

# 雞冠花

## ( CELOSIAE CRISTATAE FLOS)

<b>雞冠花 MI</b> .....	2
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
<b>雞冠花 HPLC</b> .....	8
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
<b>雞冠花 TLC</b> .....	27
一、方法.....	27
二、萃法選擇及濃度測試.....	28
三、溶媒系統選擇.....	29
四、觀察方式選擇.....	30
五、十批雞冠花藥材樣品檢測.....	31

# 雞冠花 MI

## 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雞冠花的乾燥花序。

## 二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：雞冠花

生藥名：CELOSIAE CRISTATAE FLOS

英文名：Cockscomb Flower

基原：本品為莧科 *Amaranthaceae* 植物雞冠花 *Celosia cristata* L. 之乾燥花序。

採收加工：秋季花盛開、種子逐漸發黑成熟時採收曬乾，即得。

藥材性狀：本品為穗狀花序，多扁平而肥厚，呈雞冠狀，長 8~25 cm，寬 5~20 cm，上緣寬，具皺摺，密生多數細小線狀鱗片，下端漸窄而薄，常殘留扁平的莖。表面紅色、紫紅色或黃白色。中部以下密生多數小花，每花宿存的苞片和花被片均呈膜質。果實為蒴果，蓋果蓋裂，內有細小黑色種子，呈扁圓腎形，平滑有光澤。體輕，質柔韌。氣微，味淡。

生長分佈：一年生草本植物。喜溫暖乾燥氣候，怕乾旱，喜陽光，怕積水，不耐寒，耐貧瘠，對土壤要求不嚴，一般土壤庭院都能種植。花期 8~9 月，果期 9~10 月。廣布於世界各地溫暖地區；藥材於中國及臺灣皆有產。

## 三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 本品花序梗橫切面，表皮細胞 1 列，細胞小型，排列緊密。
2. 皮層狹窄，外側有數列厚角組織。
3. 韌皮部窄。
4. 形成層明顯成環。
5. 木質部發達，由導管、木纖維及木質部薄壁細胞組成，導管單個或成群散在。
6. 髓部寬廣，並立型維管束散落在髓部外側。
7. 草酸鈣砂晶存在於皮層或髓部薄壁細胞處。

## 四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末淡棕色。
2. 種皮表皮細胞紅棕色，多角形，具有網狀增厚紋理。

3. 果皮表皮細胞類長方形，壁稍厚，具網狀或條紋狀增厚。
4. 花序梗表皮細胞類長方形或多角形，排列整齊，壁薄。
5. 導管多為螺紋導管，亦可見網紋導管，直徑 7~50  $\mu\text{m}$ 。
6. 纖維較細長，末端漸尖，直徑 5~22  $\mu\text{m}$ ，壁薄，無木質化或微木質化，有斜紋孔。偏光顯微鏡下呈亮白色。
7. 草酸鈣砂晶存在於薄壁細胞中，極細小；偏光顯微鏡下呈亮白色至多色。
8. 花粉粒散孔型，圓球形，直徑 13~30  $\mu\text{m}$ ，外壁有細小突起。

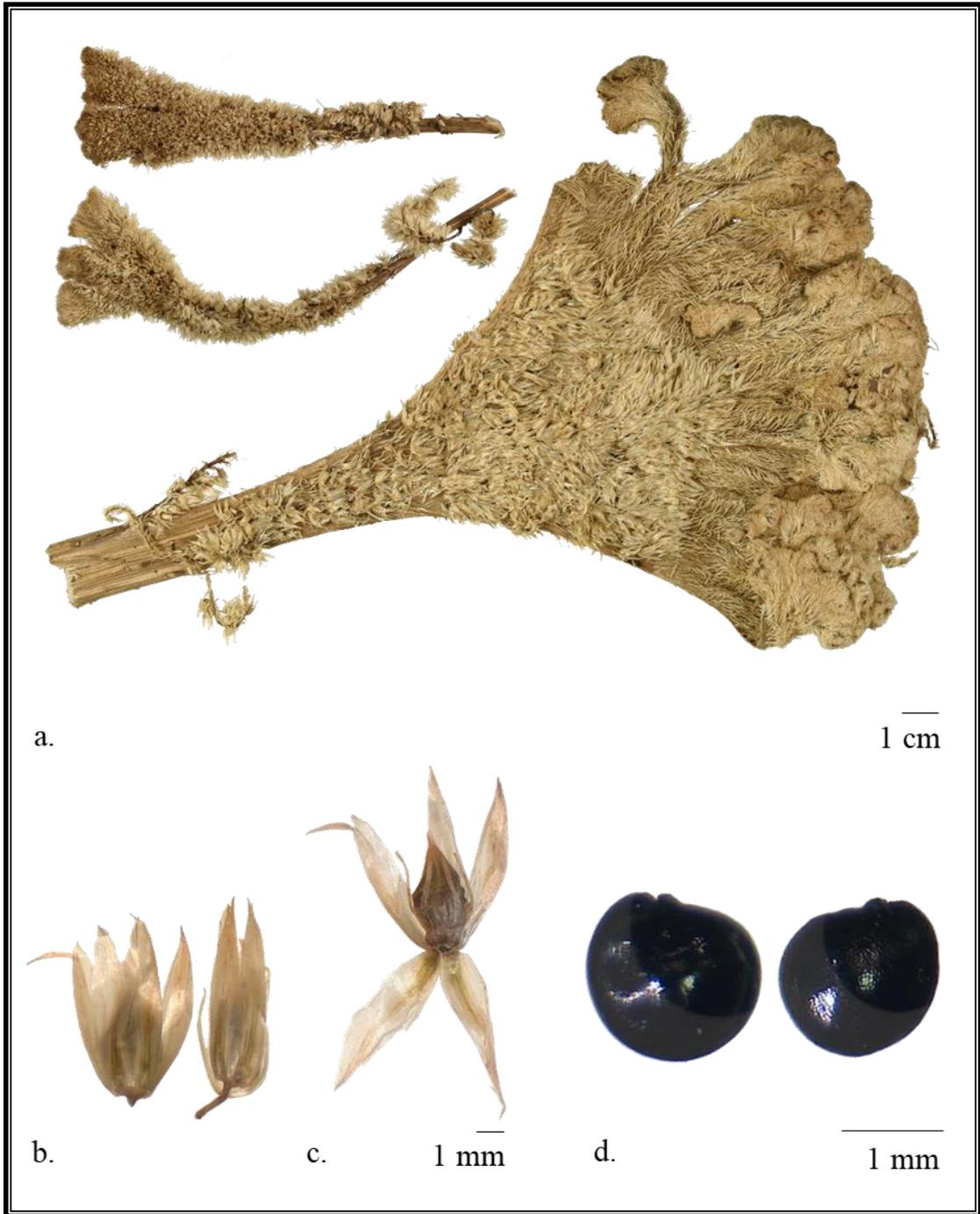


圖 1 雞冠花藥材圖

a.藥材圖 b.花 c.花展開圖 d.種子放大圖

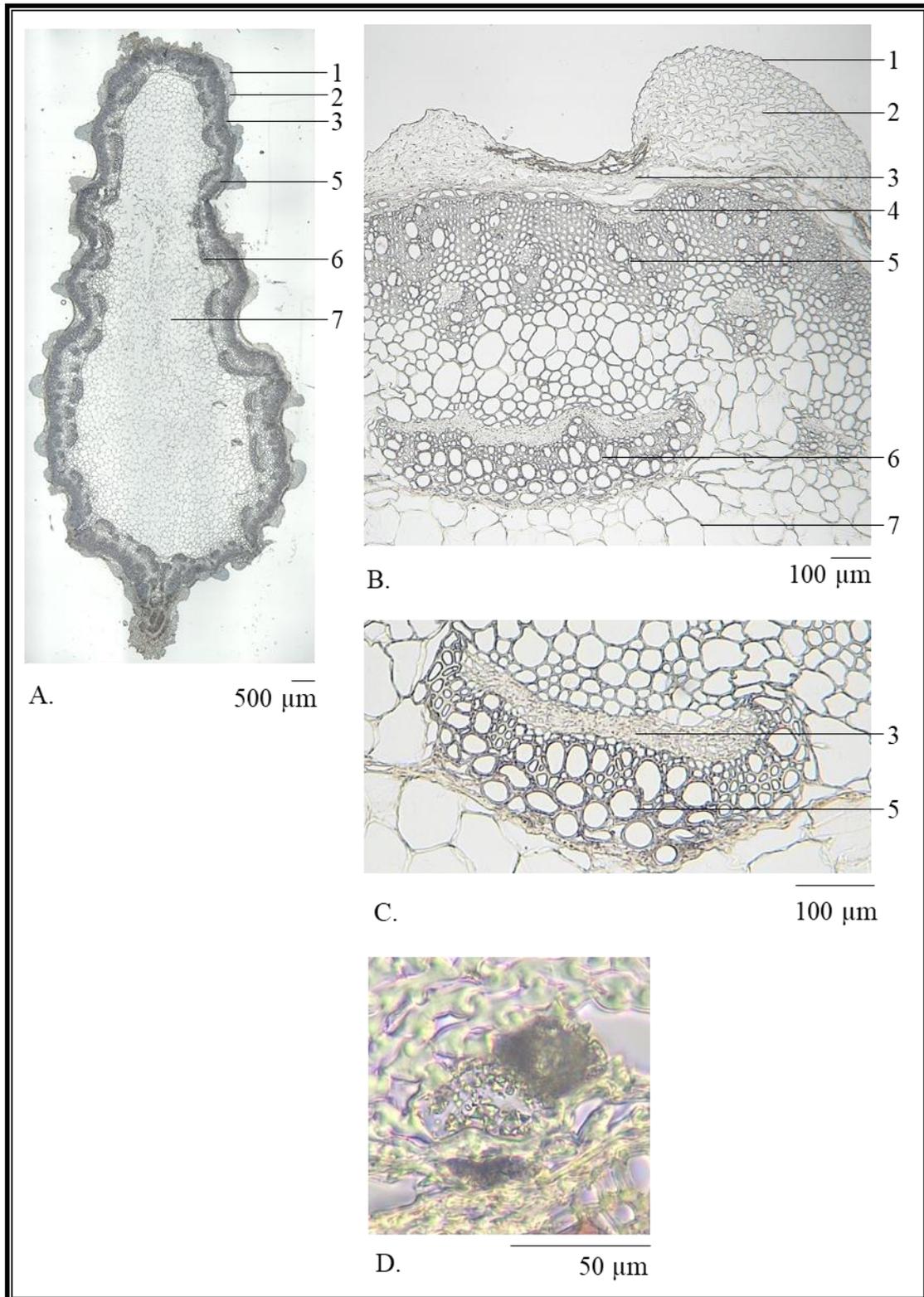


圖 2 雞冠花總花梗橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.並立型維管束 D.草酸鈣砂晶

1.表皮 2.厚角細胞 3.韌皮部 4.形成層 5.木質部 6.並立型維管束 7.髓

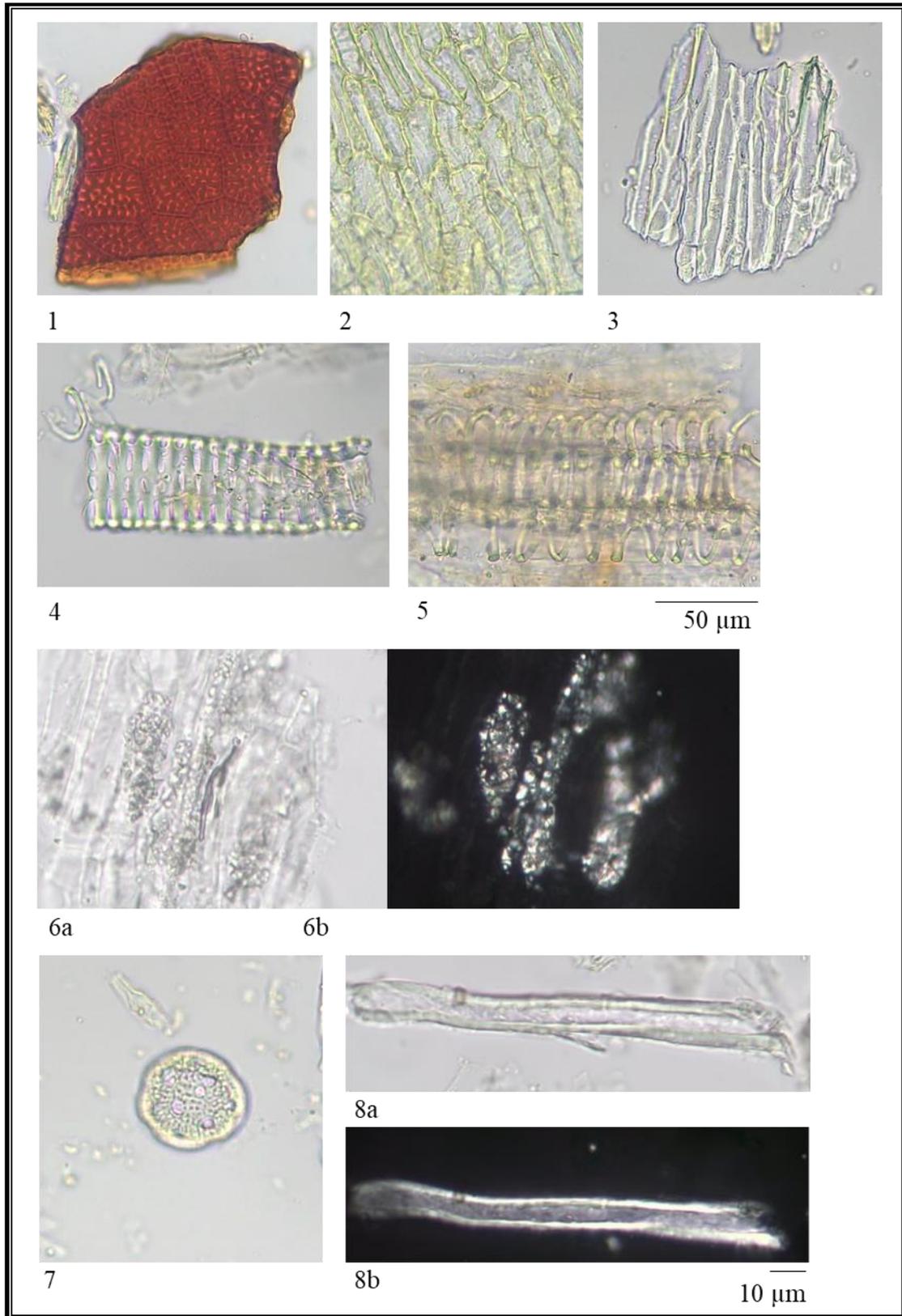


圖 3 雞冠花粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 種皮細胞 2. 果皮細胞 3. 花梗表皮細胞 4. 網紋導管 5. 螺旋導管

6. 草酸鈣砂晶 7. 花粉粒 8. 纖維

## 參考文獻

1. 衛生福利部臺灣中藥典第四版編輯工作小組(2021)。臺灣中藥典第四版。臺北市：衛生福利部。426 頁。
2. 張永勳、何玉玲(主編)(2015)。臺灣市售易混淆中藥鑑別圖鑑。臺北市：衛生福利部。242~244 頁。
3. 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(2014)。香港中藥材標準第六冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。199~210 頁。
4. 國家藥典委員會(2020)。中華人民共和國藥典 2020 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。203 頁。
5. 范崔生(主編)(1995)。中藥採收鑑別應用全書。江西科學技術出版社。315 頁。
6. 肖培根(主編)(2002)。新編中藥志第二卷。北京：化學工業出版社。723~725 頁。
7. 中國藥品生物製品檢定所、廣東省藥品檢驗所(1999)。中國中藥材真偽鑑別圖典〔4〕：常用花葉、全草、動礦物及其他藥材分冊。廣東科技出版社。5~6 頁。
8. 陳士林、林余霖(主編)(2013)。中藥飲片標準圖鑑。福州：海峽出版發行集團·福建科學技術出版社。345~346 頁。
9. 趙中振、陳虎彪(主編)(2016)。中藥顯微鑑定圖典。福建科學技術出版社。290 頁。
10. 王滿恩、趙昌(主編)(2019)。飲片驗收經驗。山西科學技術出版社。331 頁。
11. 黃璐琦(主編)(2018)。中國中藥材種子原色圖典。海峽出版發行集團·福建科學技術出版社。74~75 頁。
12. 黃璐琦、姚霞(主編)(2020)。新編中國藥材學第二卷。中國醫藥科技出版社。199~201 頁。
13. 中國科學院中國植物誌編輯委員會(1979)。中國植物志 25(2)。科學出版社。201 頁。
14. 陳龍、梁子寧、朱華、羅旭艷(2014)。雞冠花的生藥學研究。廣西中醫藥, 37(5)。69~70 頁。

# 雞冠花 HPLC

## 一、材料

購置於臺灣各地中藥店雞冠花藥材共 10 批。

## 二、儀器及層析管柱

### (一) HPLC 儀器及層析管柱

Shimadzu LC-2040C 3D, 包含 Quaternary pump、Autosampler、Thermostatted column compartment、Diode-Array Detector；層析管柱 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)。

### (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 x 2.1 mm, 1.7 μm)。

## 三、實驗藥品及試劑來源

### (一) 試劑

甲醇(HPLC grade)購置於 Duksan Pure Chemicals Co., Ltd；乙醇(95%)購置於台糖公司；磷酸(≥85%)、鹽酸(37%)皆購置於 Merck。

### (二) 對照標準品

山柰素(Kaempferol)、異鼠李素(Isorhamnetin)購置於普思生物科技公司，純度 98%以上。

## 四、方法

### (一) 最佳萃取條件評估

取本品粉末(過 No. 20 篩網)2 份，每份準確稱取約 0.5 g，準確加入乙醇：水：鹽酸(25:10:4)混和溶液 20 mL，分別加熱迴流 30 分鐘、60 分鐘，冷卻後以 No. 1 濾紙過濾，取濾液移入 20 mL 之容量瓶中，加入溶媒至刻度。搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得山柰素及異鼠李素最大波峰面積為雞冠花藥材最佳萃取條件。

### (二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過 No. 20 篩網)約 0.5 g，準確加入乙醇：水：鹽酸(25:10:4)混和溶液 20 mL，加熱迴流 30 分鐘，冷卻後以 No. 1 濾紙過濾，取濾液移入 20 mL 之容量瓶中，加入溶媒至刻度。搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，即得，殘渣部分重複萃取數次。每針 10 μL 注入 HPLC。

### (三) 對照標準品溶液

1. 準確稱取對照標準品山柰素 3.0mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含山柰素 300  $\mu\text{g}$  的對照標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至山柰素 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  製成對照標準品溶液。
2. 準確稱取對照標準品異鼠李素 2.0 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 異鼠李素 200  $\mu\text{g}$  的對照標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至異鼠李素 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  製成對照標準品溶液。

#### (四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過 No.20 篩網)約 0.5 g，準確加入乙醇：水：鹽酸 (25:10:4)混和溶液 20 mL，加熱迴流 30 分鐘，以 No.1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，移入 50 mL 之容量瓶中，加乙醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22  $\mu\text{m}$ )，即得。

#### (五) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10  $\mu\text{L}$ ，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中雞冠花的含量，即得。

#### (六) 檢量線

1. 準確吸取山柰素對照標準品儲備液適量(300  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )，以甲醇稀釋成含山柰素分別為 150、100、50、30、20、15、5.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的對照標準品溶液。以上溶液各取 10  $\mu\text{L}$  分別注入 HPLC 進行定量分析，利用對照標準品之波峰面積(y 軸)和對照標準品之濃度(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  $R^2$ 。
2. 準確吸取異鼠李素對照標準品儲備液適量(200  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )，以甲醇稀釋成含異鼠李素分別為 100、50、25、10、5.0、1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的對照標準品溶液。以上溶液各取 10  $\mu\text{L}$  分別注入 HPLC 進行定量分析，利用對照標準品之波峰面積(y 軸)和對照標準品之濃度(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

1. 以山柰素為 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以山柰素的波峰面積為指標，求出相對標準差。
2. 以異鼠李素為 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以異鼠李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：取同一批市售雞冠花藥材粉末，依雞冠花藥材檢品溶液製備方法平行製備 5 份雞冠花藥材檢品溶液，進樣測定，以山柰素及異鼠李素的含

量(%)為指標，求出相對標準差。

2. 穩定性：取同一批市售雞冠花藥材粉末，依雞冠花藥材檢品溶液製備方法製備雞冠花藥材檢品溶液，分別在 0、2、4、8、24 小時進樣測定，以山柰素及異鼠李素的含量為指標，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 Quantification, 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

1. 取已知山柰素含量的雞冠花藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.2 g，分別加入山柰素 4.0 mg，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知異鼠李素含量的雞冠花藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.2 g，分別加入 2 mL 異鼠李素溶液(100  $\mu\text{g/mL}$ )，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：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (250  $\times$  4.6 mm, 5  $\mu\text{m}$ )
2. 檢測波長：UV 365 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35  $^{\circ}\text{C}$
5. 注入量：10  $\mu\text{L}$
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.2%磷酸(%)
0	55	45
25	55	45

#### (十二) 臺灣市售雞冠花藥材含量測定

取 10 批市售雞冠花藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10  $\mu\text{L}$  連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品山柰素及異鼠李素的百分比含量。

(十三) 雞冠花檢品之 UPLC 分析條件

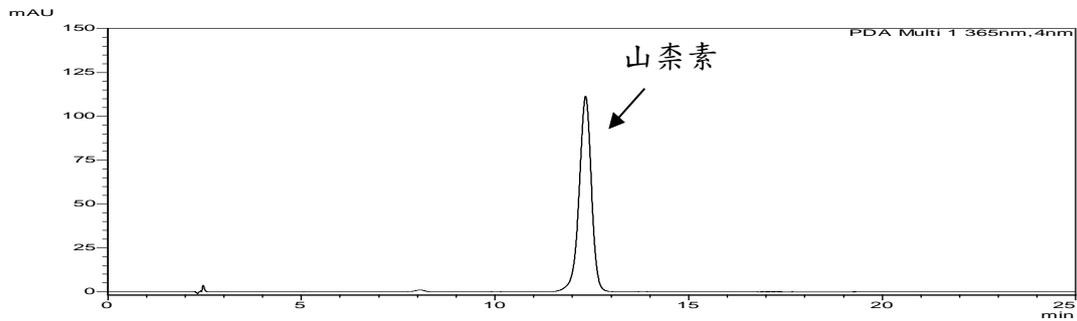
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7  $\mu$ m)
2. 檢測波長：UV 365 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1  $\mu$ L
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.2%磷酸(%)
0	55	45
10	55	45

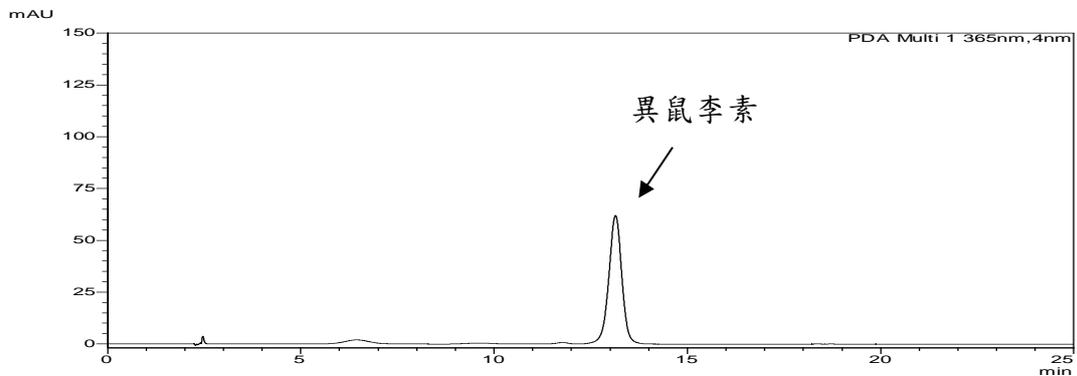
## 五、結果

### (一) 對照標準品山柰素與異鼠李素之 HPLC 層析

於滯留時間 12.3 分鐘處顯示山柰素對照標準品波峰(圖一)，於滯留時間 13.1 分鐘處顯示異鼠李素對照標準品波峰(圖二)。



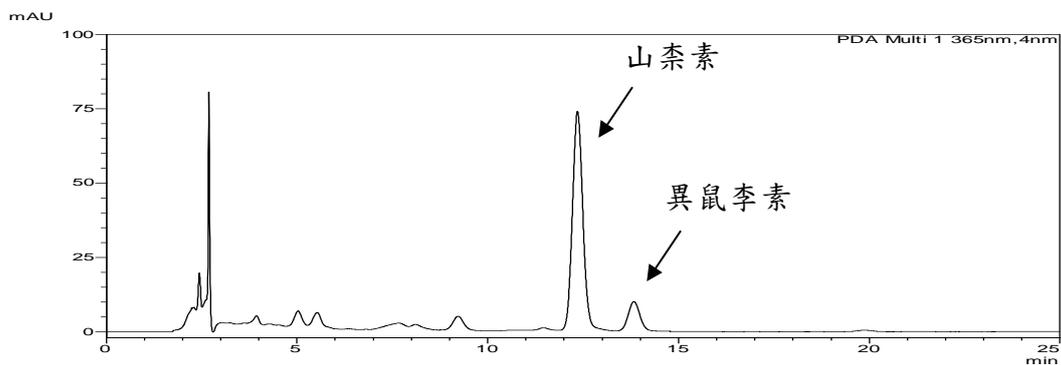
圖一、山柰素對照標準品溶液之 HPLC 層析圖



圖二、異鼠李素對照標準品溶液之 HPLC 層析圖

### (二) 市售雞冠花藥材檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 12.4 與 13.8 分鐘處顯示雞冠花藥材檢品中山柰素與異鼠李素波峰(圖三)。山柰素分離率( $R$ )為 1.9，拖尾因子( $T$ )為 1.0；異鼠李素分離率( $R$ )為 2.8，拖尾因子( $T$ )為 1.0，均在系統適用性要求內。



圖三、市售雞冠花藥材檢品之 HPLC 層析圖

### (三) 最佳萃取條件評估

比較加熱迴流 30 分鐘與 60 分鐘時，加熱迴流 60 分鐘時每克藥材重量所得山柰素及異鼠李素的波峰面積最大，但因兩者之每克藥材重量所得山柰素及異鼠李素的波峰面積差異不大，故選擇加熱迴流 30 分鐘為最佳萃取條件(表一)。

表一、萃取條件評估

萃取方式	山柰素波峰面積	異鼠李素波峰面積	最佳萃取條件
30 分鐘	933368	164380	√
60 分鐘	1264554	184527	

### (四) 最佳萃取次數評估

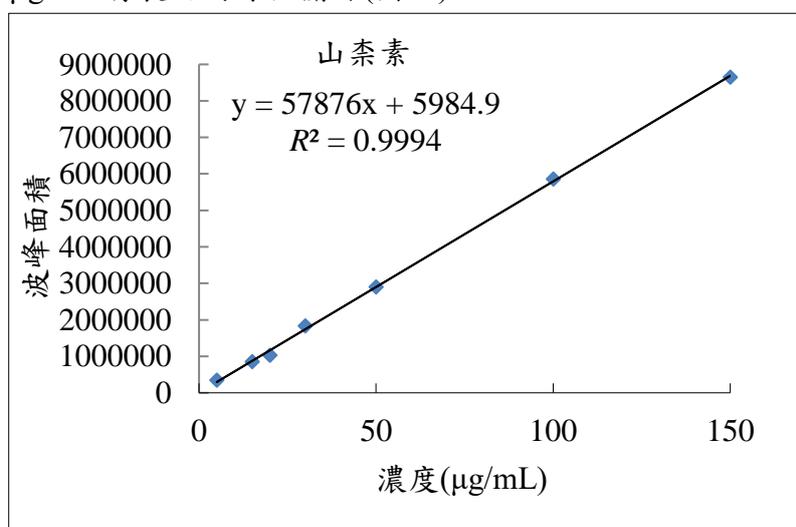
結果顯示，經由 2 次加熱迴流 30 分鐘萃取，基本上已將山柰素及異鼠李素萃取完全(萃取率皆大於 90%)(表二)。

表二、雞冠花藥材萃取次數評估

萃取次數	山柰素波峰面積	異鼠李素波峰面積	最佳萃取次數
第 1 次	844576	197855	
第 2 次	591831	143068	√
第 3 次	142118	35286	
第 4 次	N.D.	N.D.	

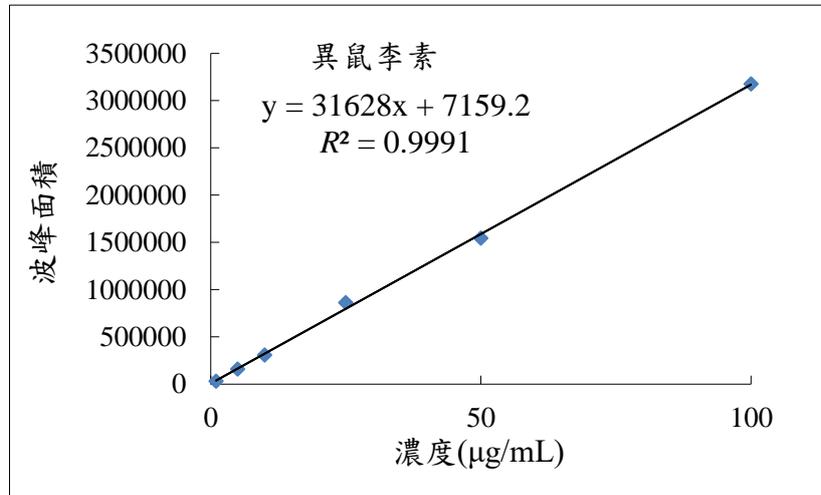
### (五) 對照標準品山柰素與異鼠李素檢量線

1. 經不同濃度山柰素(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  $y = 57876x + 5984.9$ ， $R^2 = 0.9994$ ，顯示濃度在 5.0–150  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖四)。



圖四、山柰素之檢量線圖

2. 經不同濃度異鼠李素(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  $y = 31628x + 7159.2$ ， $R^2 = 0.9991$ ，顯示濃度在 1.0–100  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖五)。



圖五、異鼠李素之檢量線圖

表三、山柰素與異鼠李素之檢量線方程式

對照標準品	濃度( $\mu\text{g/mL}$ )	線性回歸方程式	$R^2$
山柰素	5.0–150	$y = 57876x + 5984.9$	0.9994
異鼠李素	1.0–100	$y = 31628x + 7159.2$	0.9991

#### (六) 精密度試驗

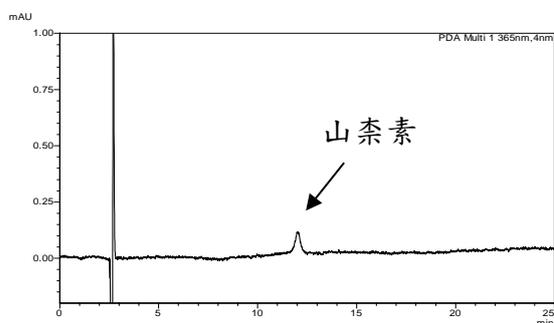
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，山柰素與異鼠李素精密度之相對標準差分別為 0.87% 與 0.08%，均在系統適用性要求內。

#### (七) 重複性與穩定性試驗

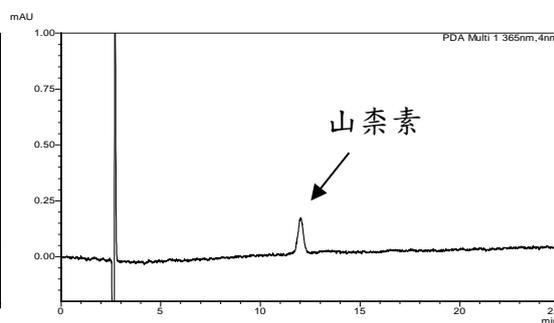
- 實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，山柰素重複性之相對標準差為 2.43%，在系統適用性要求內。山柰素在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差為 0.19%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。
- 實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，異鼠李素重複性之相對標準差為 1.60%，在系統適用性要求內。異鼠李素在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差為 1.44%，變化差異小，若所有樣品分析都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

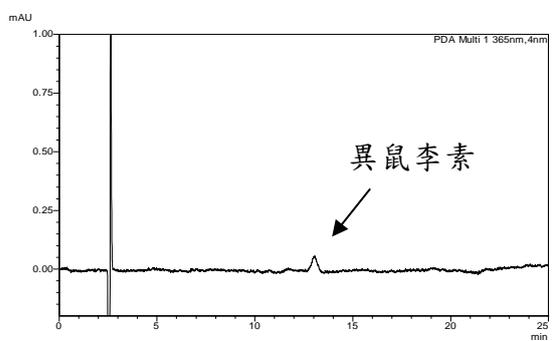
山柰素偵測極限為 0.01  $\mu\text{g/mL}$  (圖六), 定量極限為 0.02  $\mu\text{g/mL}$  (圖七)。  
異鼠李素偵測極限為 0.05  $\mu\text{g/mL}$  (圖八), 定量極限為 0.10  $\mu\text{g/mL}$  (圖九)。



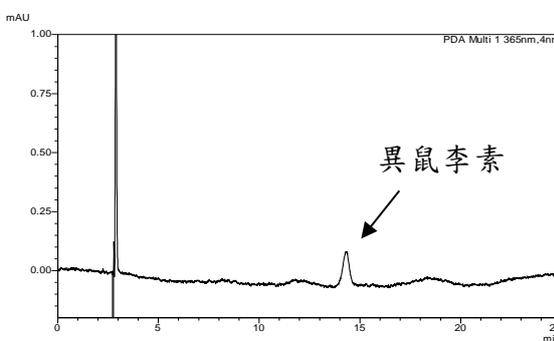
圖六、山柰素之偵測極限層析圖



圖七、山柰素之定量極限層析圖



圖八、異鼠李素之偵測極限層析圖



圖九、異鼠李素之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	山柰素		異鼠李素	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 $\mu\text{g/mL}$	0.87	10 $\mu\text{g/mL}$	0.08
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.9)	2.43	檢品溶液(No.9)	1.60
穩定性 (n=5)	檢品溶液(No.9)	0.19	檢品溶液(No.9)	1.44
偵測極限 (n=1)	0.01 $\mu\text{g/mL}$	-	0.05 $\mu\text{g/mL}$	-
定量極限 (n=1)	0.02 $\mu\text{g/mL}$	-	0.10 $\mu\text{g/mL}$	-

(九) 添加回收率試驗

山柰素平均添加回收率為 92.8%, 相對標準偏差為 4.05% (表四)。異鼠李素平均添加回收率為 100.5%, 相對標準偏差為 1.40% (表五)。

表五、山柰素添加回收率

編號	藥材稱重 (g)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.2005	3.3260	4.0	7.2743	98.71	92.8	4.05
2	0.1999	3.3162	4.0	7.0726	93.91		
3	0.2003	3.3228	4.0	6.9127	89.75		
4	0.1997	3.3129	4.0	6.8963	89.58		
5	0.2003	3.3228	4.0	7.0041	92.03		

表六、異鼠李素添加回收率

編號	藥材稱重 (g)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.2005	0.0887	0.2	0.2883	99.79	100.5	1.40
2	0.1999	0.0884	0.2	0.2853	98.45		
3	0.2003	0.0886	0.2	0.2924	101.91		
4	0.1997	0.0883	0.2	0.2897	100.70		
5	0.2003	0.0886	0.2	0.2918	101.61		

## (十) 臺灣市售雞冠花藥材含量測定

10批雞冠花藥材之含量測定結果(乾燥品)如表七所示,山柰素的含量為0.200–0.279%,異鼠李素的含量為0.068–0.117%。山柰素與異鼠李素的總含量為0.293–0.368%,建議雞冠花藥材指標成分山柰素與異鼠李素的總含量不得少於0.21%。理論板數按山柰素波峰計算應不低於8000(實際值為9830),異鼠李素波峰計算應不低於8000(實際值為9790)。

表七、臺灣市售雞冠花藥材檢品之山柰素與異鼠李素的含量

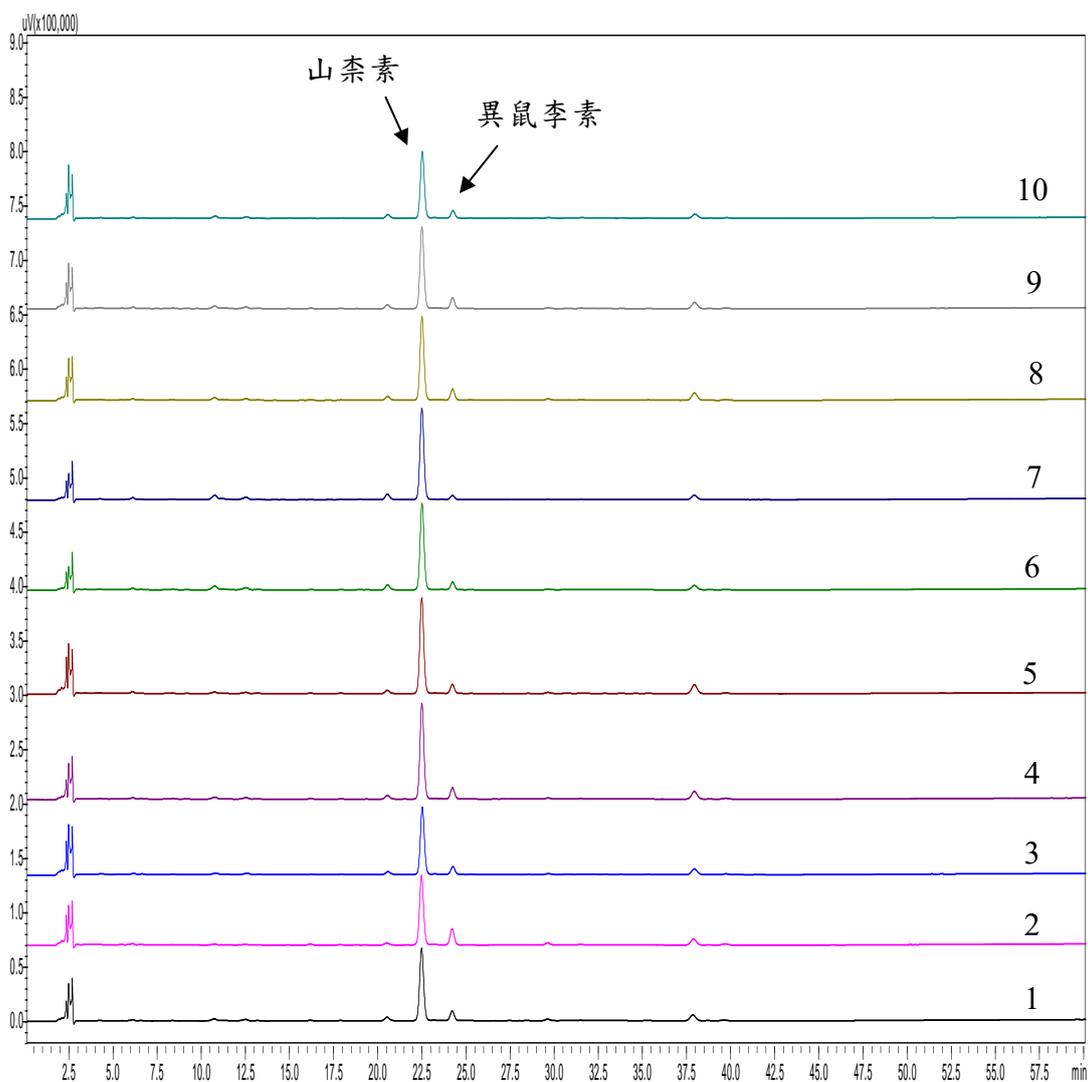
藥材編號 (No.)	山柰素含量 (%)	異鼠李素含量 (%)	山柰素與異鼠李素 總含量(%)
1 (NC)	0.274	0.083	0.357
2 (NH)	0.246	0.068	0.314
3 (NX)	0.266	0.070	0.336
4 (NRB)	0.237	0.093	0.330
5 (NWC)	0.236	0.101	0.337
6 (NWD)	0.204	0.094	0.298
7 (CB)	0.212	0.087	0.299
8 (CE)	0.200	0.093	0.293
9 (SK2)	0.203	0.117	0.320
10 (SK3)	0.279	0.089	0.368
平均值±S.D.	0.236±0.030	0.090±0.014	0.325±0.025

(十一) 雞冠花藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售雞冠花藥材檢品溶液各 10  $\mu$ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (250  $\times$  4.6 mm, 5  $\mu$ m)
2. 檢測波長：UV 365 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35  $^{\circ}$ C
5. 注入量：10  $\mu$ L
6. 移動相：

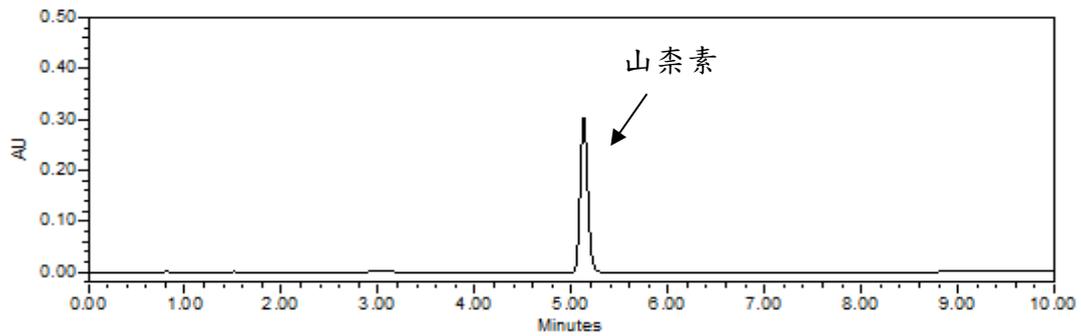
時間(min)	甲醇(%)	0.2%磷酸(%)
0	40	60
30	60	40
40	60	40
60	75	25



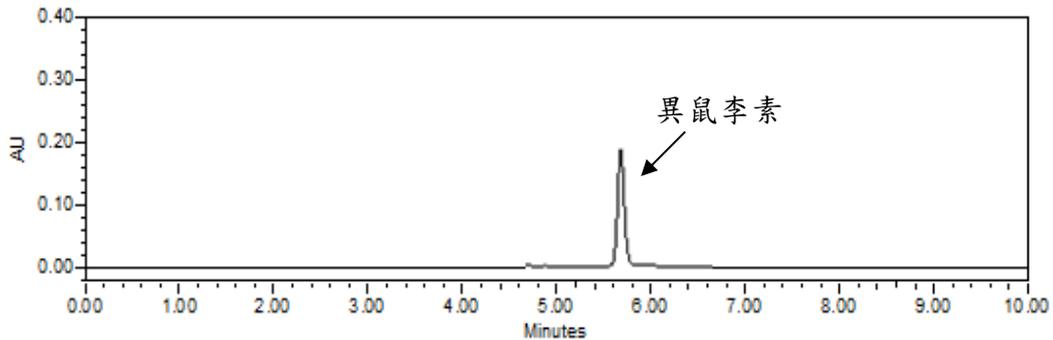
圖十、10 批雞冠花藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 對照標準品山柰素與異鼠李素之 UPLC 層析

於滯留時間 5.13 分鐘處顯示山柰素對照標準品波峰(圖十一)。於滯留時間 5.67 分鐘處顯示異鼠李素對照標準品波峰(圖十二)。



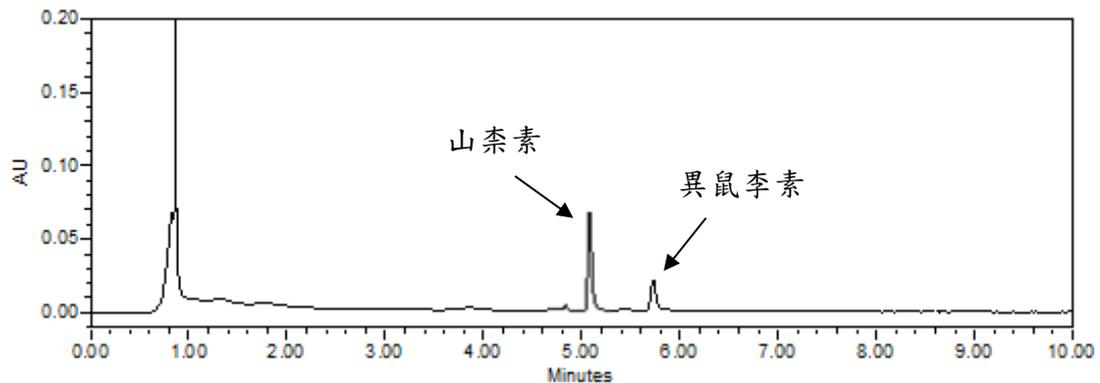
圖十一、山柰素對照標準品溶液之 UPLC 層析圖



圖十二、異鼠李素對照標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售雞冠花藥材檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 5.11、5.67 分鐘處分別顯示雞冠花藥材檢品中山柰素與異鼠李素波峰(圖十三)。

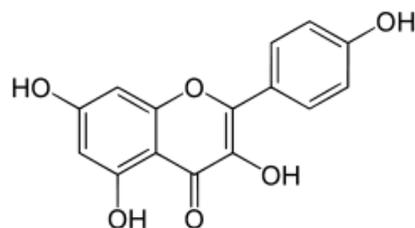


圖十三、市售雞冠花藥材檢品之 UPLC 層析圖

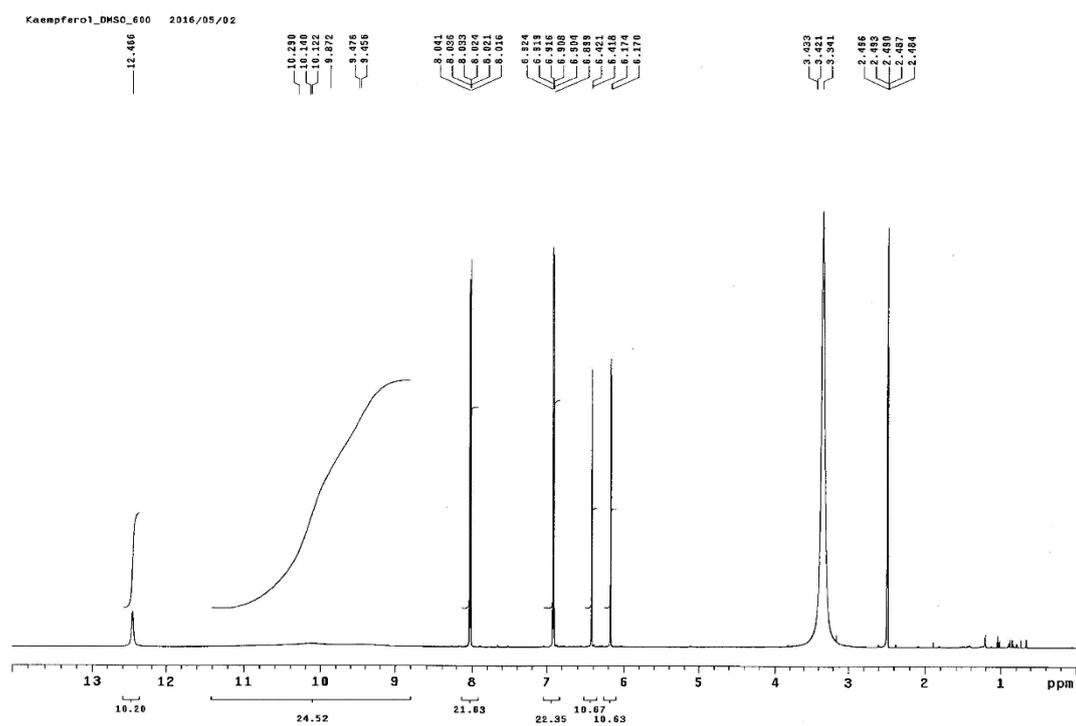
(十四) 山柰素的分子式、分子量與熔點

分子式：C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>；分子量：300.26；熔點：156–157 °C；黃色針晶。

(十五) 山柰素的結構

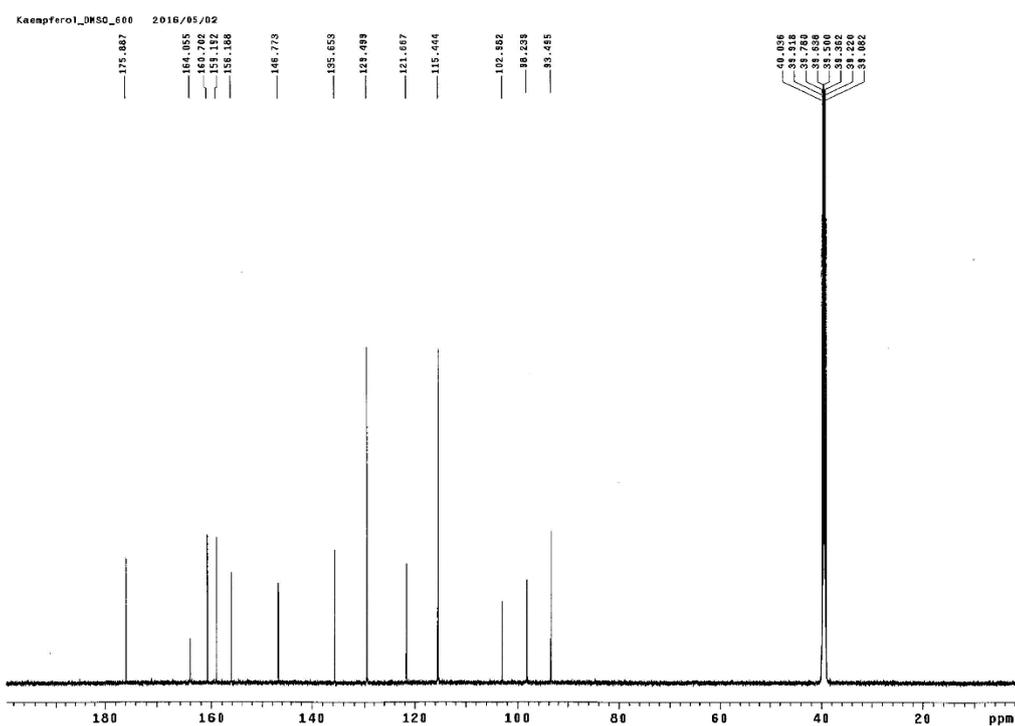


(十六) 山柰素的 <sup>1</sup>H NMR 圖譜



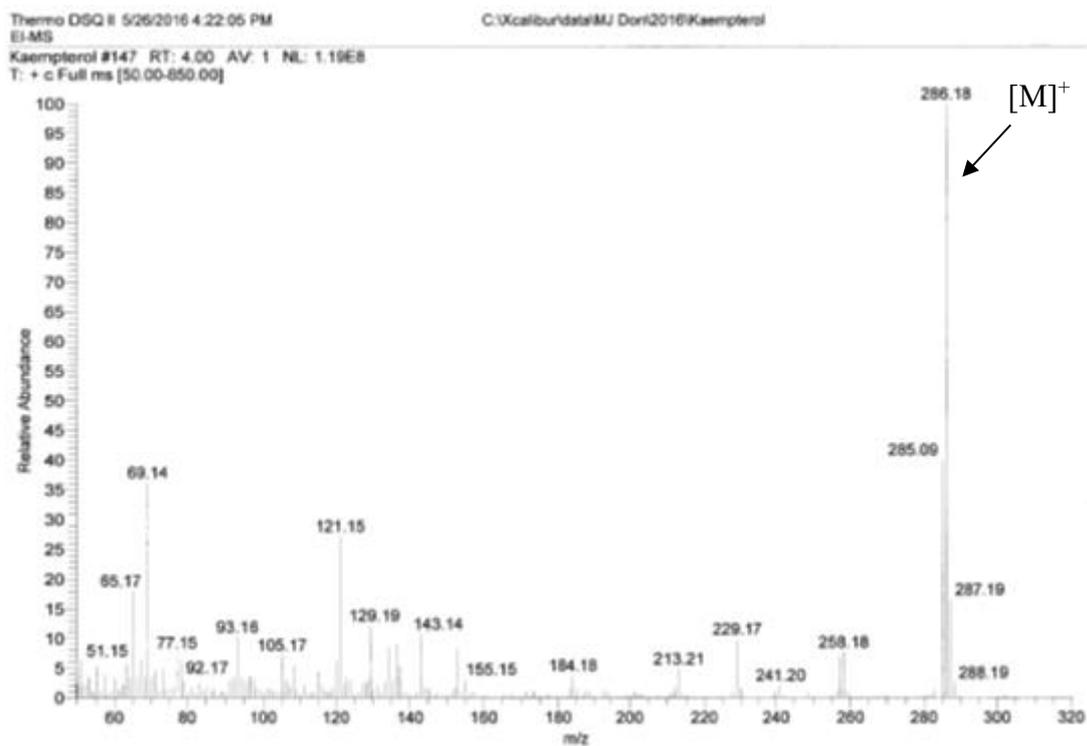
圖十四、山柰素的 <sup>1</sup>H NMR 圖譜(DMSO-*d*<sub>6</sub>)

(十七) 山柰素的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜



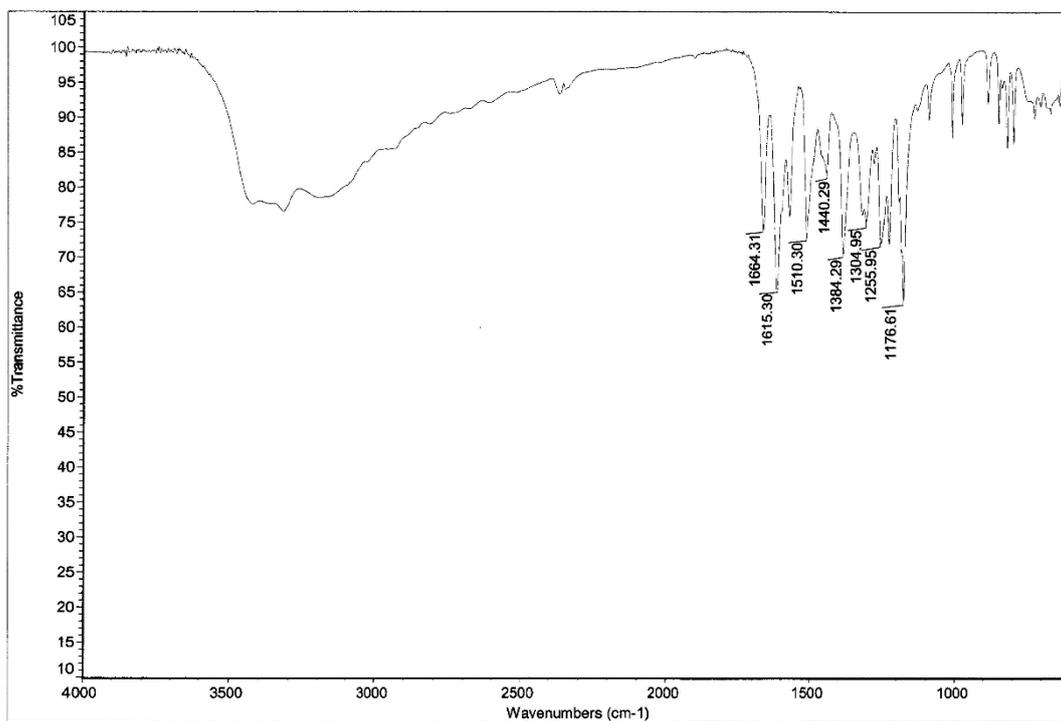
圖十五、山柰素的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜(DMSO- $d_6$ )

(十八) 山柰素的 EI-MS 圖譜



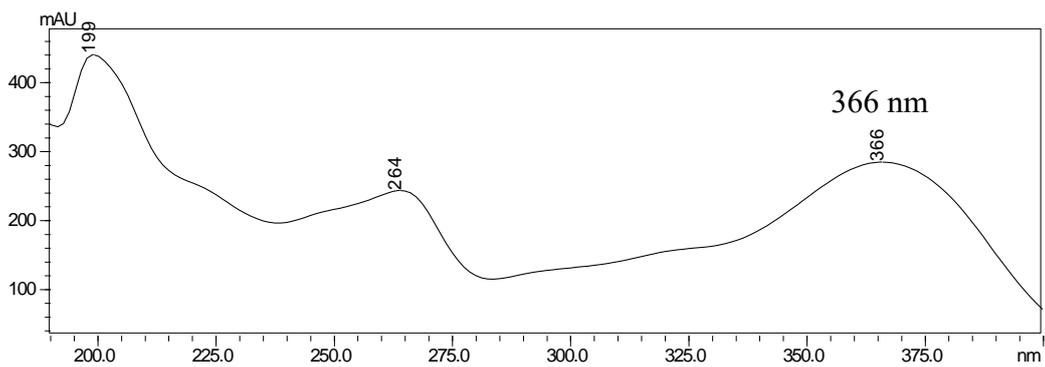
圖十六、山柰素的 EI-MS 圖譜

(十九) 山柰素的 FTIR 圖譜



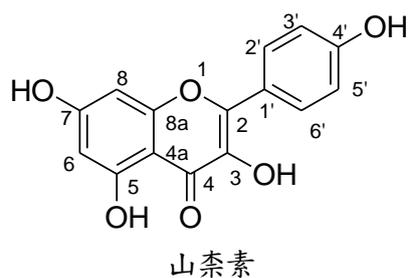
圖十七、山柰素的 FTIR 圖譜

(二十) 山柰素的 UV 圖譜



圖十八、山柰素的 UV 圖譜

(二十一) 山柰素的氫、碳化學位移



表八、山柰素氫、碳化學位移(DMSO-*d*<sub>6</sub>)<sup>a</sup>

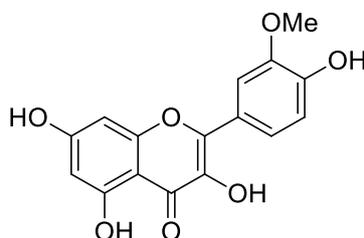
position	$\delta_{\text{H}}$ (600 MHz)	$\delta_{\text{C}}$ (150 MHz)
2	-	146.8
3	-	135.7
4	-	175.9
4a	-	103.0
5	-	160.7
6	6.17 (d, 2.4)	98.2
7	-	164.1
8	6.42 (d, 2.4)	93.5
8a	-	156.2
1'	-	121.7
2'	8.03 (d, 9.0)	129.5
3'	6.91 (d, 9.0)	115.4
4'	-	159.2
5'	6.91 (d, 9.0)	115.4
6'	8.03 (d, 9.0)	129.5
5-OH	12.5 (s)	-

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

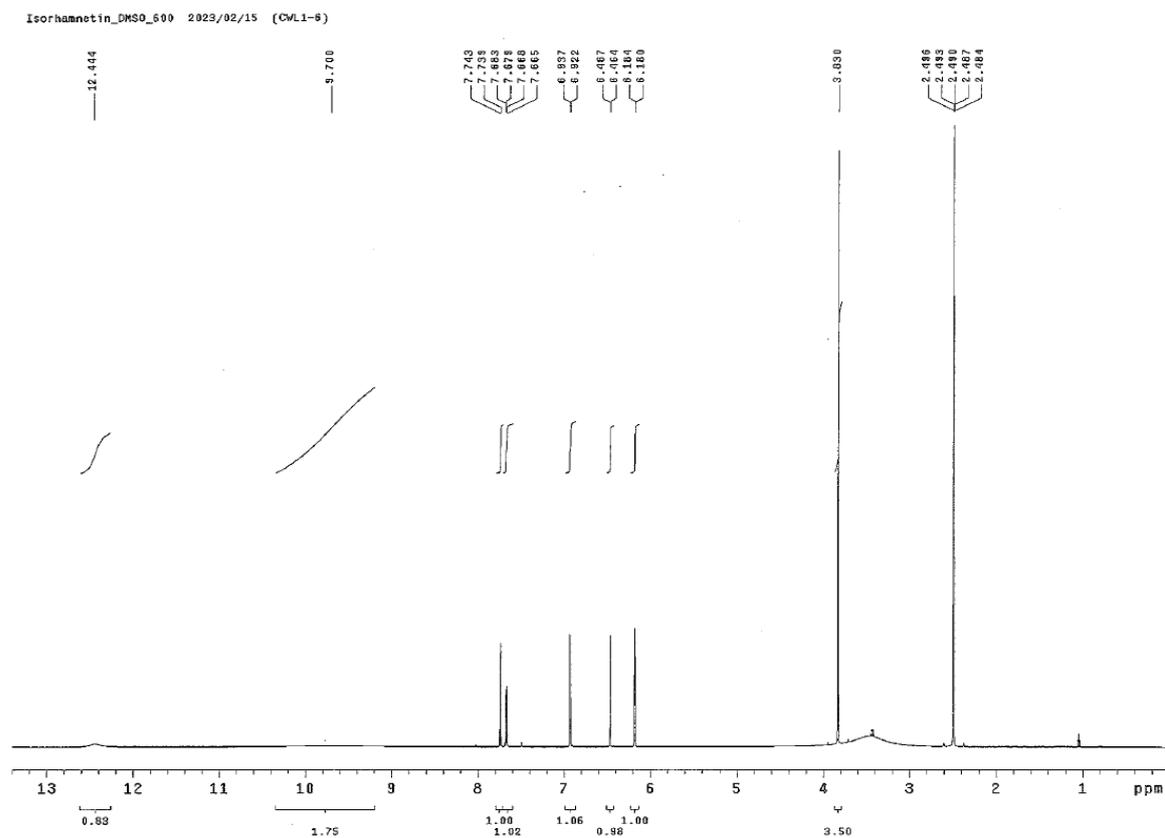
(二十二) 異鼠李素的分子式、分子量與熔點

分子式：C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>7</sub>；分子量：316.3；熔點：307 °C；黃色粉末。

(二十三) 異鼠李素的結構

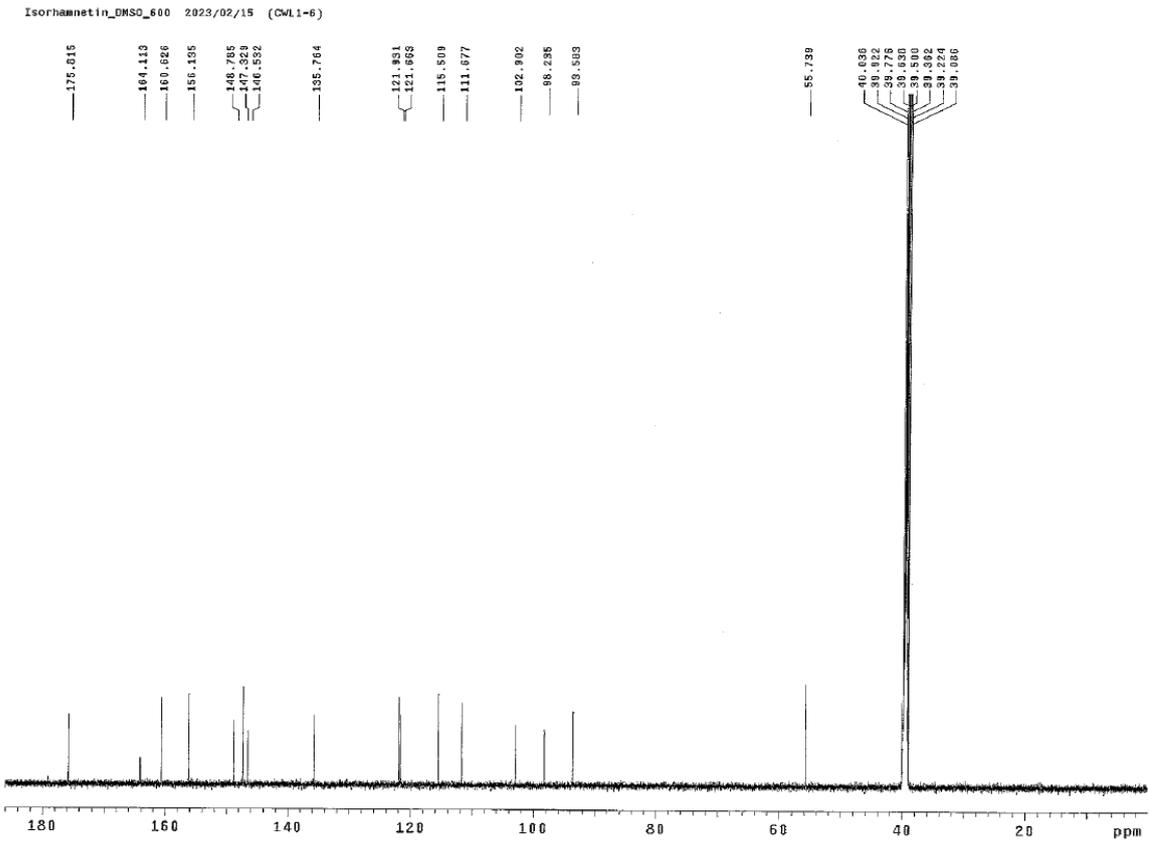


(二十四) 異鼠李素的 <sup>1</sup>H NMR 圖譜



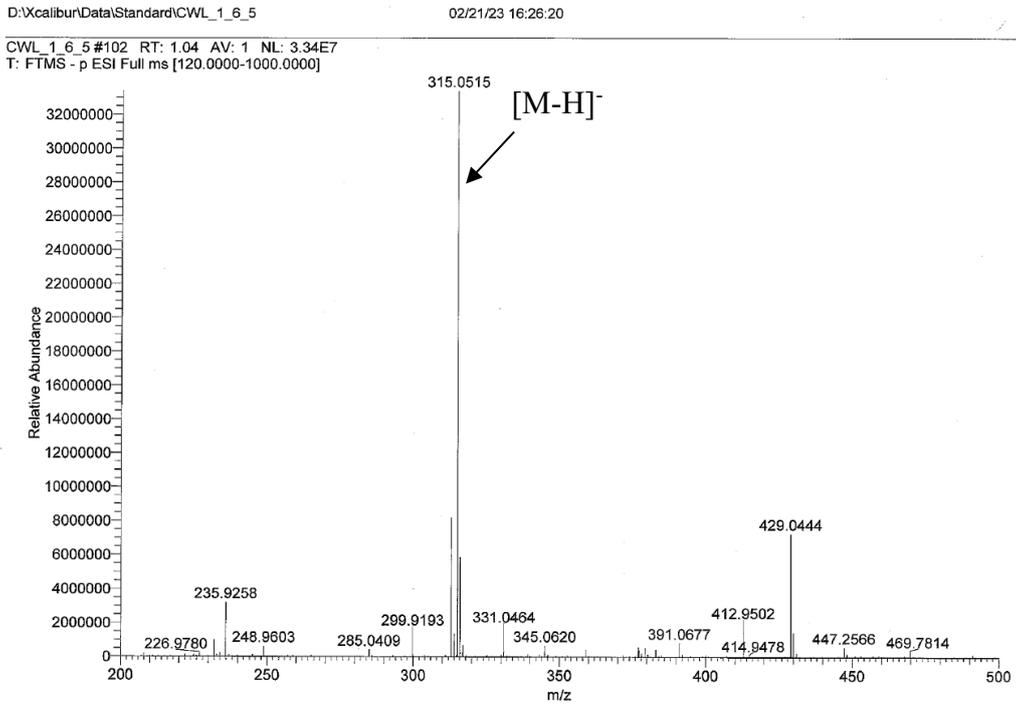
圖十九、異鼠李素的 <sup>1</sup>H NMR 圖譜(DMSO-d<sub>6</sub>)

(二十五) 異鼠李素的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜



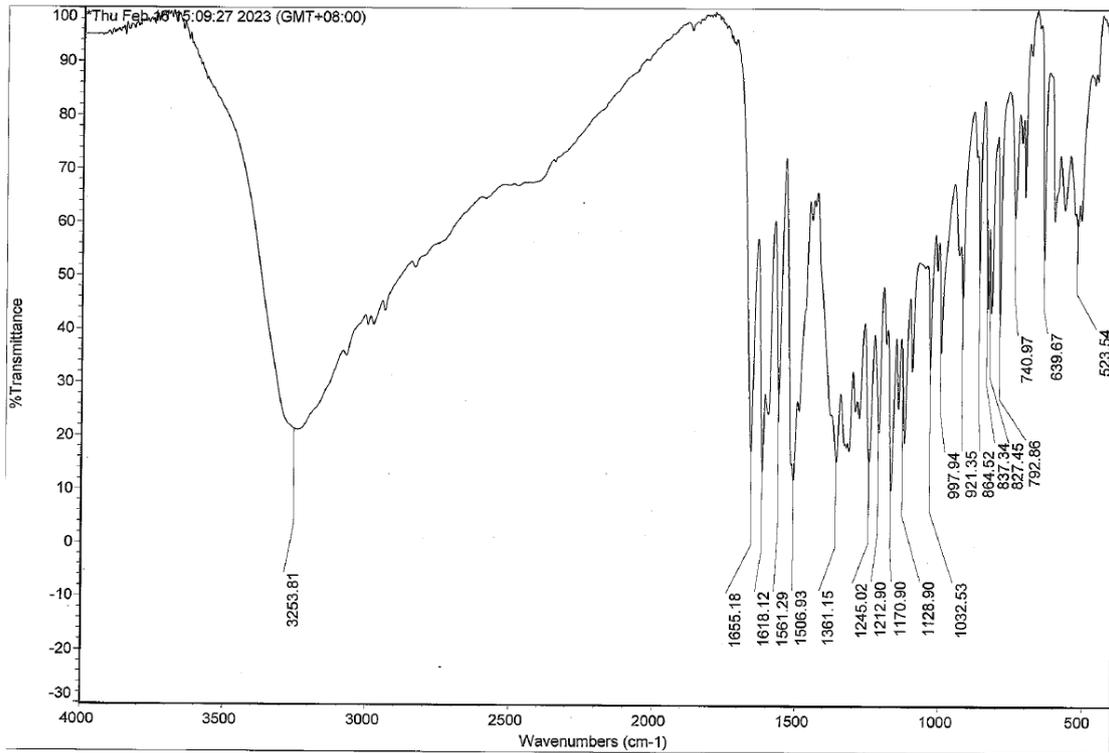
圖二十、異鼠李素的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜(DMSO- $d_6$ )

(二十六) 異鼠李素的 ESI-MS 圖譜



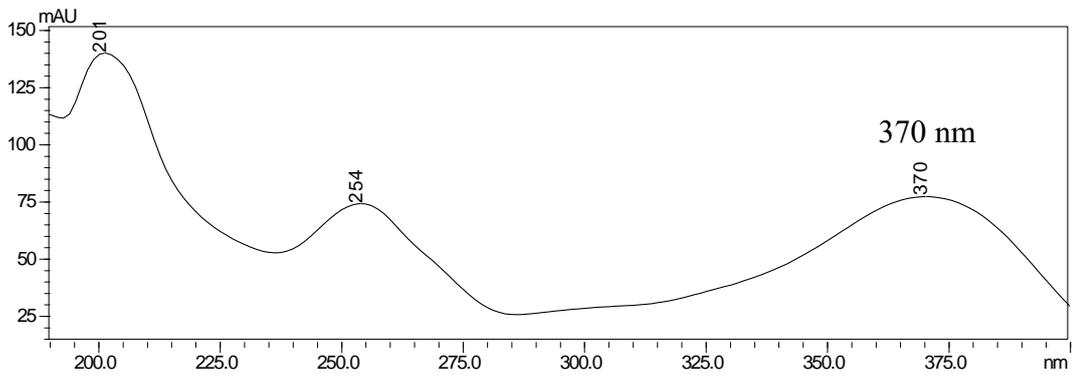
圖二十一、異鼠李素的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 異鼠李素的 FTIR 圖譜



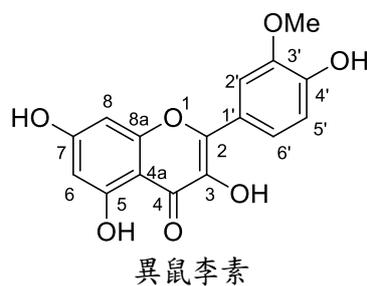
圖二十二、異鼠李素的 FTIR 圖譜

(二十八) 異鼠李素的 UV 圖譜



圖二十三、異鼠李素的 UV 圖譜

(二十九) 異鼠李素的氫、碳化學位移



表九、異鼠李素氫、碳化學位移(DMSO-*d*<sub>6</sub>)

position	$\delta_{\text{H}}$ (600 MHz) <sup>a</sup>	$\delta_{\text{C}}$ (150 MHz)
2	-	146.5
3	-	135.8
4	-	175.8
4a	-	102.9
5	-	160.6
6	6.18 (d, 2.4)	98.2
7	-	164.1
8	6.47 (d, 2.4)	93.6
8a	-	156.1
1'	-	121.9
2'	7.74 (d, 2.4)	111.7
3'	-	147.3
4'	-	148.8
5'	6.93 (d, 9.0)	115.5
6'	7.67 (d, 9.0, 2.4)	121.7
5-OH	12.4 (br s)	-
3'-OMe	3.83 (s)	55.7

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

## 雞冠花 TLC

生藥名：CELOSIAE CRISTATAE FLOS

英文名：Cockscomb Flower

基 原：本品為莧科 Amaranthaceae 植物雞冠花 *Celosia cristata* L.之乾燥花序。

### 一、方法

- (一) 檢品溶液 **【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》《香港中藥材標準第六冊》**  
——取本品粉末 0.5 g，加乙醇：水：鹽酸(25：10：4)混合溶液 20 mL，加熱迴流 30 分鐘，過濾，取上清液 10 mL，蒸乾，殘渣加甲醇 10 mL 使之溶解，作為檢品溶液。  
**【萃取方法 2】《中華人民共和國藥典 2020》**  
——取本品粉末 2.0 g，加乙醇 30 mL，加熱迴流 30 分鐘，過濾，蒸乾，殘渣加乙醇 2mL 使之溶解，作為檢品溶液。  
**【萃取方法 3】(自行開發) ✓**  
——取本品粉末 0.5 g，加乙醇：水：鹽酸(25：10：4)混合溶液 20 mL，加熱迴流 30 分鐘，過濾，作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 液 取山柰素(Kaempferol)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 0.1 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】《臺灣中藥典第四版 2021》《香港中藥材標準第六冊》 ✓**  
——正己烷：乙酸乙酯：甲酸：無水乙酸 (10：6：0.5：0.5)  
**【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》**  
——正己烷：丙酮 (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 1%三氯化鋁/乙醇試液(AlCl<sub>3</sub>/EtOH TS)噴霧後，105 °C 加熱至斑點顯色清晰，置於紫外光(365 nm)下檢視。

## 二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：112/02/21

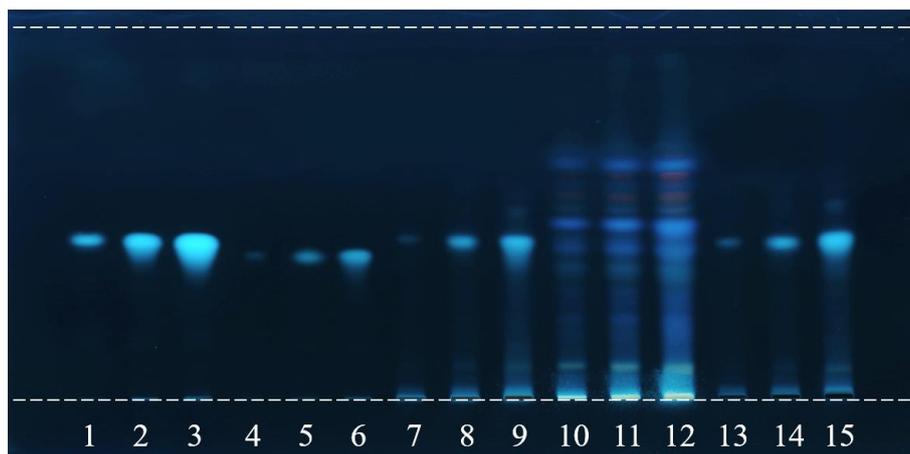
相對溼度(RH)：48%

溫度(RT)：24.2 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》《香港中藥材標準第六冊》—— 正己

烷：乙酸乙酯：甲酸：無水乙酸 (10：6：0.5：0.5)

—HPTLC 1%三氯化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	山柰素(0.1 mg/mL)	1, 2, 5 $\mu$ L
4, 5, 6	異鼠李素(1.0 mg/mL)	1, 2, 5 $\mu$ L
7, 8, 9	檢品溶液 4【萃取方法 1】	1, 2, 5 $\mu$ L
10, 11, 12	檢品溶液 4【萃取方法 2】	1, 2, 5 $\mu$ L
13, 14, 15	檢品溶液 4【萃取方法 3】	1, 2, 5 $\mu$ L

建議萃法：臺灣中藥典與自行開發萃取方法，檢品溶液中皆可分離與檢出山柰素，因方法簡便，濃度適中，故建議採用自行開發之【萃取方法 3】。

建議點注量：山柰素 1  $\mu$ L，檢品溶液【萃取方法 3】2  $\mu$ L，其中異鼠李素因檢品含量過少，無法檢出，故不採用。

### 三、溶媒系統選擇

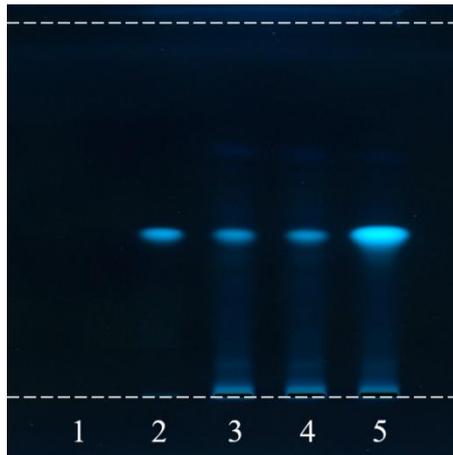
實驗日期：112/02/21

相對溼度(RH)：48%

溫度(RT)：24.2 °C

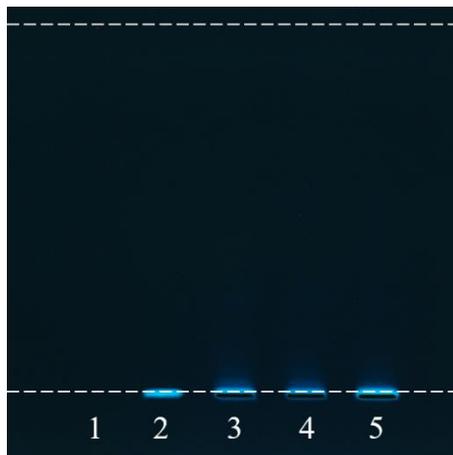
【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》《香港中藥材標準第六冊》—— 正己烷：乙酸乙酯：甲酸：無水乙酸 (10：6：0.5：0.5) ✓

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 1%三氯化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(山柰素  $R_f$  值為 0.46)



【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》—— 正己烷：丙酮 (5：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 1%三氯化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(山柰素  $R_f$  值為 0)



1：Blank

3，4：檢品溶液 4

2：山柰素

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 3】方式，以臺灣中藥典之【展開劑 1】展開，顯示山柰素的  $R_f$  值適中，分離佳，故採用【展開劑 1】。

#### 四、觀察方式選擇

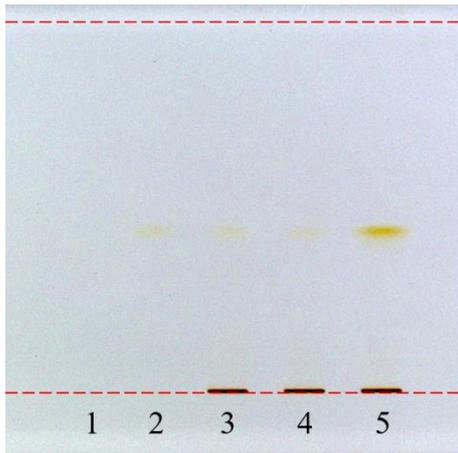
實驗日期：112/02/21

相對溼度(RH)：48%

溫度(RT)：24.2 °C

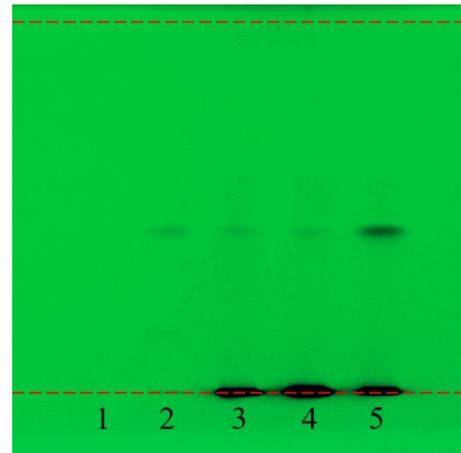
【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》《香港中藥材標準第六冊》—— 正己烷：乙酸乙酯：甲酸：無水乙酸 (10：6：0.5：0.5)

【萃取方法 3】(自行開發)－HPTLC 可見光檢出

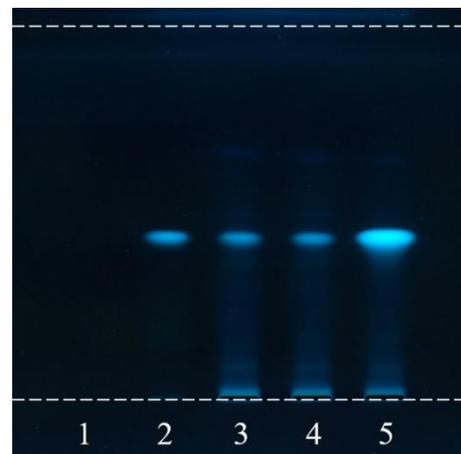
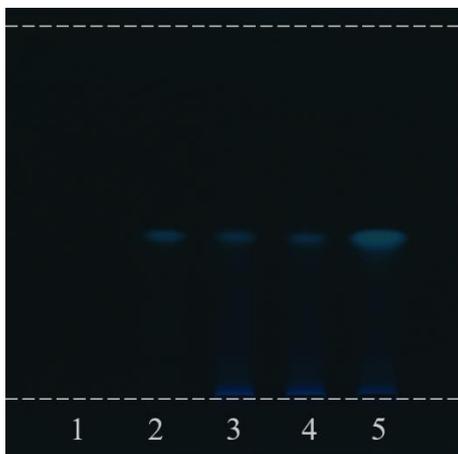


【萃取方法 3】(自行開發)－HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

【萃取方法 3】(自行開發)－HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



【萃取方法 3】(自行開發)－HPTLC 1%三氯化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出 ✓



1：Blank

3，4：檢品溶液 4

2：山柰素

5：Spike

建議觀察方式：以 1%三氯化鋁/乙醇顯色後於紫外光(365 nm)下檢視，顯示有較明顯分離之條帶。

### 五、十批雞冠花藥材樣品檢測

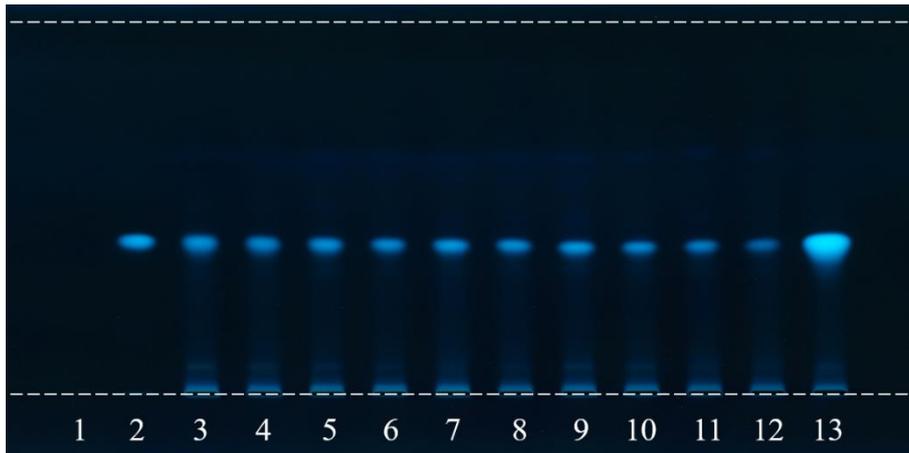
實驗日期：112/02/21

相對溼度(RH)：48%

溫度(RT)：24.2 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》《香港中藥材標準第六冊》—— 正己烷：乙酸乙酯：甲酸：無水乙酸 (10：6：0.5：0.5)

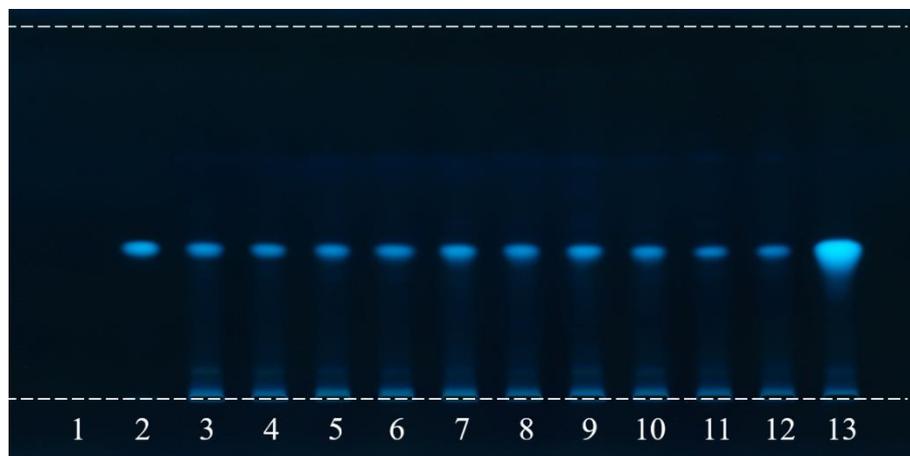
【萃取方法 3】(自行開發)—— HPTLC 1%三氯化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm) 檢出



1	Blank	7, 8	檢品溶液 3 (NRB)
2	山柰素(0.1 mg/mL)	9, 10	檢品溶液 4 (NWC)
3, 4	檢品溶液 1 (NC)	11, 12	檢品溶液 5 (NWD)
5, 6	檢品溶液 2 (NH)	13	Spike (檢品溶液 4)

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》《香港中藥材標準第六冊》—— 正己烷：乙酸乙酯：甲酸：無水乙酸 (10：6：0.5：0.5)

【萃取方法 3】(自行開發)—— HPTLC 1%三氯化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm) 檢出



1	Blank	7, 8	檢品溶液 8 (CE)
2	山柰素(0.1 mg/mL)	9, 10	檢品溶液 9 (SK2)
3, 4	檢品溶液 6 (NX)	11, 12	檢品溶液 10 (SK3)
5, 6	檢品溶液 7 (CB)	13	Spike (檢品溶液 4)

結論與建議：以自行開發之【萃取方法 3】方式及臺灣中藥典之【展開劑 1】分離與檢出山柰素較佳，以 1%三氯化鋁/乙醇顯色後於紫外光(365 nm)下檢視較佳。