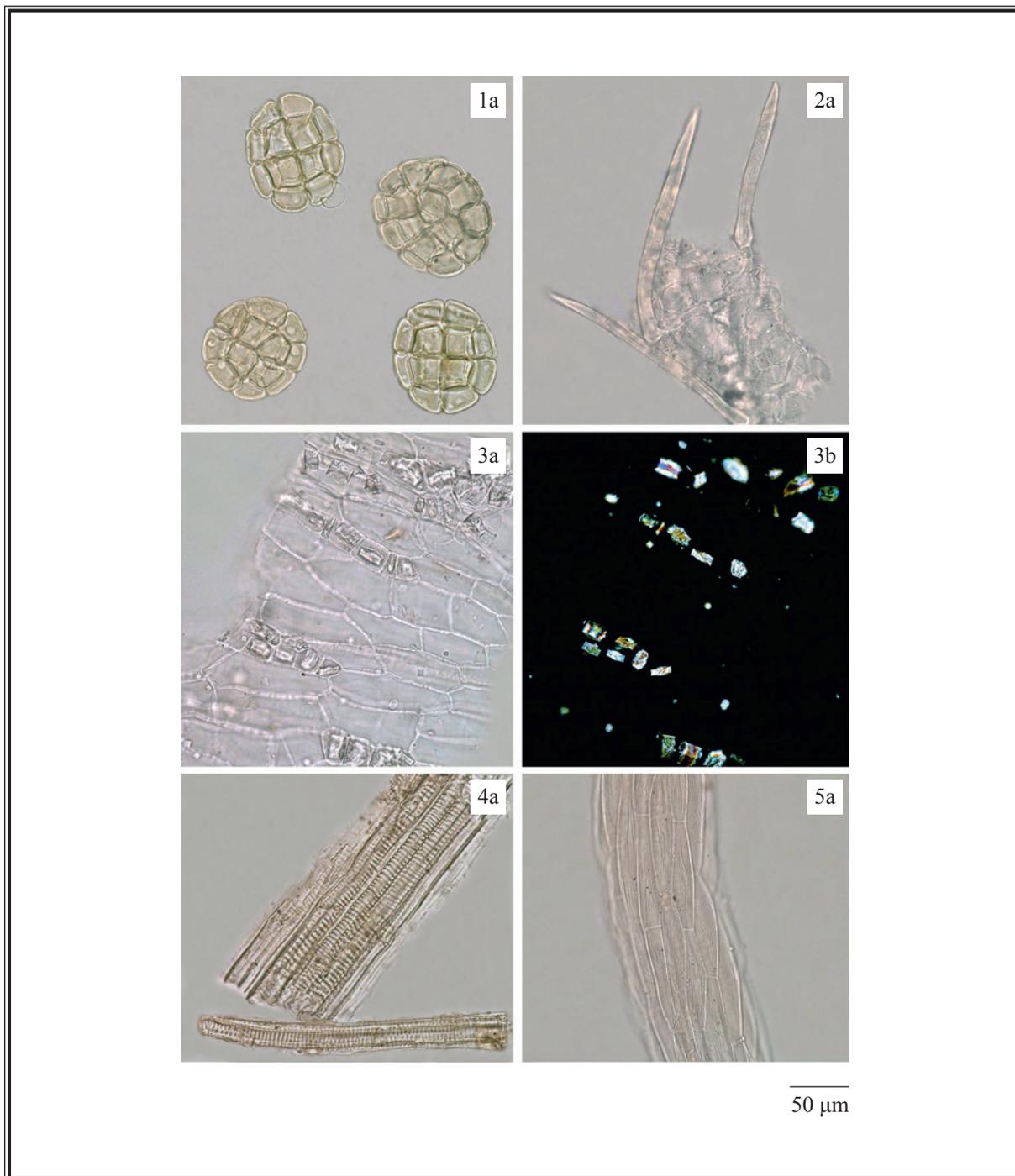


圖 2 合歡花粉末顯微特徵圖

1. 複合花粉粒 2. 非腺毛 3. 草酸鈣方晶 4. 導管 5. 花絲表皮細胞

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

槲皮苷對照品溶液

取槲皮苷對照品(圖 3) 1.0 mg，溶解於 1 mL 70% 乙醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－甲酸－水(15:0.5:0.5, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取三氯化鋁 0.5 g，溶解於 50 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 70% 乙醇 20 mL，超聲(270 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 70% 乙醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取槲皮苷對照品溶液和供試品溶液各 1 μ L，點於同一高效矽膠 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 6 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 70°C 加熱(約 5-10 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算 R_f 值。

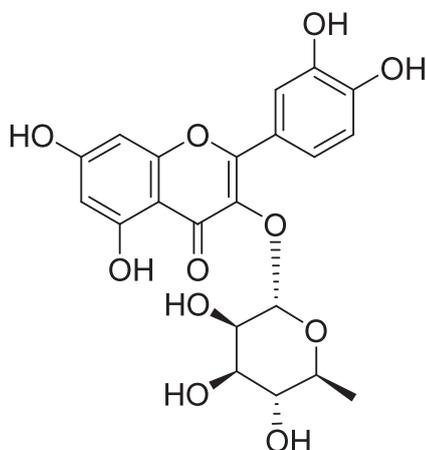


圖 3 槲皮苷化學結構式

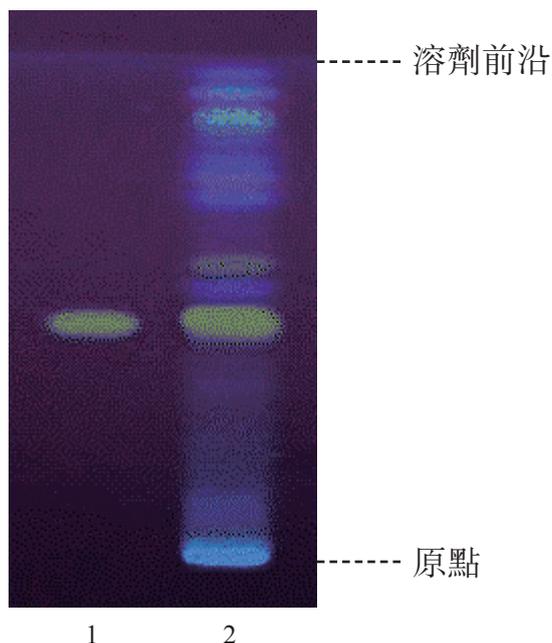


圖4 合歡花提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 槲皮苷對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與槲皮苷色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖4)。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

槲皮苷對照品溶液 *Std-FP* (60 mg/L)

取槲皮苷對照品 3.0 mg，溶解於 50 mL 70% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.25 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 10 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 $5000 \times g$)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加 70% 乙醇至刻度。用 0.45- μm 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 254 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% 醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 35	85 → 60	15 → 40	綫性梯度

系統適用性要求

吸取槲皮苷對照品溶液 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：槲皮苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；槲皮苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按槲皮苷峰計算應不低於 26000。

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 5)。

操作程序

分別吸取槲皮苷對照品溶液 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 色譜圖中槲皮苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 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 色譜圖中槲皮苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中槲皮苷峰。二色譜圖中槲皮苷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。

合歡花提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 合歡花提取液 3 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	0.76	± 0.03
2 (指標成份峰，槲皮苷)	1.00	-
3	1.18	± 0.03

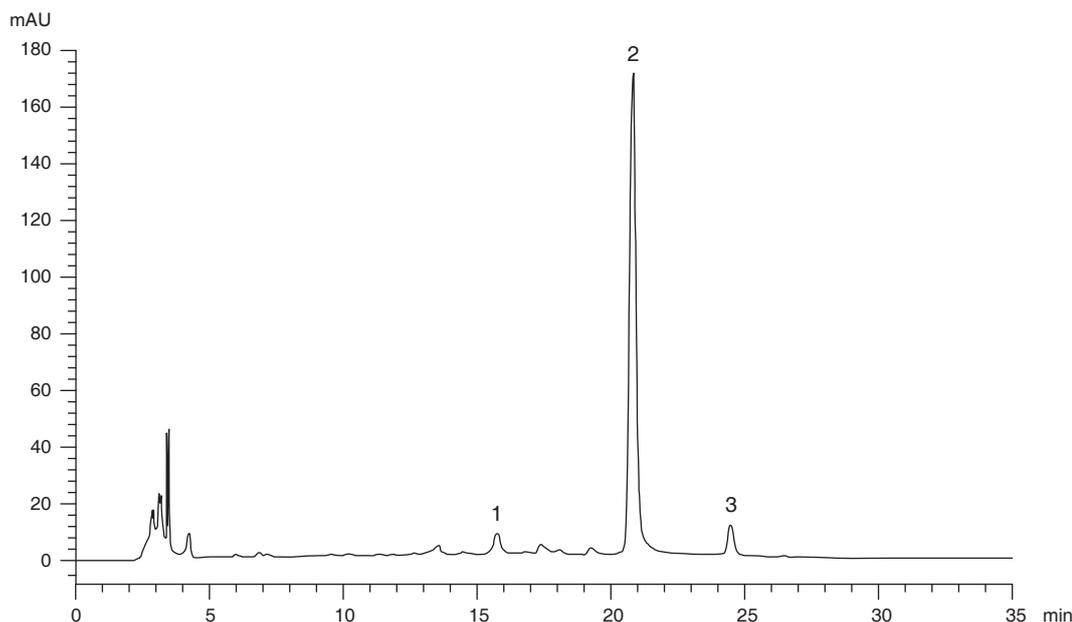


圖 5 合歡花提取液對照指紋圖譜

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 3 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 – 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 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 10.0%。

酸不溶性灰分：不多於 3.0%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 12.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 24.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 21.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

槲皮苷對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取槲皮苷對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 70% 乙醇中。

槲皮苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取槲皮苷對照品儲備液適量，以 70% 乙醇稀釋製成含槲皮苷分別為 20、60、100、150、300 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 70% 乙醇 10 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 5000 × g)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加 70% 乙醇至刻度。用 0.45- μ m 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 254 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。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 35	85 → 60	15 → 40	綫性梯度

系統適用性要求

將槲皮苷對照品溶液 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：槲皮苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；槲皮苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按槲皮苷峰計算應不低於 26000。

供試品測試中槲皮苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲線

將槲皮苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以槲皮苷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 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與槲皮苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中槲皮苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中槲皮苷峰。二色譜圖中槲皮苷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槲皮苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中槲皮苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含槲皮苷 ($C_{21}H_{20}O_{11}$) 不少於 1.0%。