

## 辛夷

(MAGNOLIAE FLOS)

### 辛夷 MI

|                        |   |
|------------------------|---|
| 一、藥材採購及鑑定 .....        | 2 |
| 二、藥材性狀描述 (圖 1) .....   | 2 |
| 三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2) ..... | 2 |
| 四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3) ..... | 2 |

### 辛夷 HPLC

|                   |    |
|-------------------|----|
| 一、材料 .....        | 8  |
| 二、儀器及層析管柱 .....   | 8  |
| 三、實驗藥品及試劑來源 ..... | 8  |
| 四、方法 .....        | 8  |
| 五、結果 .....        | 12 |

### 辛夷 TLC

|                    |    |
|--------------------|----|
| 一、方法 .....         | 23 |
| 二、萃取法選擇及濃度測試 ..... | 24 |
| 三、溶媒系統選擇 .....     | 25 |
| 四、觀察方式選擇 .....     | 27 |
| 五、十批辛夷樣品檢測 .....   | 28 |

# 辛夷

## (MAGNOLIAE FLOS)

### 一、藥材採購及鑑定

收集 10 批來自全臺北、中、南、東各地不同通路之中藥販賣業或中藥製造業的藥材樣品，確認所收集之藥材為望春玉蘭的乾燥花蕾。

### 二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：辛夷

生藥名：MAGNOLIAE FLOS

英文名：Magnolia Flower Bud

基原：本品為木蘭科 Magnoliaceae 植物望春玉蘭 *Magnolia biondii* Pamp. 之乾燥花蕾。

採收加工：冬末春初期間花未開放時採摘花蕾。採摘花蕾後，除去枝梗，置於室內晾乾。

藥材性狀：花蕾呈毛筆頭或長卵形，長 1~4 cm；基部有木質短梗，表面黃綠色或黃褐色，可見類白色點狀皮孔。外裹苞片 2~3 層，每層 2 片，2 層苞片間有小鱗芽；外層苞片外表面密被灰黃色或灰白色、鬆散的毛茸，內表面類棕色，無毛；內層苞片較薄。雄蕊和雌蕊多數，螺旋狀排列。體輕，質脆。氣香，味辛涼而稍苦。

生長分佈：落葉喬木，高 6~12 m，直徑可達 1 m。生於海拔 400~2400 公尺的山坡，喜光、喜溫涼、濕潤氣候及微酸性土壤。花期 3~4 月，果期 8~9 月。主產於安徽、河南、湖北等地。

### 三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 表皮細胞一行，有的向外突出呈毛絨。
2. 皮層為薄壁組織。
3. 油細胞及石細胞散在皮層，油細胞類圓形。
4. 石細胞不規則型，可見紋理。
5. 皮層亦散有多數單個維管束，外韌型。
6. 多數單個維管束排列成環。維管束韌部細胞細小。
7. 髓組織亦散有油細胞及石細胞。

### 四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 粉末深棕色。
2. 非腺毛碎片眾多，基部有時連有表皮細胞。

3. 油細胞甚多，類圓形或長圓形，壁薄，有時稍皺縮。
4. 分枝狀石細胞甚多，形狀不規則，枝端尖或鈍圓，有的層紋明顯，孔溝纖細。偏光下呈現亮黃白色至多彩色。
5. 花被表皮細胞扁方形，垂周壁呈連珠狀。



圖 1 辛夷藥材圖

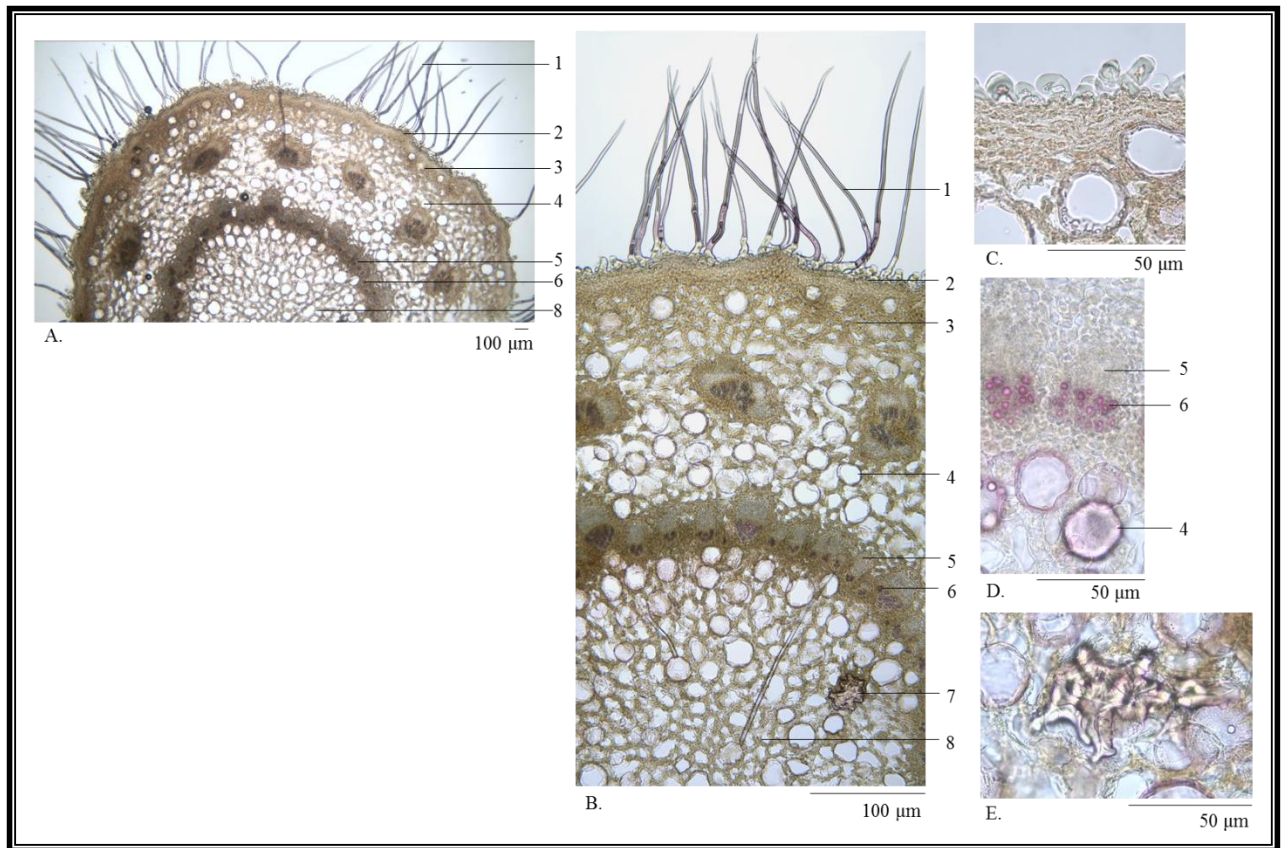


圖 2 辛夷花梗橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.表皮 D.維管束及油細胞 E.石細胞群

1.非腺毛 2.表皮 3.皮層 4.油細胞 5.韌皮部 6.木質部 7.石細胞群 8.髓

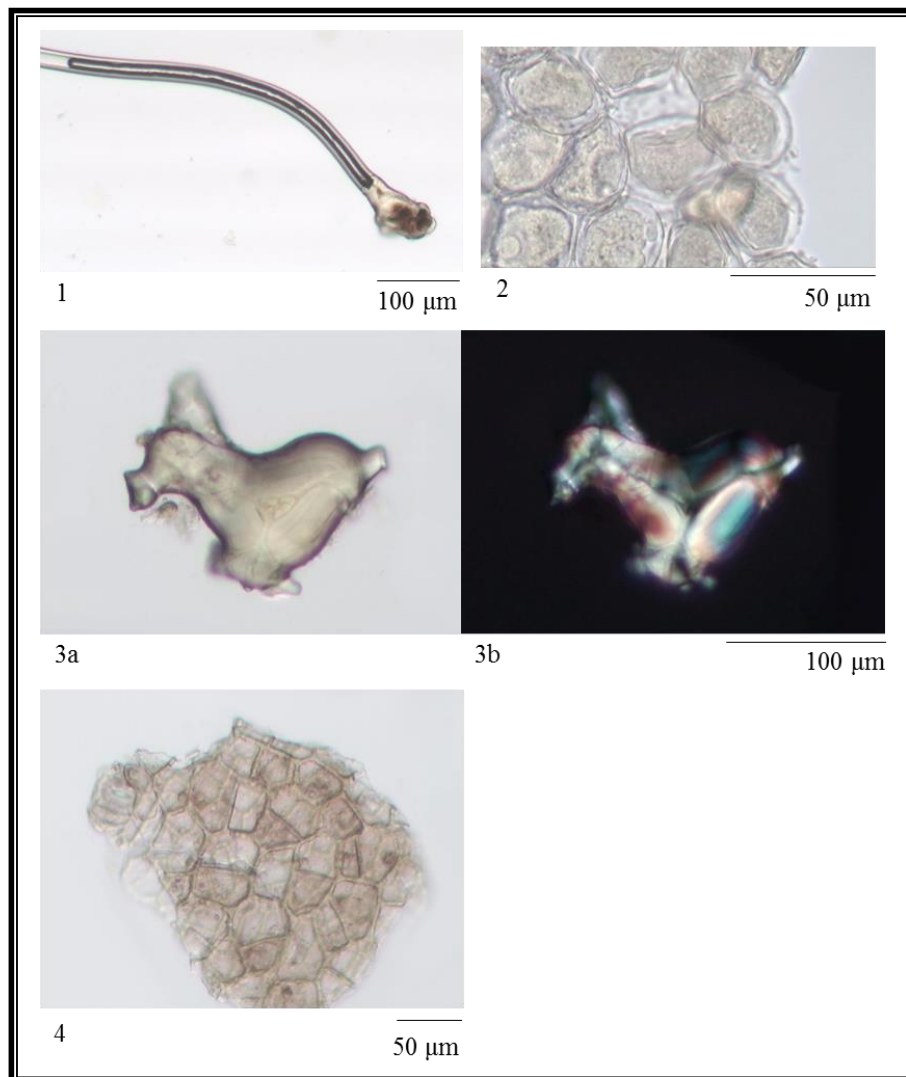


圖 3 辛夷粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 非腺毛基部連接表皮細胞 2. 油細胞 3. 石細胞 4. 花被表皮細胞

#### 參考文獻

1. 行政院衛生署中醫藥委員會編(1999)。中藥材品質管制：組織型態學鑑定。台北市：行政院衛生署中醫藥委員。151~152 頁。
2. 衛生福利部臺灣中藥典第三版編輯工作小組編纂(2018)。臺灣中藥典第三版。台北市：衛生福利部。170~171 頁。
3. 張賢哲、蔡貴花編著(2003)。中藥炮製學第二次修訂版。台中：中國醫藥大學。375~376 頁。
4. 羅集鵬主編(1996)。生藥學。北京：中國醫藥科技出版社。236 頁。
5. 中華人民共和國香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部編製(2008)。香港中藥材標準第二冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。31~40 頁。
6. 肖培根等編輯(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。706~722 頁。
7. 國家藥典委員會編輯(2009)。中華人民共和國藥典中藥材顯微鑑別彩色圖鑑。北京：人民衛生出版社。242 頁。
8. 國家藥典委員會編輯(2015)。中華人民共和國藥典 2015 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。182 頁。
9. 趙中振、陳虎彪編著(2016)。中藥顯微鑑定圖典。福州：海峽出版發行集團·福建科學技術出版社。288~289 頁。

## 辛夷(MAGNOLIAE FLOS)

### 一、材料

購自於臺灣各地中藥店辛夷藥材共 10 批。

### 二、儀器及層析管柱

#### (一) HPLC 儀器及層析管柱

Agilent 1100 series，包含 Degasser (G1379A)、Quat Pump (G1311A)、DAD (G1315B)、Autosampler (G1329A)、Column Oven H-650 (Chrom Tech, TNC.)；層析管柱 COSMOSIL 5C<sub>18</sub>-AR-II Column (250 × 4.6 mm, 5 mm)。

#### (二) UPLC 儀器及層析管柱

Waters AcQuity Ultra Performance LC，包含 Binary Solvent Manager、Sample Manager、PDA Detector；層析管柱 Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 × 2.1 mm, 1.7 mm)。

### 三、實驗藥品及試劑來源

#### (一) 試劑

甲醇(99.9%)購自於 Merck；乙晴(99.9%)購自於友和貿易股份有限公司。

#### (二) 標準品

標準品木蘭脂素(Magnolin)購自於普思生物科技股份有限公司，純度 98%以上。

### 四、方法

#### (一) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 6 份，每份準確稱取 0.2 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、95%乙醇、75%乙醇、50%乙醇各 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 4000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液轉移至 25 mL 之定量瓶中，加溶媒至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得每克重量之標準品木蘭脂素最大峰面積為最佳辛夷萃取溶媒。

#### (二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.25 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 4000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液轉移至 25 mL 之定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE



0.45  $\mu\text{m}$ )，即得。每針 10  $\mu\text{L}$  注入 HPLC，殘渣部分重複上述方法多次萃取、進樣，直到指標成分被萃取完全，並選出最佳萃取次數。

### (三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品木蘭脂素 5.0 mg，加 10 mL 甲醇製成每 1 mL 含木蘭脂素 600  $\mu\text{g}$  的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  製成對照標準品溶液。

### (四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.25 g，置 50 mL 離心管中，加入甲醇 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約  $4000 \times g$ )，以 No.1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 50 mL 之定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45  $\mu\text{m}$ )，即得。

### (五) 測定法

分別準確吸取標準品溶液、檢品溶液各 10  $\mu\text{L}$  注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中木蘭脂素的含量，即得。

### (六) 檢量線

準確吸取木蘭脂素標準品儲備溶液適量(500 mg/mL)，以甲醇稀釋製成含木蘭脂素分別為 500、250、125、100、50、25、5.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的標準品溶液。以上溶液各取 10  $\mu\text{L}$  分別注入 HPLC 進行定量分析，利用標準品之波峰面積(y 軸)和標準品之濃度(x 軸)進行線性回歸，並求得檢量線之方程式  $y = ax + b$  與相關係數  $R^2$ 。

### (七) 精密度試驗

以木蘭脂素濃度為 100 mg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以木蘭脂素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

### (八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售辛夷粉末，依辛夷檢品溶液製備方法平行製備 5 份辛夷檢品溶液，進樣測定，以木蘭脂素的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售辛夷粉末，依辛夷檢品溶液製備方法製備辛夷檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以木蘭脂素的含量為指標，求出相對標準差。

(九) 偵測極限與定量極限試驗

1. 偵測極限(Limit of Detection, LOD)：將已知濃度之標準品溶液不斷稀釋，並以訊號雜訊比為 $\geq 3:1$ 時之濃度，作為偵測極限估計值。
2. 定量極限(Limit of Quantitation, LOQ)：將已知濃度之標準品溶液不斷稀釋，並以訊號雜訊比為 $\geq 10:1$ 時之濃度，作為定量極限估計值。

(十) 添加回收率試驗

取已知木蘭脂素含量的辛夷材料粉末 5 份，每份準確稱取約 0.05 g，分別加入木蘭脂素 2.5 mg，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十一) HPLC 分析條件

1. 層析管：COSMOSIL 5C<sub>18</sub>-AR-II Column (250 × 4.6 mm, 5 mm)
2. 檢測波長：UV 278 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：30 °C
5. 注入量：10 µL
6. 移動相：

| 時間(min) | 乙腈(%) | 水(%) |
|---------|-------|------|
| 0       | 40    | 60   |
| 30      | 40    | 60   |

(十二) 臺灣市售辛夷含量測定

取 10 批市售辛夷藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 µL 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品木蘭脂素的百分含量。

(十三) UPLC 層析條件

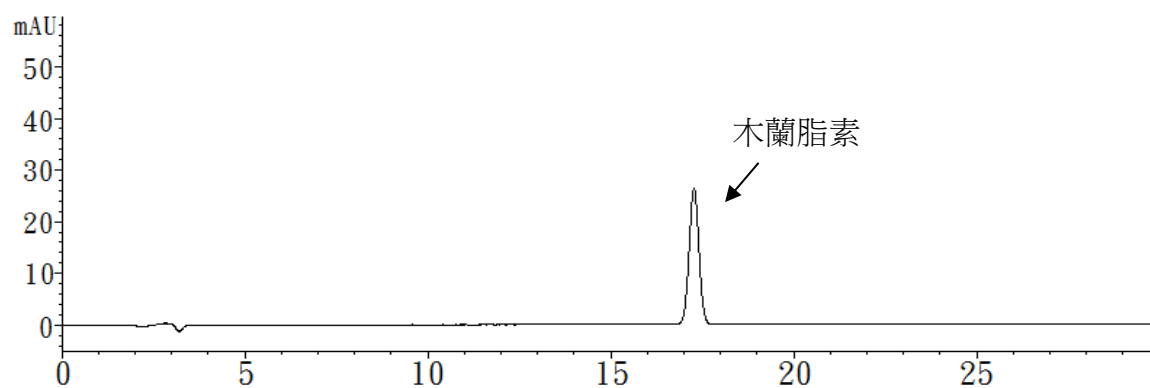
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 mm)
2. 檢測波長：278 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 mL
6. 移動相：

| 時間(min) | 乙腈(%) | 水(%) |
|---------|-------|------|
| 0       | 40    | 60   |
| 3       | 45    | 65   |
| 8       | 100   | 0    |

## 五、結果

### (一) 標準品木蘭脂素之 HPLC 層析

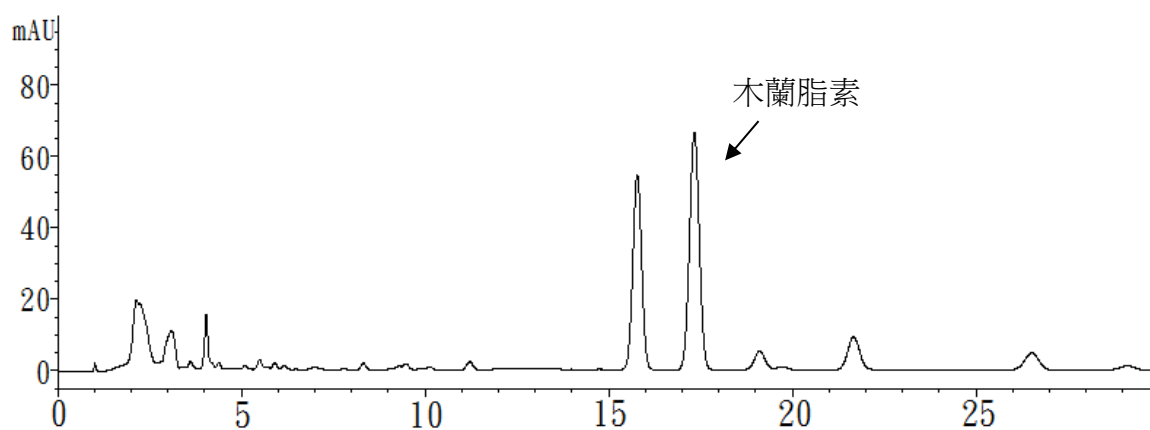
於滯留時間 17.3 分鐘處顯示木蘭脂素標準品波峰(圖一)。



圖一、木蘭脂素標準品溶液之 HPLC 層析圖

### (二) 市售辛夷檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 17.3 分鐘處顯示辛夷檢品中木蘭脂素波峰(圖二)。分離率為( $R$ )為 3.30，拖尾因子為( $T$ )為 1.01，均在系統適用性要求內。



圖二、市售辛夷檢品之 HPLC 層析圖

### (三) 最佳萃取溶媒評估

以甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得木蘭脂素的波峰面積最大，顯示甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

| 溶媒    | 波峰面積    | 最佳萃取 |
|-------|---------|------|
| 甲醇    | 1340.04 | √    |
| 75%甲醇 | 1325.74 |      |
| 50%甲醇 | 1177.90 |      |
| 乙醇    | 1201.41 |      |
| 75%乙醇 | 1242.48 |      |
| 50%乙醇 | 1204.99 |      |

### (四) 最佳萃取次數評估

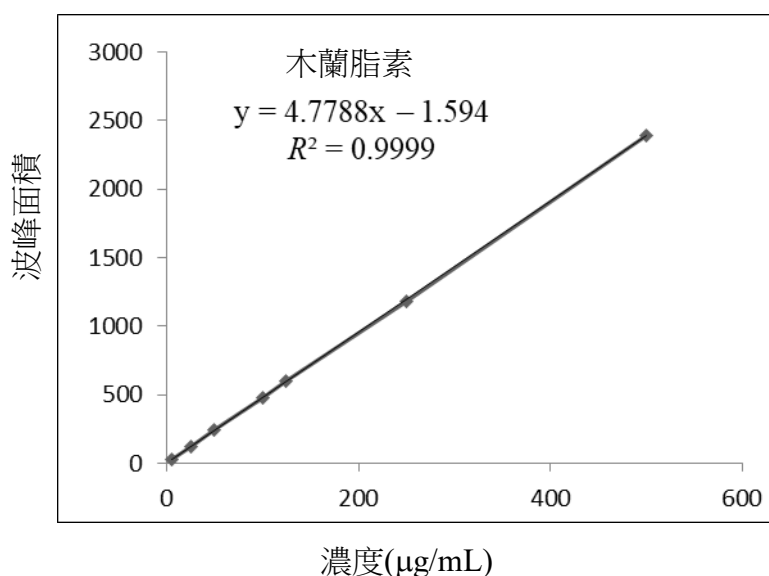
結果顯示萃取 2 次基本上已將木蘭脂素萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、辛夷檢品萃取次數評估

| 甲醇萃取次數 | 木蘭脂素波峰面積 |
|--------|----------|
| 第 1 次  | 1581.4   |
| 第 2 次  | 86.2     |
| 第 3 次  | N. D.    |

#### (五) 標準品木蘭脂素檢量線

經不同濃度木蘭脂素(x)對各自層析波峰面積的反應值(y)所得到的檢量線方程式為  $y = 4.7788x - 1.594$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 5.0 - 500  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖三)。



圖三、木蘭脂素之檢量線圖

表三、木蘭脂素之檢量線方程式

| 對照標準品 | 濃度(μg/mL) | 線性回歸方程式               | $R^2$  |
|-------|-----------|-----------------------|--------|
| 木蘭脂素  | 5.0 - 500 | $y = 4.7788x - 1.594$ | 0.9999 |

#### (六) 精密度試驗

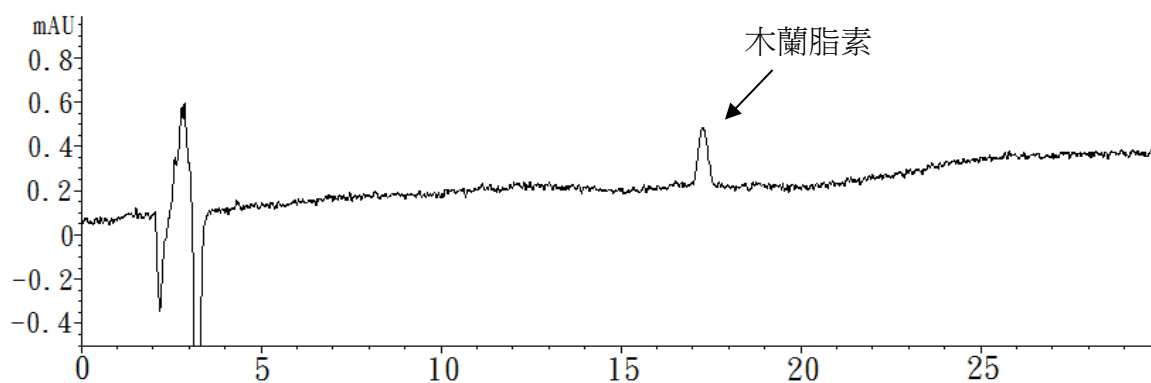
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，木蘭脂素精密度之相對標準差為 0.26%，在系統適用性要求內。

#### (七) 重複性與穩定性試驗

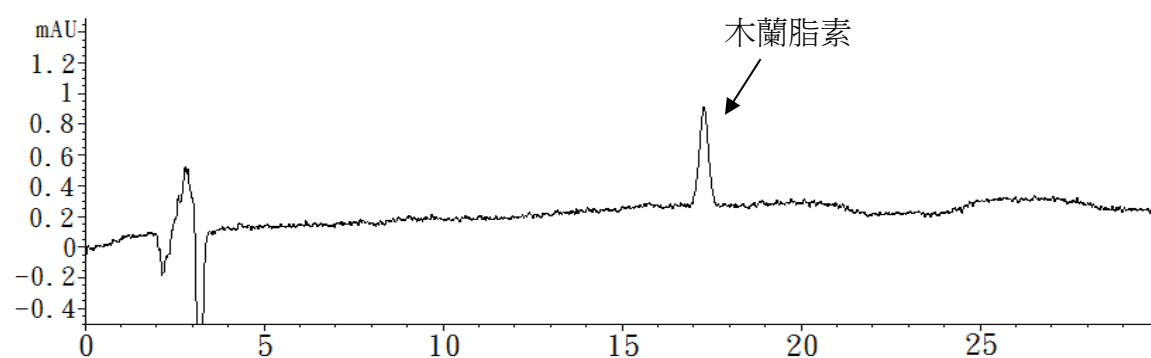
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，木蘭脂素重複性之相對標準差為 0.49%，在系統適用性要求內。木蘭脂素在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差為 0.59%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

木蘭脂素偵測極限為 1.0  $\mu\text{g/mL}$  (圖四)，定量極限為 2.5  $\mu\text{g/mL}$  (圖五)。



圖四、木蘭脂素之偵測極限層析圖



圖五、木蘭脂素之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

| 檢測項目       | 木蘭脂素                 |              |
|------------|----------------------|--------------|
|            | 濃度                   | R. S. D. (%) |
| 精密度 (n=5)  | 100 $\mu\text{g/mL}$ | 0.26         |
| 重複性 (n=5)  | 檢品溶液 (No. 5)         | 0.49         |
| 穩定性 (n=6)  | 檢品溶液 (No. 5)         | 0.59         |
| 偵測極限 (n=1) | 1.0 $\mu\text{g/mL}$ | —            |
| 定量極限 (n=1) | 2.5 $\mu\text{g/mL}$ | —            |

(九) 添加回收率試驗

木蘭脂素平均添加回收率為 98.1%，相對標準偏差為 2.69%。

表五、木蘭脂素添加回收率試驗

| 編號 | 藥材稱重<br>(g) | 含有量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 測得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收率<br>(%) | R. S. D.<br>(%) |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|-----------------|
| 1  | 0.050       | 2.565       | 2.5         | 5.047       | 99.28      | 98.10        | 2.69            |
| 2  | 0.051       | 2.565       | 2.5         | 5.075       | 100.40     |              |                 |
| 3  | 0.051       | 2.565       | 2.5         | 5.089       | 100.96     |              |                 |
| 4  | 0.050       | 2.565       | 2.5         | 4.935       | 94.80      |              |                 |
| 5  | 0.050       | 2.565       | 2.5         | 4.942       | 95.08      |              |                 |

(十) 臺灣市售辛夷含量測定

10 批辛夷藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，木蘭脂素的含量為 3.754 – 6.355%。建議辛夷藥材指標成分木蘭脂素的含量不得少於 2.50%。理論板數按木蘭脂素波峰計算應不低於 8000（實際值為 27000）。

表六、臺灣市售辛夷檢品之木蘭脂素含量

| 藥材編號(No.) | 木蘭脂素含量(%)   |
|-----------|-------------|
| 1 (NF)    | 6.211       |
| 2 (NJ)    | 4.891       |
| 3 (NN)    | 4.368       |
| 4 (NR)    | 6.355       |
| 5 (CA)    | 5.461       |
| 6 (SC)    | 4.924       |
| 7 (SE)    | 4.455       |
| 8 (SG)    | 4.950       |
| 9 (SUA)   | 5.816       |
| 10 (SUB)  | 3.754       |
| 平均值±S. D. | 5.119±0.837 |



(十一) 辛夷藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售辛夷檢品溶液各 10  $\mu$ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：COSMOSIL 5C<sub>18</sub>-AR-II Column (250  $\times$  4.6 mm, 5 mm)

2. 檢測波長：UV 278 nm

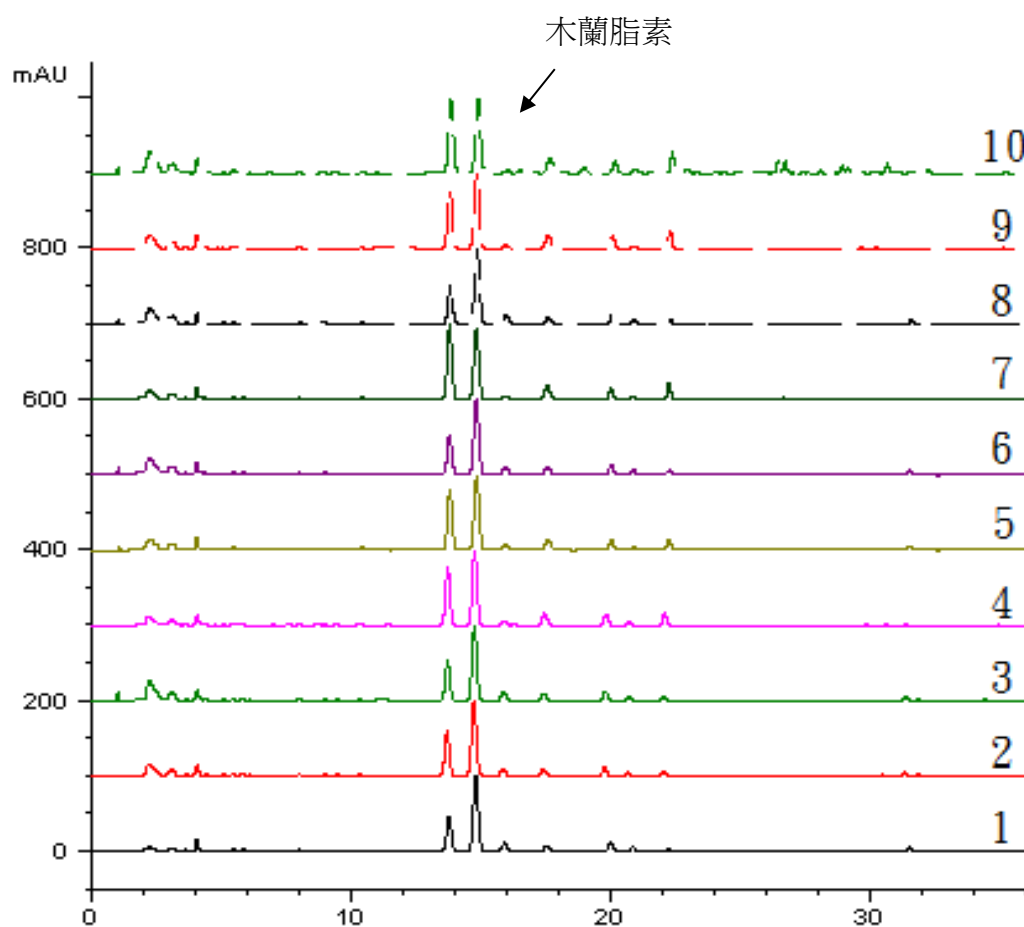
3. 流速：1.0 mL/min

4. 管柱溫度：30  $^{\circ}$ C

5. 注入量：10  $\mu$ L

6. 移動相：

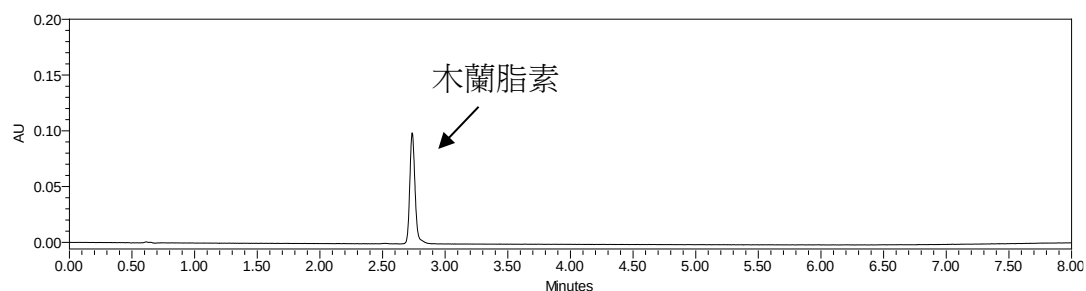
| 時間(min) | 乙腈(%) | 水(%) |
|---------|-------|------|
| 0       | 40    | 60   |
| 15      | 45    | 55   |
| 35      | 100   | 0    |



圖六、10 批辛夷藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品木蘭脂素之 UPLC 層析

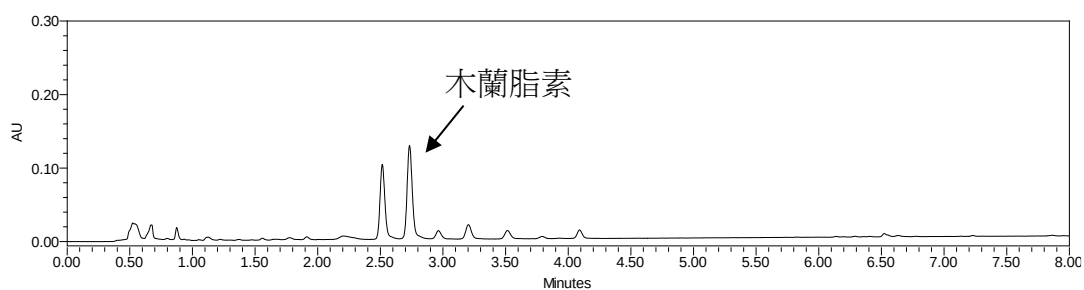
於滯留時間 2.73 分鐘處顯示木蘭脂素標準品的波峰(圖七)。



圖七、木蘭脂素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售辛夷檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.73 分鐘處顯示辛夷檢品中木蘭脂素的波峰(圖八)。

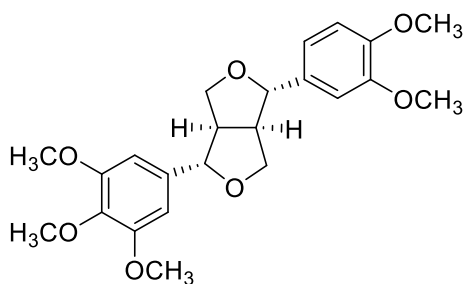


圖八、市售辛夷檢品之 UPLC 層析圖

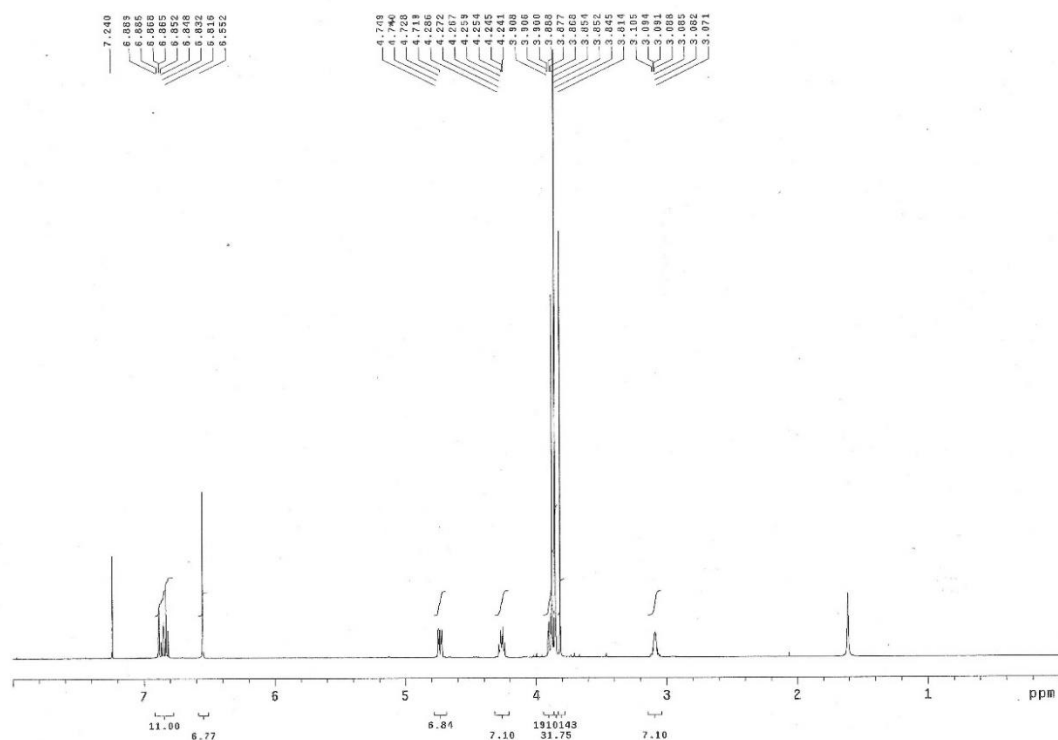
(十四) 木蘭脂素的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{23}H_{28}O_7$ ；分子量：416.47；熔點：90 – 91 °C；白色固體。

(十五) 木蘭脂素的結構

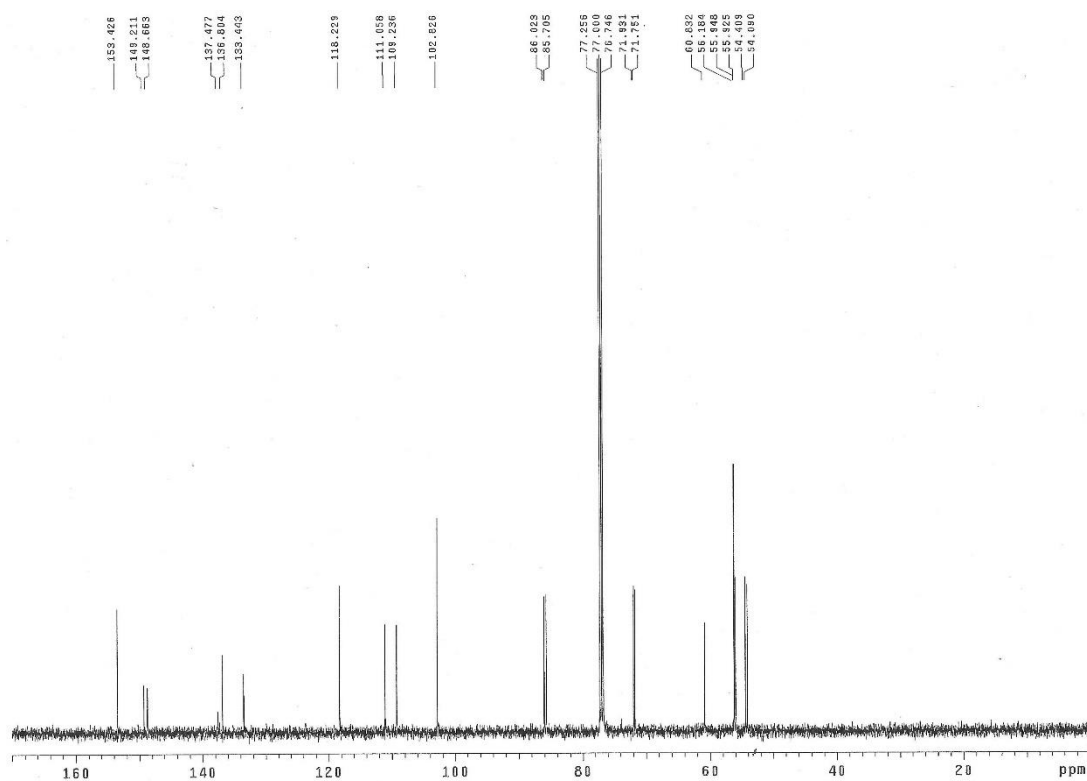


(十六) 木蘭脂素的  $^1\text{H}$  NMR 圖譜



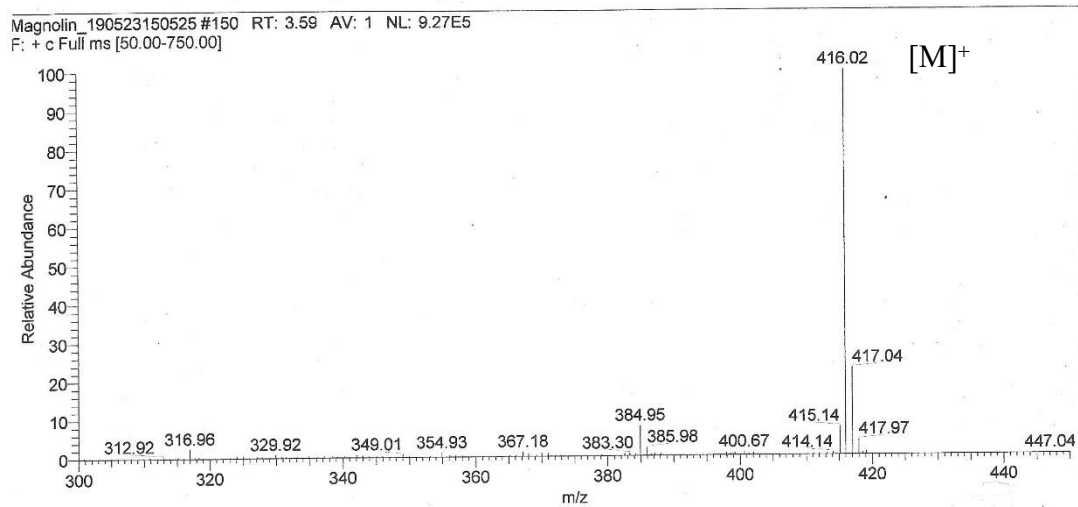
圖九、木蘭脂素的  $^1\text{H}$  NMR 圖譜( $\text{CDCl}_3$ )

(十七) 木蘭脂素的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜



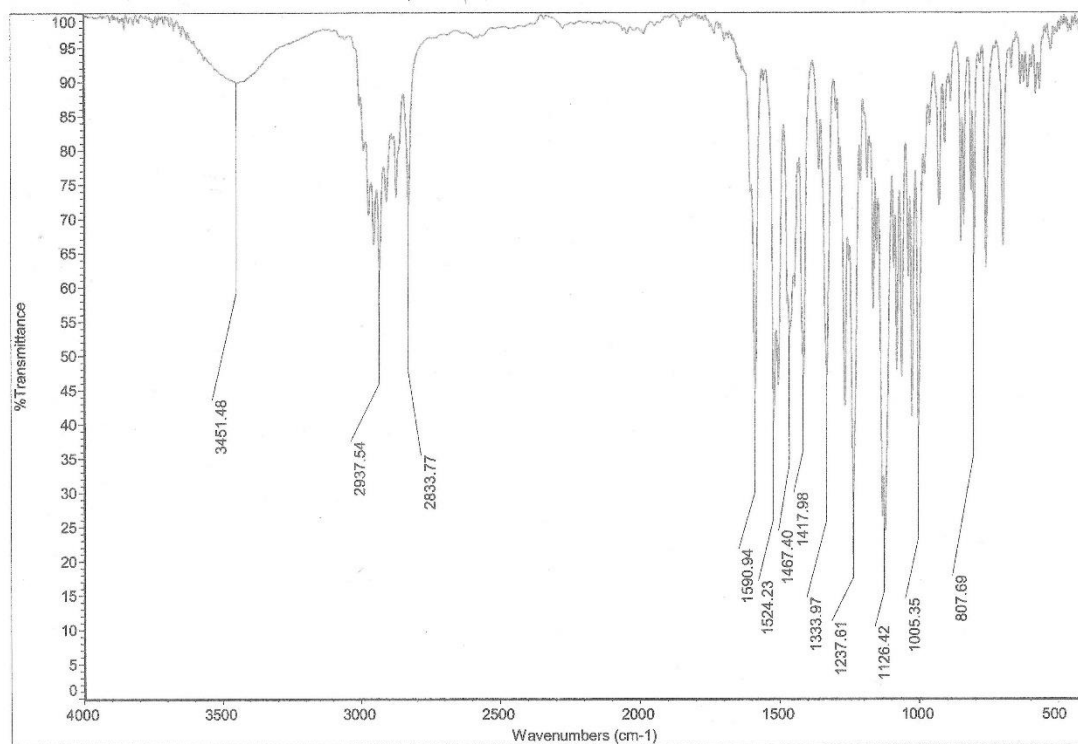
圖十、木蘭脂素的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜( $\text{CDCl}_3$ )

### (十八) 木蘭脂素的 EI-MS 圖譜



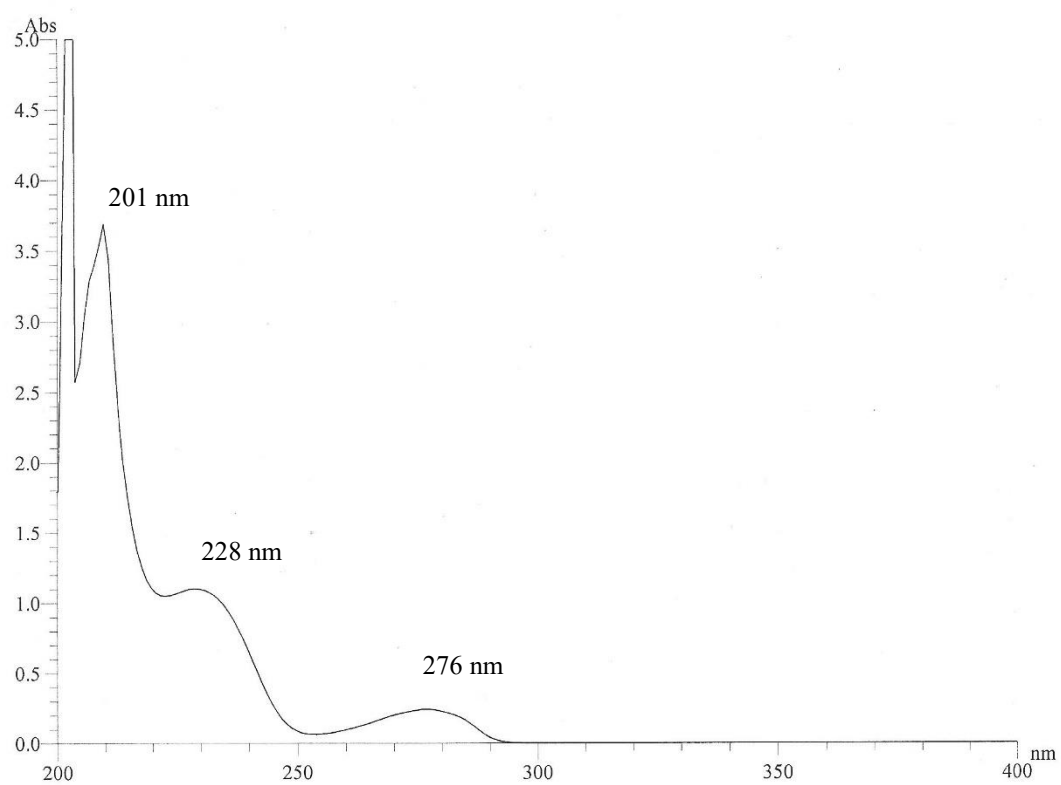
圖十一、木蘭脂素的 EI-MS 圖譜

### (十九) 木蘭脂素的 FTIR 圖譜



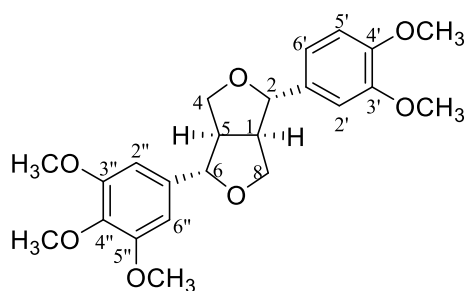
圖十二、木蘭脂素的 FTIR 圖譜

(二十) 木蘭脂素的 UV 圖譜



圖十三、木蘭脂素的 UV 圖譜

(二十一) 木蘭脂素的氫、碳化學位移



木蘭脂素

表七、木蘭脂素的氫、碳化學位移(CDC1<sub>3</sub>)<sup>a</sup>

| position             | d <sub>H</sub> (500 MHz) | d <sub>C</sub> (125 MHz) |
|----------------------|--------------------------|--------------------------|
| 1                    | 3.09 (m)                 | 54.1                     |
| 2                    | 4.74 (d, 4.5)            | 85.7                     |
| 4                    | 3.89 (m), 4.26 (m)       | 71.8                     |
| 5                    | 3.09 (m)                 | 54.4                     |
| 6                    | 4.72 (d, 4.5)            | 86.0                     |
| 8                    | 3.89 (m), 4.26 (m)       | 71.9                     |
| 1'                   | –                        | 133.4                    |
| 2'                   | 6.89 (d, 2.0)            | 109.2                    |
| 3'                   | –                        | 149.2                    |
| 4'                   | –                        | 148.7                    |
| 5'                   | 6.82 (d, 8.0)            | 111.1                    |
| 6'                   | 6.86 (dd, 2.0, 8.0)      | 118.2                    |
| 1''                  | –                        | 136.8                    |
| 2''                  | 6.55 (s)                 | 102.8                    |
| 3''                  | –                        | 153.4                    |
| 4''                  | –                        | 137.5                    |
| 5''                  | –                        | 153.4                    |
| 6''                  | 6.55 (s)                 | 102.8                    |
| 3'-OCH <sub>3</sub>  | 3.88 (s)                 | 55.9                     |
| 4'-OCH <sub>3</sub>  | 3.85 (s)                 | 55.9                     |
| 3''-OCH <sub>3</sub> | 3.85 (s)                 | 56.2                     |
| 4''-OCH <sub>3</sub> | 3.81 (s)                 | 60.8                     |
| 5''-OCH <sub>3</sub> | 3.85 (s)                 | 56.2                     |

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

## 辛夷

生藥名：MAGNOLIAE FLOS

英文名：Magnolia Flower Bud

基 原：本品為木蘭科 Magnoliaceae 植物望春玉蘭 *Magnolia biondii* Pamp.、玉蘭 *Magnolia denudata* Desr.或武當玉蘭 *Magnolia sprengeri* Pamp.之乾燥花蕾。

### 一、方法

(一) 檢品溶液 【萃取方法 1】(香港中藥材標準第二冊) ✓

——取本品粉末 1.0 g，置離心管中，加甲醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，離心 10 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。

【萃取方法 2】(臺灣中藥典第三版 2018)

——取本品粉末 1.0 g，置濃縮瓶中，加甲醇 10 mL，加熱迴流 30 分鐘，俟冷卻後過濾，定容至 10 mL，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 取木蘭脂素(Magnolin)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 各含 1.0 mg 的溶液，作為對照標準品溶液。

(三) 薄 層 板 HPTLC silica gel 60 F<sub>254</sub>，10 cm × 10 cm、20 cm × 10 cm

(四) 展 開 劑 【展開劑 1】(臺灣中藥典第三版 2018)(香港中藥材標準第二冊)

——二氯甲烷：乙醚 (5：1)

【展開劑 2】(自行開發 1)

——正己烷：乙酸乙酯 (1：1)

【展開劑 3】(自行開發 2) ✓

——甲苯：乙醚 (1：1)

【展開劑 4】(自行開發 3)

——乙醚：乙酸乙酯 (5：1)

(五) 展 開 槽 10 cm × 10 cm、20 cm × 10 cm

(六) 展 開 展開槽預先平衡 15 分鐘，上行展開，展開距離 8 cm。

(七) 顯色&檢視 以 10%硫酸乙醇試液(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/EtOH TS)噴霧後，105 °C 加熱至條帶顯色清晰，於可見光照射下檢視。

## 二、萃法選擇及濃度測試

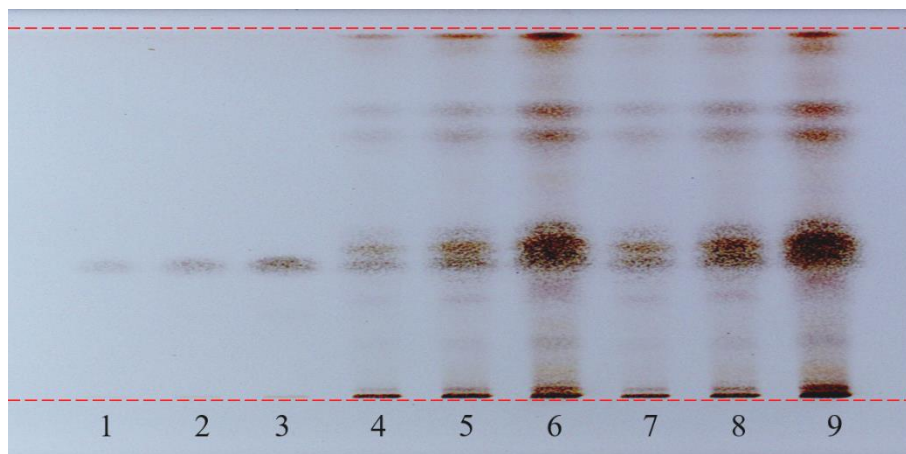
實驗日期：109/04/07

相對溼度(RH)：54%

溫度(RT)：25.1 °C

【展開劑 3】（自行開發 2）——甲苯：乙醚（1：1）

—HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



| 編號      | 名稱              | 點注量             |
|---------|-----------------|-----------------|
| 1, 2, 3 | 木蘭脂素(1.0 mg/mL) | 1, 2, 5 $\mu$ L |
| 4, 5, 6 | 檢品溶液 7【萃取方法 1】  | 1, 2, 5 $\mu$ L |
| 7, 8, 9 | 檢品溶液 7【萃取方法 2】  | 1, 2, 5 $\mu$ L |

建議萃法：2 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出標準品木蘭脂素，由於超音波振盪萃法較便利，故採用【萃取方法 1】。

建議點注量：木蘭脂素標準品溶液 5  $\mu$ L，檢品溶液【萃取方法 1】2  $\mu$ L。



### 三、溶媒系統選擇

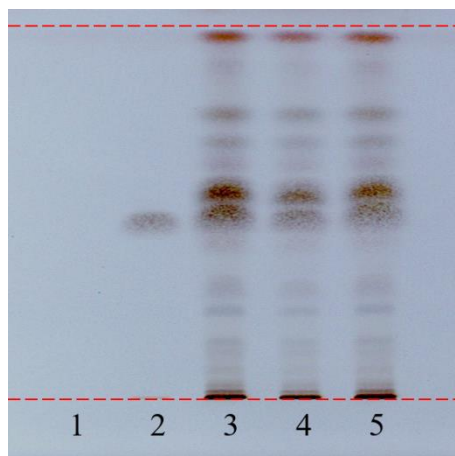
實驗日期：109/04/07

相對溼度(RH)：54%

溫度(RT)：25.1 °C

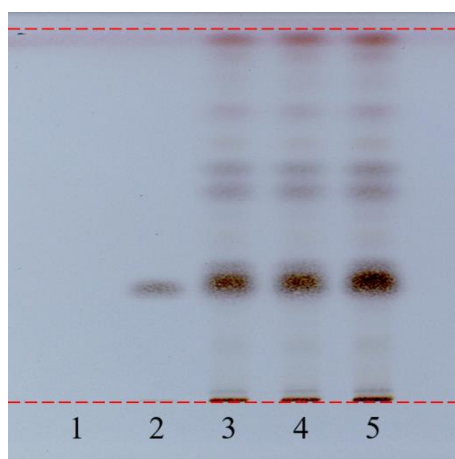
【展開劑 1】(臺灣中藥典第三版 2018)(香港中藥材標準第二冊)——二氯甲烷：  
乙醚 (5：1)

【萃取方法 1】(香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見  
光檢出(木蘭脂素  $R_f$  值為 0.48)



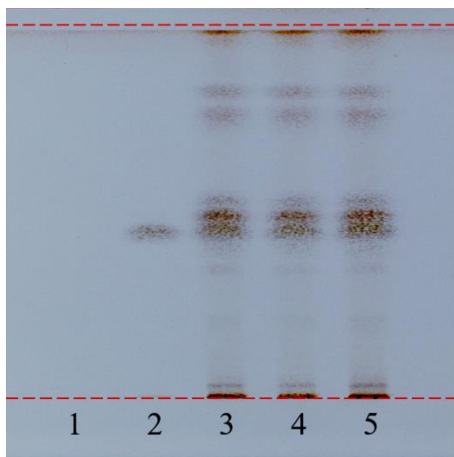
【展開劑 2】(自行開發 1)——正己烷：乙酸乙酯 (1：1)

【萃取方法 1】(香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見  
光檢出(木蘭脂素  $R_f$  值為 0.3)



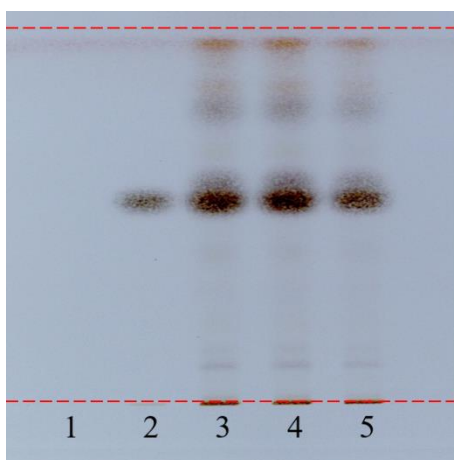
【展開劑 3】 (自行開發 2)——甲苯：乙醚 (1：1) ✓

【萃取方法 1】 (香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出(木蘭脂素  $R_f$  值為 0.45)



【展開劑 4】 (自行開發 3)——乙醚：乙酸乙酯 (5：1)

【萃取方法 1】 (香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出(木蘭脂素  $R_f$  值為 0.57)



1：Blank

2：木兰脂素

3，4：檢品溶液 7

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式及【展開劑 3】展開條件下，由於有較明顯分離之條帶，故採用自行開發 2 之【展開劑 3】。

#### 四、觀察方式選擇

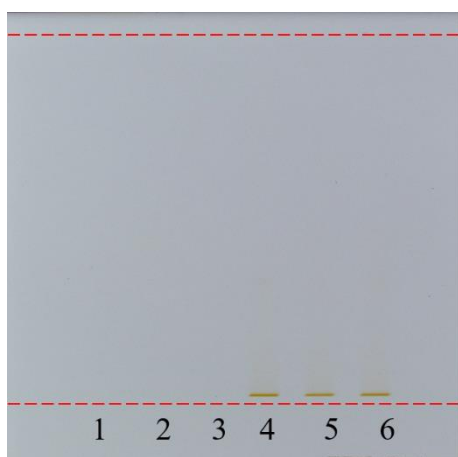
實驗日期：109/03/24

相對溼度(RH)：45%

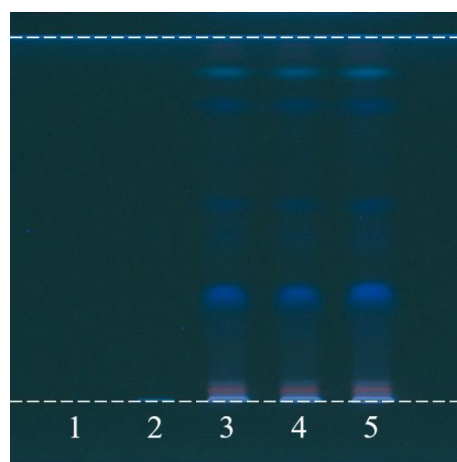
溫度(RT)：26.1 °C

【展開劑 3】 (自行開發 2)——甲苯：乙醚 (1：1)

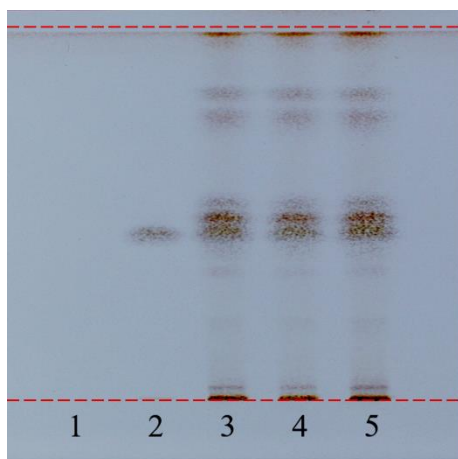
【萃取方法 1】(香港中藥材標準第二冊) —HPTLC 可見光檢出



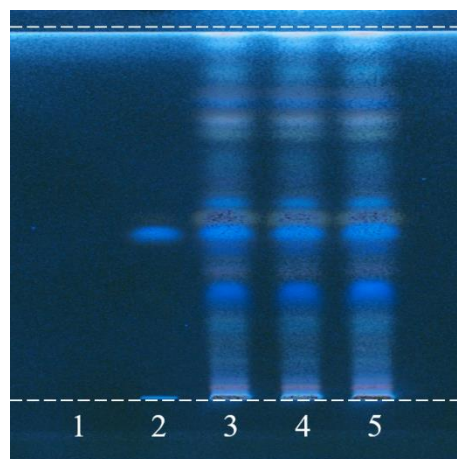
【萃取方法 1】(香港中藥材標準第二冊) —HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



【萃取方法 1】(香港中藥材標準第二冊) —HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出✓



【萃取方法 1】(香港中藥材標準第二冊) —HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



1：Blank

2：木蘭脂素

3，4：檢品溶液 7

5：Spike

建議觀察方式：於 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢視下，有較明顯分離之條帶。

## 五、十批辛夷樣品檢測

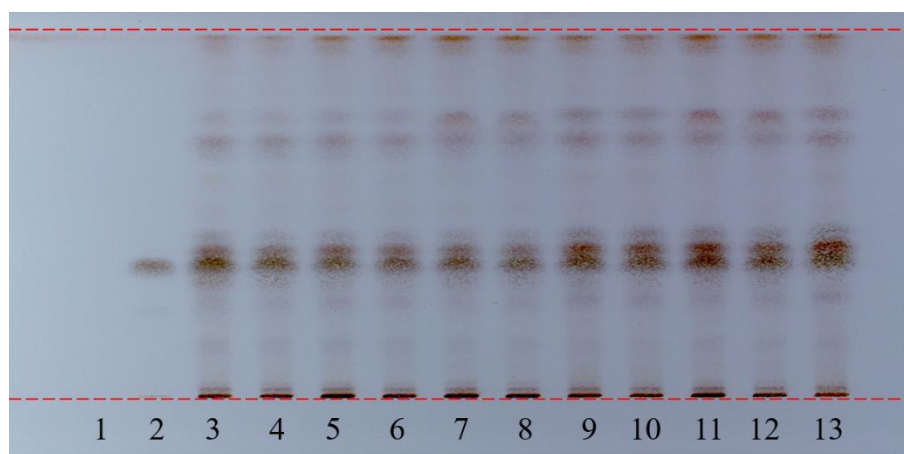
實驗日期：109/04/08

相對溼度(RH)：49%

溫度(RT)：24.6 °C

【展開劑 3】(自行開發 2)——甲苯：乙醚 (1：1)

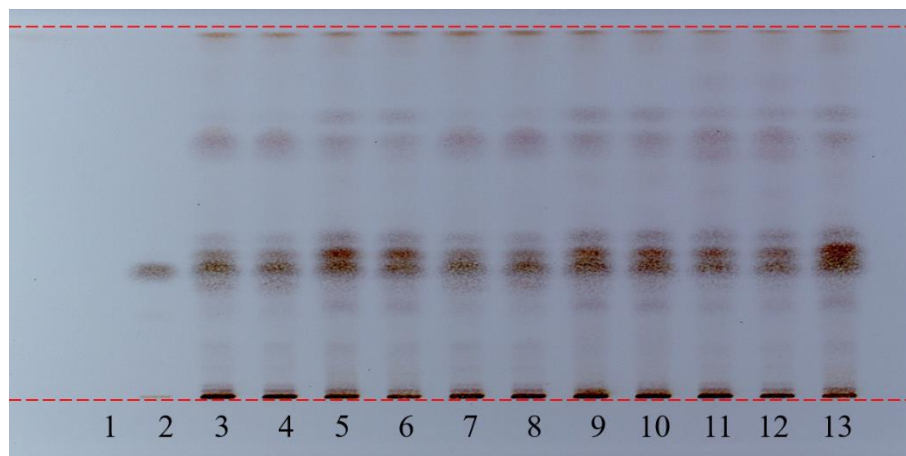
【萃取方法 1】(香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



|         |                 |
|---------|-----------------|
| 1       | Blank           |
| 2       | 木蘭脂素(1.0 mg/mL) |
| 3 , 4   | 檢品溶液 1 (NF)     |
| 5 , 6   | 檢品溶液 2 (NJ)     |
| 7 , 8   | 檢品溶液 3 (NN)     |
| 9 , 10  | 檢品溶液 4 (NR)     |
| 11 , 12 | 檢品溶液 5 (CA)     |
| 13      | Spike (檢品溶液 7)  |

【展開劑 3】(自行開發 2)——甲苯：乙醚 (1：1)

【萃取方法 1】(香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



|       |                 |
|-------|-----------------|
| 1     | Blank           |
| 2     | 木蘭脂素(1.0 mg/mL) |
| 3，4   | 檢品溶液 6 (SC)     |
| 5，6   | 檢品溶液 7 (SE)     |
| 7，8   | 檢品溶液 8 (SG)     |
| 9，10  | 檢品溶液 9 (SUA)    |
| 11，12 | 檢品溶液 10 (SUB)   |
| 13    | Spike (檢品溶液 7)  |

結論與建議：以【萃取方法 1】方式，以自行開發 2 之【展開劑 3】分離與檢出木蘭脂素較佳，於 10%硫酸/乙醇顯色後於可見光下檢視較佳。