

牛蒡子

(ARCTII FRUCTUS)

牛蒡子 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

牛蒡子 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

牛蒡子 TLC

一、方法.....	29
二、萃法選擇及濃度測試.....	30
三、溶媒系統選擇.....	31
四、觀察方式選擇.....	33
五、十批牛蒡子樣品檢測.....	34

牛蒡子

(ARCTII FRUCTUS)

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牛蒡子的乾燥成熟果實。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：牛蒡子

生藥名：ARCTII FRUCTUS

英文名：Great Burdock Achene

基原：菊科 Compositae 植物牛蒡 *Arctium lappa* L. 的乾燥成熟果實。

採收加工：秋季果實成熟時採收果序，曬乾後打下果實，去除雜質，再曬乾。

藥材性狀：本藥材為牛蒡子的乾燥成熟果實，本品呈長倒卵形，稍扁，微彎曲，長 5~7 mm，寬 2~3 mm。表面灰褐色，帶紫黑色斑點，有數條縱棱，通常中間 1-2 條較明顯。頂端鈍圓，稍寬，頂面有圓環，中間具點狀花柱殘跡，基部略窄，着生面色較淡。富油性。氣微，味微辛、苦。

生長分佈：二年生草本，花期 6~8 月，果期 8~10 月。中國各地均有分佈。一般為栽培品。主產河北，吉林、遼寧、浙江、黑龍江等地。此外，四川，河南、湖北、陝西等地亦產。以東北產量較大，浙江所產品質較優。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 外果皮為 1 列細胞，壁彎曲，多數細胞壁破裂。
2. 中果皮厚薄不均，細胞壁稍厚，微木化，散有小型外韌型維管束。
3. 內果皮為 1 列柵狀排列的石細胞。
4. 種皮為數列頹廢細胞，細胞界線不明顯。
5. 胚乳細胞 1~2 列。
6. 子葉細胞內充滿糊粉粒、油滴，部分含有細小結晶。
7. 草酸鈣方晶大量存在於，靠近內果皮的中果皮細胞中。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末灰褐色。
2. 種皮細胞，表面觀呈類圓形，界限常不明顯；內含大量梭狀或針狀草酸鈣結晶，偏光顯微鏡下呈亮黃白色或多彩色。

3. 子葉細胞呈多角形，可見糊粉粒、脂肪油滴及細小的草酸鈣簇晶；草酸鈣簇晶在偏光顯微鏡下呈亮白色。
4. 內果皮細胞表面呈尖梭形、長橢圓形或尖卵圓形，鑲嵌緊密；側面觀類長方形或長條形，偏光顯微鏡下呈亮黃白色或多彩色。
5. 含晶細胞界限不明顯，含大量草酸鈣方晶，偏光顯微鏡下呈多彩色。



圖 1 牛蒡子藥材圖

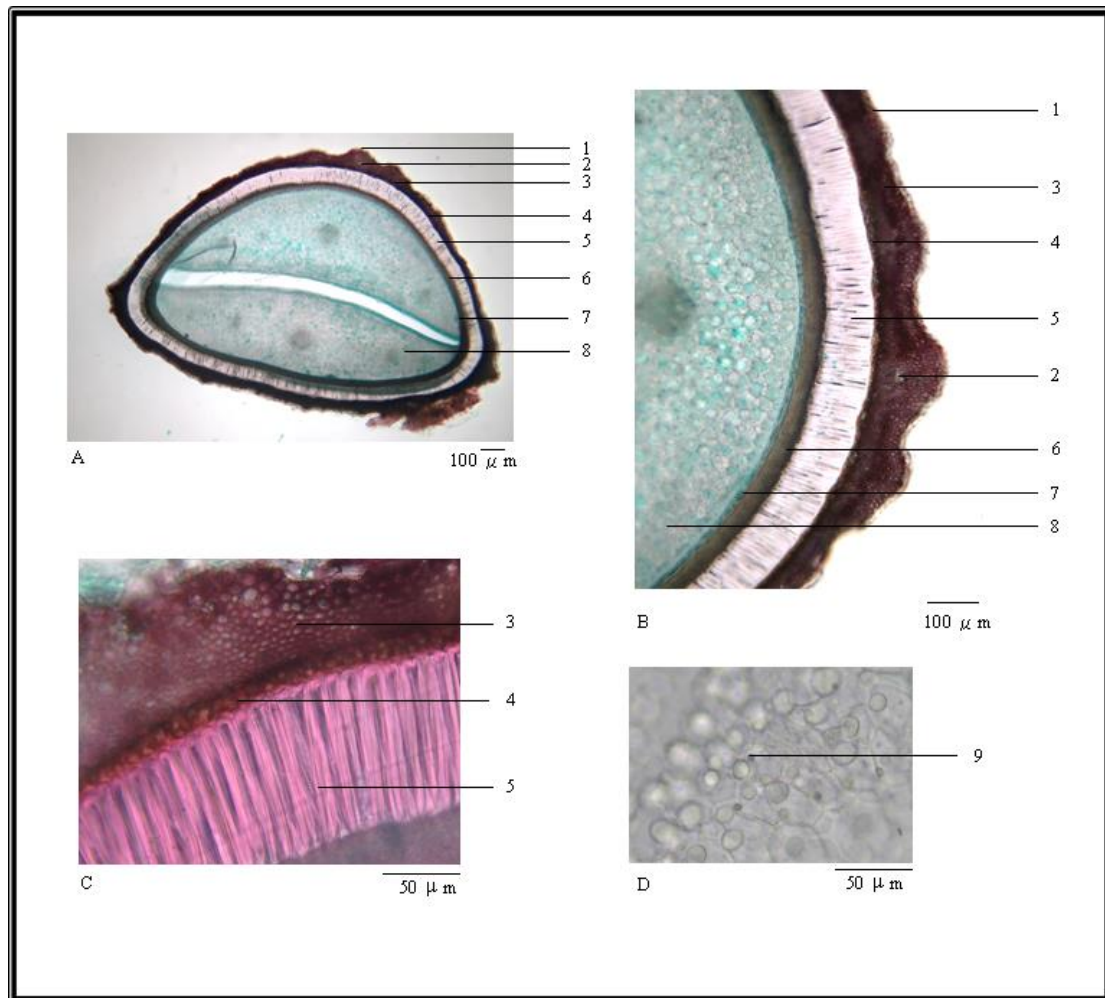


圖 2 牛蒡子橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.橫切面放大圖 C.草酸鈣方晶 D.散在子葉的結晶

1.外果皮 2. 維管束 3.中果皮 4.草酸鈣方晶 5.內果皮 6.種皮 7.胚乳 8.子
葉 9.結晶

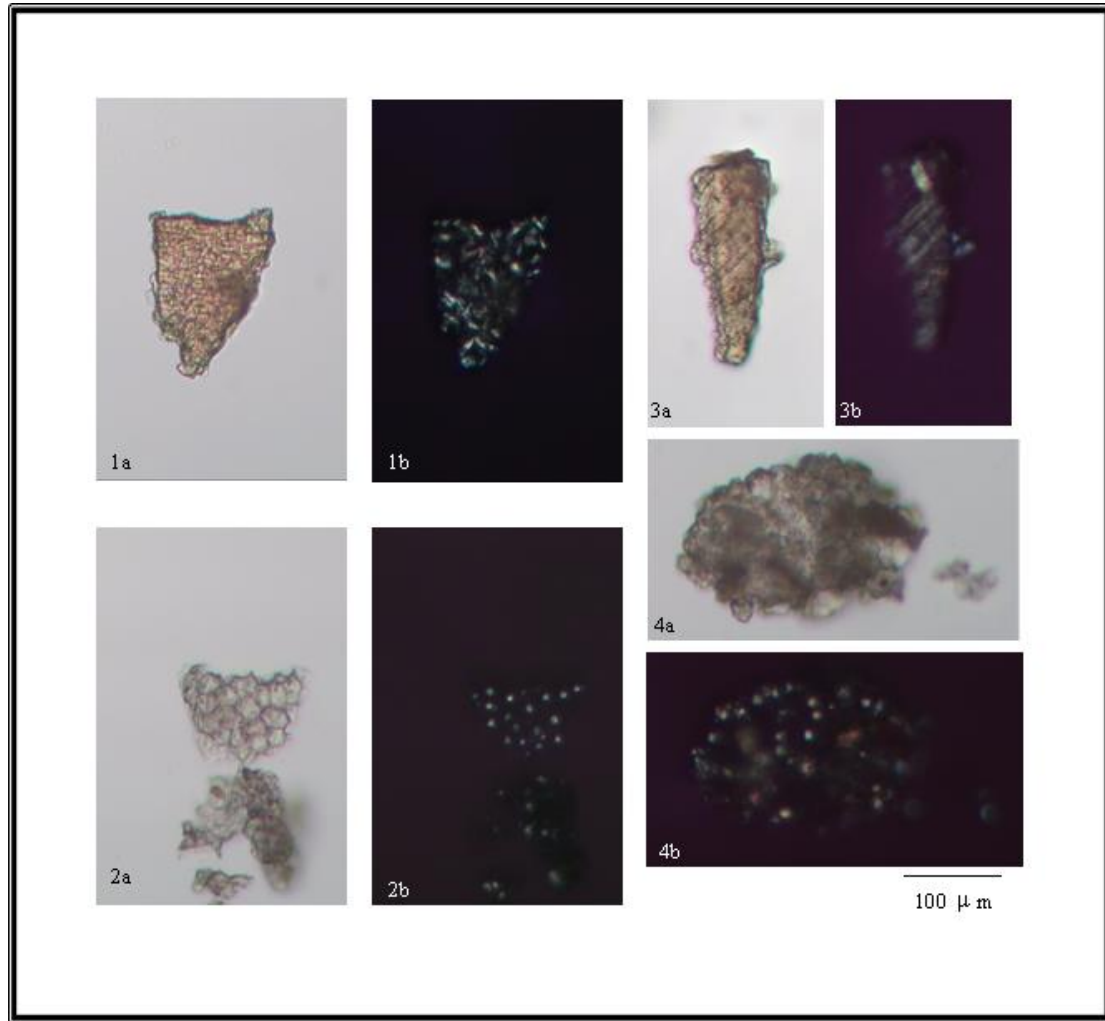


圖 3 牛蒡子粉末顯微特徵圖

a.光學顯微鏡下特徵 b.偏光顯微鏡下特徵

1.種皮細胞 2.子葉細胞 3.內果皮細胞 4.含晶細胞

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會。111~112 頁。
2. 衛生福利部臺灣中藥典第三版編輯工作小組編纂(2018)。中華中藥典第三版。台北市：行政院衛生署。72~73 頁。
3. 張永勳、何玉玲總編輯(2013)。台灣中藥典圖鑑。台北：衛生福利部。47 頁。
4. 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(2005)。香港中藥材標準第四冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。12~20 頁。
5. 肖培根等編輯(2001)。新編中藥志第二卷。北京：化學工業出版社。144~151 頁。
6. 國家中醫藥管理局《中華本草》編委會編輯(1999)。中華本草第 7 冊。上海：上海科學技術出版社。653~655 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。120 頁。
8. 國家藥典委員會編輯(2010)。中華人民共和國藥典 2010 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。66~67 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。326~327 頁。

牛蒡子(ARCTII FRUCTUS)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店牛蒡子藥材共 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 COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 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)購自於 DUKSAN PURE CHEMICALS；乙醇(95%)購自於國韶實業有限公司；乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich Co.；甲酸(98%+)購自於 Acros。

(二) 標準品

標準品牛蒡苷(Arctiin)與牛蒡苷元(Arctigenin)自行純化，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 4 份，每份準確稱取 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、75%甲醇、乙醇、75%乙醇各 45 mL，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 注入高效能液相層析儀(HPLC)，以所測得每克重量之標準品牛蒡苷和牛蒡苷元最大波峰面積為最佳牛蒡子萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加甲醇 45 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 15 分鐘 (約 4000 x g)。取上清液轉移至 50 mL 定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 µm)，即得。每針 10 µL 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

1. 準確稱取標準品牛蒡苷 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含牛蒡苷 1000 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 250 $\mu\text{g/mL}$ 製成牛蒡苷對照標準品溶液。
2. 準確稱取標準品牛蒡苷元 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含牛蒡苷元 1000 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 $\mu\text{g/mL}$ 製成牛蒡苷元對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 45 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 15 分鐘(約 4000 x g)，取上清液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 100 mL 定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 μL ，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中牛蒡苷與牛蒡苷元的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取牛蒡苷標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)適量，以甲醇稀釋製成含牛蒡苷分別為 1000、500、250、100、50、20 $\mu\text{g/mL}$ 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μL 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 。
2. 準確吸取牛蒡苷元標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)適量，以甲醇稀釋製成含牛蒡苷元分別為 500、250、100、50、20、10 $\mu\text{g/mL}$ 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μL 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

以牛蒡苷及牛蒡苷元濃度分別為 250 $\mu\text{g/mL}$ 與 20 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，分別以牛蒡苷及牛蒡苷元的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售牛蒡子粉末，依牛蒡子檢品溶液製備方法平行製備 5 份牛蒡子檢品溶液，進樣測定，以牛蒡苷及牛蒡苷元的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售牛蒡子粉末，依牛蒡子檢品溶液製備方法製備牛蒡子檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以牛蒡苷及牛蒡苷元的波峰面積為指標，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

1. 取已知牛蒡苷含量的牛蒡子藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.25 g，分別加入約 10 mg 的牛蒡苷，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知牛蒡苷元含量的牛蒡子藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.25 g，分別加入約 1 mg 牛蒡苷元，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 5C₁₈-AR-II Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 280 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)	乙腈(%)	0.1%甲酸(v/v, %)
0	25	75
10	45	55
20	70	30

(十二) 臺灣市售牛蒡子含量測定

取 10 批市售牛蒡子藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，各取 10 μ L 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品牛蒡苷及牛蒡苷元的百分含量。

(十三) 牛蒡子檢品之 UPLC 層析條件

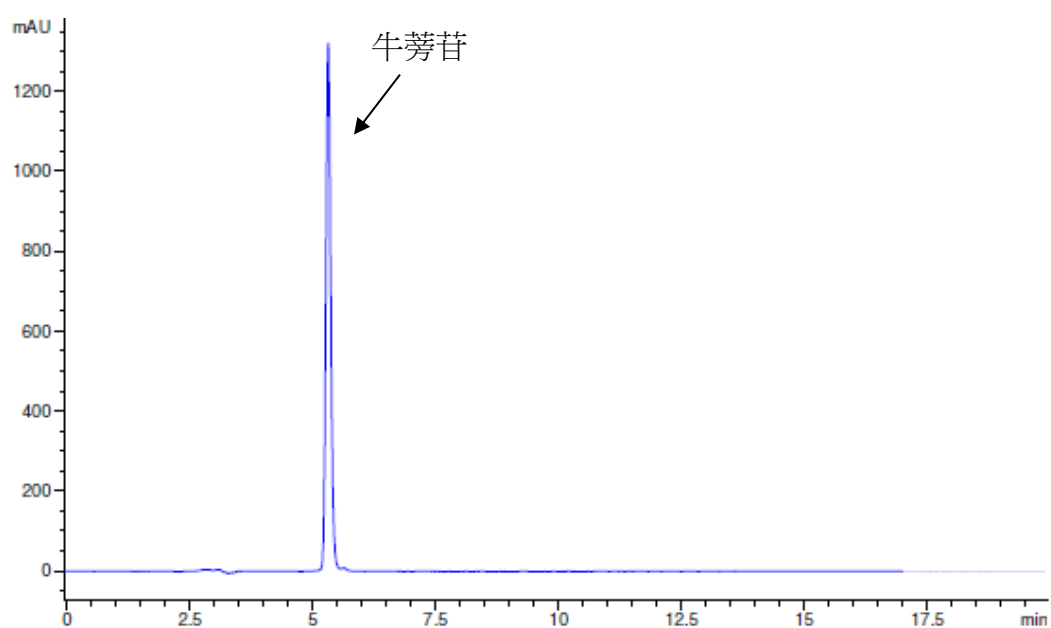
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 280 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.1%甲酸(v/v, %)
0	25	75
3	45	55
6	70	30

五、結果

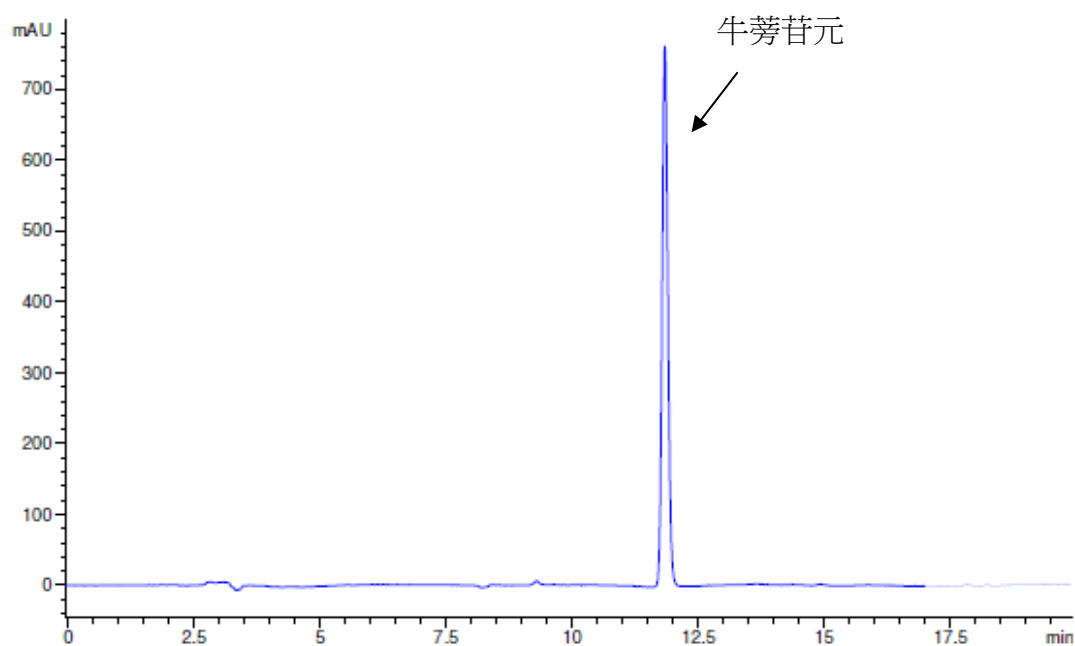
(一) 標準品牛蒡苷與牛蒡苷元之 HPLC 層析

於滯留時間 5.3 分鐘處顯示牛蒡苷標準品的波峰(圖一)。



圖一、牛蒡苷標準品溶液之 HPLC 層析圖

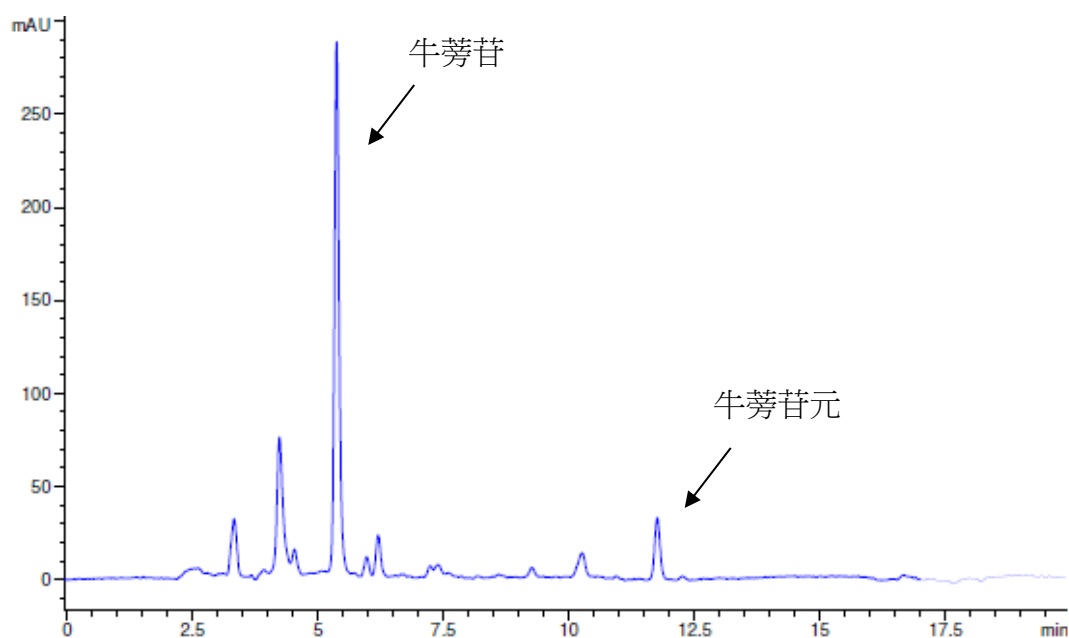
於滯留時間 11.8 分鐘處顯示牛蒡苷元標準品的波峰(圖二)。



圖二、牛蒡苷元標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售牛蒡子檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 5.3 與 11.7 分鐘分別顯示牛蒡苷及牛蒡苷元的波峰(圖三)，牛蒡苷分離率(R)為 3.5，拖尾因子(T)為 1.18，牛蒡苷元分離率(R)為 6.3，拖尾因子(T)為 1.08，均在系統適用性要求內。



圖三、市售牛蒡子檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

以甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得牛蒡苷與牛蒡苷元的波峰面積最大，顯示甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	牛蒡苷波峰面積	牛蒡苷元波峰面積	最佳萃取
甲醇	3569.7	907.9	√
75%甲醇	3425.0	824.0	
乙醇	3018.3	766.3	
75%乙醇	3384.1	811.2	

(四) 最佳萃取次數評估

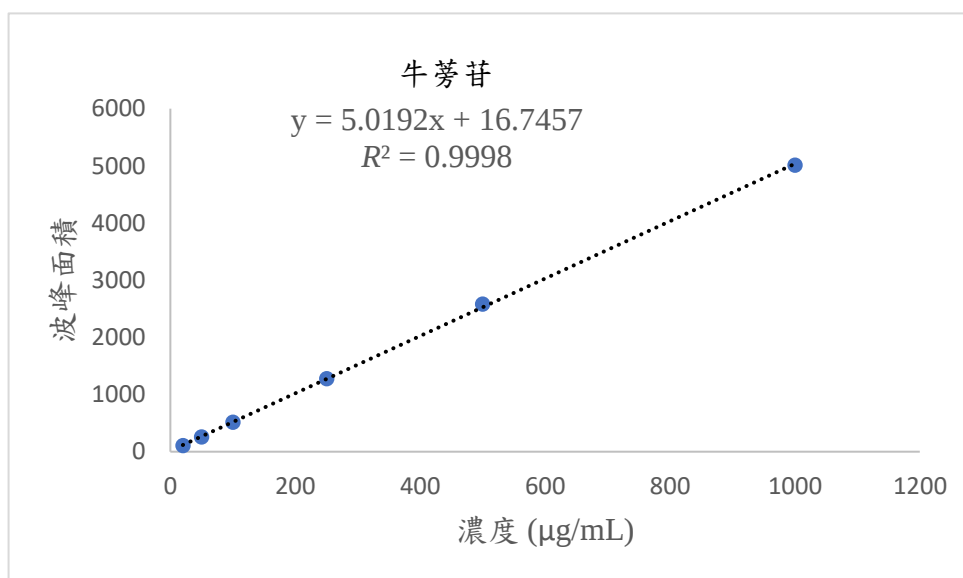
結果顯示萃取 2 次基本上已將牛蒡苷與牛蒡苷元萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、牛蒡子檢品萃取次數評估

甲醇萃取次數	牛蒡苷波峰面積	牛蒡苷元波峰面積
第 1 次	3062.8	786.7
第 2 次	369.1	103.4
第 3 次	N.D.	N.D.

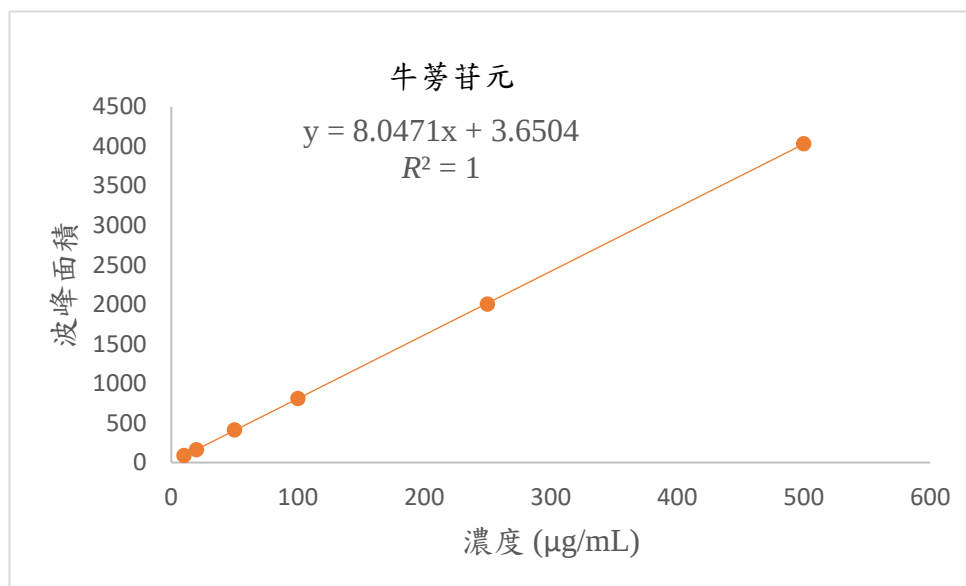
(五) 標準品牛蒡苷與牛蒡苷元檢量線

經不同濃度牛蒡苷(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 $y = 5.0192x + 16.7457$ ， $R^2 = 0.9998$ ，顯示濃度在 20–1000 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、標準品牛蒡苷之檢量線圖

經不同濃度牛蒡苷元(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 $y = 8.0471x + 3.6504$ ， $R^2 = 1$ ，顯示濃度在 10–500 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、標準品牛蒡苷元之檢量線圖

表三、牛蒡苷與牛蒡苷元之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
牛蒡苷	20–1000	$y = 5.0192x + 16.7457$	0.9998
牛蒡苷元	10–500	$y = 8.0471x + 3.6504$	1

(六) 精密度試驗

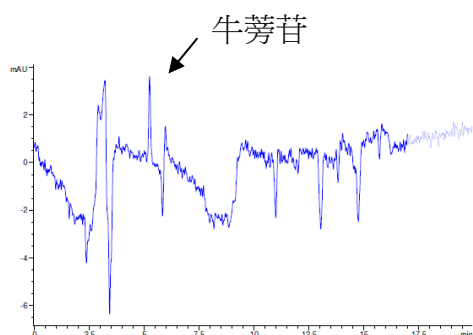
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，牛蒡苷與牛蒡苷元精密度之相對標準差分別為 1.38%與 1.11%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

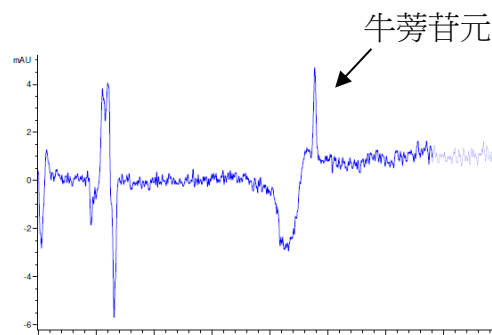
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，牛蒡苷與牛蒡苷元重複性之相對標準差分別為 1.57%與 1.54%，均在系統適用性要求內。牛蒡苷與牛蒡苷元在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差分別為 2.71%與 2.68%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

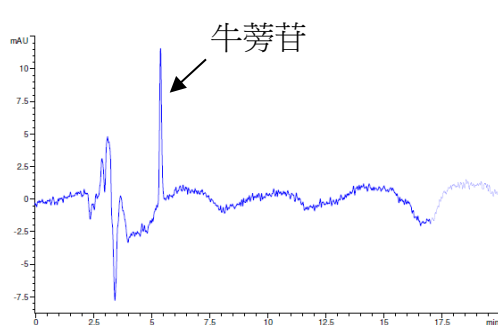
牛蒡苷與牛蒡苷元偵測極限皆為 4.0 µg/mL (圖六) (圖七)，定量極限皆為 10 µg/mL (圖八) (圖九)。



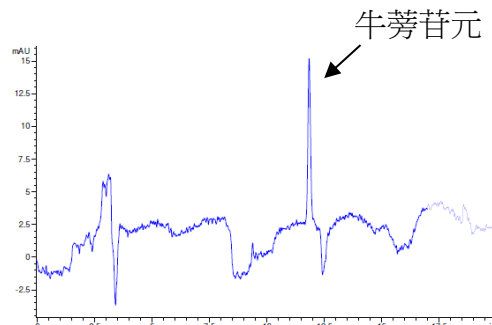
圖六、牛蒡苷之偵測極限層析圖



圖七、牛蒡苷元之偵測極限層析圖



圖八、牛蒡苷之定量極限層析圖



圖九、牛蒡苷元之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	牛蒡苷		牛蒡苷元	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	250 µg/mL	1.38	20 µg/mL	1.11
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.8)	1.57	檢品溶液(No.8)	1.54
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.8)	2.71	檢品溶液(No.8)	2.68
偵測極限 (n=1)	4.0 µg/mL	-	4.0 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	10 µg/mL	-	10 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

牛蒡苷平均添加回收率為 105.4%，相對標準偏差為 2.08%。

表五、牛蒡苷添加回收率

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	0.255	18.81	10.04	29.15	103.0	105.35	2.08
2	0.251	18.52	10.30	29.68	108.4		
3	0.252	18.59	10.54	29.84	106.7		
4	0.252	18.59	10.69	29.77	104.6		
5	0.259	19.11	10.29	29.81	104.0		

牛蒡苷元平均添加回收率為 101.0%，相對標準偏差為 5.92%。

表六、牛蒡苷元添加回收率

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	0.255	1.64	1.14	2.72	94.6	100.99	5.92
2	0.254	1.64	1.00	2.58	94.6		
3	0.251	1.62	1.00	2.68	106.9		
4	0.252	1.62	1.15	2.82	104.2		
5	0.254	1.64	1.00	2.68	104.8		

(十) 臺灣市售牛蒡子含量測定

10 批牛蒡子藥材之含量測定結果(乾燥品)如表七所示，牛蒡苷為 5.74%–10.25%，牛蒡苷元含量為 0.39%–1.41%，牛蒡苷與牛蒡苷元總含量為 6.94%–10.64%。建議(1)牛蒡子藥材指標成分牛蒡苷含量不得少於 5.0%。(2)建議牛蒡子藥材指標成分牛蒡苷與牛蒡苷元含量總和不得少於 5.0%。建議理論板數按牛蒡苷與牛蒡苷元波峰計算應不低於 5000 (實際值為 17906 (牛蒡苷)、59635 (牛蒡苷元))。

表七、臺灣市售牛蒡子檢品之牛蒡苷與牛蒡苷元含量

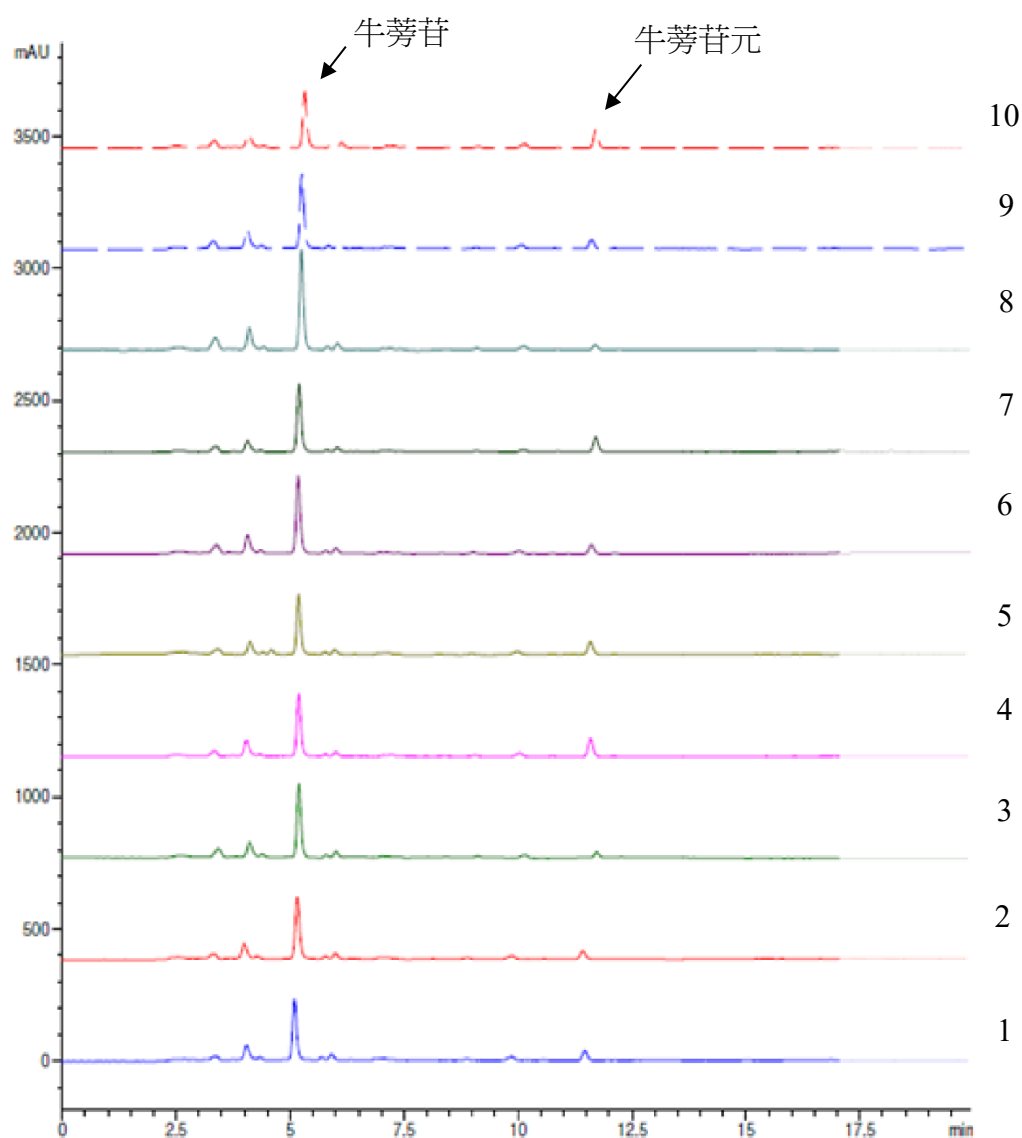
藥材編號(No.)	牛蒡苷含量(%)	牛蒡苷元含量(%)	總量(%)
1 (SC)	6.18	0.78	6.96
2 (NJ)	6.72	0.62	7.34
3 (CA)	7.51	0.40	7.91
4 (NR)	6.61	1.35	7.96
5 (SU-2)	5.95	0.99	6.94
6 (ND)	8.46	0.75	9.21
7 (SU-1)	7.19	1.14	8.33
8 (NC)	10.25	0.39	10.64
9 (NF)	8.00	0.70	8.70
10 (SG)	5.74	1.41	7.15
平均值±S.D.	7.261±1.370	0.853±0.361	8.114±1.168

(十一) 牛蒡子藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售牛蒡子檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 280 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：

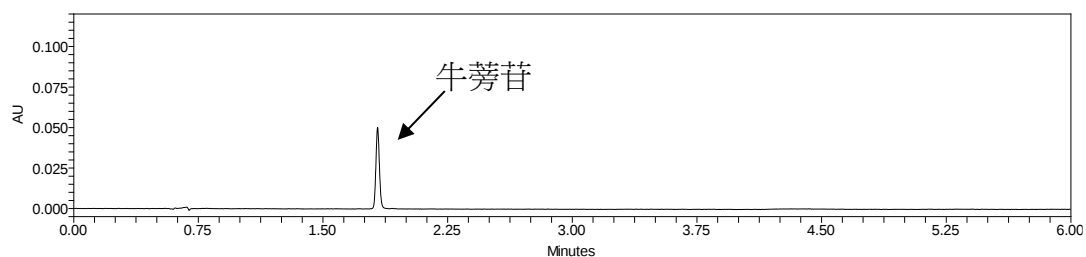
時間(min)	乙腈(%)	0.1%甲酸(v/v, %)
0	25	75
10	45	55
20	70	30



圖十、10 批牛蒡子藥材之 HPLC 指紋圖譜

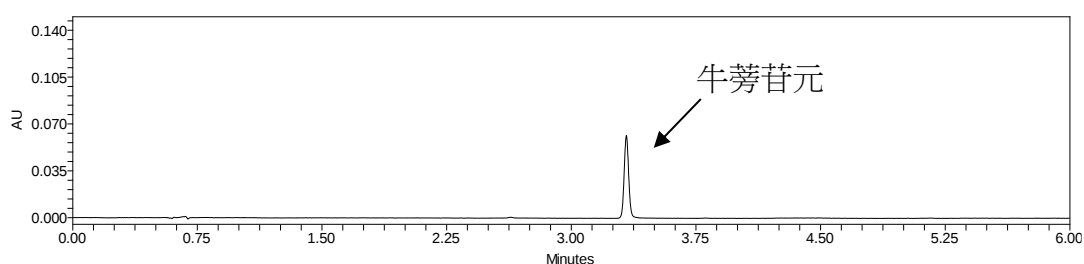
(十二) 標準品牛蒡苷與牛蒡苷元之 UPLC 層析

於滯留時間 1.8 分鐘顯示牛蒡苷標準品的波峰(圖十一)。



圖十一、牛蒡苷標準品溶液之 UPLC 層析圖

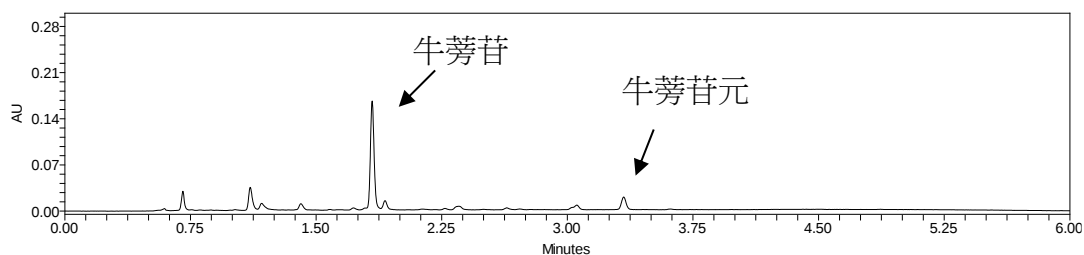
於滯留時間 3.3 分鐘顯示牛蒡苷標準品的波峰(圖十二)。



圖十二、牛蒡苷元標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售牛蒡子檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 1.8 與 3.3 分鐘分別顯示牛蒡子檢品中牛蒡苷與牛蒡苷元的波峰(圖十三)。

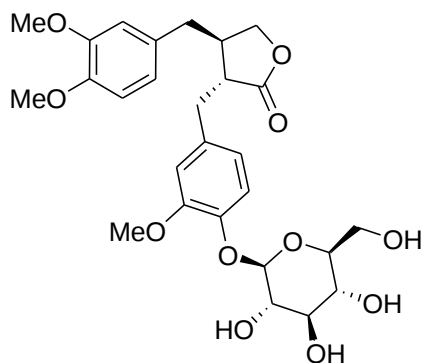


圖十三、市售牛蒡子檢品之 UPLC 層析圖

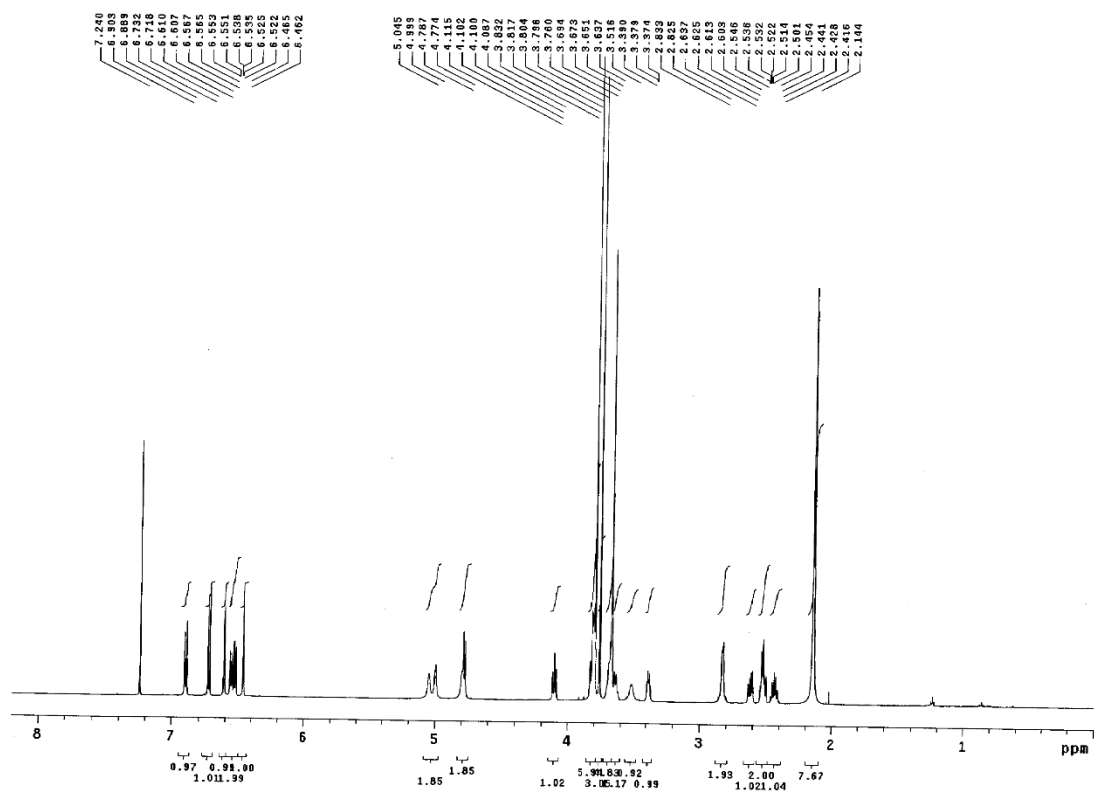
(十四) 牛蒡苷的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{27}H_{34}O_{11}$ ；Mol. Wt.：534.6；mp：121 °C；白色固體。

(十五) 牛蒡苷的結構

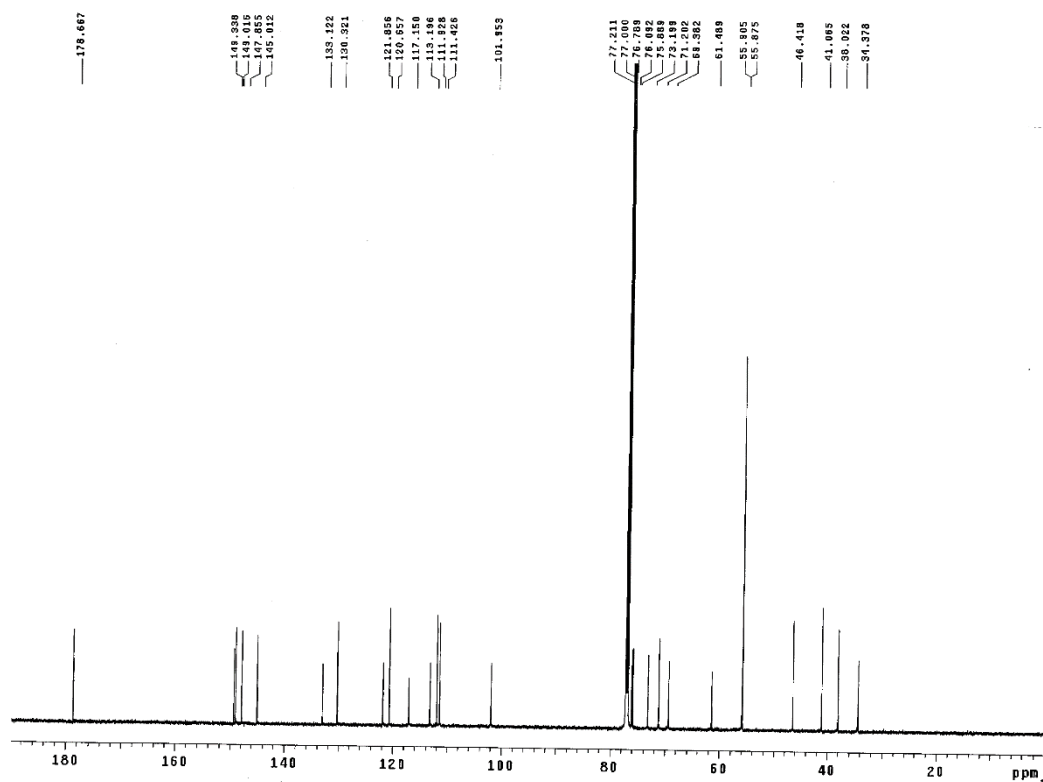


(十六) 牛蒡苷的 ^1H NMR 圖譜



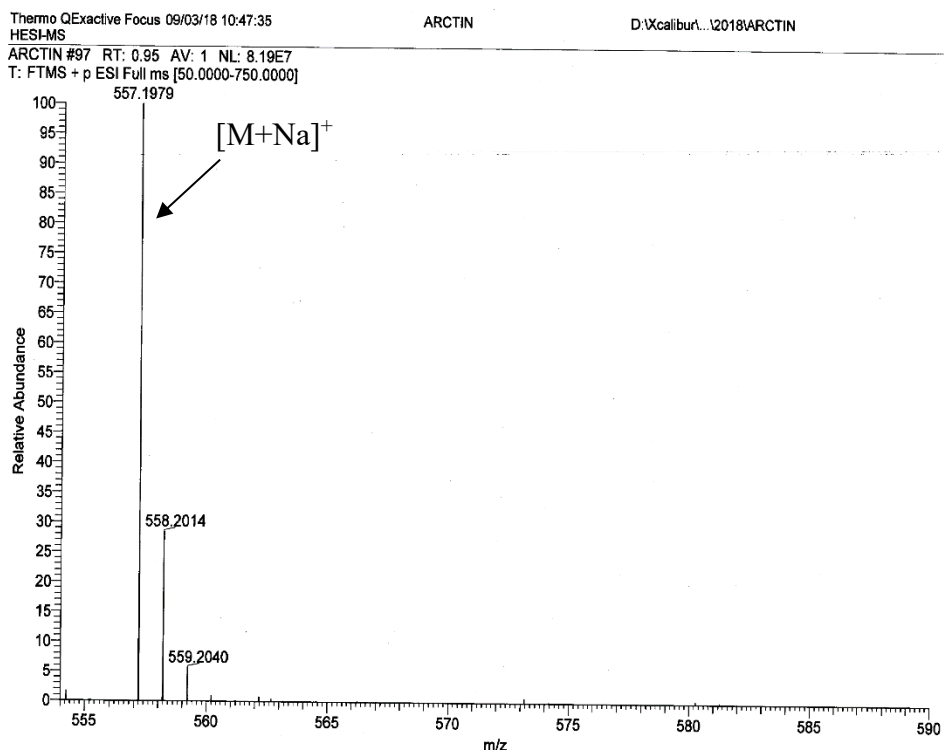
圖十四、牛蒡苷的 ^1H NMR 圖譜(CDCl_3)

(十七) 牛蒡苷的 ^{13}C NMR 圖譜



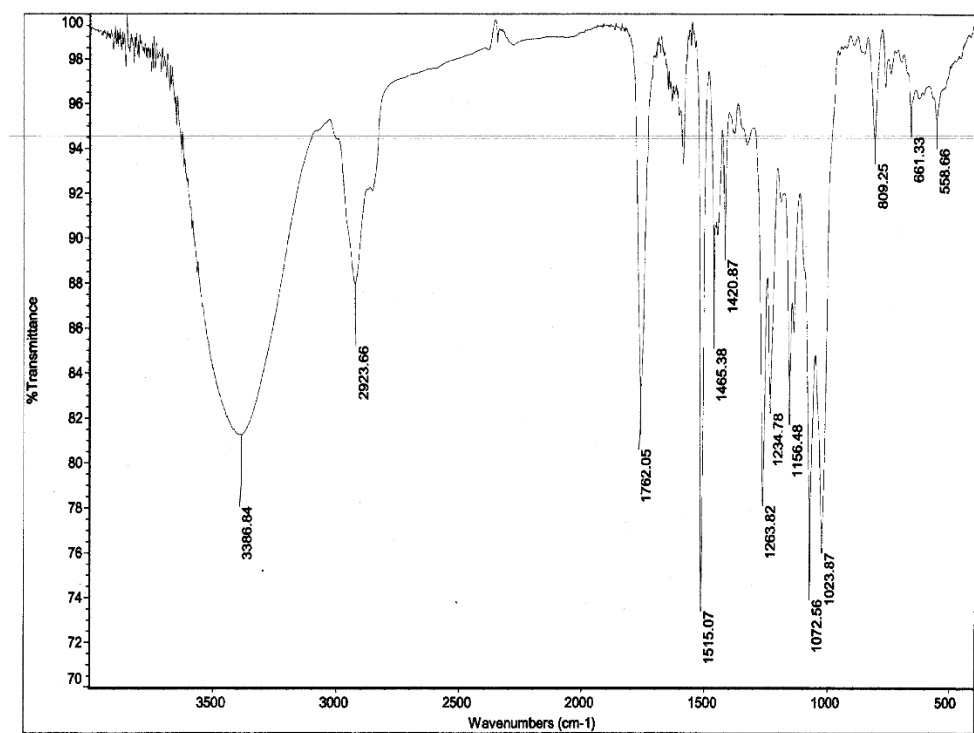
圖十五、牛蒡苷的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(十八) 牛蒡苷的 ESI-MS 圖譜



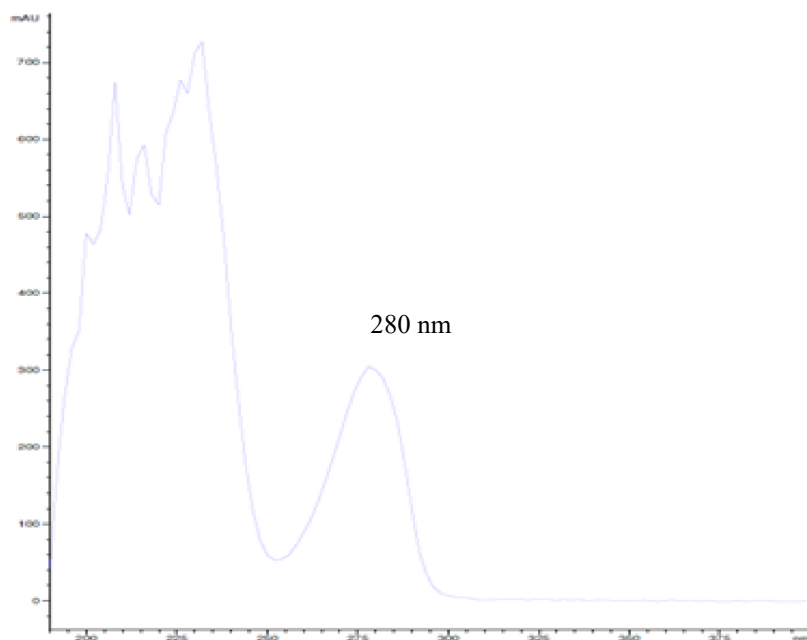
圖十六、牛蒡苷的 ESI-MS 圖譜

(十九) 牛蒡苷的 FTIR 圖譜



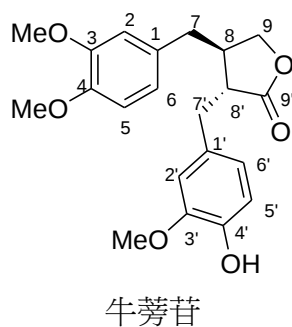
圖十七、牛蒡苷的 FTIR 圖譜

(二十) 牛蒡苷的 UV 圖譜



圖十八、牛蒡苷的 UV 圖譜

(二十一) 牛蒡苷的氫、碳化學位移



牛蒡苷

表八、牛蒡苷的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

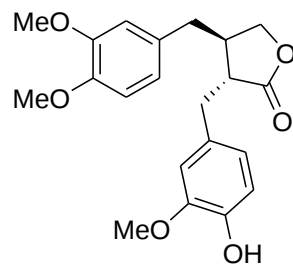
position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	-	130.4
2	6.44 (d, 1.8)	111.7
3	-	149.0
4	-	147.8
5	6.72 (d, 7.8)	111.2
6	6.52 (dd, 7.8, 1.8)	120.6
7	2.44–2.47 (m), 2.62 (dd, 13.8, 6.6)	38.2
8	2.42–2.45 (m)	40.9
9	3.86 (dd, 9.0, 7.2), 4.12 (dd, 9.0, 7.2)	71.3
1'	-	129.5
2'	6.62 (d, 2.4)	111.5
3'	-	146.7
4'	-	144.5
5'	6.80 (d, 8.4)	114.1
6'	6.59 (dd, 8.4, 2.4)	122.1
7'	2.88 (dd, 13.8, 6.6), 2.93 (dd, 13.8, 5.4)	34.5
8'	2.45–2.48 (m)	46.6
9'	-	178.8
3-OMe	3.79 (s)	55.79*
4-OMe	3.83 (s)	55.83*
3'-OMe	3.80 (s)	55.88*
4'-OH	5.53 (s)	-

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

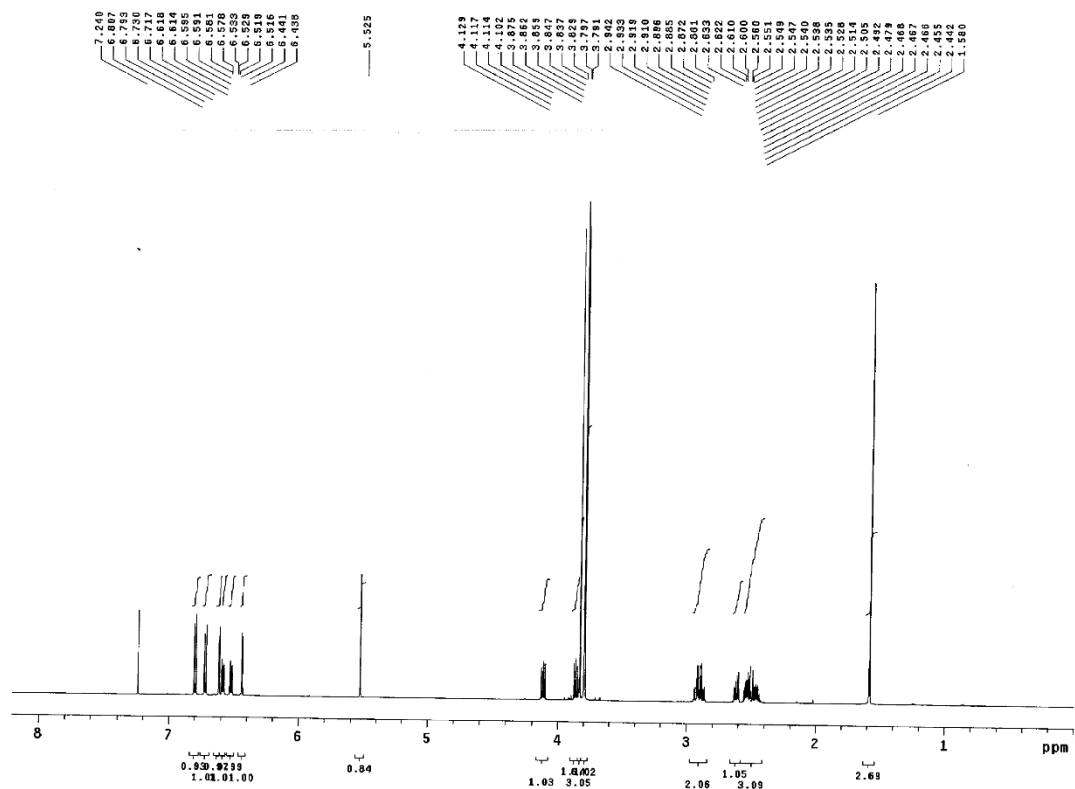
(二十二) 牛蒡苷元的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{21}H_{24}O_6$ ；Mol. Wt.：372.4；mp：99-100 °C；白色固體。

(二十三) 牛蒡苷元的結構

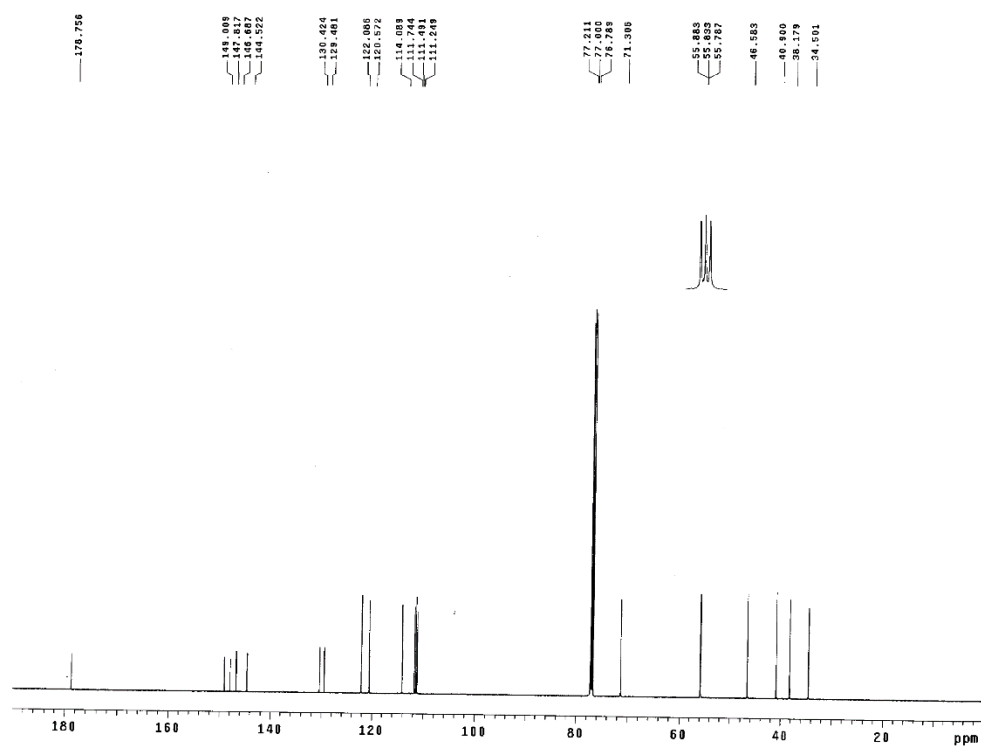


(二十四) 牛蒡苷元的 ^1H NMR 圖譜



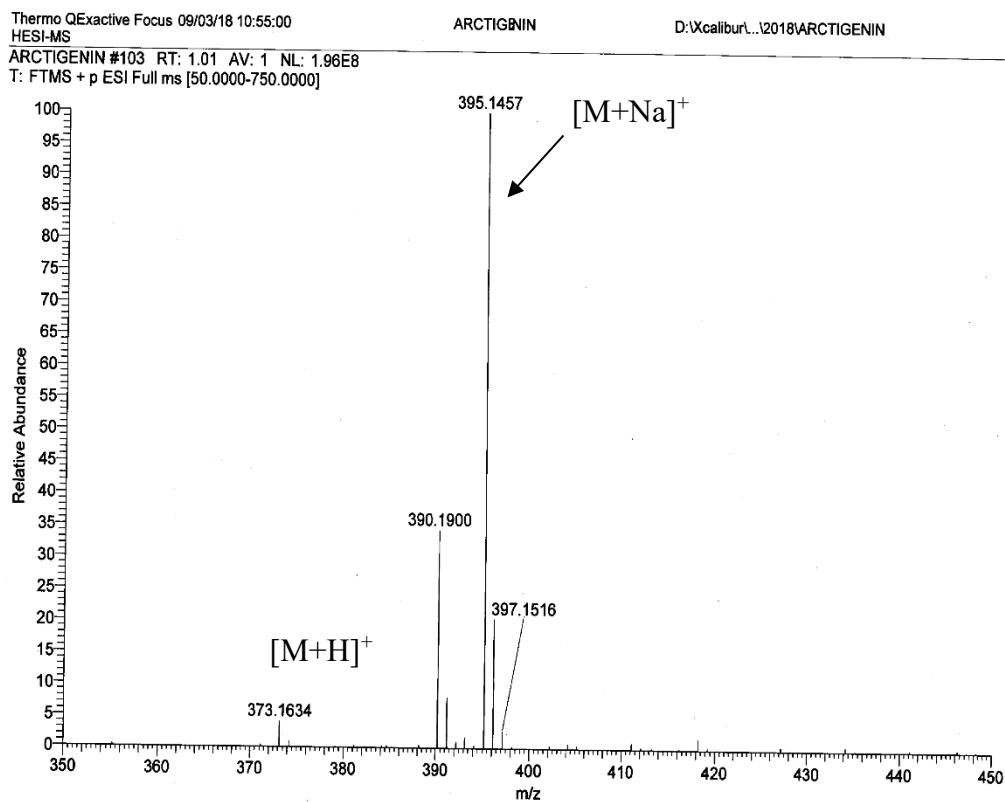
圖十九、牛蒡苷元的 ^1H NMR 圖譜(CDCl_3)

(二十五) 牛蒡苷元的 ^{13}C NMR 圖譜



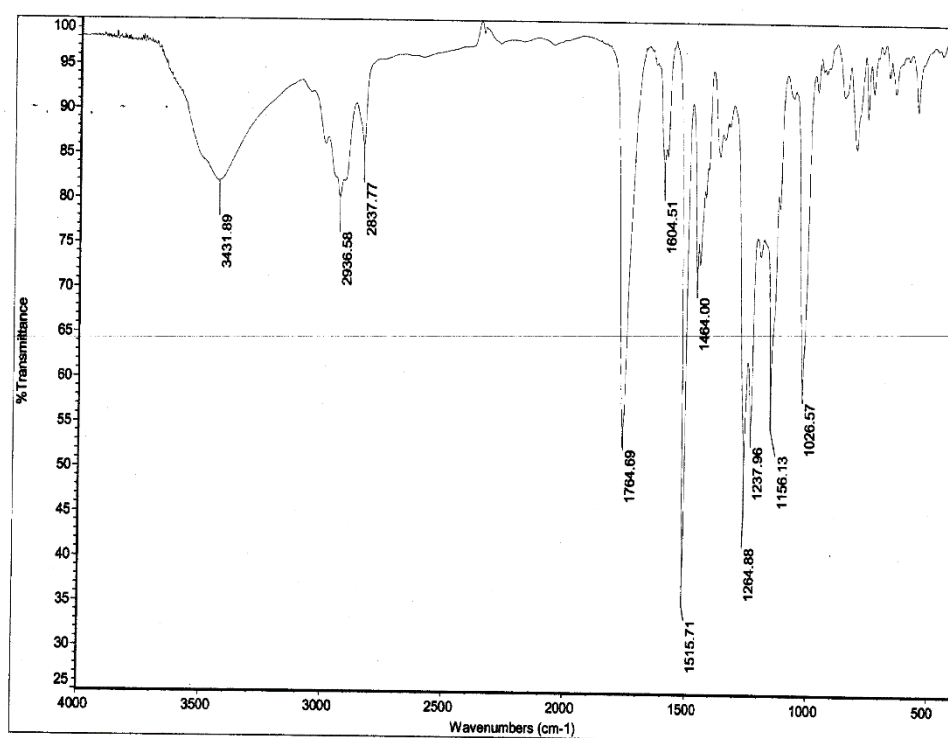
圖二十、牛蒡苷元的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(二十六) 牛蒡苷元的 ESI-MS 圖譜



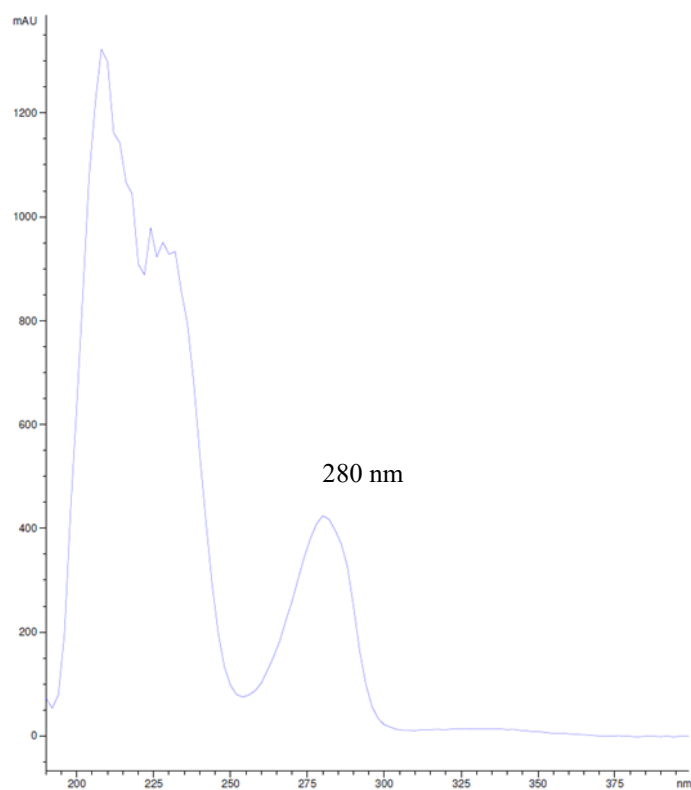
圖二十一、牛蒡苷元的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 牛蒡苷元的 FTIR 圖譜



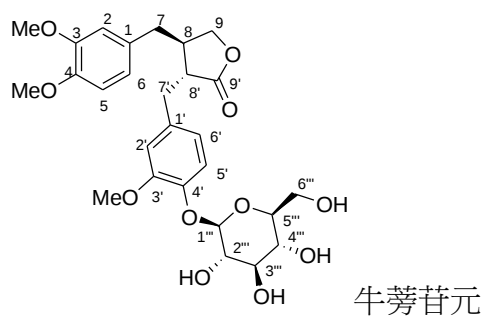
圖二十二、牛蒡苷元的 FTIR 圖譜

(二十八) 牛蒡苷元的 UV 圖譜



圖二十三、牛蒡苷元的 UV 圖譜

(二十九) 牛蒡苷元的氫、碳化學位移



表九、牛蒡苷元的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	-	130.3
2	6.46 (d, 1.8)	111.9
3	-	149.0
4	-	147.9
5	6.73 (d, 8.4)	111.4
6	6.53 (dd, 8.4, 1.8)	120.7
7	2.50–2.55 (m), 2.62 (dd, 13.8, 6.6)	38.0
8	2.40–2.47 (m)	41.1
9	3.80–3.85 (m), 4.10 (dd, 9.0, 7.8)	71.2
1'	-	133.1
2'	6.61 (d, 1.8)	113.2
3'	-	149.3
4'	-	145.0
5'	6.89 (d, 8.4)	117.2
6'	6.56 (dd, 8.4, 1.8)	121.9
7'	2.80–2.86 (m)	34.4
8'	2.50–2.55 (m)	46.4
9'	-	178.7
3-OMe	3.76 (s)	55.88*
4-OMe	3.80 (s)	55.91*
3'-OMe	3.67 (s)	55.91*
1''	4.78 (d, 7.8)	102.0
2''	3.66–3.72 (m)	69.4 [#]
3''	3.61–3.68 (m)	76.1
4''	3.66–3.72 (m)	73.2 [#]
5''	3.36–3.40 (m)	75.9
6''	3.80–3.85 (m)	61.5

^a(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm. *,[#]interchangeable.

牛蒡子

生藥名：ARCTII FRUCTUS

英文名：Great Burdock Achene

基 原：本品為菊科 Compositae 植物牛蒡 *Arctium lappa* L.之乾燥成熟果實。

一、方法

- (一) 檢 品 溶 液 **【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) ✓**
——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】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加甲醇 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 3】(中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第四冊)
——取本品粉末 0.5 g，加乙醇 20 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加乙醇 2 mL 使之溶解，作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取牛蒡苷(Arctiin)對照標準品，加乙醇製成每 1 mL 含 5.0 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】(臺灣中藥典第三版 2018)**
——乙酸乙酯：乙醇：水 (8：2：1)
【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018) ✓
——乙酸乙酯：甲醇：水 (12：2：1)
- (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 置於主波長 254 nm 之紫外燈照射下檢視之，及以 10%硫酸/乙醇試液(H₂SO₄/EtOH TS)噴霧後，105 °C 加熱至條帶顯色清晰，置於可見光下檢視之。

二、萃法選擇及濃度測試

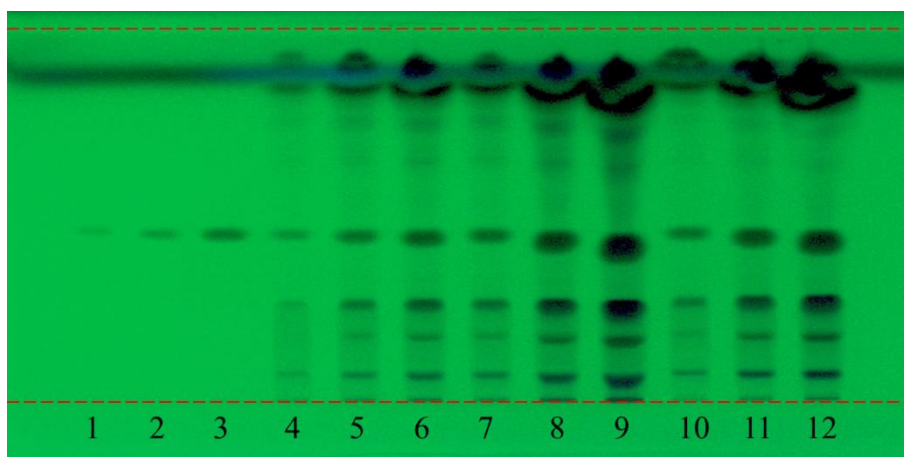
實驗日期：107/10/31

相對溼度(RH)：45%

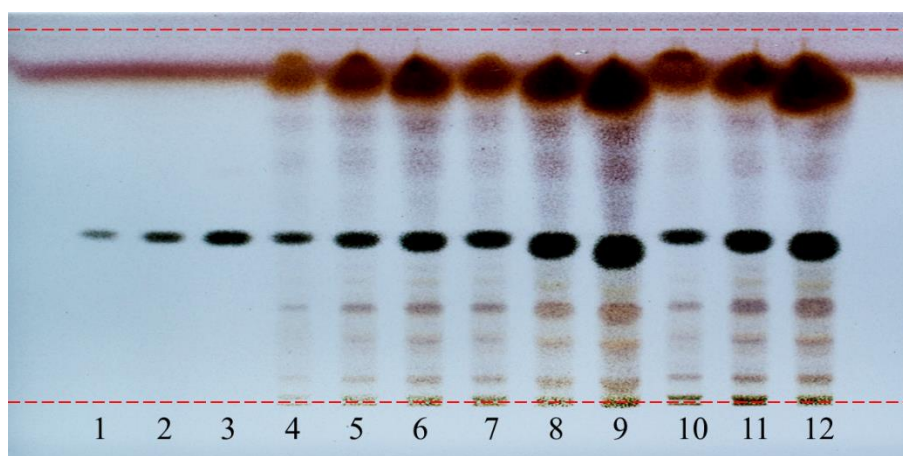
溫度(RT)：24 °C

【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——乙酸乙酯：甲醇：水 (12：2：1)

— 紫外光(254 nm)檢出



— 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	牛蒡苷 (5.0 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	檢品溶液 3【萃取方法 1】	2, 5, 8 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 3【萃取方法 2】	2, 5, 8 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 3【萃取方法 3】	2, 5, 8 μ L

建議萃法：3 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出標準品牛蒡苷，而由於製備方法較簡易快速，故選擇臺灣中藥典第三版 2018 之【萃取方法 1】。

建議點注量：牛蒡苷標準品溶液 5 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】8 μ L。

三、溶媒系統選擇

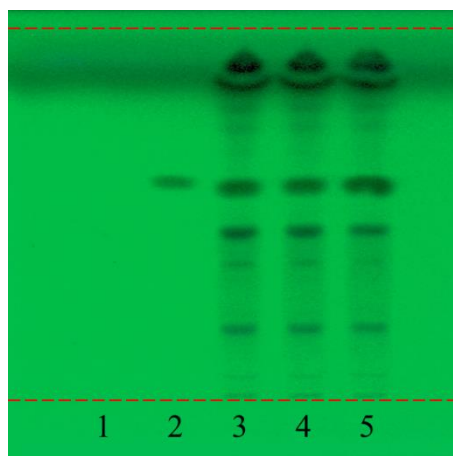
實驗日期：107/11/01

相對溼度(RH)：64%

溫度(RT)：24 °C

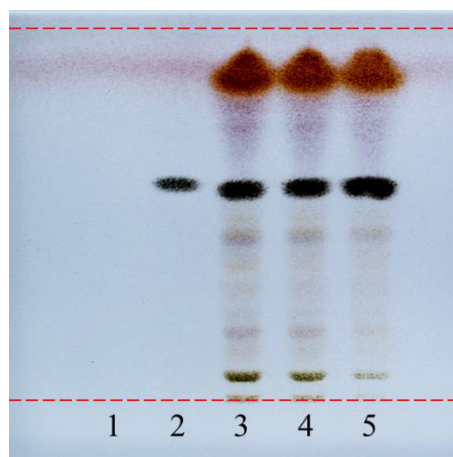
【展開劑 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)—— 乙酸乙酯：乙醇：水 (8：2：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)—— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(牛蒡苷 R_f 值為 0.57)



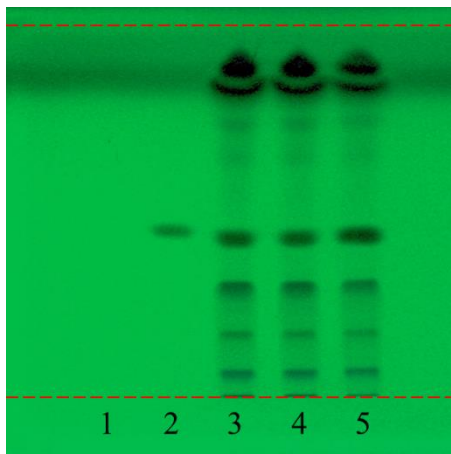
【展開劑 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)—— 乙酸乙酯：乙醇：水 (8：2：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)—— HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出(牛蒡苷 R_f 值為 0.57)



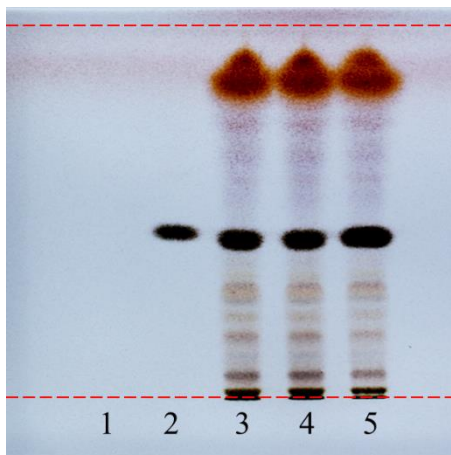
【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)—— 乙酸乙酯：甲醇：水 (12：2：1)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)—— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(牛蒡苷 R_f 值為 0.43)



【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)—— 乙酸乙酯：甲醇：水 (12：2：1)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)—— HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出(牛蒡苷 R_f 值為 0.43)



1：Blank

2：牛蒡苷

3，4：檢品溶液 3

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式，2 種展開劑展開皆可從檢品溶液中分離與檢出牛蒡苷，而由於斑點較明顯，故採用修飾臺灣中藥典第三版 2018 之【展開劑 2】。

四、觀察方式選擇

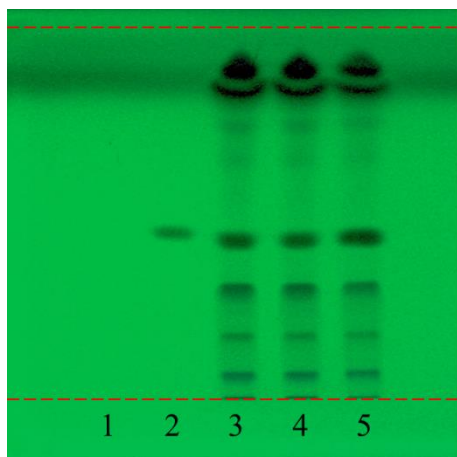
實驗日期：107/11/01

相對溼度(RH)：64%

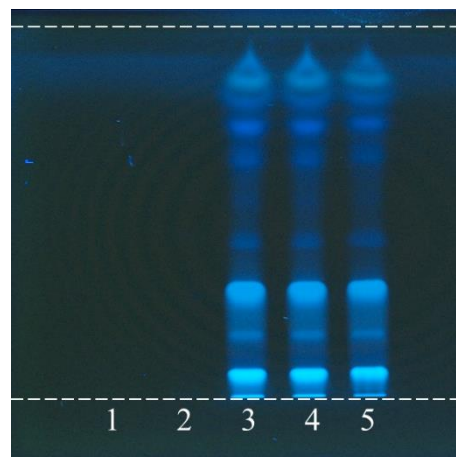
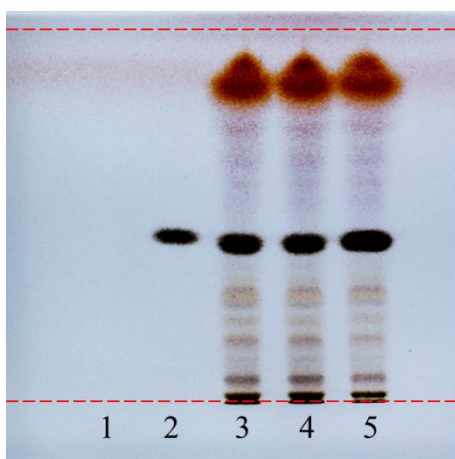
溫度(RT)：24 °C

【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——乙酸乙酯：甲醇：水 (12：2：1)

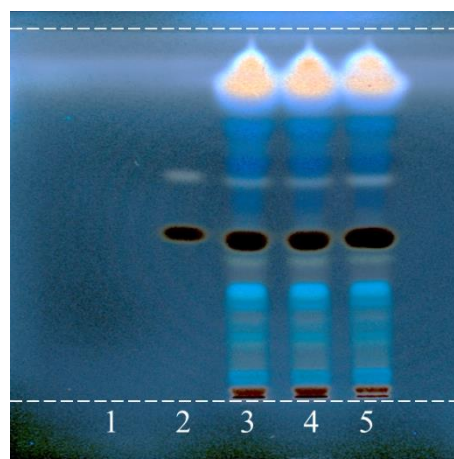
【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出 ✓



【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) — HPTLC 顯色/可見光檢出 ✓



【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) — HPTLC 顯色/紫外光(365 nm)檢出



1：Blank

2：牛蒡苷

3，4：檢品溶液 3

5：Spike

建議觀察方式：於紫外光(254 nm)下或以 10%硫酸/乙醇顯色後於可見光下皆可檢視出較明顯之條帶及牛蒡苷標準品斑點。

五、十批牛蒡子樣品檢測

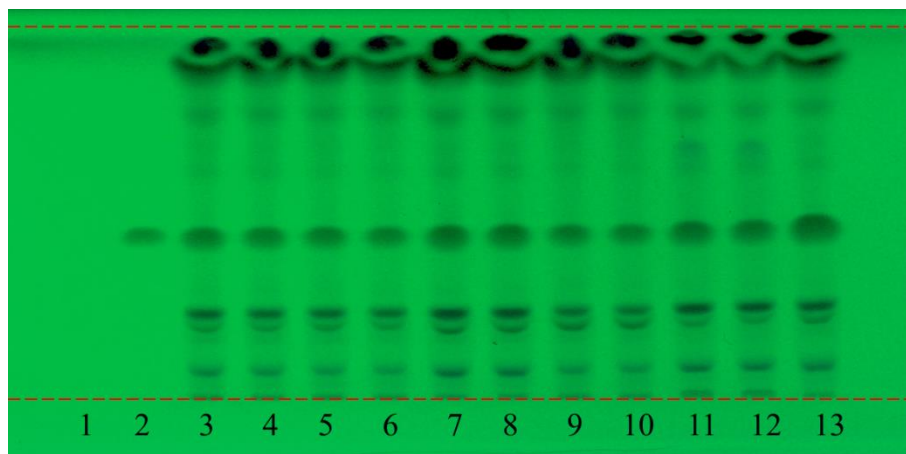
實驗日期：107/11/02

相對溼度(RH)：60%

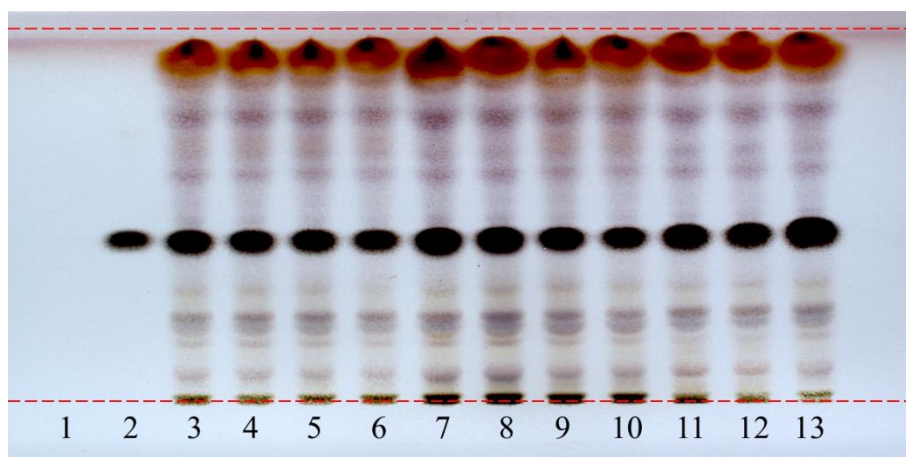
溫度(RT)：26 °C

【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——乙酸乙酯：甲醇：水 (12：2：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)—— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

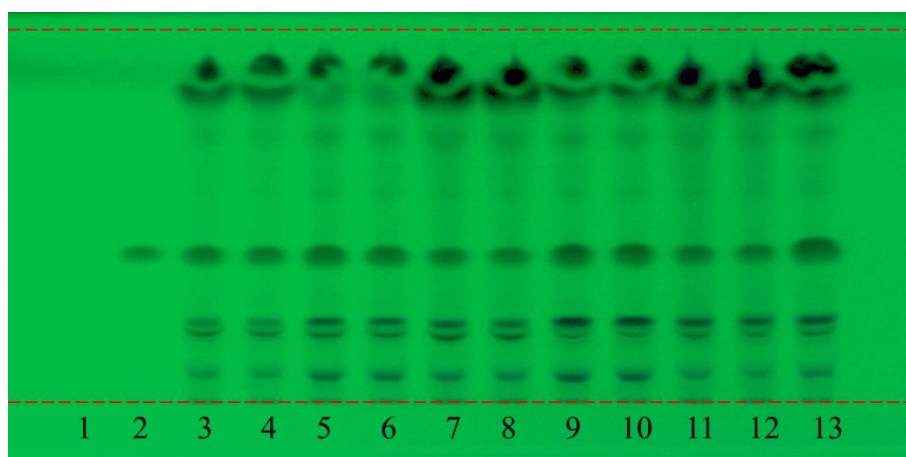


【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)—— HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出

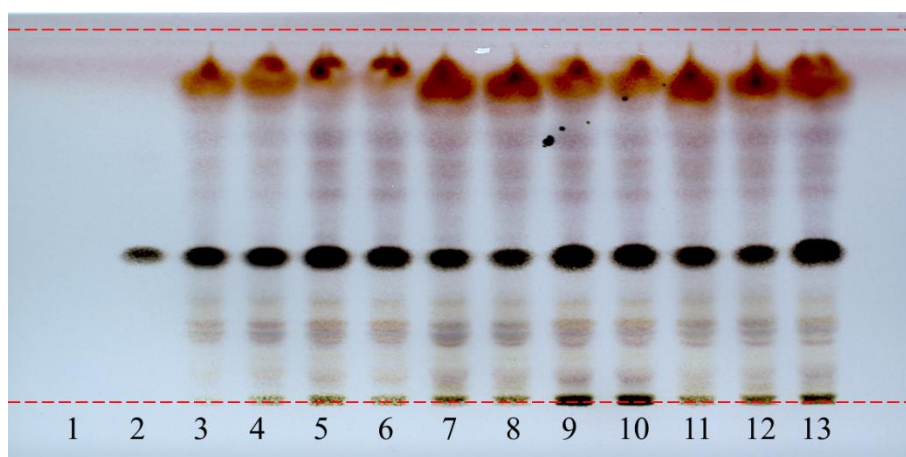


1	Blank
2	牛蒡苷 (5.0 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NJ)
5 , 6	檢品溶液 2 (SC)
7 , 8	檢品溶液 3 (NF)
9 , 10	檢品溶液 4 (NR)
11 , 12	檢品溶液 5 (ND)
13	Spike (檢品溶液 3)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



1	Blank
2	牛蒡苷 (5.0 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 6 (SU-1)
5, 6	檢品溶液 7 (CA)
7, 8	檢品溶液 8 (SG)
9, 10	檢品溶液 9 (NC)
11, 12	檢品溶液 10 (SU-2)
13	Spike (檢品溶液 3)

結論與建議：以臺灣中藥典第三版 2018 之【萃取方法 1】方式，並以修飾臺灣中藥典第三版 2018 之【展開劑 2】分離與檢出牛蒡苷較佳，以紫外光(254 nm)或以 10%硫酸/乙醇顯色後於可見光下皆可檢視出明顯之牛蒡苷標準品斑點。