

馬錢子

(STRYCHNI SEMEN)

馬錢子 MI	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)	3
馬錢子 HPLC	7
一、材料	7
二、儀器及層析管柱	7
三、實驗藥品及試劑來源	7
四、方法	7
五、結果	11
馬錢子 TLC	28
一、方法	28
二、萃法選擇及濃度測試	29
三、溶媒系統選擇	30
四、觀察方式選擇	32
五、十批馬錢子藥材樣品檢測	33

馬錢子 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馬錢的乾燥成熟種子。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：馬錢子

生藥名：STRYCHNI SEMEN

英文名：Nux Vomica

基原：本品為馬錢科 Loganiaceae 植物馬錢 *Strychnos nux-vomica* L. 之乾燥成熟種子。

採收加工：冬季果實成熟後採收，取出種子，洗淨果肉，乾燥。

藥材性狀：本品呈扁圓鈕扣狀，一面略凹下，一面略隆起，邊緣平圓，略隆起，直徑約 1~2 cm，厚約 0.3~0.6 cm。表面灰棕色或灰綠色，密生銀灰色毛茸，呈輻射狀排列，具絲狀光澤。底部中央具圓點狀突起之種臍，邊緣具微凸之珠孔，種臍與珠孔間隱約可見 1 條隆起之脊線，質硬，難碎。內部種仁呈淡黃色至暗棕色，近珠孔處可見心形子葉 2 枚，掌狀脈 5~7 條。無臭，味極苦，劇毒。

生長分佈：喬木，喜溫暖溼潤氣候，不耐寒、不耐旱，原生長於熱帶雨林中。花期 5~8 月，果期 8 月至翌年 1 月。原產於印度、斯里蘭卡、泰國等地，現今臺灣及中國南方諸省如福建、廣東、雲南等均有栽培。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 表皮細胞分化成單細胞非腺毛，傾斜延伸，長 500~1000 μm ，寬 20~60 μm ，壁極厚，強木質化，具縱紋，頂端鈍圓，基部膨大，略似石細胞，可見紋孔及孔溝，胞腔斷面呈類圓形。
2. 內層為棕色數層頹廢細胞。
3. 胚乳細胞呈多角形，壁厚約 10 μm ，內含糊粉粒及脂肪油。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末灰黃色。
2. 種皮非腺毛，大多斷裂，長 500~1000 μm ，直徑 20~60 μm ，壁厚，強木質化，基部似石細胞，單細胞非腺毛呈圓柱形，胞腔含棕色物質。
3. 胚乳細胞呈類圓形或多角形，淡黃色，壁厚，具細密孔溝，胞間層呈波狀彎曲，內含糊粉粒及脂肪油。

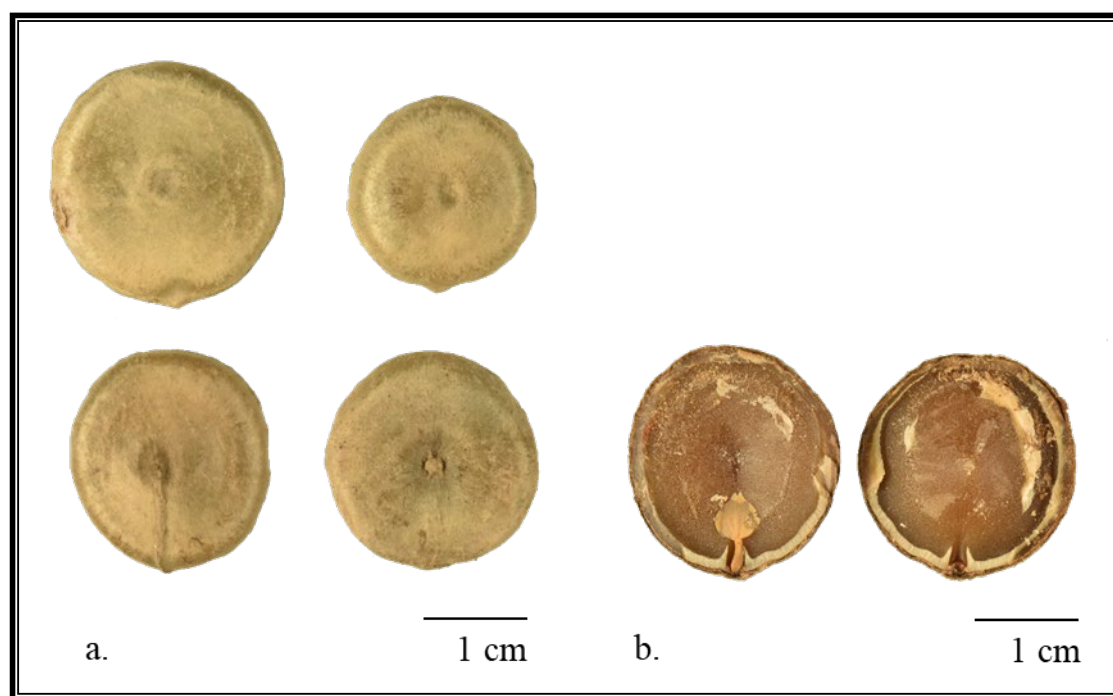


圖 1 馬錢子藥材圖

a. 藥材圖 b. 藥材縱切面圖

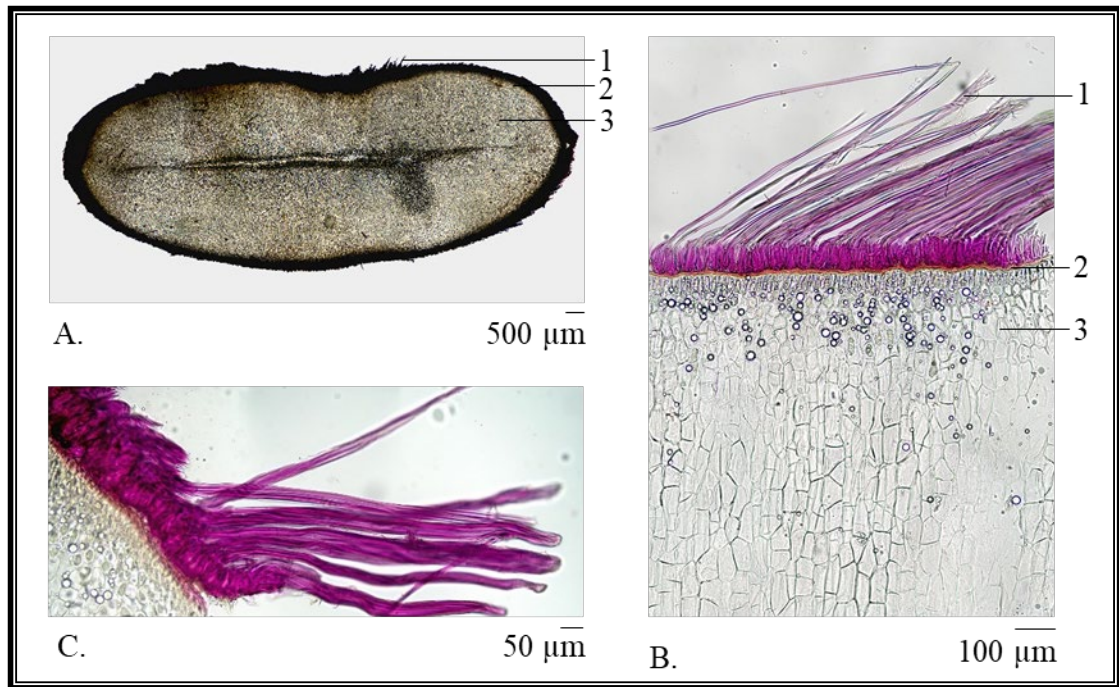


圖 2 馬錢子橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.非腺毛

1.非腺毛 2.頹廢薄壁細胞 3.胚乳

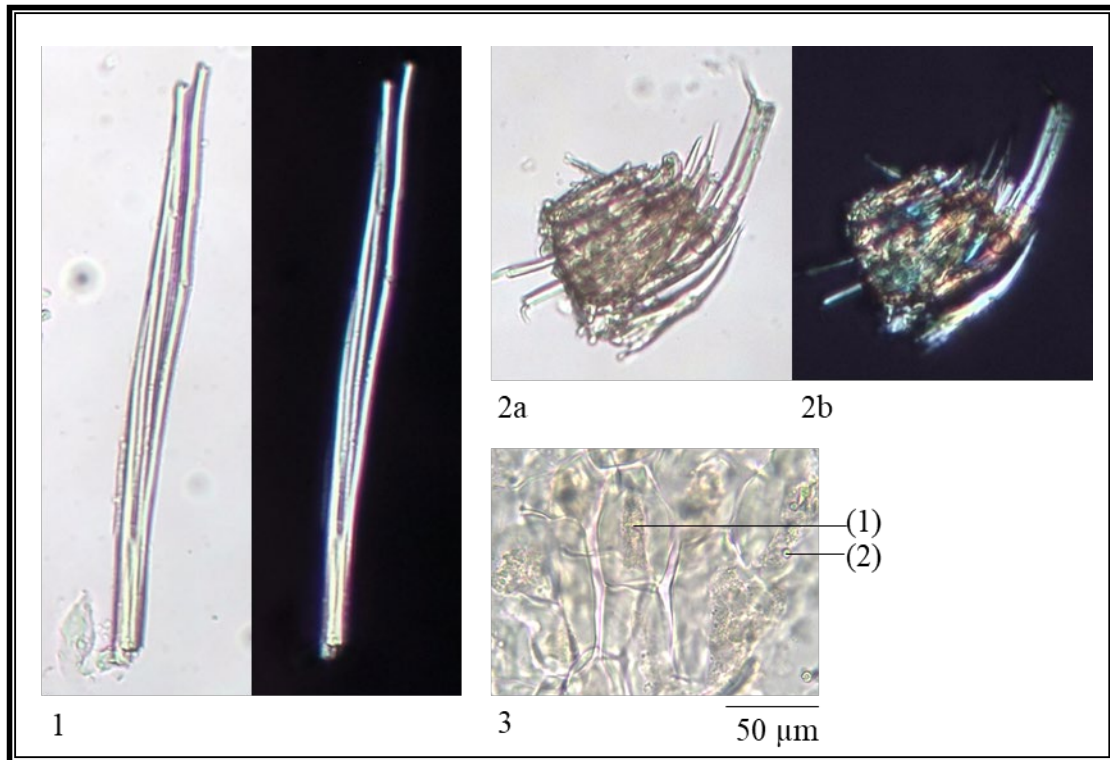


圖 3 馬錢子粉末顯微特徵圖

a.光學顯微鏡下特徵 b.偏光顯微鏡下特徵

1.非腺毛 2.非腺毛基部 3.含(1)糊粉粒及(2)脂肪油的胚乳細胞

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。台北市：衛生福利部。284~285 頁。
2. 張永勳、何玉玲(主編)(2009)。中藥彩色圖鑑。臺北市：衛生署中醫藥委員會。231~232 頁。
3. 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，326~328 頁。
4. 戴新民(1974)。現代本草中國藥材學下冊。啟業書局。1022~1024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(2015)。香港中藥材標準第七冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。438~440 頁。
6. 肖培根等(2002)。新編中藥志第二卷。北京：化學工業出版社。80~86 頁。
7. 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。84~85 頁。
8. 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。52~53 頁。
9. 李家實(主編)(1993)。中藥鑑定學。貴州科技出版社。300~302頁。
10. 任仁安(主編)(1986)。中藥鑑定學。上海科學技術出版社。422~423頁。
11. 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。446~448 頁。

馬錢子 HPLC

一、材料

購自於臺灣各地中藥店馬錢子藥材共 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、QuatPump G1311A、Sampler G1329B、DAD G1315B；層析管柱 Agilent ZORBAX SB-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 × 2.1 mm, 1.7 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(99.9%)購自於 Mallinckrodt Baker Inc.；鹽酸(37%)購自於 Acros；庚烷磺酸鈉(Sodium 1-heptanesulfonate)購自於 Tokyo Chemical Industry；磷酸二氫鉀(Potassium dihydrogen phosphate)購自於 Acros；甲酸(98-100%)購自於 Riedel-de Haen。

(二) 標準品

馬錢子鹼(Brucine)、番木鱉鹼(Strychnine)購自於 Tokyo Chemical Industry，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取方法評估

取本品粉末 2 份，每份準確稱定 0.6 g，置 50 mL 圓底瓶中，準確加入 甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 (v/v/v) 溶液各 20 mL，分別以加熱迴流與超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，取上清液過濾(syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得之標準品馬錢子鹼及番木鱉鹼最大波峰面積為最佳馬錢子萃取方法。

(二) 最佳萃取時間評估

取本品粉末 3 份，每份準確稱定 0.6 g，置 50 mL 圓底瓶中，準確加入 甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 (v/v/v) 溶液各 20 mL，分別加熱迴流 30 分鐘、1 小時、1.5 小時，取上清液過濾(syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得之標準品馬錢子鹼及番木鱉鹼最大波峰面積為最佳馬錢子萃取時間。

(三) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.6 g，置 50 mL 圓底瓶中，準確加入甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 (v/v/v)溶液 20 mL，加熱迴流 1 小時，取上清液過濾(syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。每針 10 μ 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。

(四) 對照標準品溶液

準確稱取標準品馬錢子鹼 1.0 mg，加 1 mL 甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 (v/v/v)溶液製成每 1 mL 含馬錢子鹼 1000 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 溶液稀釋至 120 μ g/mL 製成對照標準品溶液。

準確稱取標準品番木鱉鹼 1.0 mg，加 1 mL 甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 (v/v/v)溶液製成每 1 mL 含番木鱉鹼 1000 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 溶液稀釋至 200 μ g/mL 製成對照標準品溶液。

(五) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.6 g，置 50 mL 圓底瓶中，準確加入甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 (v/v/v)溶液 20 mL，加熱迴流 1 小時，冷卻至室溫，過濾取濾液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，移入 50 mL 容量瓶中，加甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 溶液至刻度，搖勻再過濾(syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。

(六) 測定法

準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 μ L，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中標準品馬錢子鹼及番木鱉鹼的含量，即得。

(七) 檢量線

準確吸取標準品馬錢子鹼儲備溶液(1000 μ g/mL)適量，以甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 (v/v/v)溶液稀釋製成含馬錢子鹼分別為 300、150、120、90、60、30 μ g/mL 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μ 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 。

準確吸取標準品番木鱉鹼儲備溶液(1000 μ g/mL)適量，以甲醇：水：濃鹽酸 = 50：50：1 (v/v/v)溶液稀釋製成含番木鱉鹼分別為 500、300、200、150、100、50、25 μ g/mL 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μ 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 。

(八) 精密度試驗

以馬錢子鹼濃度為 120 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以馬錢子鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。

以番木鱉鹼濃度為 200 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以番木鱉鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(九) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售馬錢子藥材粉末，依馬錢子藥材檢品溶液製備方法平行製備 5 份馬錢子藥材檢品溶液，進樣測定，以馬錢子鹼及番木鱉鹼的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售馬錢子藥材粉末，依馬錢子藥材檢品溶液製備方法製備馬錢子藥材檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以馬錢子鹼及番木鱉鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(十) 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 $\geq 3:1$ 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 $\geq 10:1$ 時之濃度，作為定量極限估計值。

(十一) 添加回收率試驗

取已知馬錢子鹼含量的馬錢子藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.3 g，分別加入 2.0 mL 的馬錢子鹼溶液(1.0 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

取已知番木鱉鹼含量的馬錢子藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.3 g，分別加入 2.0 mL 的番木鱉鹼溶液(1.0 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十二) HPLC 分析條件

1. 層析管：Agilent ZORBAX SB-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：260 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	緩衝溶液(%)*
0	40	60
20	50	50

*緩衝溶液：0.01 M 庚烷磺酸鈉溶液(Sodium 1-heptanesulfonate)與 0.02 M 磷酸二氫鉀溶液(KH₂PO₄)等量混合液 995 mL 加入 5 mL 甲酸

(十三) 臺灣市售馬錢子含量測定

取 10 批市售馬錢子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 公式計算樣品馬錢子鹼及番木鱉鹼的百分含量。

(十四) 馬錢子檢品之 UPLC 層析條件

1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 × 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：260 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

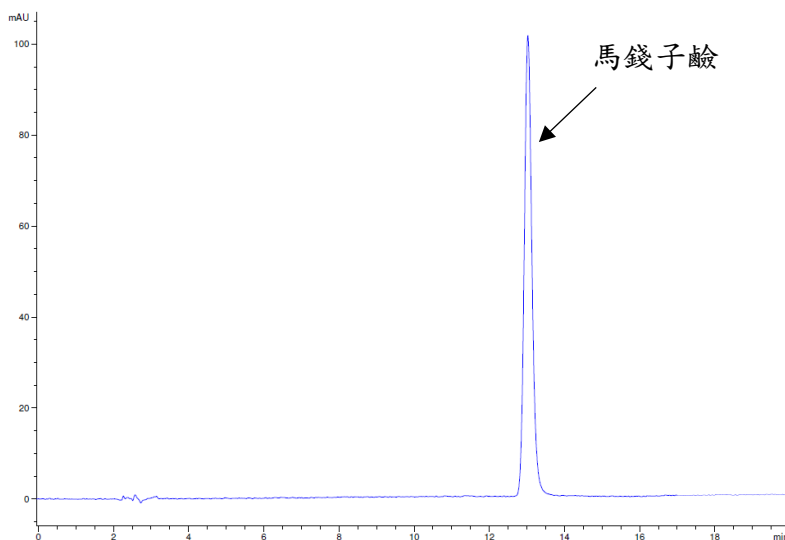
時間(min)	甲醇(%)	緩衝溶液(%)*
0	40	60
10	50	50

*緩衝溶液：0.01 M 庚烷磺酸鈉溶液與 0.02 M 磷酸二氫鉀溶液等量混合液 995 mL 加入 5 mL 甲酸

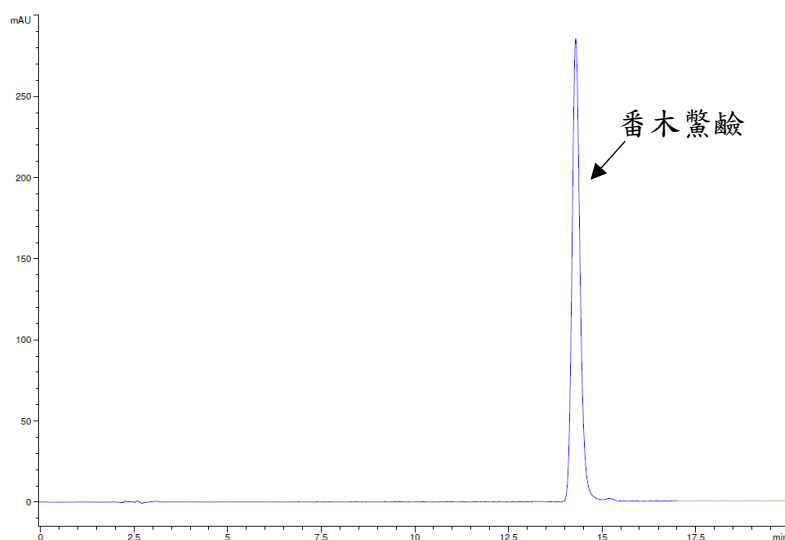
五、結果

(一) 標準品馬錢子鹼及番木鱉鹼之 HPLC 層析

於滯留時間 13.1 分鐘處顯示馬錢子鹼標準品波峰(圖一)；於滯留時間 14.3 分鐘處顯示番木鱉鹼標準品波峰(圖二)。



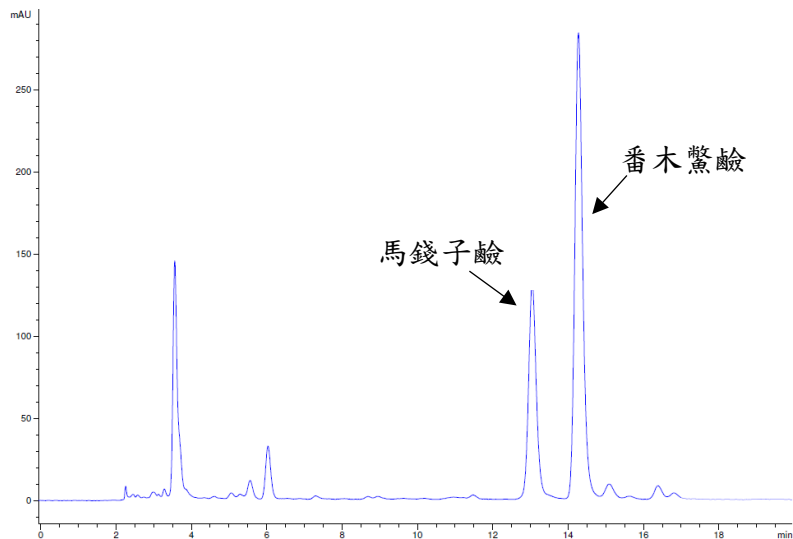
圖一、馬錢子鹼標準品溶液之 HPLC 層析圖



圖二、番木鱉鹼標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售馬錢子檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 13.1 分鐘顯示馬錢子檢品中馬錢子鹼的波峰；於滯留時間 14.3 分鐘顯示馬錢子檢品中番木鱉鹼的波峰(圖三)。馬錢子鹼之分離率(R)為 4.44，托尾因子(T)為 1.09；番木鱉鹼之分離率(R)為 3.14，托尾因子(T)為 1.17，均在系統適用性要求內。



圖三、市售馬錢子檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取方法評估

加熱迴流時每克藥材重量所得馬錢子鹼及番木鱉鹼的波峰面積比超音波振盪大，顯示加熱迴流為最佳萃取方法。

表一、不同萃取方法評估

萃取方法	馬錢子鹼波峰面積	番木鱉鹼波峰面積	最佳萃取
加熱迴流	3210	7681	√
超音波振盪	2701	6463	

(四) 最佳萃取時間評估

加熱迴流 1 小時時，每克藥材重量所得馬錢子鹼及番木鱉鹼的波峰面積較大，顯示加熱迴流 1 小時為最佳萃取時間。

表二、不同萃取時間評估

萃取時間	馬錢子鹼波峰面積	番木鱉鹼波峰面積	最佳萃取
30 分鐘	3210	7681	
1 小時	3280	7773	√
1.5 小時	3282	7723	

(五) 最佳萃取次數評估

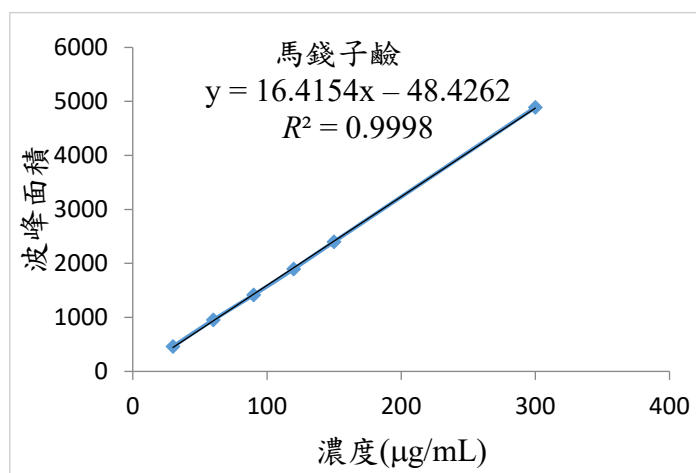
結果顯示萃取 2 次基本上已將馬錢子鹼及番木鱉鹼萃取完全(萃取率大於 98%)。

表三、馬錢子檢品萃取次數評估

加熱迴流萃取次數	馬錢子鹼波峰面積	番木鱉鹼波峰面積
第 1 次	3280	7723
第 2 次	397	1034
第 3 次	N.D.	N.D.

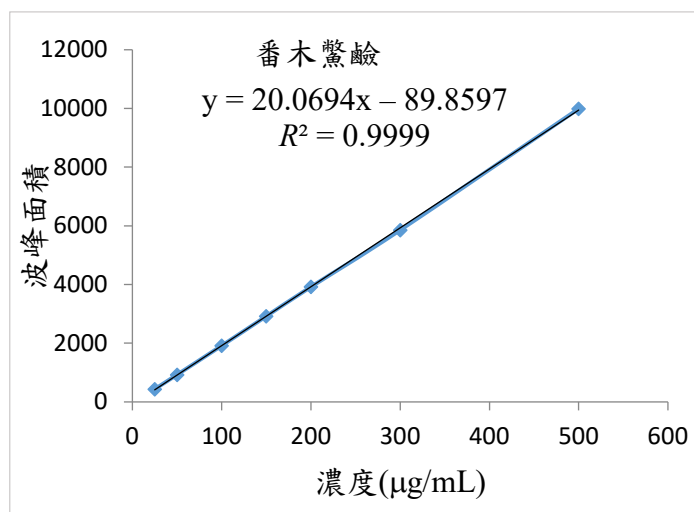
(六) 標準品馬錢子鹼與番木鱉鹼之檢量線

經不同濃度馬錢子鹼(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 $y = 16.4154x - 48.4262$ ， $R^2 = 0.9998$ ，顯示濃度在 30–300 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、標準品馬錢子鹼之檢量線圖

經不同濃度番木鱉鹼(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 $y = 20.0694x - 89.8597$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 25–500 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、標準品番木鱉鹼之檢量線圖

表四、馬錢子鹼及番木鱉鹼之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
馬錢子鹼	30–300	$y = 16.4154x - 48.4262$	0.9998
番木鱉鹼	25–500	$y = 20.0694x - 89.8597$	0.9999

(七) 精密度試驗

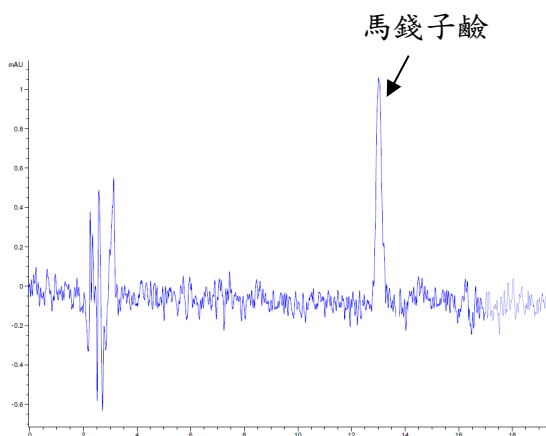
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，馬錢子鹼精密度之相對標準差為 0.17%，番木鱉鹼精密度之相對標準差為 0.34%，均在系統適用性要求內。

(八) 重複性與穩定性試驗

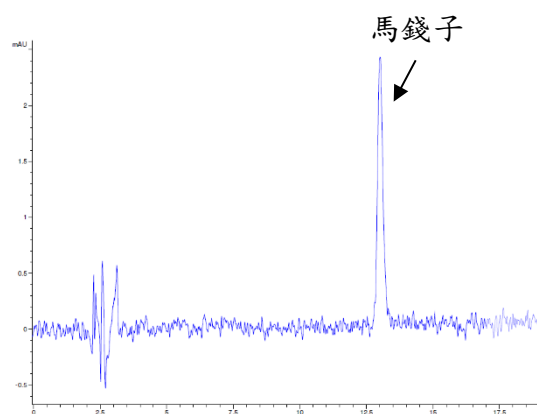
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，馬錢子鹼重複性之相對標準差為 0.91%，番木鱉鹼重複性之相對標準差為 1.07%，均在系統適用性要求內。馬錢子鹼和番木鱉鹼在 24 小時內穩定，馬錢子鹼穩定性之相對標準差為 0.34%，番木鱉鹼穩定性之相對標準差為 0.64%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(九) 偵測極限與定量極限試驗

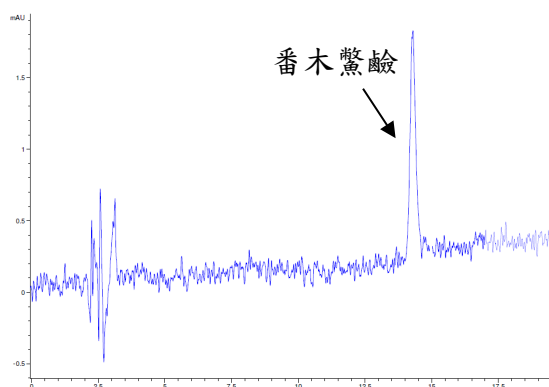
馬錢子鹼偵測極限為 $1.0 \mu\text{g/mL}$ (圖六)，定量極限為 $2.0 \mu\text{g/mL}$ (圖七)。
番木鱉鹼偵測極限為 $1.0 \mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限為 $2.0 \mu\text{g/mL}$ (圖九)。



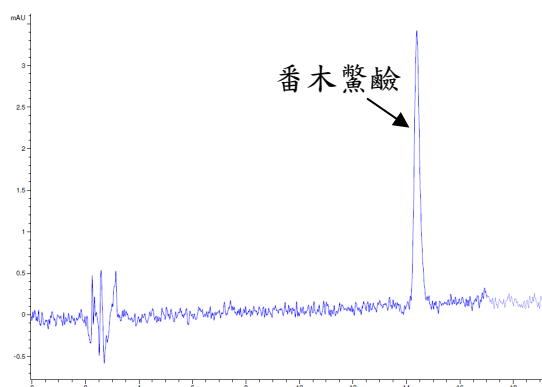
圖六、馬錢子鹼之偵測極限層析圖



圖七、馬錢子鹼之定量極限層析圖



圖八、番木鱉鹼之偵測極限層析圖



圖九、番木鱉鹼之定量極限層析圖

表五、各項檢驗分析

檢測項目	馬錢子鹼		番木鱉鹼	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	120 µg/mL	0.17	200 µg/mL	0.34
重複性 (n=5)	檢品溶液(No. 6)	0.91	檢品溶液(No. 6)	1.07
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No. 6)	0.34	檢品溶液(No. 6)	0.64
偵測極限 (n=1)	1.0 µg/mL		1.0 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	2.0 µg/mL		2.0 µg/mL	-

(十) 添加回收率試驗

馬錢子鹼平均添加回收率為 98.8%，相對標準偏差為 3.72% (表六)。

番木鱉鹼平均添加回收率為 97.6%，相對標準偏差為 2.33% (表七)。

表六、馬錢子鹼添加回收率

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	0.2986	3.214	2.0	5.097	94.2	98.81	3.72
2	0.2993	3.222	2.0	5.134	95.6		
3	0.3005	3.234	2.0	5.268	101.7		
4	0.3001	3.230	2.0	5.237	100.4		
5	0.3003	3.232	2.0	5.277	102.2		

表七、番木鱈鹼添加回收率

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	0.2991	5.147	2.0	7.033	94.3	97.62	2.33
2	0.3002	5.166	2.0	7.160	99.7		
3	0.3001	5.164	2.0	7.132	98.4		
4	0.2995	5.154	2.0	7.080	96.3		
5	0.3003	5.167	2.0	7.155	99.4		

(十一) 臺灣市售馬錢子含量測定

10 批馬錢子之含量測定結果(乾燥品)如表八所示，馬錢子鹼含量為 1.061–1.466%，番木鱈鹼含量為 1.345–2.221%。建議馬錢子藥材指標成分馬錢子鹼的含量不得少於 0.8%、番木鱈鹼的含量應在 1.2%~2.2%之間。理論板數按馬錢子鹼波峰計算均應不低於 8000 (實際值為 17000)、按番木鱈鹼波峰計算均應不低於 8000 (實際值為 23000)。

表八、臺灣市售馬錢子檢品之馬錢子鹼和番木鱈鹼含量

藥材編號(No.)	馬錢子鹼含量(%)	番木鱈鹼含量(%)
1 (CB)	1.260	1.805
2 (NC)	1.196	1.912
3 (NJ3A)	1.200	1.886
4 (CF)	1.063	2.111
5 (NW)	1.164	1.938
6 (SGB)	1.061	1.888
7 (SGB2)	1.466	1.345
8 (SUA)	1.281	2.117
9 (SU2A)	1.278	1.971
10 (SU2C)	1.237	2.221
平均值±S.D.	1.221 ±0.117	1.919±0.239

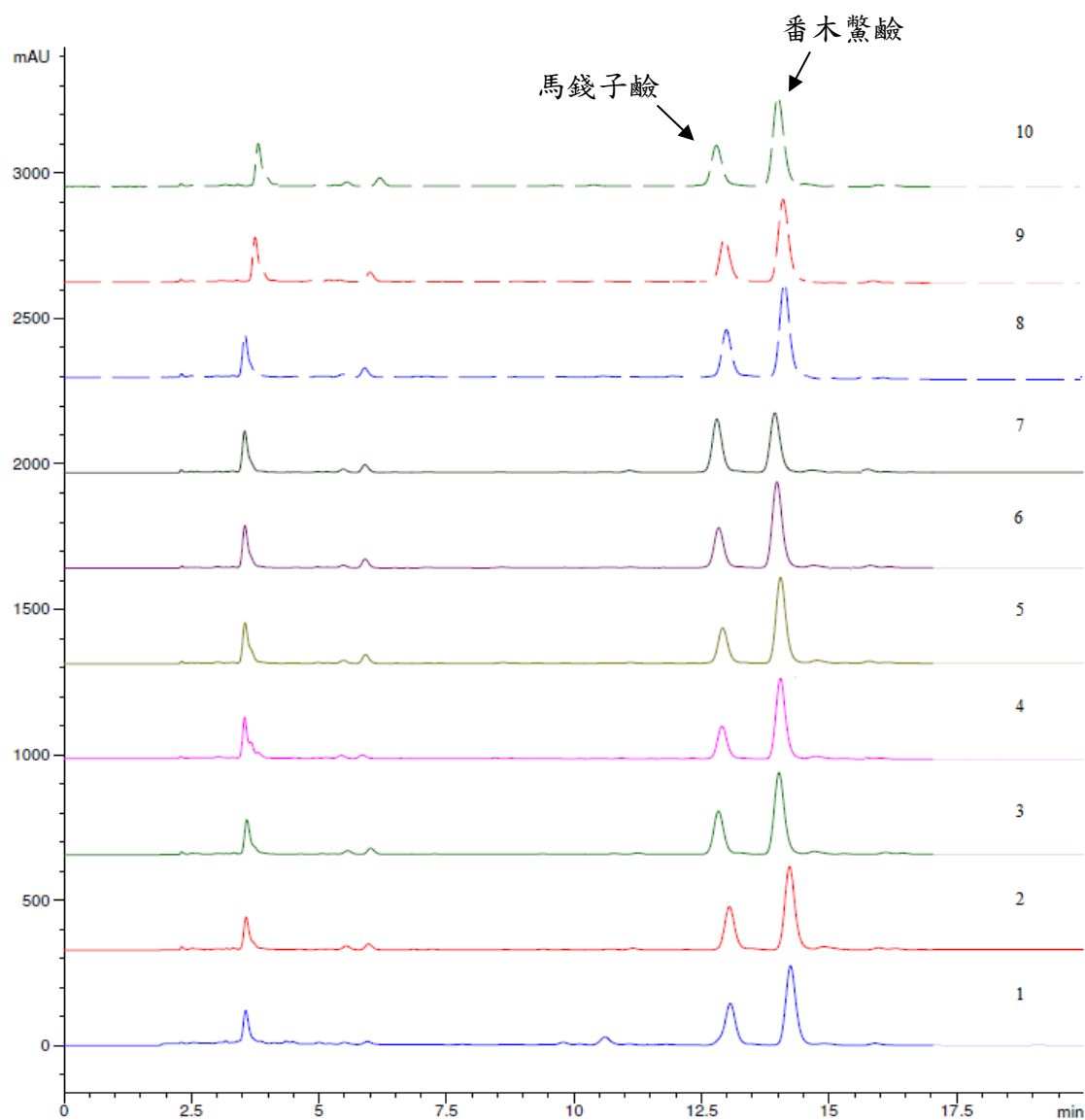
(十二) 馬錢子藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售馬錢子藥材檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Agilent ZORBAX SB-C18 Column (250 $\times$ 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：260 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	緩衝溶液(%)*
0	40	60
20	50	50

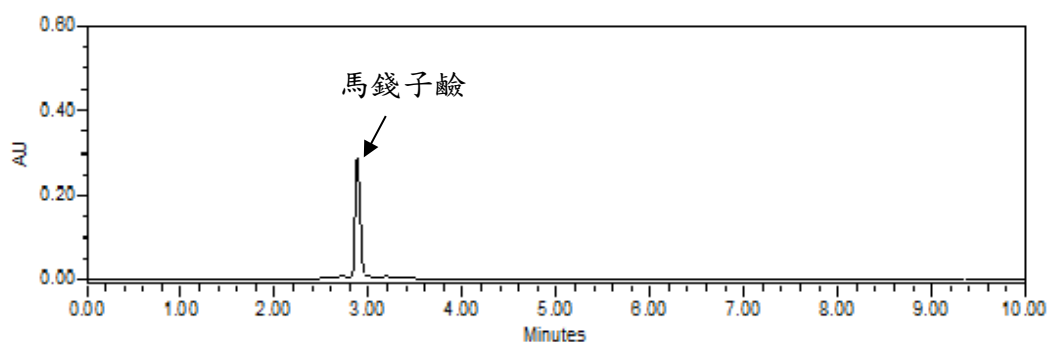
*緩衝溶液：0.01 M 庚烷磺酸鈉溶液與 0.02 M 磷酸二氫鉀溶液等量混合液 995 mL 加入 5 mL 甲酸



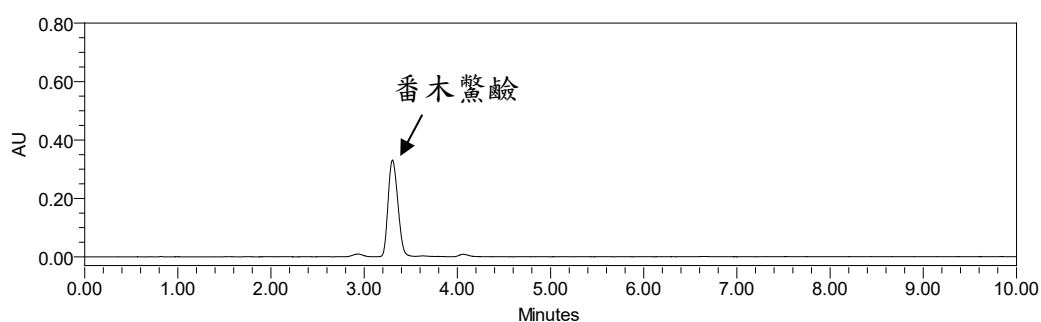
圖十、10 批馬錢子之 HPLC 指紋圖譜

(十三) 標準品馬錢子鹼及番木鱉鹼之 UPLC 層析

於滯留時間 2.93 分鐘顯示馬錢子鹼標準品的波峰(圖十一)。於滯留時間 3.30 分鐘顯示番木鱉鹼標準品的波峰(圖十二)。



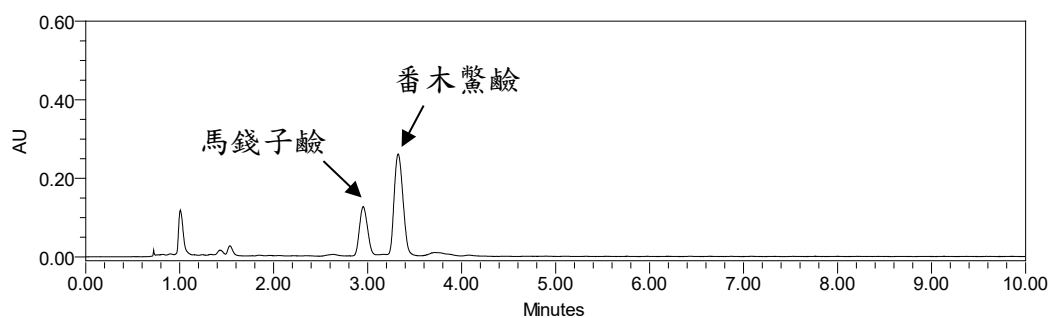
圖十一、馬錢子鹼標準品溶液之 UPLC 層析圖



圖十二、番木鱉鹼標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十四) 市售馬錢子檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.95 分鐘顯示馬錢子檢品中馬錢子鹼的波峰。於滯留時間 3.33 分鐘顯示馬錢子檢品中番木鱉鹼的波峰(圖十三)。

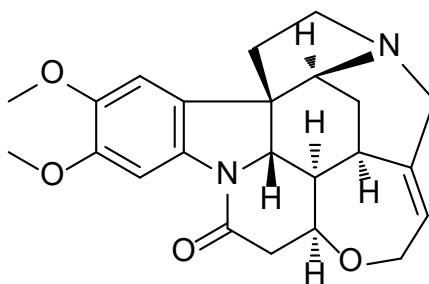


圖十三、市售馬錢子檢品之 UPLC 層析圖

(十五) 馬錢子鹼的分子式、分子量與熔點

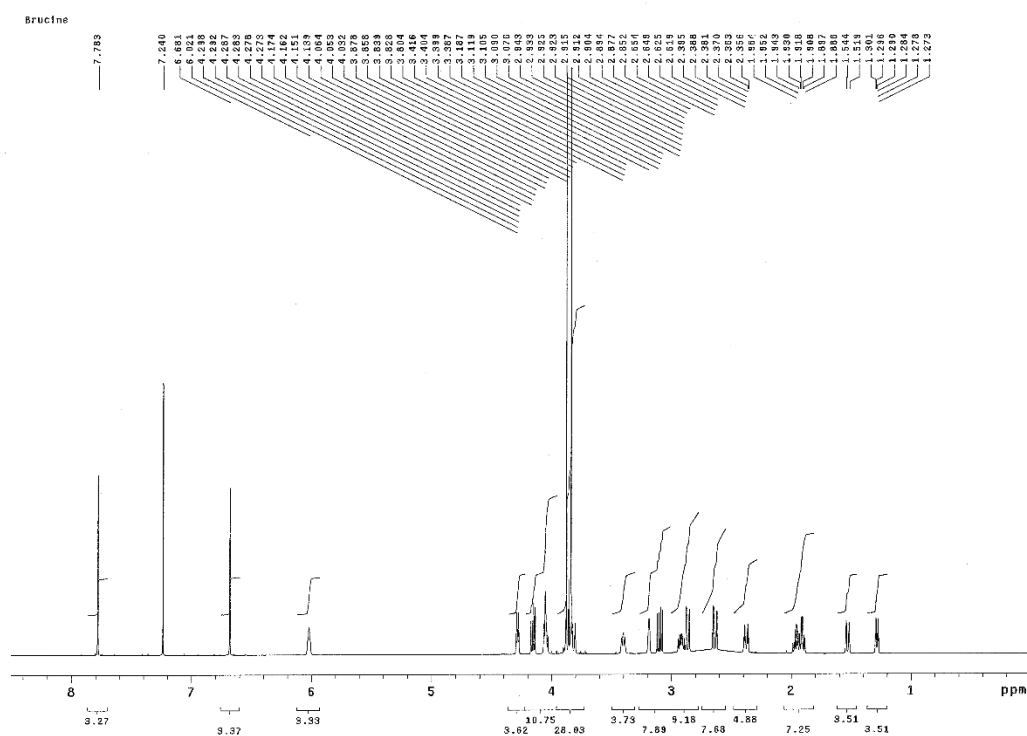
分子式： $C_{23}H_{26}N_2O_4$ ；分子量：394.47；熔點：177–178 °C；白色固體。

(十六) 馬錢子鹼的結構



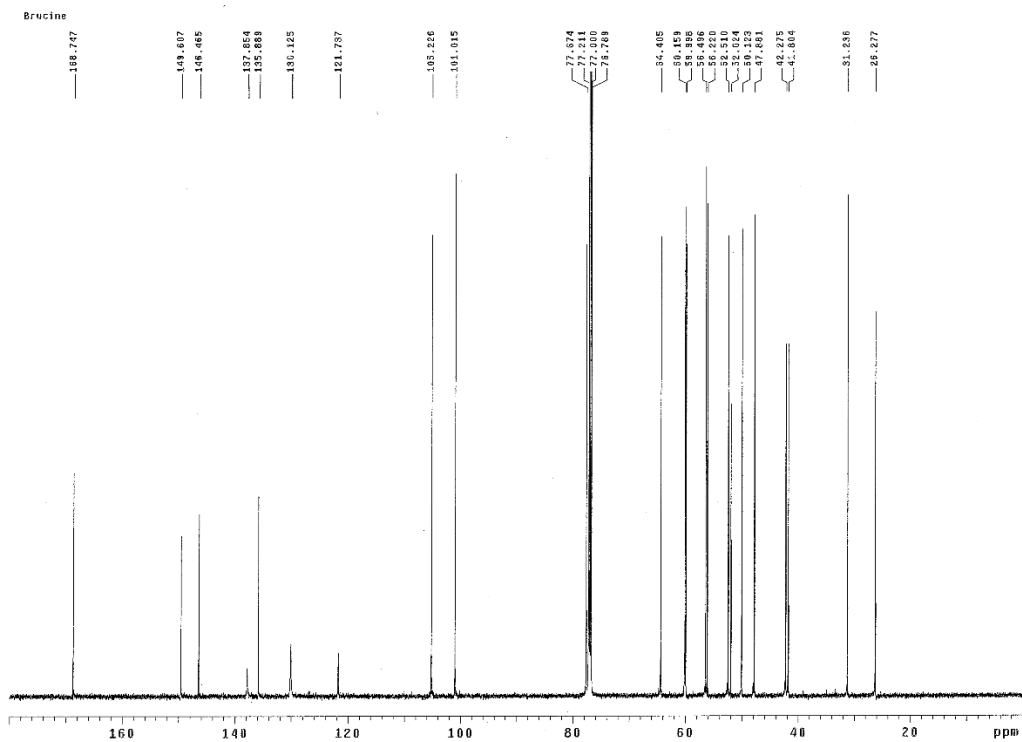
馬錢子鹼

(十七) 馬錢子鹼的 1H NMR 圖譜



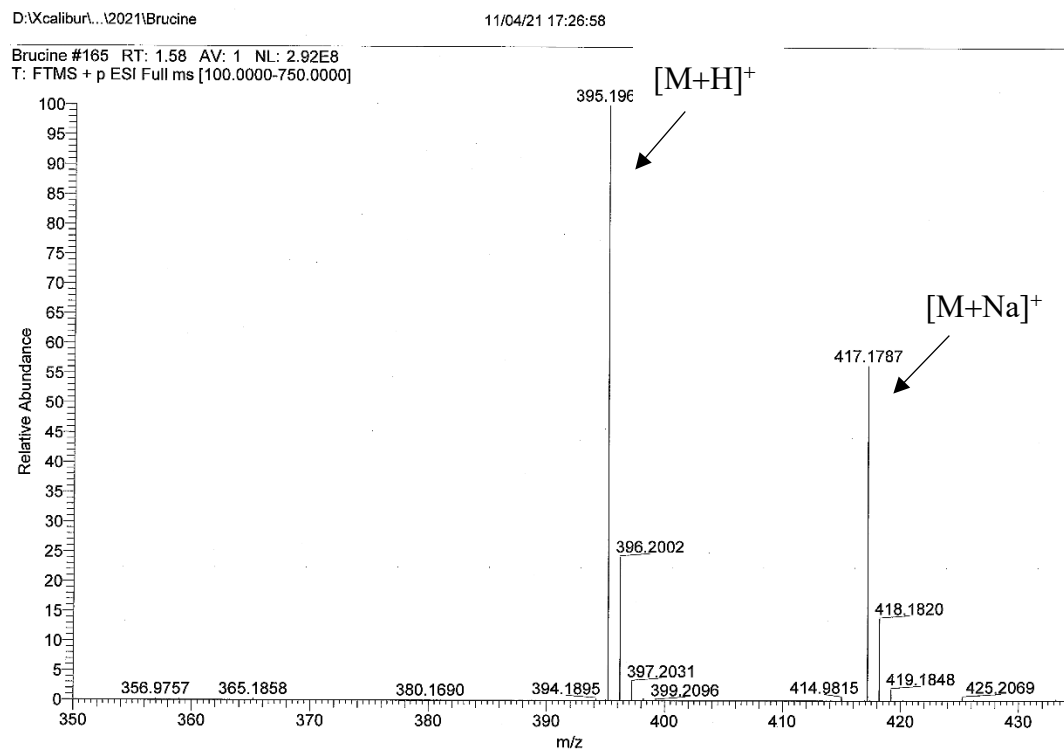
圖十四、馬錢子鹼的 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

(十八) 馬錢子鹼的 ^{13}C NMR 圖譜



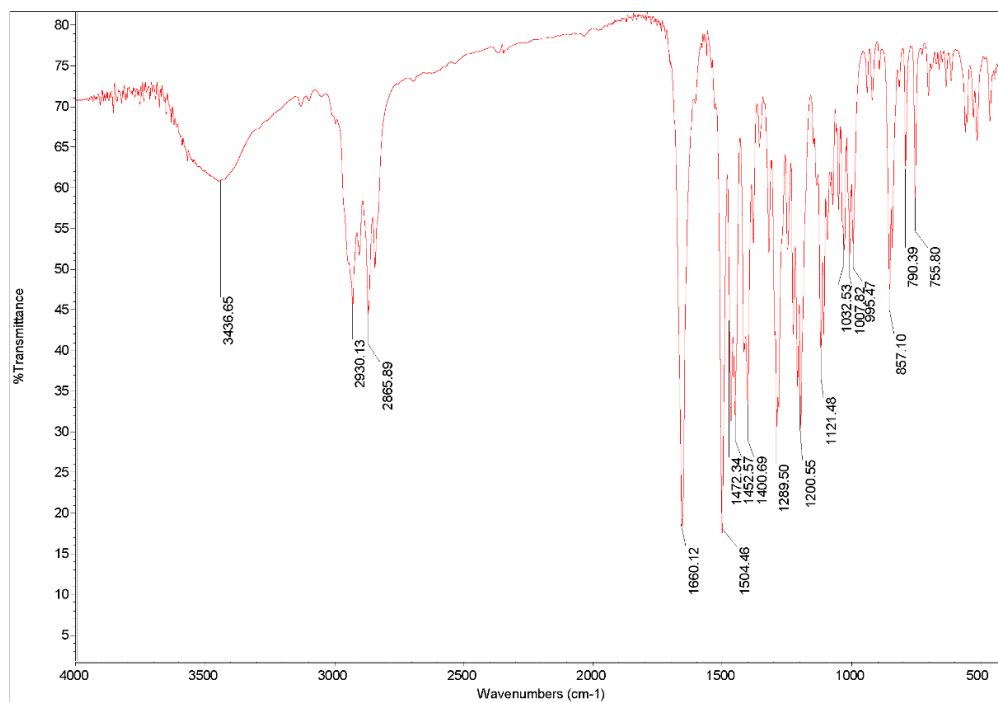
圖十五、馬錢子鹼的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(十九) 馬錢子鹼的 ESI-MS 圖譜



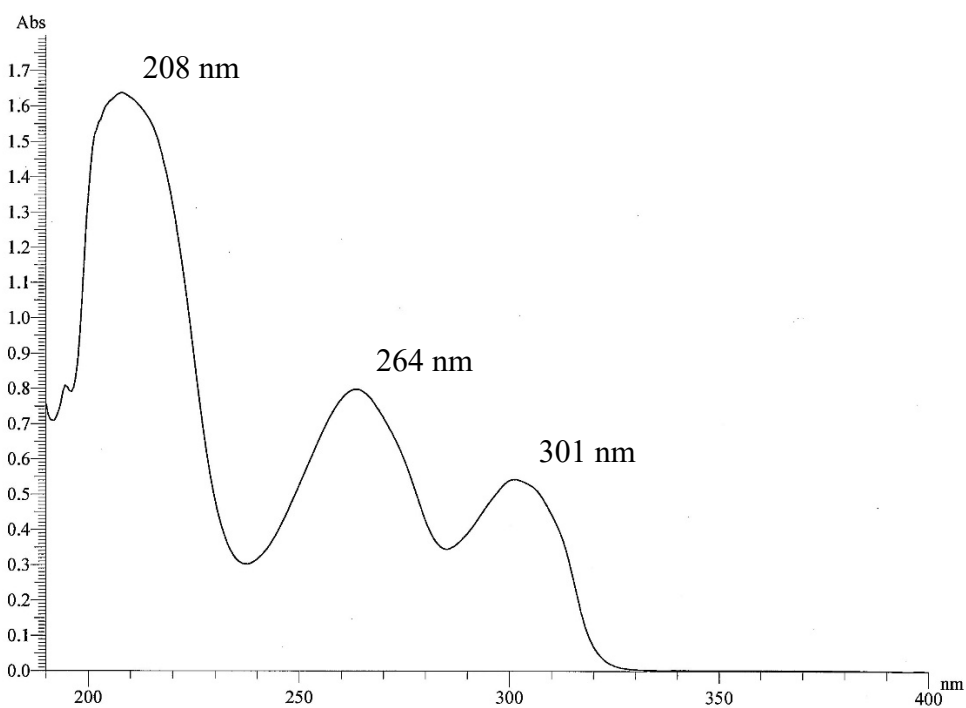
圖十六、馬錢子鹼的 ESI-MS 圖譜

(二十) 馬錢子鹼的 FTIR 圖譜



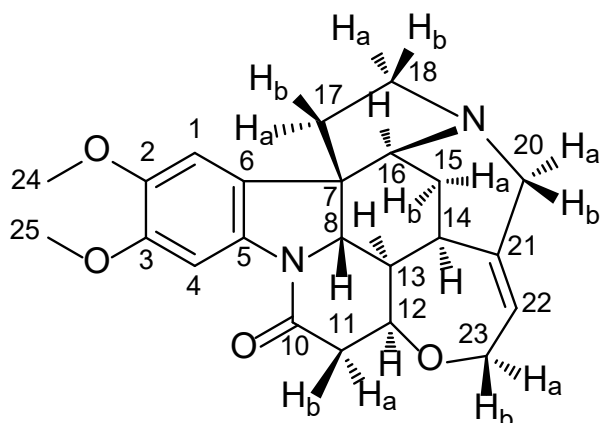
圖十七、馬錢子鹼的 FTIR 圖譜

(二十一) 馬錢子鹼的 UV 圖譜



圖十八、馬錢子鹼的 UV 圖譜

(二十二) 馬錢子鹼的氫、碳化學位移



表九、馬錢子鹼的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	6.66 (s)	105.41
2	-	146.30
3	-	149.35
4	7.79 (s)	100.99
5	-	135.94
6	-	122.80
7	-	51.96
8	3.82 (d, 10.2)	60.23
10	-	168.87
11	a: 3.09 (dd, 17.4, 8.4) b: 2.63 (dd, 17.4, 3.6)	42.35 -
12	4.27 (dt, 9.0, 3.6)	77.75
13	1.26 (dt, 10.2, 3.0)	48.13
14	3.14 (br s)	31.44
15	a: 1.48 (d, 14.4) b: 2.35 (dt, 15.0, 4.2)	26.61 -
16	3.92 (br s)	60.03
17	a: 1.90 (td, 13.2, 7.2) b: 1.86 (dd, 13.2, 6.0)	42.21 -
18	a: 3.25 (dd, 9.6, 7.8) b: 2.86 (ddd, 12.6, 10.2, 6.6)	50.16 -
20	a: 3.73 (d, 15.0) b: 2.76 (d, 15.0)	52.63 -
21	-	139.52

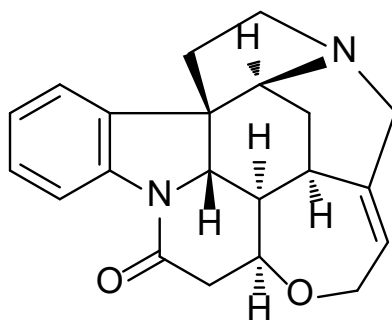
22	5.93 (br t)	128.37
23	a: 4.04 (dd, 13.2, 6.0)	64.52
	b: 4.13 (dd, 13.8, 6.6)	-
24	3.84 (s)	56.46
25	3.88 (s)	56.20

^a(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

(二十三) 番木鱉鹼的分子式、分子量與熔點

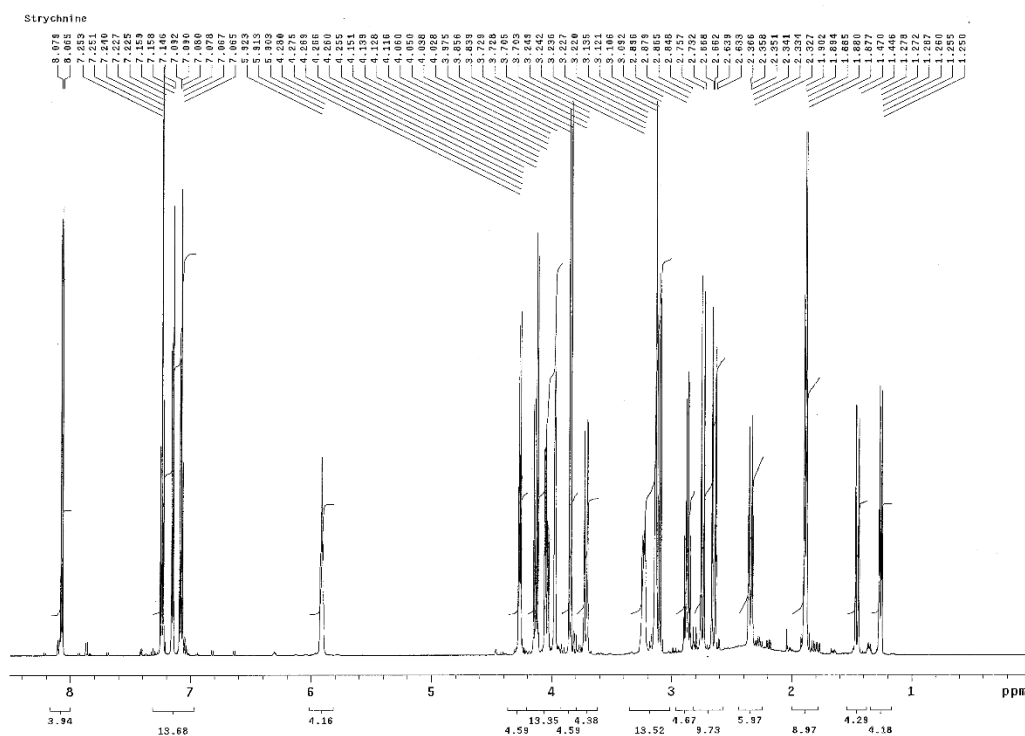
分子式： $C_{21}H_{22}N_2O_2$ ；分子量：334.42；熔點：269–272 °C；白色固體。

(二十四) 番木鱉鹼的結構



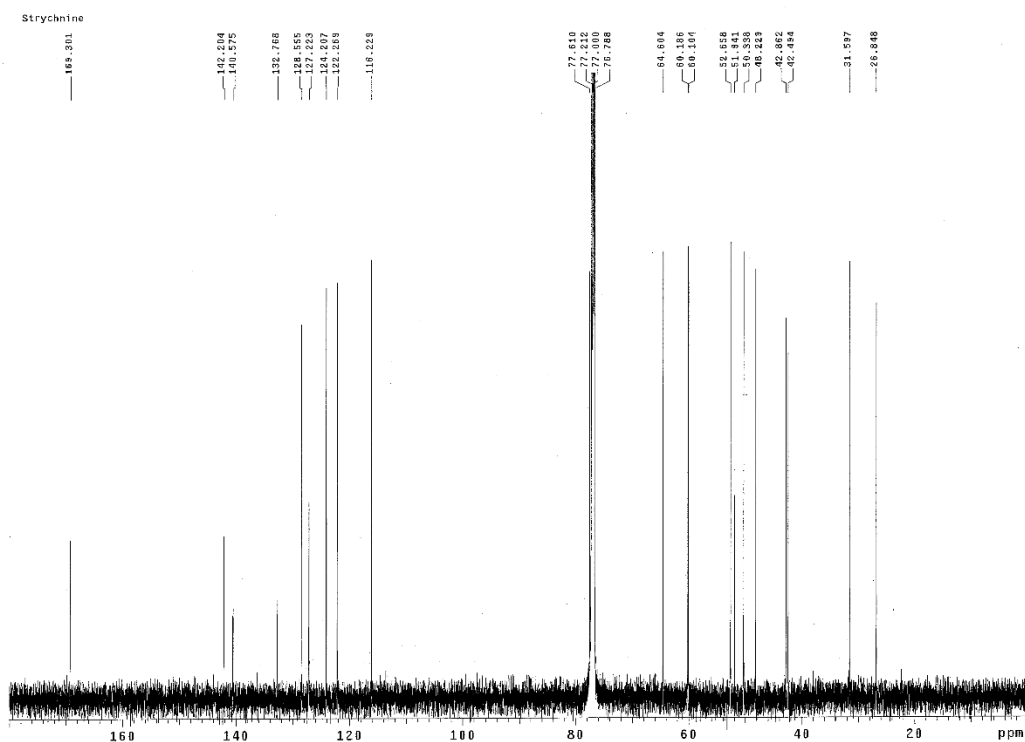
番木鱉鹼

(二十五) 番木鱉鹼的 1H NMR 圖譜



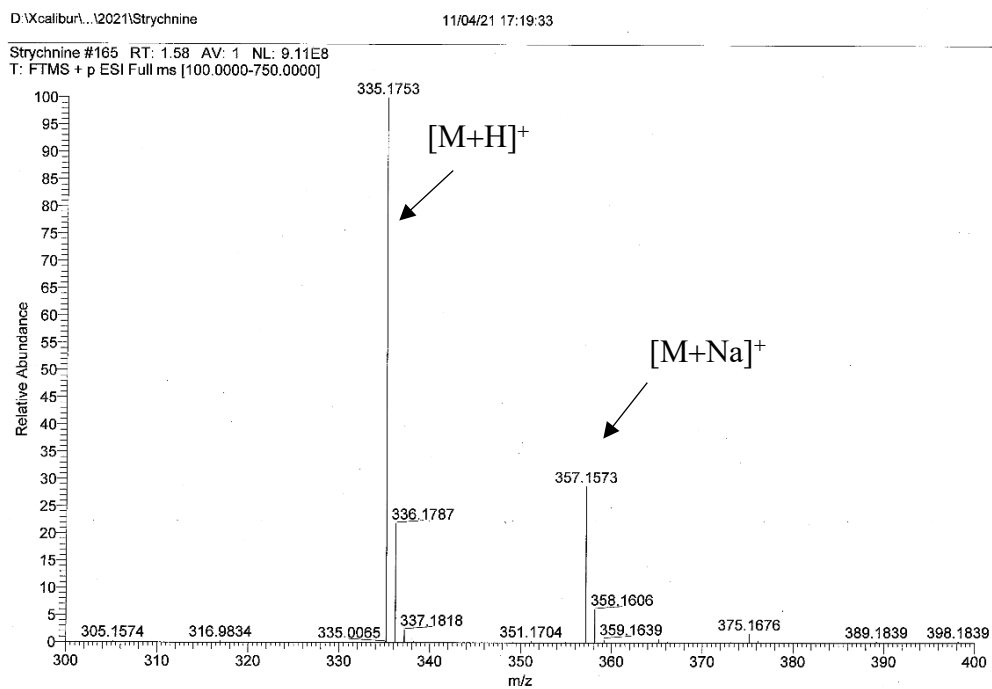
圖十九、番木鱉鹼的 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

(二十六) 番木鱉鹼的 ^{13}C NMR 圖譜



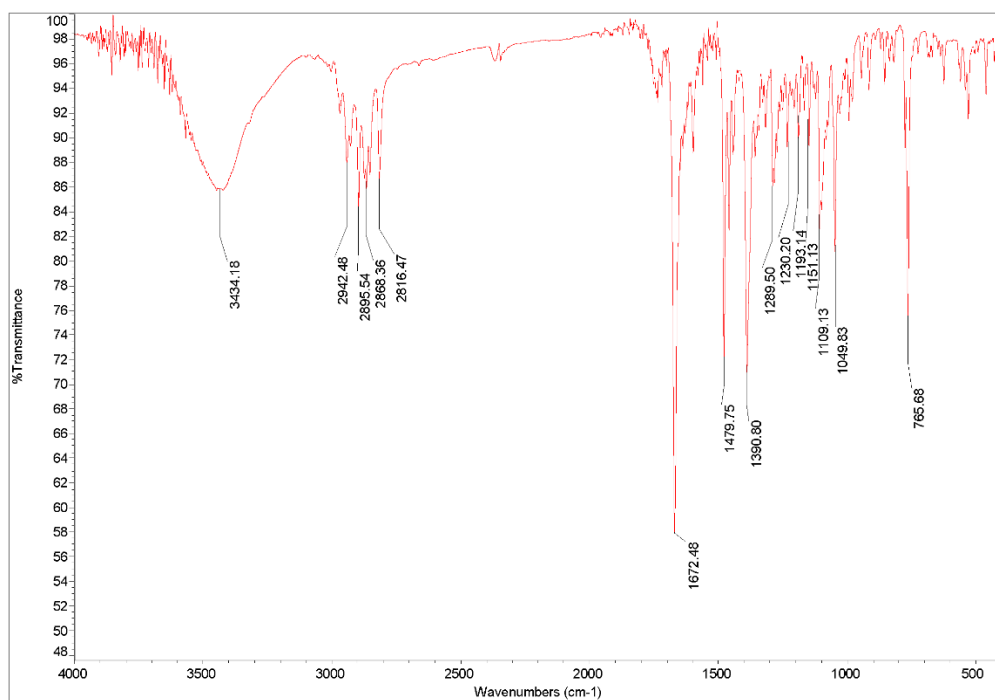
圖二十、番木鱉鹼的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(二十七) 番木鱉鹼的 ESI-MS 圖譜



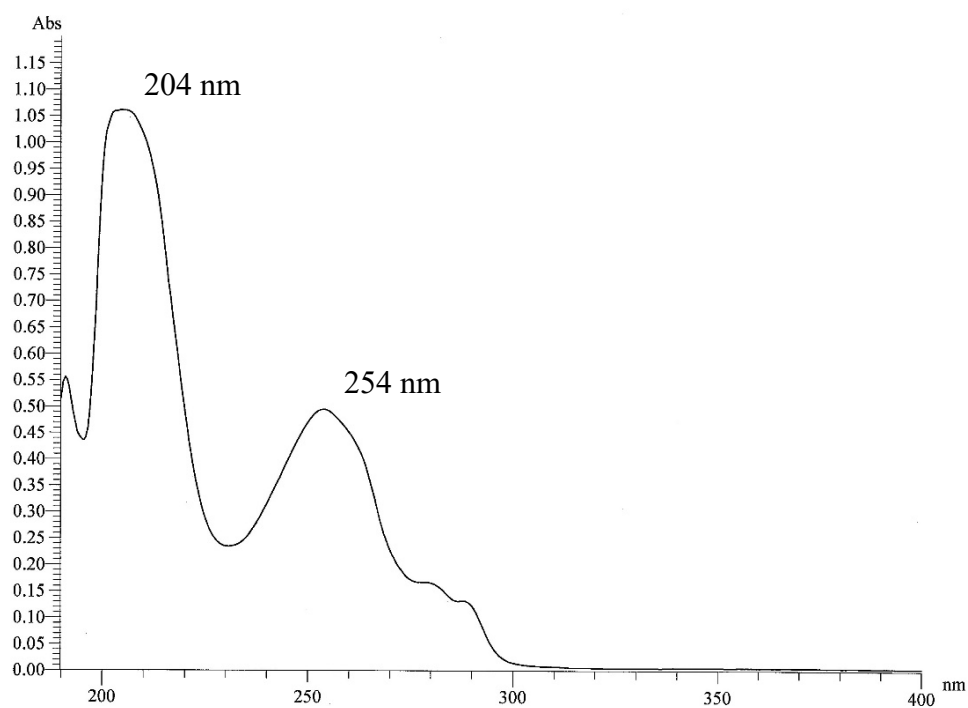
圖二十一、番木鱉鹼的 ESI-MS 圖譜

(二十八) 番木鱉鹼的 FTIR 圖譜



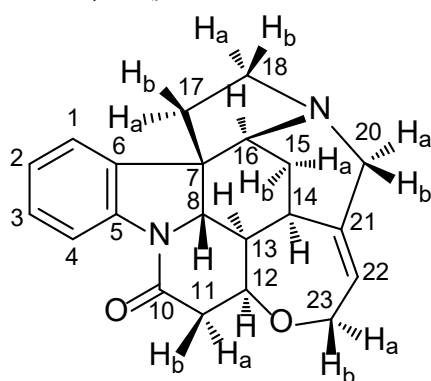
圖二十二、番木鱉鹼的 FTIR 圖譜

(二十九) 番木鱉鹼的 UV 圖譜



圖二十三、番木鱉鹼的 UV 圖譜

(三十) 番木鱉鹼的氫、碳化學位移



表十、番木鱉鹼的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	7.15 (d, 7.8 Hz)	122.27
2	7.08 (td, 7.8, 1.2 Hz)	124.21
3	7.24 (td, 7.8, 1.2 Hz)	128.56
4	8.07 (d, 8.4 Hz)	116.23
5	-	142.20
6	-	132.77
7	-	51.94
8	3.85 (d, 10.2 Hz)	60.10
10	-	169.30
11	a: 3.11 (dd, 17.4, 8.4 Hz) b: 2.65 (dd, 17.4, 3.6 Hz)	42.49 -
12	4.27 (dt, 9.0, 3.6 Hz)	77.61
13	1.26 (dt, 10.2, 3.0 Hz)	48.23
14	3.14 (m)	31.60
15	a: 1.46 (d, 14.4 Hz) b: 2.35 (dt, 14.4, 4.2 Hz)	26.85 -
16	3.98 (br s)	60.19
17	1.89 (m)	42.86
18	a: 3.23 (m) b: 2.87 (m)	50.34 -
20	a: 3.72 (d, 14.4 Hz) b: 2.74 (d, 15.0 Hz)	52.66 -
21	-	140.58
22	5.91 (br t, 6.0Hz)	127.22
23	a: 4.04 (dd, 13.2, 6.0 Hz) b: 4.13 (dd, 13.8, 7.2 Hz)	64.60 -

^a(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

馬錢子 TLC

生藥名：STRYCHNI SEMEN

英文名：Nux Vomica

基 原：本品為馬錢科 Loganiaceae 植物馬錢 *Strychnos nux-vomica* L.之乾燥成熟種子。

一、方法

- (一) 檢品溶液 **【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》✓**
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 2】《中華人民共和國藥典 2020》
——取本品粉末 0.5 g，加三氯甲烷-乙醇(10:1)混合液 5 mL 和濃氨試液 0.5 mL，振搖 5 分鐘，放置 2 小時，過濾，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 3】《香港中藥材標準第七冊》
——取本品粉末 1.0 g，加乙醚 15 mL 和 9.1%氨溶液 0.5 mL，振搖 5 分鐘，放置 2 小時，過濾，過濾，取濾液作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取馬錢子鹼(Brucine)、番木鱉鹼(Strychnine)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 1.0 mg 的溶液，作為對照標準品溶液。
- (三) 薄 層 板 HPTLC silica gel 60 F₂₅₄，10 cm × 10 cm、20 cm × 10 cm
- (四) 展 開 劑 **【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》、《中華人民共和國藥典 2020》✓**
——甲苯：丙酮：乙醇：濃氨試液 (4：5：0.6：0.4)
【展開劑 2】《香港中藥材標準第七冊》
——乙酸乙酯：異丙醇：濃氨試液 (7.5：2：0.8)
- (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 風乾後，置於紫外光(254 nm)下檢視，或以碘化鉍鉀試液(Dragendorff Spray Reagent)和亞硝酸鈉試液(NaNO₂ TS)噴霧後，風乾後置於可見光下檢視。

二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：110/12/17

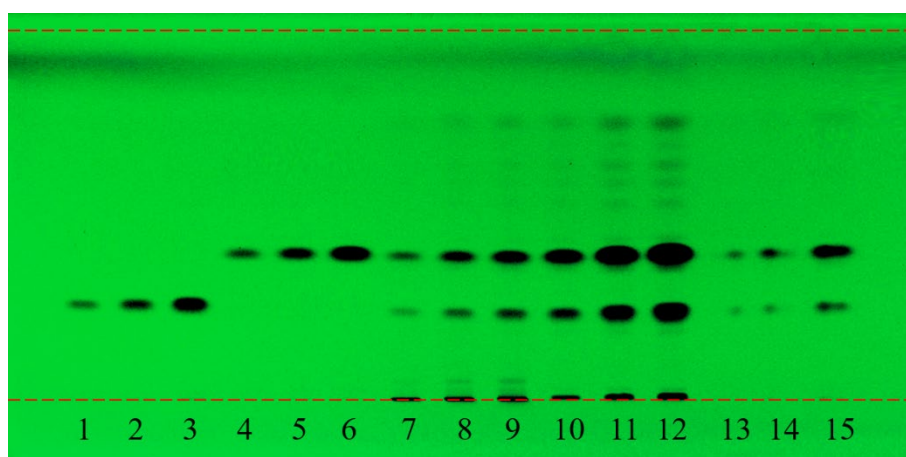
相對溼度(RH)：53%

溫度(RT)：21.7 °C

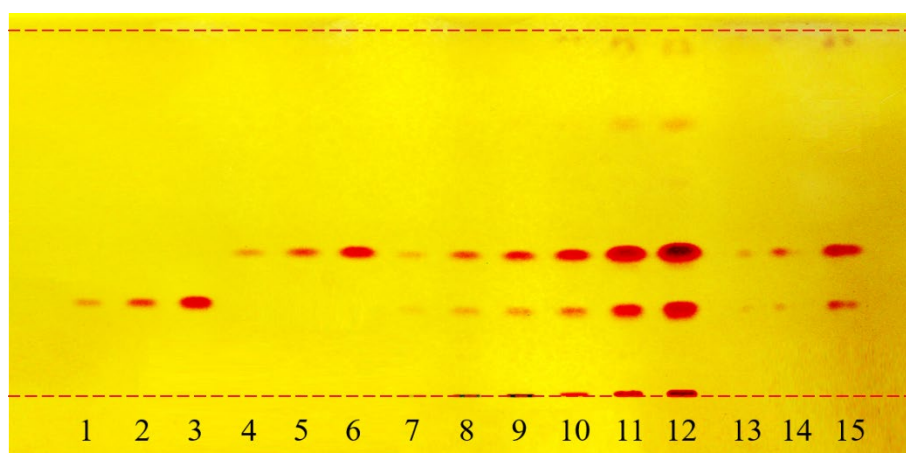
【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《中華人民共和國藥典 2020》——甲

苯：丙酮：乙醇：濃氨試液 (4：5：0.6：0.4)

——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉試液顯色後，可見光檢出



編號	名稱	點注量
1，2，3	馬錢子鹼(1.0 mg/mL)	1，2，5 μ L
4，5，6	番木鱉鹼(1.0 mg/mL)	1，2，5 μ L
7，8，9	檢品溶液 3【萃取方法 1】	2，5，8 μ L
10，11，12	檢品溶液 3【萃取方法 2】	2，5，8 μ L
13，14，15	檢品溶液 3【萃取方法 3】	2，5，8 μ L

建議萃法：三種萃取法中，皆可分離檢出馬錢子鹼及番木鱉鹼，因方法簡易且濃度適中，故維持原臺灣中藥典【萃取方法 1】。

建議點注量：馬錢子鹼 5 μ L，番木鱉鹼 5 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】8 μ L。

三、溶媒系統選擇

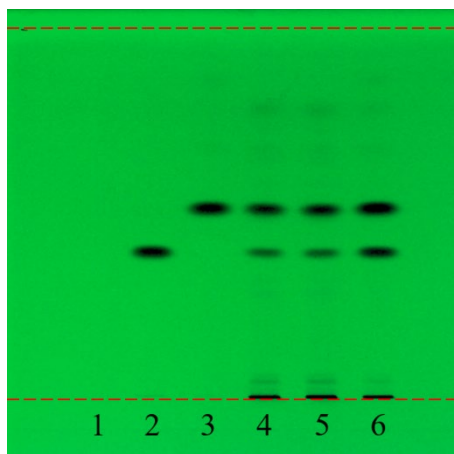
實驗日期：110/12/17

相對溼度(RH)：53%

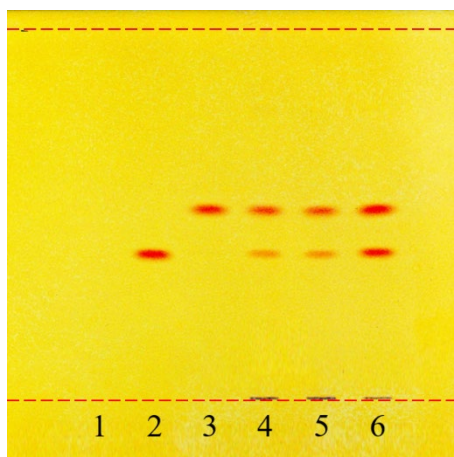
溫度(RT)：21.7 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《中華人民共和國藥典 2020》——甲
苯：丙酮：乙醇：濃氨試液 (4：5：0.6：0.4) ✓

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(馬
錢子鹼 R_f 值為 0.35、番木鱉鹼 R_f 值為 0.49)

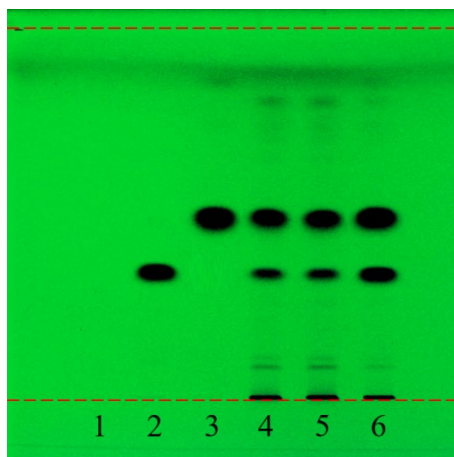


【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉
試液顯色後，可見光檢出(馬錢子鹼 R_f 值為 0.35、番木鱉鹼 R_f 值為 0.49)

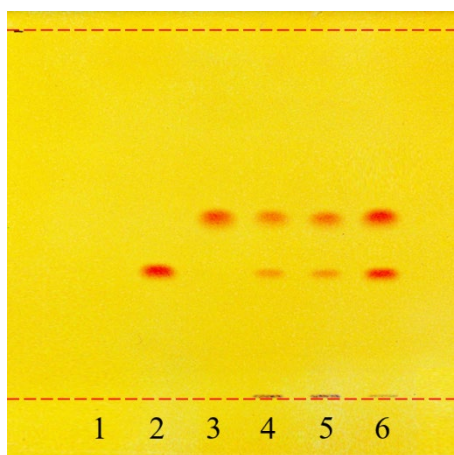


【展開劑 2】《香港中藥材標準第七冊》——乙酸乙酯：異丙醇：濃氨試液 (7.5：2：0.8)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出 (馬錢子鹼 R_f 值為 0.4、番木鱉鹼 R_f 值為 0.51)



【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉試液顯色後，可見光檢出(馬錢子鹼 R_f 值為 0.4、番木鱉鹼 R_f 值為 0.51)



- 1：Blank
- 2：馬錢子鹼
- 3：番木鱉鹼
- 4，5：檢品溶液 3
- 6：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式，兩種展開劑皆可分離馬錢子鹼及番木鱉鹼，其中【展開劑 1】 R_f 值適中，故維持原《臺灣中藥典》【展開劑 1】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：110/12/17

相對溼度(RH)：53%

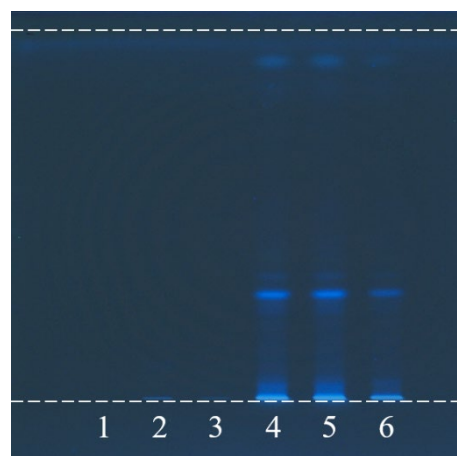
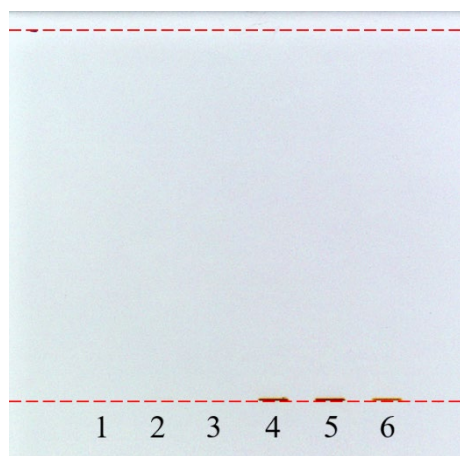
溫度(RT)：21.7 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《中華人民共和國藥典 2020》——甲

苯：丙酮：乙醇：濃氨試液 (4：5：0.6：0.4)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》—HPTLC 可見光檢出

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》—HPTLC 紫外光(365 nm)檢出

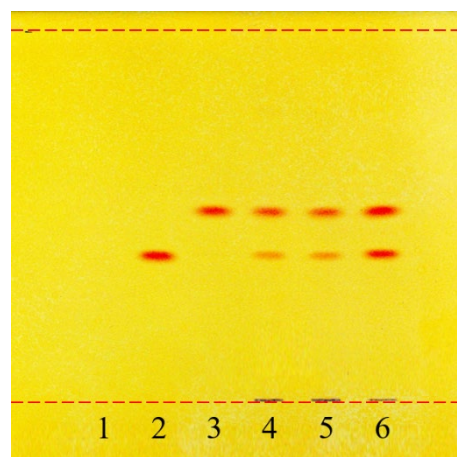
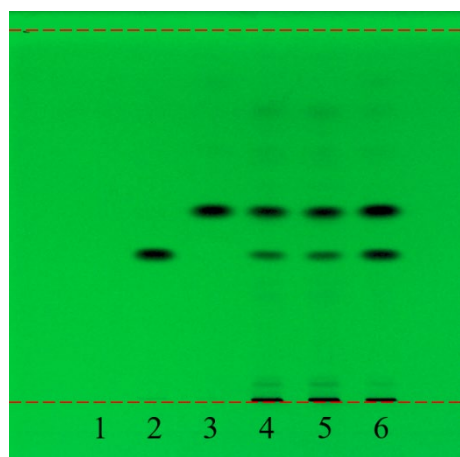


【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

✓

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》—HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞

硝酸鈉試液顯色後，可見光檢出✓



1：Blank

4，5：檢品溶液 3

2：馬錢子鹼

6：Spike

3：番木鱉鹼

建議觀察方式：以紫外光(254 nm)下檢視，或碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉試液顯色後，可見光檢出，顯示有明顯分離之條帶。

五、十批馬錢子藥材樣品檢測

實驗日期：110/12/17

相對溼度(RH)：53%

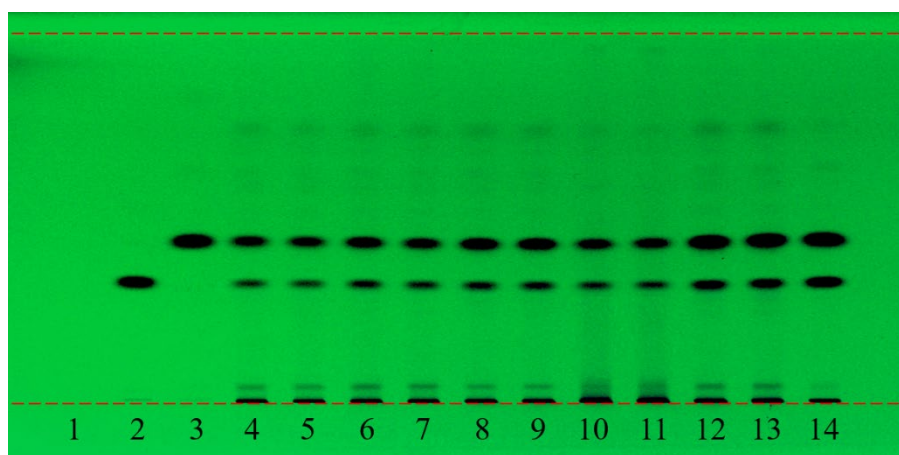
溫度(RT)：21.7 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《中華人民共和國藥典 2020》——甲

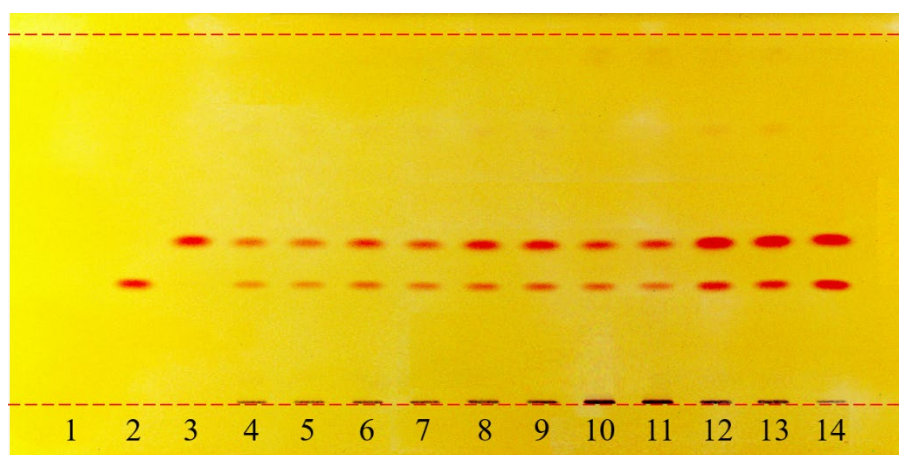
苯：丙酮：乙醇：濃氨試液 (4：5：0.6：0.4)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC

(1)紫外光(254 nm)檢出



(2)碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉試液顯色後，可見光檢出

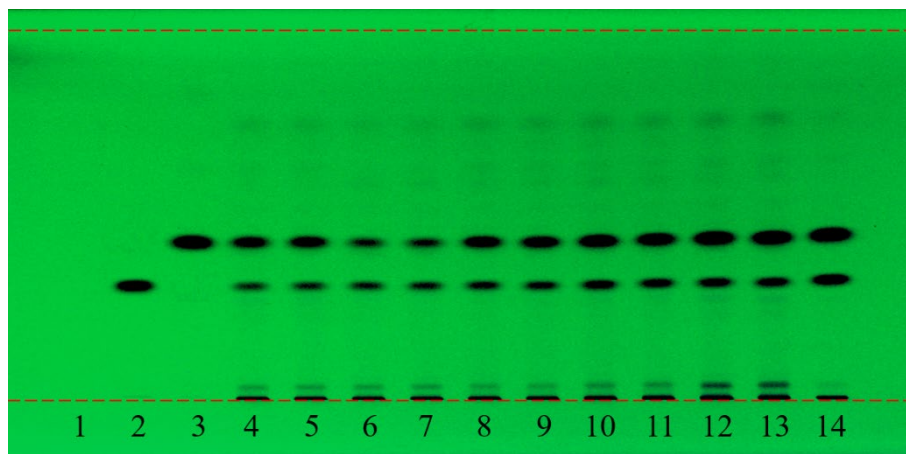


1	Blank	8, 9	檢品溶液 3 (NW)
2	馬錢子鹼(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 4 (CB)
3	番木鱉鹼(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 5 (CF)
4, 5	檢品溶液 1 (NC)	14	Spike (檢品溶液 3)
6, 7	檢品溶液 2 (NJ3A)		

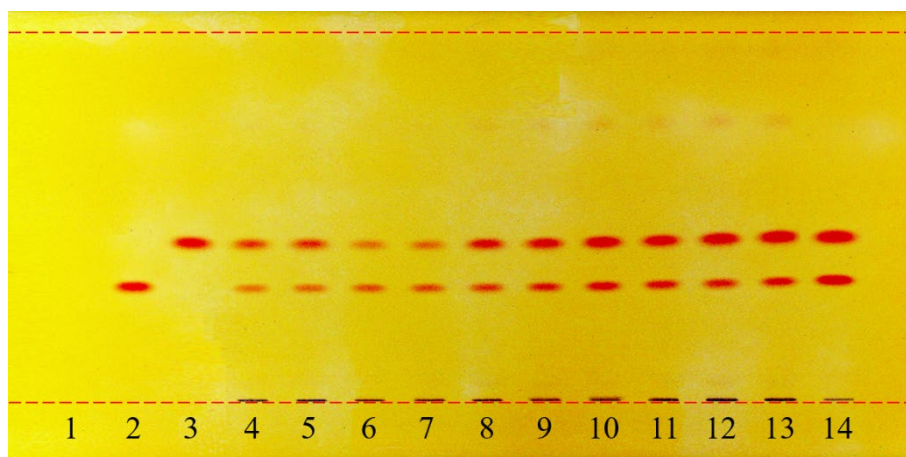
【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《中華人民共和國藥典 2020》——甲
 苯：丙酮：乙醇：濃氨試液 (4：5：0.6：0.4)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC

(1) 紫外光(254 nm)檢出



(2) 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉試液顯色後，可見光檢出



1	Blank	8，9	檢品溶液 8 (SUA)
2	馬錢子鹼(1.0 mg/mL)	10，11	檢品溶液 9 (SU2A)
3	番木鱉鹼(1.0 mg/mL)	12，13	檢品溶液 10 (SU2C)
4，5	檢品溶液 6(SGB)	14	Spike (檢品溶液 3)
6，7	檢品溶液 7 (SGB2)		

結論與建議：以【萃取方法 1】及【展開劑 1】方式，顯示分離與檢出馬錢子鹼及番木鱉鹼的效果較佳，於紫外光(254nm)下檢視或碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉試液顯色後，於可見光下檢視較佳。