

白花前胡

(PEUCEDANI RADIX)

白花前胡 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）.....	3

白花前胡 HPLC

一、材料.....	6
二、儀器及層析管柱.....	6
三、實驗藥品及試劑來源.....	6
四、方法.....	6
五、結果.....	10

白花前胡 TLC

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.....	31
五、十批樣品檢測.....	32

白花前胡

(PEUCEDANI RADIX)

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白花前胡的乾燥根。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：白花前胡

生藥名：PEUCEDANI RADIX

英文名：Hogfennel Root

基原：繖形科 Umbelliferae 植物白花前胡 *Peucedanum praeruptorum* Dunn 的乾燥根。

採收加工：冬季至次春莖葉枯萎或未抽花莖時採挖，除去地上部分、泥土和鬚根，洗淨，曬乾或常溫乾燥。

藥材性狀：本藥材為白花前胡的乾燥根。根頭及主根粗短，呈不規則的圓柱形、圓錐形或紡錘形，稍扭曲，常彎曲、斜向，長 7~12 cm，直徑 1~2 cm，下端有支根斷痕或留有支根。表面黑褐色或灰黃色，有縱皺紋、縱溝及橫向皮孔。根頭部粗短，常有莖痕及纖維狀葉鞘殘基，上端有密集的細環紋，下部及支根有不規則縱溝、縱皺紋及橫向皮孔樣突起。質乾燥硬脆，易折斷，斷面不整齊，淡黃色，皮部散有多數棕黃色油點，根頭橫切面形成層環紋棕色略呈方形，具髓呈放射狀。氣芳香，味微苦、辛。

生長分佈：多年生草本植物，株高 60~90 cm。喜冷涼濕潤氣候，耐旱、耐寒，常生於向陽山坡荒坡或草叢中，花期 8~10 月，果期 10~11 月。分布山東、陝西、安徽、江蘇、浙江、福建、廣西、江西、湖南、湖北、四川等地。藥材主產浙江、湖南、四川。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 木栓層為 10 餘層木栓細胞。
2. 皮層較窄，有少數油室。
3. 韌皮部寬廣，外側多裂隙，散有多數大小不等的類圓形油室，分泌細胞 5~11 個，有淡黃色油滴狀分泌物；韌皮髓線外側多彎曲。
4. 形成層成環。
5. 木質部導管呈放射狀排列，導管群中可見纖維，有少數油室，髓線明顯。
6. 薄壁細胞含大量澱粉粒。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末淡黃色。
2. 澱粉粒甚多，單粒類圓形或多角形，可見點狀或狹縫狀臍點，複粒由 2~10 個分粒組成；偏光顯微鏡下呈黑十字狀。
3. 纖維成束或單個散在，長 33~152 μm ，直徑 11~40 μm 。偏光顯微鏡下呈淡青色。
4. 石細胞單個散在，類方形、類長方形、長卵形、類三角形或長條形，長 66~206 μm ，直徑 22~97 μm ，壁厚，層紋多明顯；偏光顯微鏡下呈淡青色。
5. 油室碎片，周圍細胞界限不明顯，有的腔內充滿淡黃色分泌物。
6. 可見網紋導管。
7. 木栓細胞黃棕色，常數層重疊。斷面觀細胞極扁平，排列整齊，徑向 3~13 μm ，切向 25~216 μm ，長方形、類三角形或類多角形。



圖 1 白花前胡藥材圖

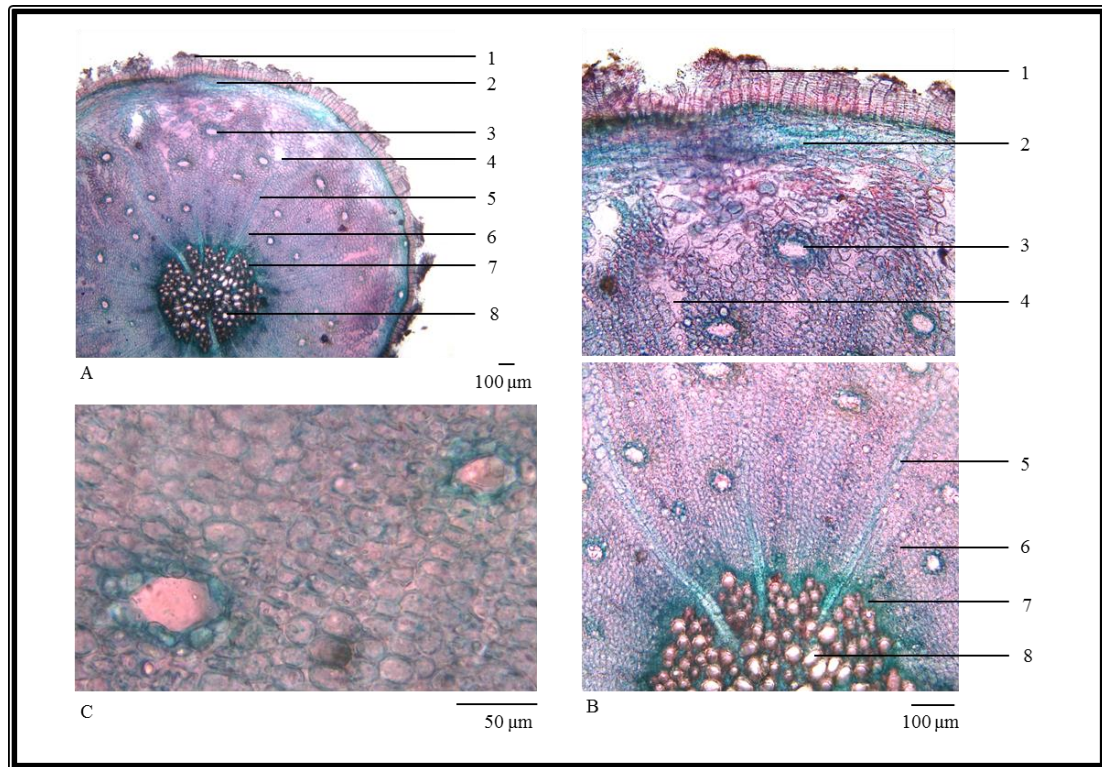


圖 2 白花前胡橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.橫切面放大圖 C.油室

- 1.木栓層 2.皮層 3.油室 4.裂隙 5.韌皮髓線 6.韌皮部 7.形成層
8.木質部

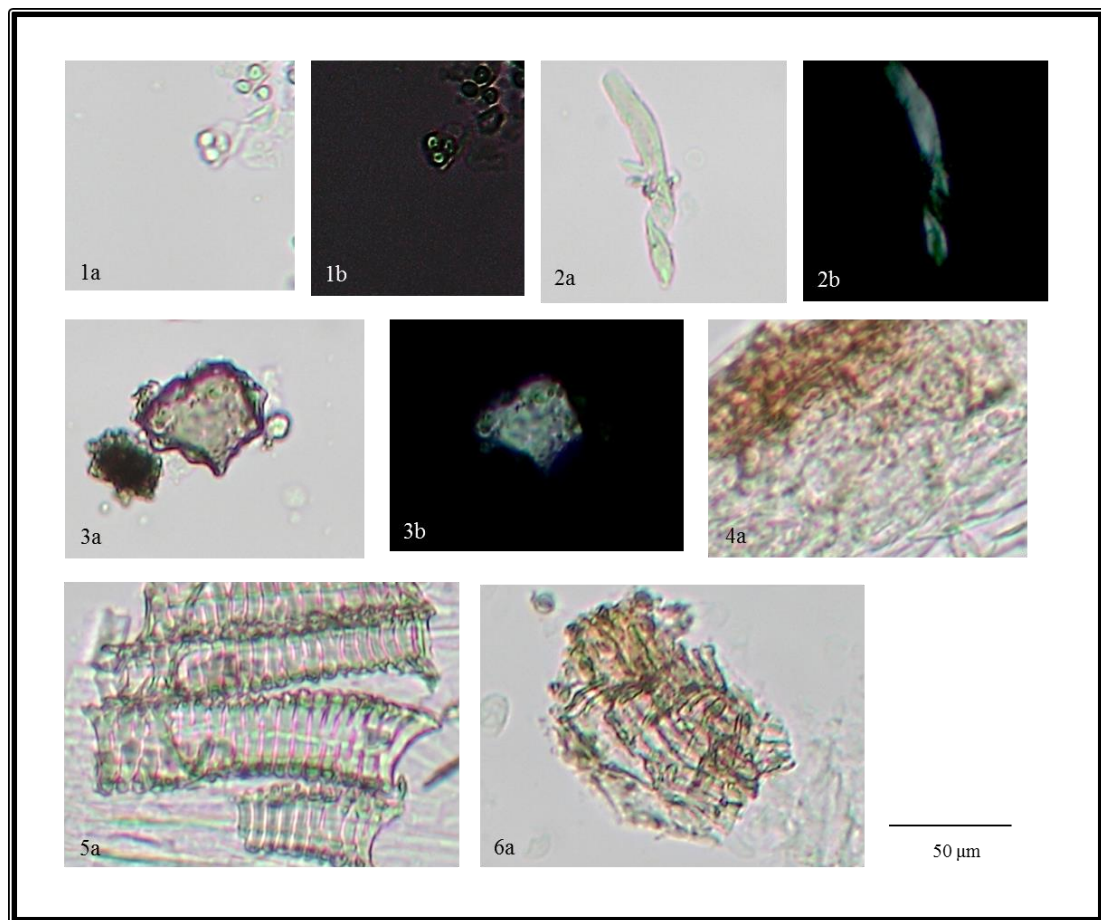


圖 3 白花前胡粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 澱粉粒 2. 纖維 3. 石細胞 4. 油室碎片 5. 導管 6. 木栓細胞

白花前胡(Peucedani Radix)

一、材料

購自於台灣各地中藥店白花前胡藥材共十批。

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 Duksan Pure Chemicals Co., Ltd.；乙醇(95%)購自於景明化工股份有限公司；乙腈(99.8%)購自於 Mallinckrodt Baker Inc.。

(二) 標準品

白花前胡甲素(Praeruptorin A)和白花前胡乙素(Praeruptorin B)購自於昇漢公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒開發

取本品粉末(過 20 號篩網)六份，每份精確稱定 0.1 g，置 50 mL 離心管中，精確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇、50%乙醇各 25 mL，超音波震盪處理(功率 200 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘後，離心 15 分鐘(約 3500 × g)，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)，以所測得之標準品白花前胡甲素(Praeruptorin A)與白花前胡乙素(Praeruptorin B)最大波峰面積為最佳白花前胡萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

取本品粉末(過 20 號篩網)精確稱定 0.1g，置 50 mL 離心管中，精確加入 75%甲醇 25mL，超音波震盪處理(功率 200 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘後，離心 15 分鐘(約 3500 × g)，取上清液過濾(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

取標準品白花前胡甲素(Praeruptorin A)精確稱定 2 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含白花前胡甲素(Praeruptorin A) 200 µg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 40 µg/mL 製成對照標準品溶液。

取標準品白花前胡乙素(Praeruptorin B)精確稱定 1 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含白花前胡乙素(Praeruptorin B) 100 µg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 10 µg/mL 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

取本品粉末(過 20 號篩網)精確稱定 0.1 g，置 50 mL 離心管中，精確加入 75% 甲醇 25 mL，超音波震盪處理(功率 200 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘後，離心 15 分鐘(約 3500 × g)，將濾液轉移至 25 mL 定量瓶中，加 75% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 µm)，即得。

(五) 測定法

分別精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白花前胡甲素(Praeruptorin A)的含量，即得。

分別精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白花前胡乙素(Praeruptorin B)的含量，即得。

(六) 檢量線

精確吸取白花前胡甲素(Praeruptorin A)標準品儲備溶液適量(200 µg/mL)，以甲醇稀釋製成含白花前胡甲素(Praeruptorin A)分別為 200、100、50、40、20、10 µg/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 。

精確吸取白花前胡乙素(Praeruptorin B)標準品儲備溶液適量(100 µg/mL)，以甲醇稀釋製成含白花前胡乙素(Praeruptorin B)分別為 100、50、20、10、5.0、3.0 µg/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

以白花前胡甲素(Praeruptorin A)濃度為 40 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣五針，以白花前胡甲素(Praeruptorin A)波峰面積為指標，求出相對標準差。

以白花前胡乙素(Praeruptorin B)濃度為 10 µg/mL 之對照標準品溶液連

續進樣五針，以白花前胡乙素(Praeruptorin B)波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 再現性與穩定性試驗

1. 再現性：取同一批市售白花前胡粉末，依白花前胡檢品溶液製備方法平行製備五份白花前胡檢品溶液，進樣測定，以白花前胡甲素(Praeruptorin A)和白花前胡乙素(Praeruptorin B)含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售白花前胡粉末，依白花前胡檢品溶液製備方法製備白花前胡檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以白花前胡甲素(Praeruptorin A)和白花前胡乙素(Praeruptorin B)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

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；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 $\geq 10:1$ 時之濃度，作為定量極限估計值。

(十) 添加回收率試驗

取已知白花前胡甲素(Praeruptorin A)含量的白花前胡藥材粉末約 0.05 g，精確稱定五份，分別加入 1 mL 的白花前胡甲素(Praeruptorin A)溶液(0.4 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

取已知白花前胡乙素(Praeruptorin B)含量的白花前胡藥材粉末約 0.05 g，精確稱定五份，分別加入 1 mL 的白花前胡乙素(Praeruptorin B)溶液(0.1 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十一) 臺灣市售白花前胡中白花前胡甲素(Praeruptorin A)與白花前胡乙素(Praeruptorin B)含量測定 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：325 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)	乙腈(%)	水(%)
0	70	30
10	80	20
25	95	5
30	95	5

(十二) 臺灣市售白花前胡含量測定

取十批市售白花前胡藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μL 連續三針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品白花前胡甲素(Praeruptorin A)與白花前胡乙素(Praeruptorin B)的百分含量。

(十四) 白花前胡檢品之 UPLC 層析條件

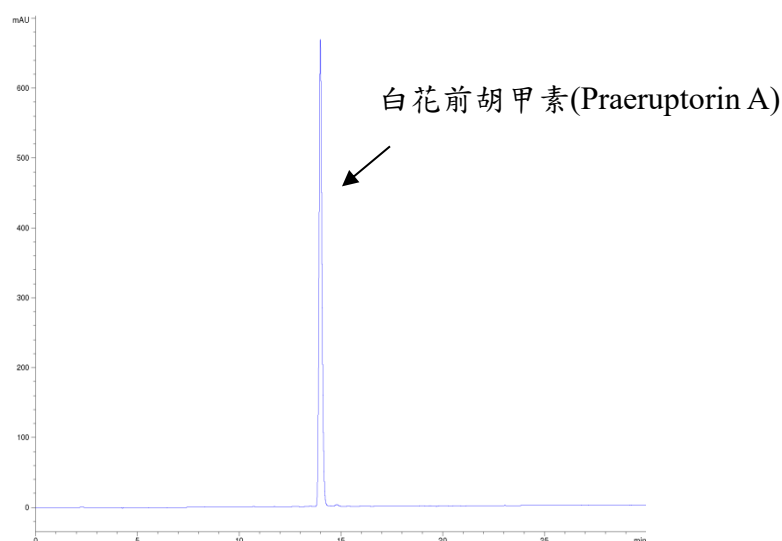
1. 層析管：Waters Acquity UPLC BEH C18 Column (100 × 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：325 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	70	30
5	80	20
7	95	5

五、結果

(一) 標準品白花前胡甲素(Praeruptorin A)之 HPLC 層析

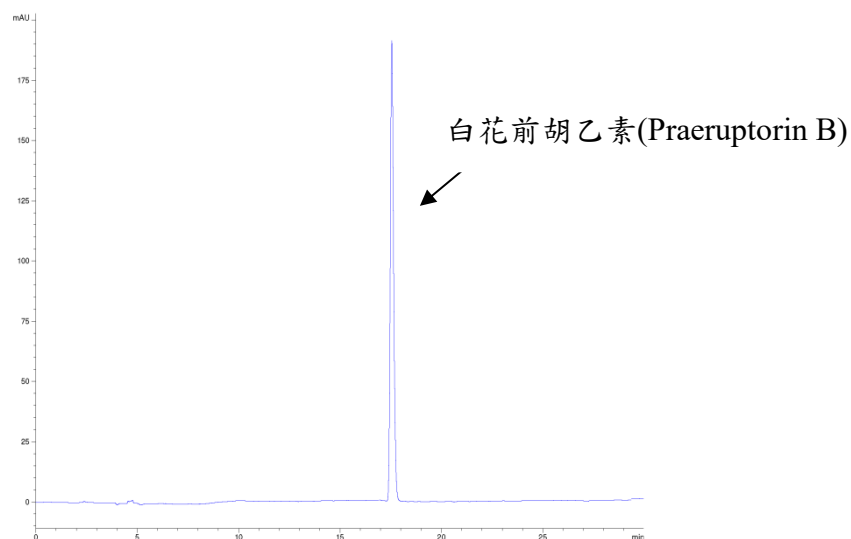
於滯留時間 14.0 分處顯示白花前胡甲素(Praeruptorin A)標準品波峰(圖一)。



圖一、白花前胡甲素(Praeruptorin A)標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 標準品白花前胡乙素(Praeruptorin B)之 HPLC 層析

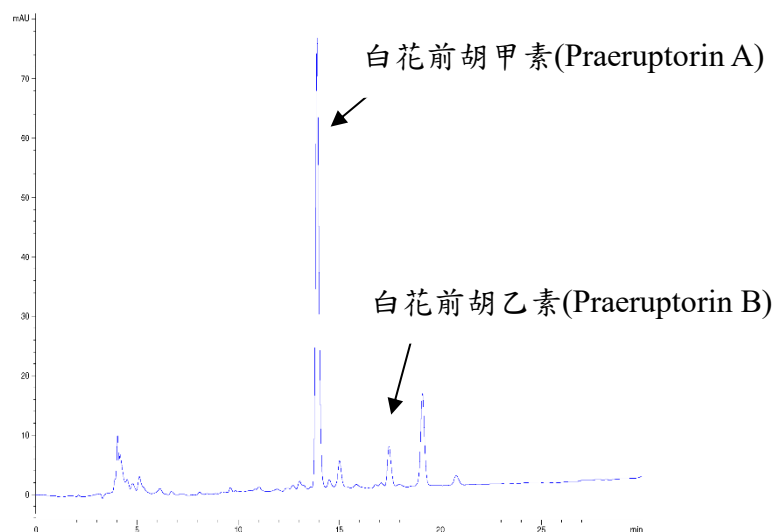
於滯留時間 17.5 分處顯示白花前胡乙素(Praeruptorin B)標準品波峰(圖二)。



圖二、白花前胡乙素(Praeruptorin B)標準品溶液之 HPLC 層析圖

(三) 市售白花前胡檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 14.0 分處顯示白花前胡檢品中白花前胡甲素(Praeruptorin A)波峰，分離率 $R=2.55$ ，托尾因子 $T=1.19$ ，均在系統適用性要求內。於滯留時間 17.5 分處顯示白花前胡檢品中白花前胡乙素(Praeruptorin B)波峰，分離率 $R=8.02$ ，托尾因子 $T=1.17$ ，也均在系統適用性要求內(圖三)。



圖三、市售白花前胡檢品之 HPLC 層析圖

(四) 最佳萃取溶媒開發

以 75% 甲醇為溶媒時，藥材所得白花前胡甲素(Praeruptorin A)以及白花前胡乙素(Praeruptorin B)的波峰面積較大，顯示 75% 甲醇為最佳萃取溶媒(表一)。

表一、白花前胡甲素(Praeruptorin A)及白花前胡乙素(Praeruptorin B)不同溶媒萃取比較

溶媒	白花前胡甲素 (Praeruptorin A) 波峰面積	白花前胡乙素 (Praeruptorin B) 波 峰面積	最佳萃取
甲醇	752.7	198.7	
75% 甲醇	780.3	211.3	√
50% 甲醇	770.8	192.1	
乙醇	751.6	190.1	
75% 乙醇	783.6	187.7	
50% 乙醇	765.1	208.1	

(五) 最佳萃取次數評估

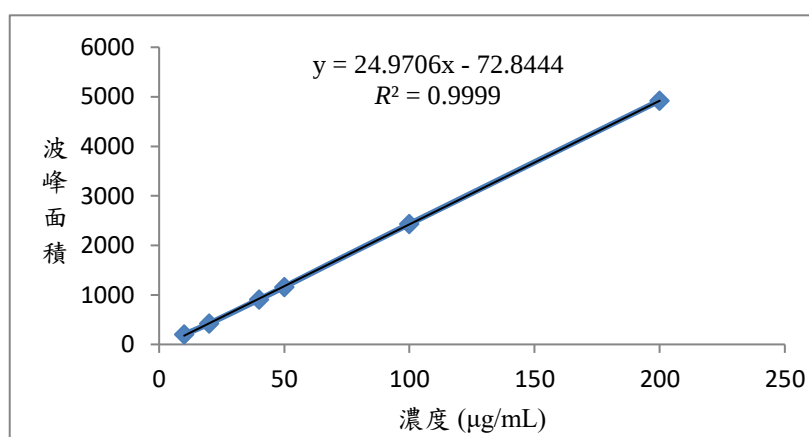
結果顯示萃取一次基本上已將白花前胡甲素(Praeruptorin A)以及白花前胡乙素(Praeruptorin B)萃取完全(>99%)(表二)。

表二、白花前胡之白花前胡甲素(Praeruptorin A)及白花前胡乙素(Praeruptorin B)
檢品萃取次數評估

萃取次數	白花前胡甲素(Praeruptorin A) 波峰面積	白花前胡乙素(Praeruptorin B) 波峰面積
第一次	780.3	211.3
第二次	N.D.	N.D.

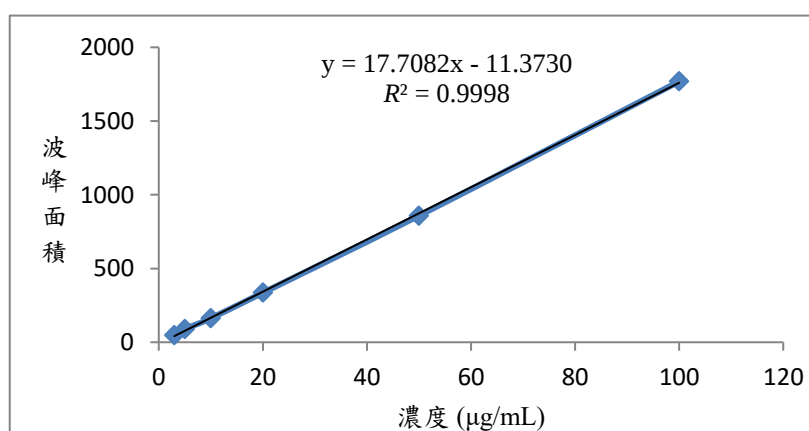
(六) 標準品白花前胡甲素(Praeruptorin A)檢量線

經不同濃度白花前胡甲素(Praeruptorin A)(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 $y = 24.9706x - 72.8444$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 10–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、白花前胡甲素(Praeruptorin A)之檢量線圖

經不同濃度白花前胡乙素(Praeruptorin B)(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 $y = 17.7082x - 11.3730$ ， $R^2 = 0.9998$ ，顯示濃度在 3.0–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、白花前胡乙素(Praeruptorin B)之檢量線圖

表三、白花前胡甲素(Praeruptorin A)及白花前胡乙素(Praeruptorin B)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
白花前胡甲素(Praeruptorin A)	10–200	$y = 24.9706x - 72.8444$	0.9999
白花前胡乙素(Praeruptorin B)	3.0–100	$y = 17.7082x - 11.3730$	0.9998

(七) 精密度與再現性試驗

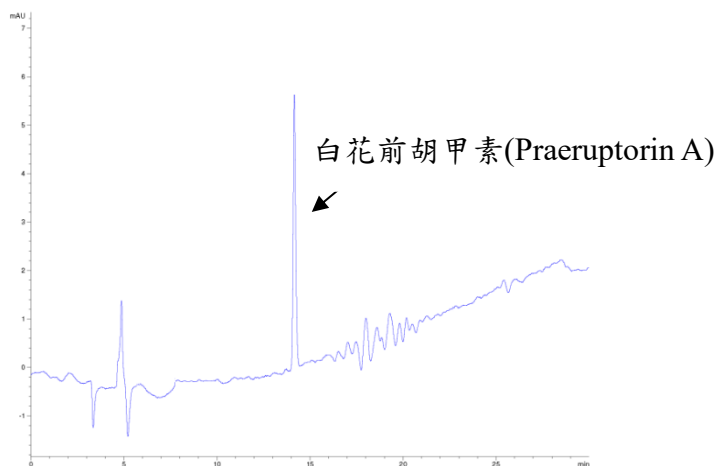
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好。白花前胡甲素(Praeruptorin A)精密度之相對標準差為 1.02%，再現性之相對標準差 0.57%，均在系統適用性要求內。白花前胡乙素(Praeruptorin B)精密度之相對標準差為 0.86%，再現性之相對標準差 1.54%，也均在系統適用性要求內。

(八) 穩定性試驗

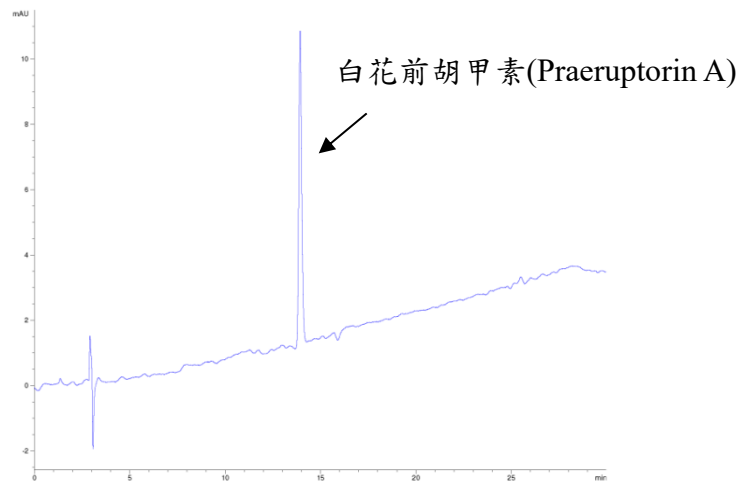
由結果可以得知，白花前胡甲素(Praeruptorin A)和白花前胡乙素(Praeruptorin B)在 24 小時內穩定，相對標準差分別為 0.65%和 2.37%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(九) 偵測極限與定量極限試驗

白花前胡甲素(Praeruptorin A)偵測極限(limit of detection, LOD)為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖六)，定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖七)。

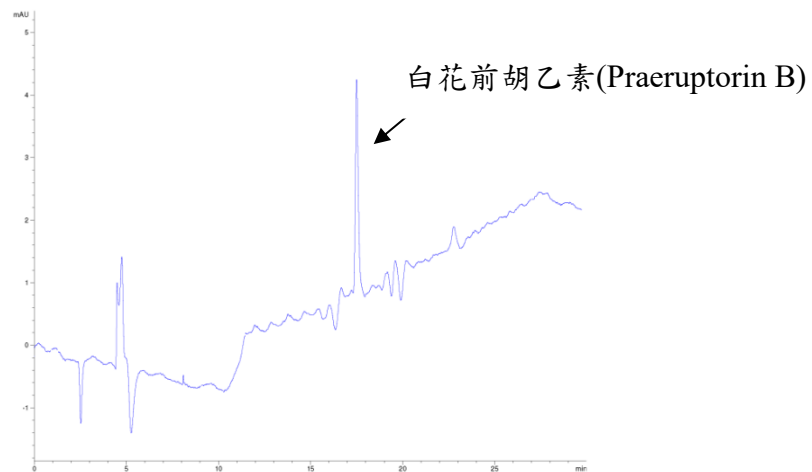


圖六、白花前胡甲素(Praeruptorin A)之 LOD 層析圖

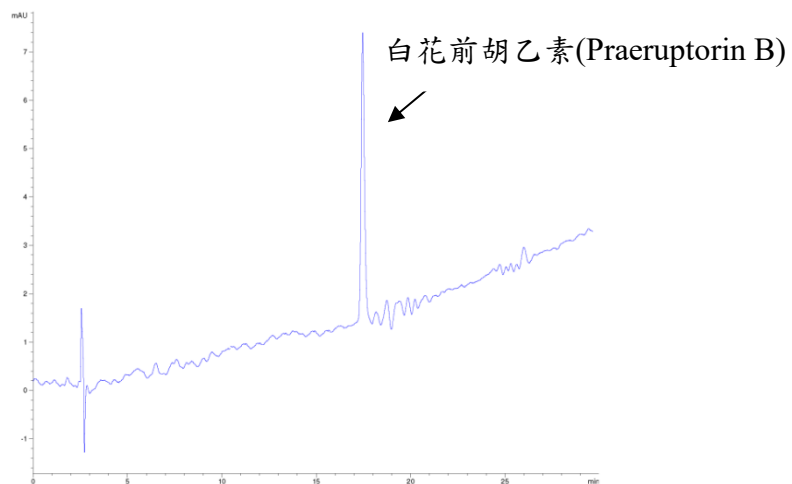


圖七、白花前胡甲素(Praeruptorin A)之 LOQ 層析圖

白花前胡乙素(Praeruptorin B)偵測極限(limit of detection, LOD)為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖九)。



圖八、白花前胡乙素(Praeruptorin B)之 LOD 層析圖



圖九、白花前胡乙素(Praeruptorin B)之 LOQ 層析圖

表四、白花前胡甲素(Praeruptorin A)各項檢驗分析

檢測項目	白花前胡甲素(Praeruptorin A)	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度(n=5)	40 µg/mL	1.02
再現性(n=5)	檢品溶液(No.3)	0.57
穩定性(n=6)	檢品溶液(No.3)	0.65
偵測極限(n=1)	1.0 µg/mL	-
定量極限(n=1)	2.0 µg/mL	-

表五、白花前胡乙素(Praeruptorin B)各項檢驗分析

檢測項目	白花前胡乙素(Praeruptorin B)	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度(n=5)	10 µg/mL	0.86
再現性(n=5)	檢品溶液(No.3)	1.54
穩定性(n=6)	檢品溶液(No.3)	2.37
偵測極限(n=1)	1.0 µg/mL	-
定量極限(n=1)	2.0 µg/mL	-

(十) 添加回收率試驗

添加白花前胡甲素(Praeruptorin A)平均回收率 98.08%，相對標準偏差 1.45%。

表六、白花前胡甲素(Praeruptorin A)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	0.0501	0.415	0.40	0.819	97.0	98.08	1.45
2	0.0505	0.418	0.40	0.825	97.5		
3	0.0508	0.421	0.40	0.830	98.2		
4	0.0503	0.416	0.40	0.822	97.2		
5	0.0504	0.417	0.40	0.836	100.5		

添加白花前胡乙素(Praeruptorin B)平均回收率 98.06%，相對標準偏差 2.21%。

表七、白花前胡乙素(Praeruptorin B)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	0.0502	0.151	0.10	0.250	96.3	98.06	2.21
2	0.0505	0.152	0.10	0.256	101.7		
3	0.0508	0.153	0.10	0.252	96.7		
4	0.0511	0.154	0.10	0.255	98.2		
5	0.0503	0.151	0.10	0.251	97.4		

(十一) 台灣市售白花前胡含量測定

十批白花前胡藥材(乾燥品)之含量測定結果，白花前胡甲素(Praeruptorin A)的含量均在 0.66–1.43%之間，白花前胡乙素(Praeruptorin B)的含量均在 0.14–0.34%之間。建議白花前胡藥材指標成分白花前胡甲素(Praeruptorin A)的含量不得少於 0.90%，白花前胡乙素(Praeruptorin B)的含量不得少於 0.24%。理論板數按白花前胡甲素(Praeruptorin A)波峰計算應不低於 10000 (實際值為 45000)，按白花前胡乙素(Praeruptorin B)波峰計算應不低於 10000 (實際值為 45000)。

表八、台灣市售白花前胡檢品之白花前胡甲素(Praeruptorin A)及白花前胡乙素(Praeruptorin B)含量

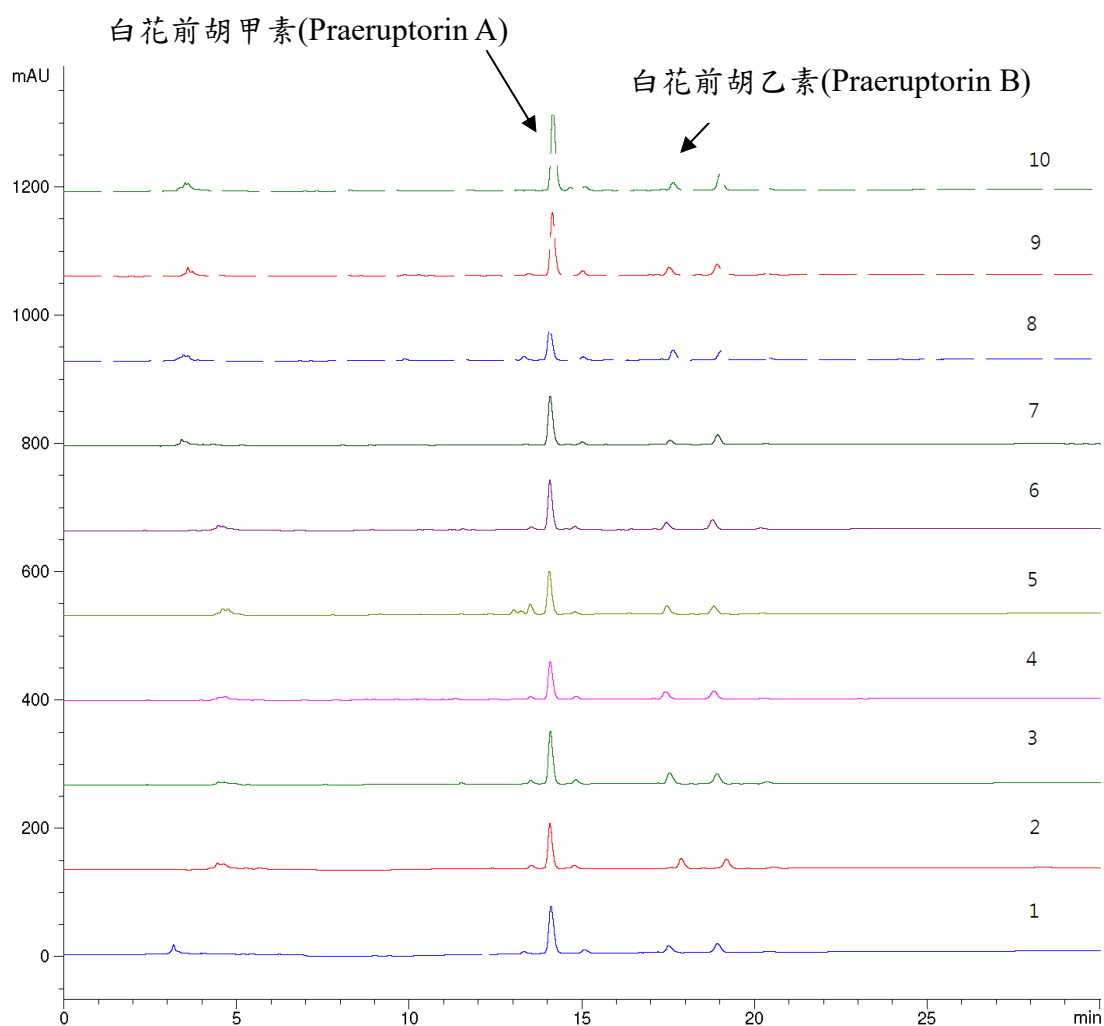
中藥店編號 (No.)	白花前胡甲素(Praeruptorin A) 含量(%)	白花前胡乙素(Praeruptorin B)含量 (%)
1 (CG)	0.91	0.23
2 (NB)	0.79	0.28
3 (ND)	0.94	0.34
4 (NI)	0.68	0.24
5 (NJ)	0.76	0.24
6 (NN)	0.83	0.21
7 (NR)	0.86	0.14
8 (SC)	0.66	0.29
9 (SJ)	1.13	0.24
10 (SU)	1.43	0.22

(十二) 市售白花前胡藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取十批市售白花前胡檢品溶液各 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：325 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：

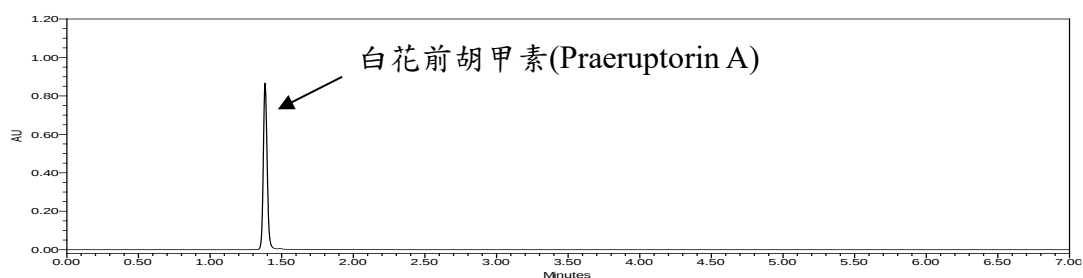
時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	70	30
10	80	20
25	95	5
30	95	5



圖十、市售白花前胡之 HPLC 指紋圖譜

(十三) 標準品白花前胡甲素(Praeruptorin A)之 UPLC 層析

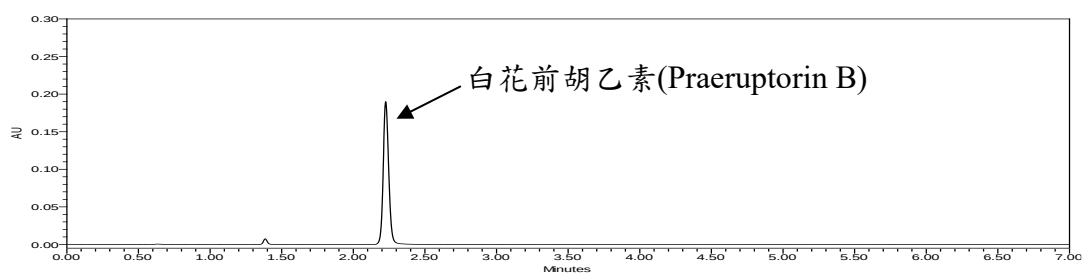
於滯留時間 1.38 分處顯示白花前胡甲素(Praeruptorin A)標準品的波峰(圖十一)。



圖十一、白花前胡甲素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十四) 標準品白花前胡乙素(Praeruptorin B)之 UPLC 層析

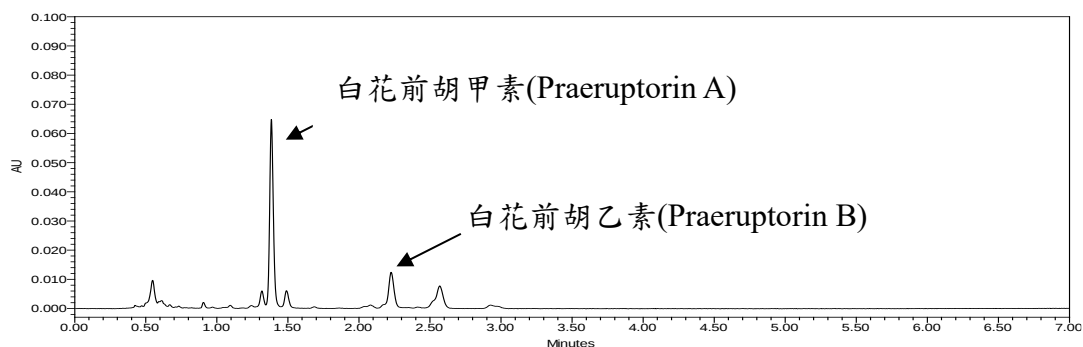
於滯留時間 2.23 分處顯示白花前胡乙素(Praeruptorin B)標準品的波峰(圖十二)。



圖十二、白花前胡乙素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十五) 市售白花前胡檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 1.38 分處顯示白花前胡檢品中白花前胡甲素(Praeruptorin A)的波峰，於滯留時間 2.23 分處顯示白花前胡檢品中白花前胡乙素(Praeruptorin B)的波峰(圖十三)。

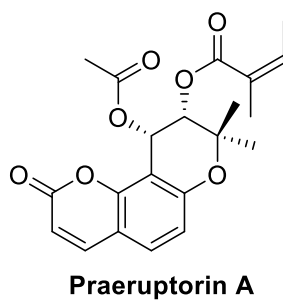


圖十三、白花前胡藥材之 UPLC 層析圖

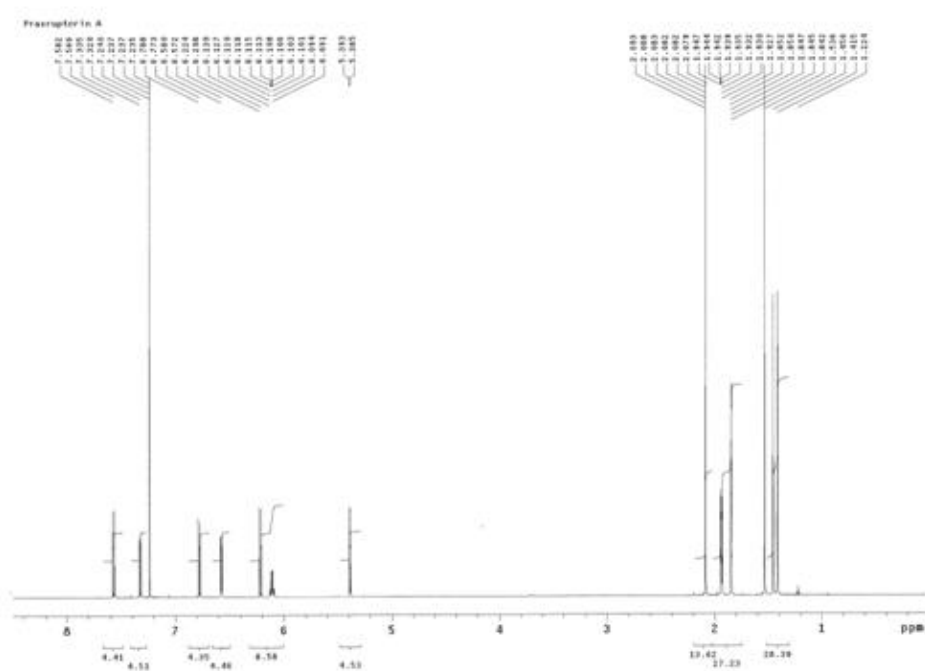
(十六) 白花前胡甲素(Praeruptorin A)的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{21}H_{22}O_7$ ；Mol. Wt.：386.40；mp：125–126 °C；白色固體。

(十七) 白花前胡甲素(Praeruptorin A)的結構

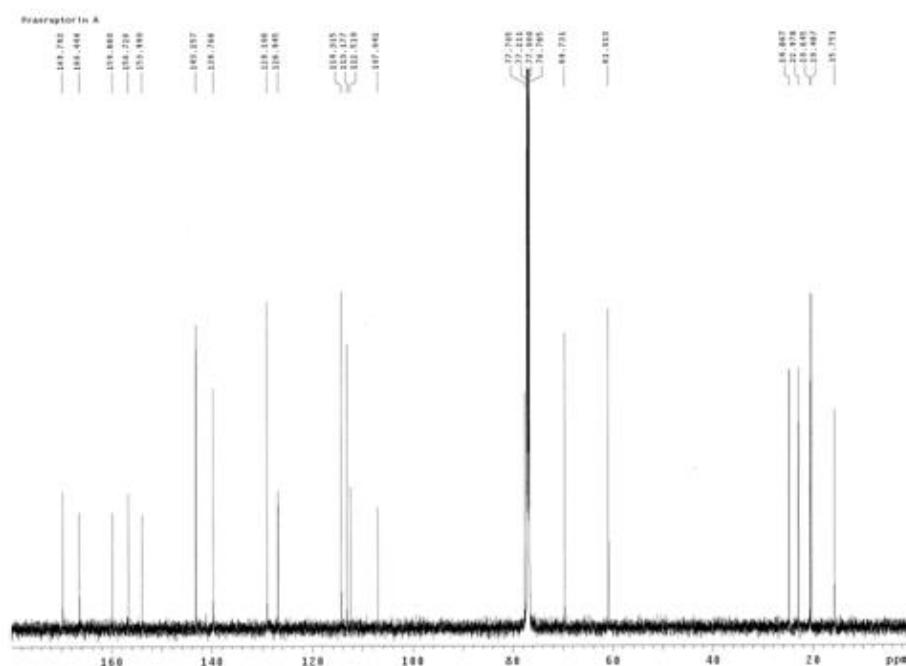


(十八) 白花前胡甲素(Praeruptorin A)的 1H NMR 圖譜



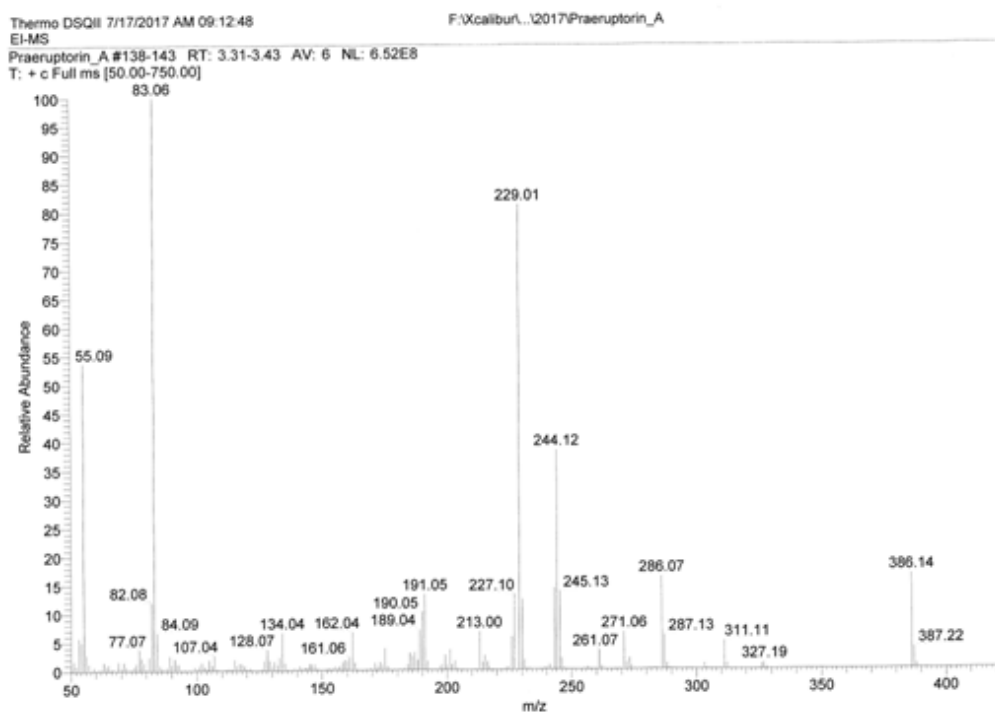
圖十四、白花前胡甲素(Praeruptorin A)之 1H NMR 圖譜(CDCl₃)

(十九) 白花前胡甲素(Praeruptorin A)的 ^{13}C NMR 圖譜



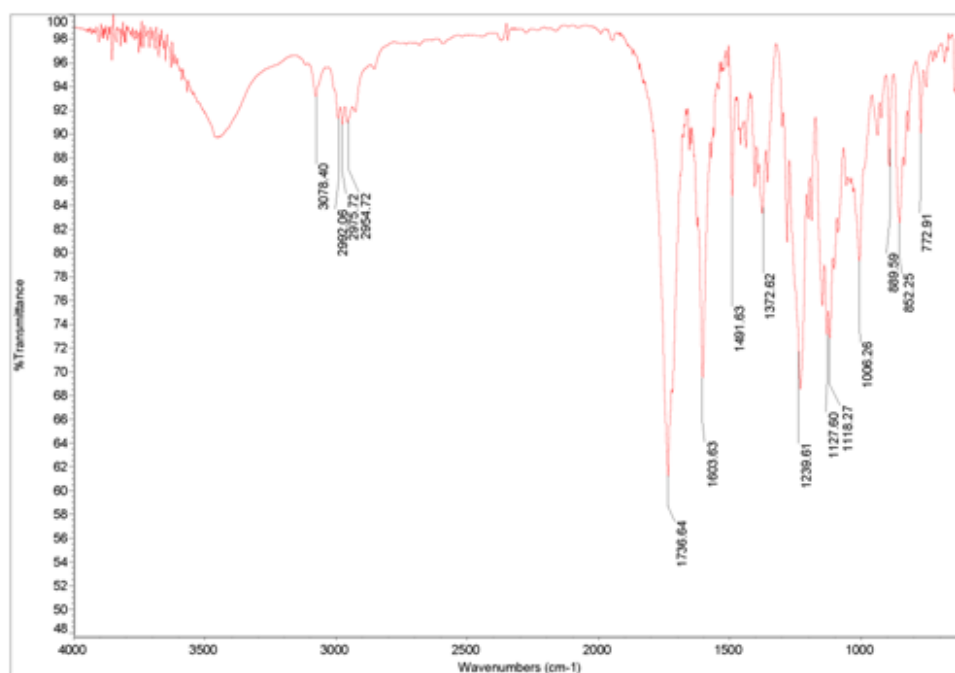
圖十五、白花前胡甲素(Praeruptorin A)之 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(二十) 白花前胡甲素(Praeruptorin A)的 EI-MS 圖譜



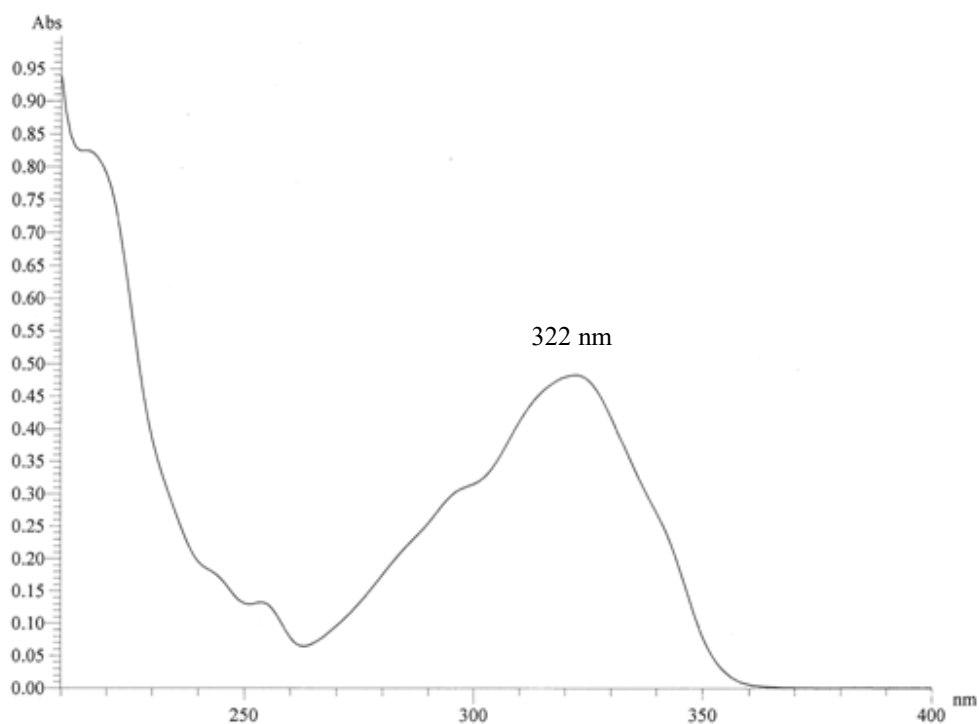
圖十六、白花前胡甲素(Praeruptorin A)之 EI-MS 圖譜

(二十一) 白花前胡甲素(Praeruptorin A)的 FTIR 圖譜



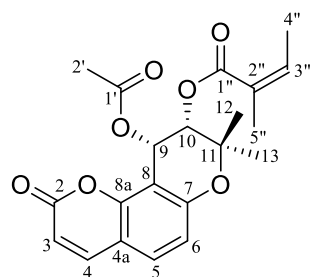
圖十七、白花前胡甲素(Praeruptorin A)之 FTIR 圖譜

(二十二) 白花前胡甲素(Praeruptorin A)的 UV 圖譜



圖十八、白花前胡甲素(Praeruptorin A)之 UV 圖譜

(二十三) 白花前胡甲素(Praeruptorin A)之氫、碳化學位移



白花前胡甲素(Praeruptorin A)

表九、白花前胡甲素(Praeruptorin A)之氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

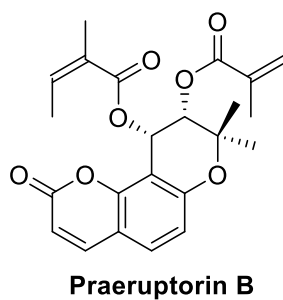
position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	159.9
3	6.22 (d, 9.6)	113.2
4	7.57 (d, 9.6)	143.3
4a	-	112.5
5	7.33 (d, 9.0)	129.1
6	6.78 (d, 9.0)	114.3
7	-	156.7
8	-	107.0
8a	-	154.0
9	6.58 (d, 4.8)	61.0
10	5.39 (d, 4.8)	69.7
11	-	77.7
12	1.42 (s)	24.9
13	1.46 (s)	23.0
1'	-	169.8
2'	2.09 (s)	20.7
1''	-	166.4
2''	-	127.0
3''	6.11 (qq, 7.2, 1.2)	139.8
4''	1.94 (dq, 7.2, 1.8)	15.8
5''	1.85 (m)	20.5

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

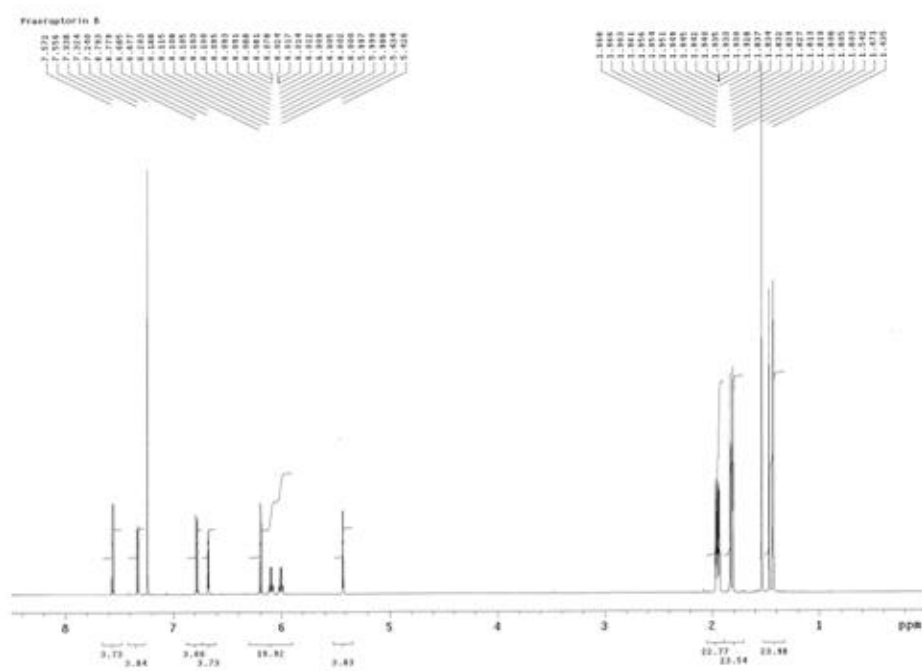
(二十四) 白花前胡乙素(Praeruptorin B)的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{24}H_{26}O_7$ ；Mol. Wt.：426.47；熔點：176–177 °C；白色固體。

(二十五) 白花前胡乙素(Praeruptorin B)的結構

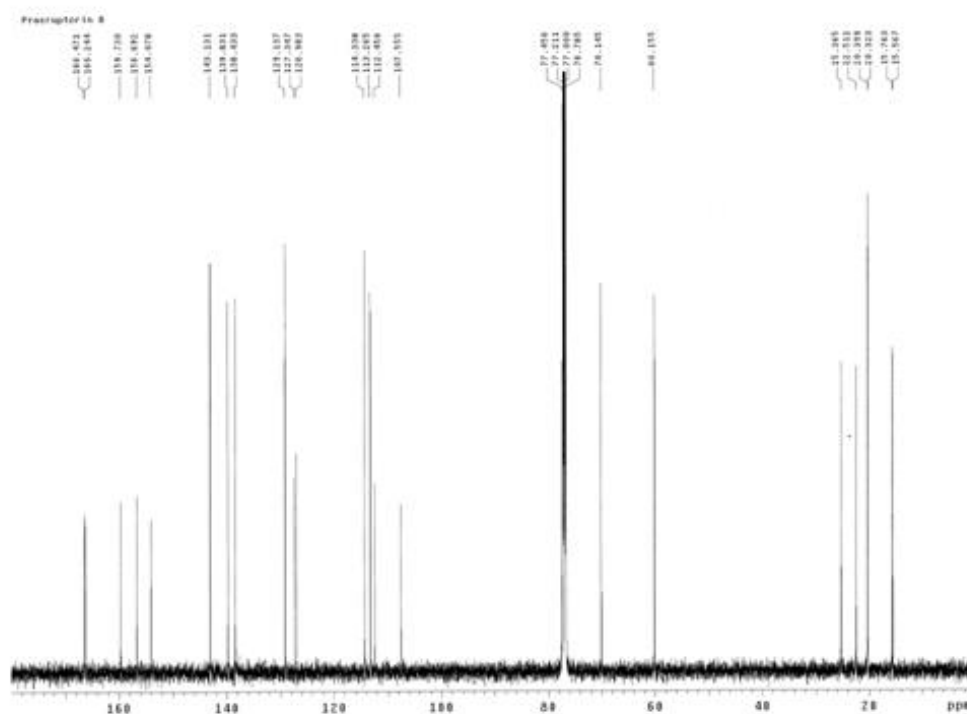


(二十六) 白花前胡乙素(Praeruptorin B)的 1H NMR 圖譜



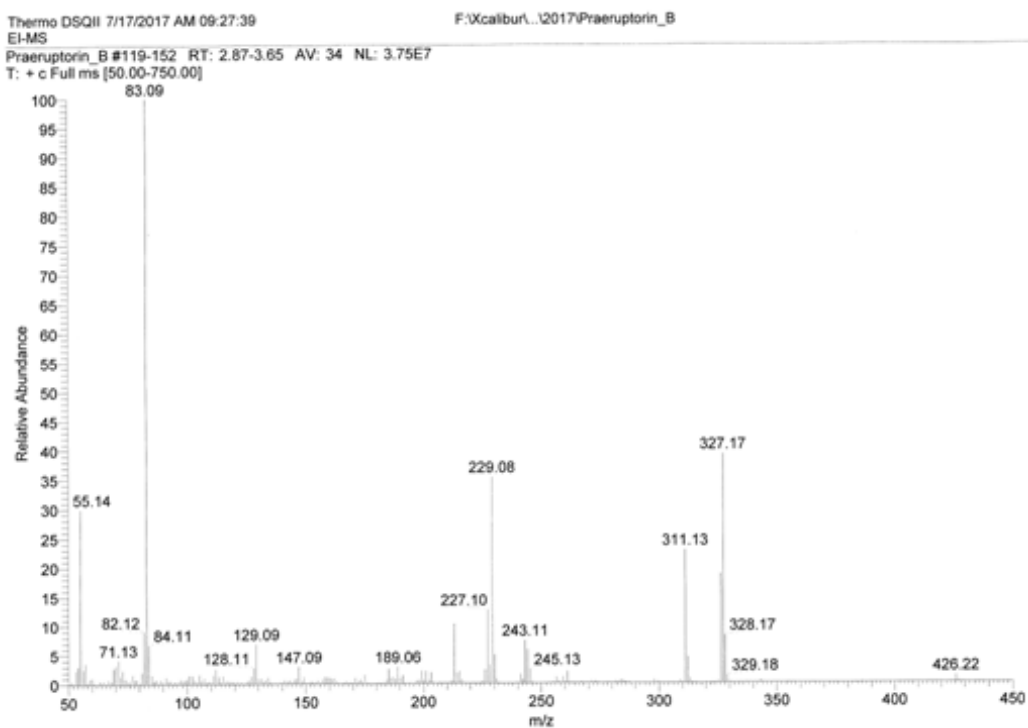
圖十九、白花前胡乙素(Praeruptorin B)之 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

(二十七) 白花前胡乙素(Praeruptorin B)的 ^{13}C NMR 圖譜



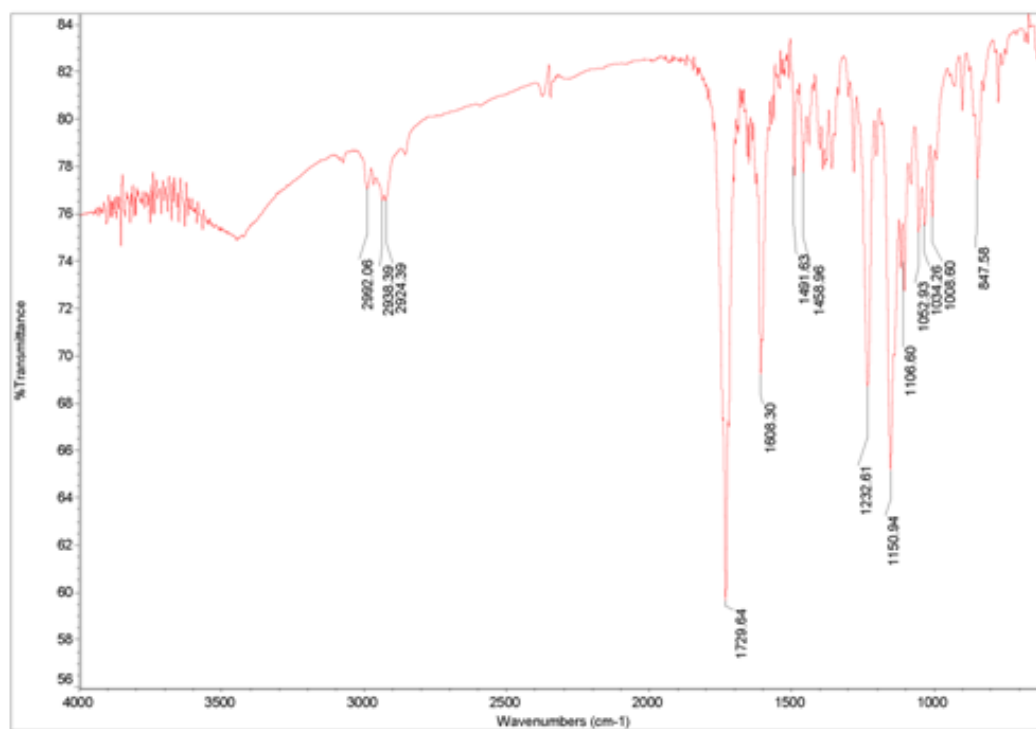
圖二十、白花前胡乙素(Praeruptorin B)之 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(二十八) 白花前胡乙素(Praeruptorin B)的 EI-MS 圖譜



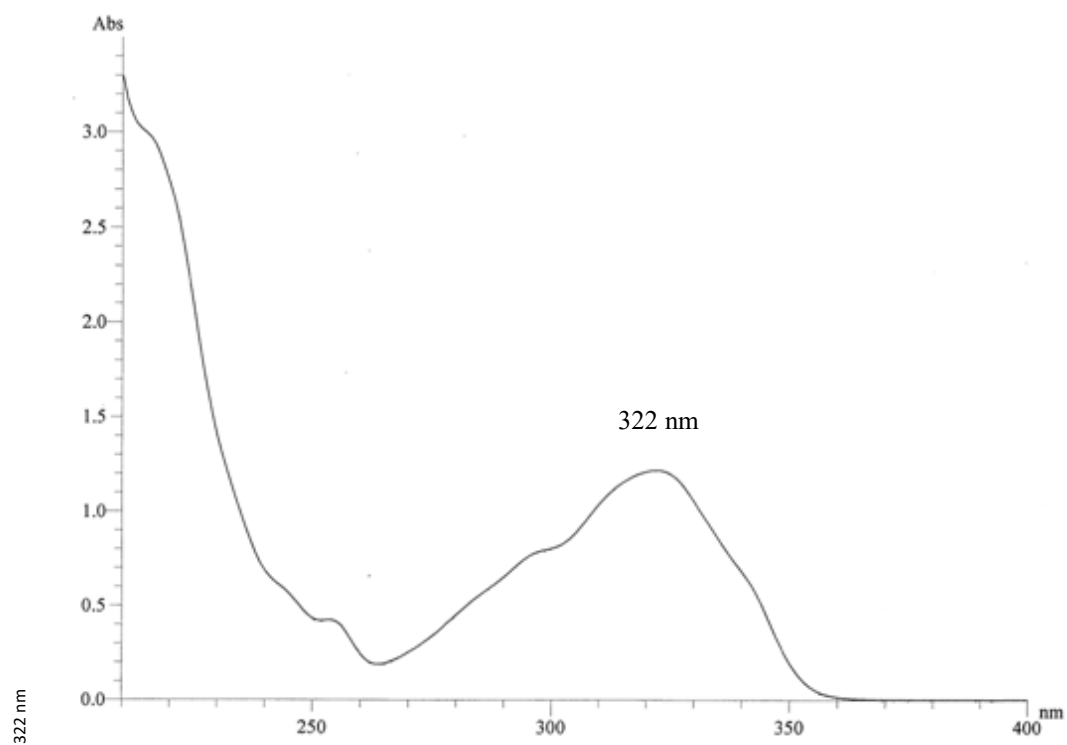
圖二十一、白花前胡乙素(Praeruptorin B)之 EI-MS 圖譜

(二十九) 白花前胡乙素(Praeruptorin B)的 FTIR 圖譜



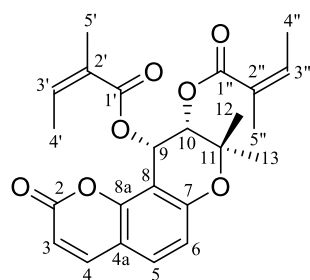
圖二十二、白花前胡乙素(Praeruptorin B)之 FTIR 圖譜

(三十) 白花前胡乙素(Praeruptorin B)的 UV 圖譜



圖二十三、白花前胡乙素(Praeruptorin B)之 UV 圖譜

(三十一) 白花前胡乙素(Praeruptorin B)之氫、碳化學位移



白花前胡乙素(Praeruptorin B)

表十、白花前胡乙素(Praeruptorin B)之氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	159.7
3	6.20 (d, 9.6)	113.3
4	7.56 (d, 9.6)	143.1
4a	-	112.5
5	7.33 (d, 8.4)	129.1
6	6.79 (d, 8.4)	114.3
7	-	156.7
8	-	107.6
8a	-	154.1
9	6.68 (d, 4.8)	60.2
10	5.43 (d, 4.8)	70.2
11	-	77.5
12	1.44 (s)	25.4
13	1.47 (s)	22.5
1'	-	166.5
2'	-	127.4
3'	6.01 (qq, 7.2, 1.2)	138.4
4'	1.96 (dq, 7.2, 1.2)	15.6
5'	1.81 (m)	20.3
1''	-	166.2
2''	-	127.0
3''	6.10 (qq, 7.2, 1.2)	139.8
4''	1.94 (dq, 7.2, 1.2)	15.8
5''	1.83 (m)	20.4

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

白花前胡

生藥名：PEUCEDANI RADIX

英文名：Hogfennel Root

基 原：本品為繖形科 Umbelliferae 植物白花前胡 *Peucedanum praeruptorum* Dunn 之乾燥根。

一、方法

(一) 檢 品 溶 液 【萃取方法 1】(臺灣中藥典第二版 2013；香港中藥材標準第四冊) ✓

——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波處理 15 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。

【萃取方法 2】(修飾中華人民共和國藥典 2015)

——取本品粉末 0.5 g，加二氯甲烷 10 mL，超音波處理 10 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加甲醇 5 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 取 白 花 前 胡 甲 素 (Praeruptorin A) 及 白 花 前 胡 乙 素
溶 液 (Praeruptorin B) 對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 0.5 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】(臺灣中藥典第二版 2013；香港中藥材標準第四冊)

——二氯甲烷：丙酮 (10：0.5)

【展開劑 2】(修飾中華人民共和國藥典 2015)

——石油醚(60–80℃)：乙酸乙酯 (3：1)

【展開劑 3】(自行開發) ✓

——正己烷：乙酸乙酯 (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 於主波長 365 nm 之紫外燈照射下檢視。

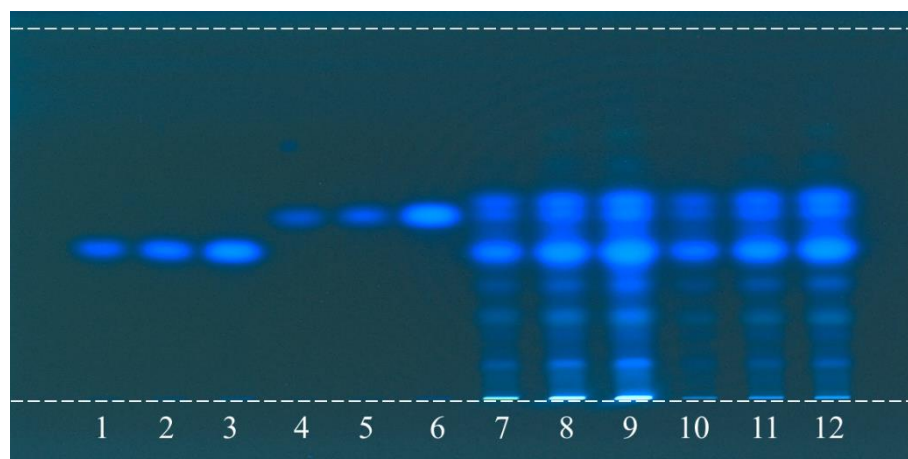
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：106/07/27

相對溼度(RH)：54%

溫度(RT)：25 °C

【展開劑3】 (自行開發)——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)



編號	名稱	點注量
1，2，3	白花前胡甲素(Praeruptorin A) (0.5 mg/mL)	1，2，5 μ L
4，5，6	白花前胡乙素(Praeruptorin B) (0.5 mg/mL)	1，2，5 μ L
7，8，9	檢品溶液 5【萃取方法 1】	2，5，8 μ L
10，11，12	檢品溶液 5【萃取方法 2】	2，5，8 μ 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白花前胡甲素及白花前胡乙素，而由於製備方法較簡便且快速，故選擇【萃取方法 1】。

建議點注量：白花前胡甲素(Praeruptorin A)標準品溶液 2 μ L，白花前胡乙素(Praeruptorin B)標準品溶液 1 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】2 μ L。

三、溶媒系統選擇

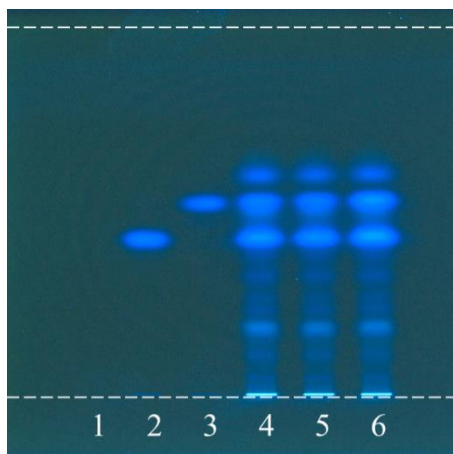
實驗日期：106/07/28

相對溼度(RH)：56%

溫度(RT)：26 °C

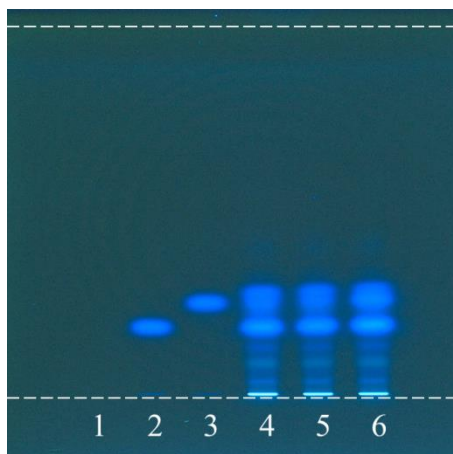
【展開劑 1】(臺灣中藥典第二版 2013；香港中藥材標準第四冊)——二氯甲烷：
丙酮 (10：0.5)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第二版 2013；香港中藥材標準第四冊)——HPTLC
紫外光(365 nm)檢出(白花前胡甲素 R_f 值為 0.42，白花前胡乙素 R_f 值為 0.52)



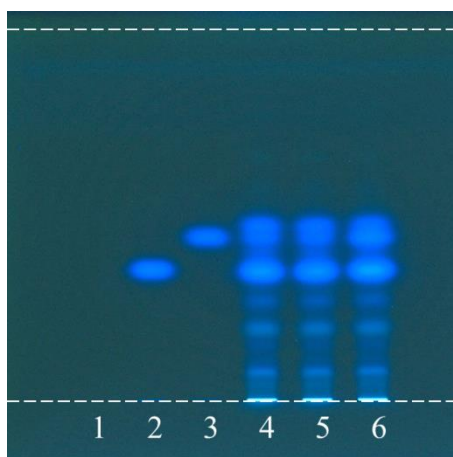
【展開劑 2】(修飾中華人民共和國藥典 2015)——石油醚(60–80°C)：乙酸乙酯
(3：1)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第二版 2013；香港中藥材標準第四冊)——HPTLC
紫外光(365 nm)檢出(白花前胡甲素 R_f 值為 0.18，白花前胡乙素 R_f 值為 0.24)



【展開劑 3】（自行開發）——正己烷：乙酸乙酯（2：1）

【萃取方法 1】（臺灣中藥典第二版 2013；香港中藥材標準第四冊）——HPTLC
紫外光(365 nm)檢出(白花前胡甲素 R_f 值為 0.35，白花前胡乙素 R_f 值為 0.43)



1：Blank

2：白花前胡甲素(Praeruptorin A)

3：白花前胡乙素(Praeruptorin B)

4，5：檢品溶液

6：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式，3 種展開劑展開皆可從檢品溶液中分離與檢出白花前胡甲素及白花前胡乙素，而由於盡量不使用二氯甲烷為原則，又由於正己烷、乙酸乙酯溶媒使用較普遍，且指標成分 R_f 值趨近於中間，故採用自行開發之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：106/07/28

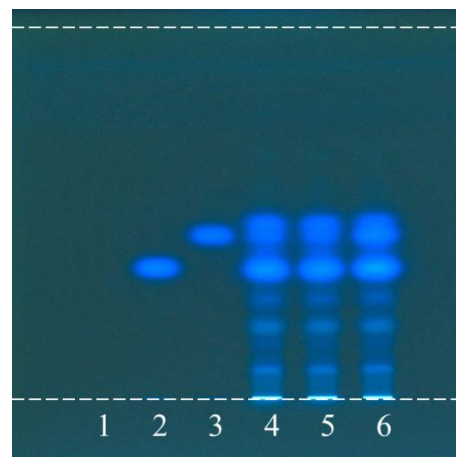
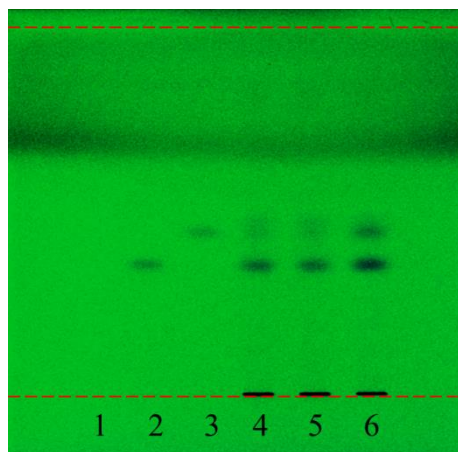
相對溼度(RH)：56%

溫度(RT)：26 °C

【展開劑 3】 (自行開發)——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013；香港中藥材標準第四冊) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013；香港中藥材標準第四冊) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出✓



1：Blank

2：白花前胡甲素(Praeruptorin A)

3：白花前胡乙素(Praeruptorin B)

4，5：檢品溶液 5

6：Spike

建議觀察方式：於紫外光(365 nm)下顯示出較紫外光(254 nm)有較多明顯之條帶及白花前胡甲素(Praeruptorin A)與白花前胡乙素(Praeruptorin B)標準品斑點。

五、十批樣品檢測

實驗日期：106/07/28

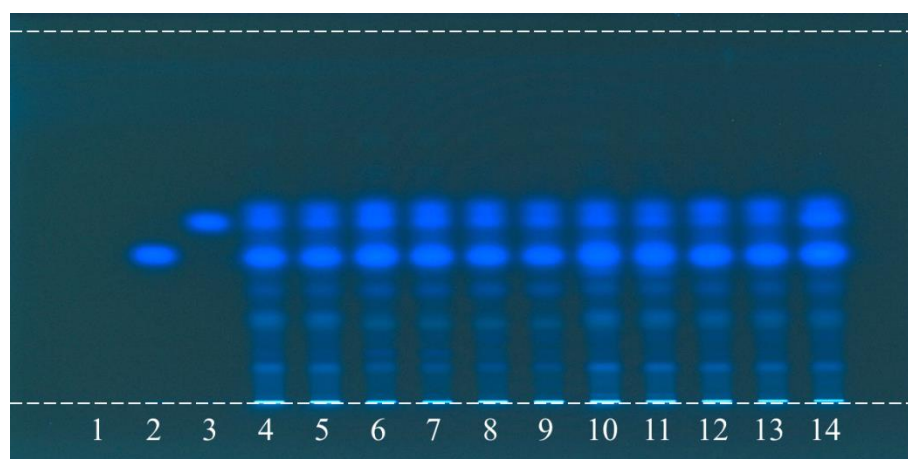
相對溼度(RH)：56%

溫度(RT)：26 °C

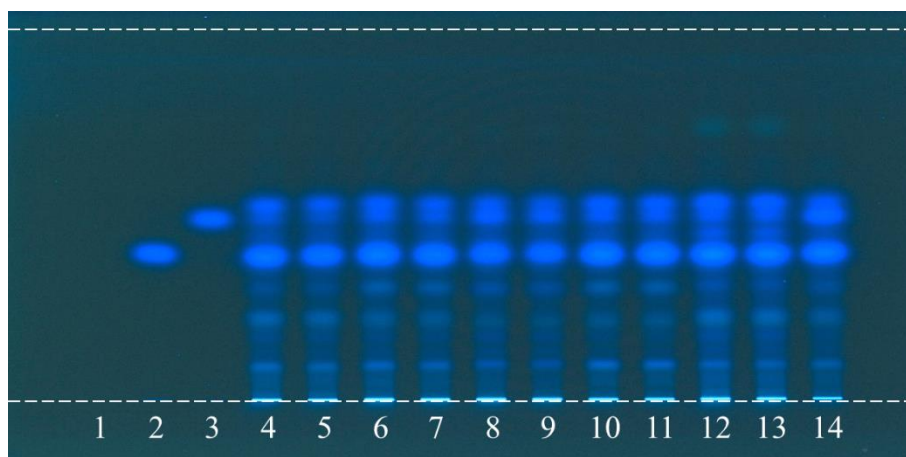
【展開劑 3】 (自行開發)——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013；香港中藥材標準第四冊) — HPTLC

紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	白花前胡甲素(Praeruptorin A) (0.5 mg/mL)
3	白花前胡乙素(Praeruptorin B) (0.5 mg/mL)
4 , 5	檢品溶液 1 (NB)
6 , 7	檢品溶液 2 (ND)
8 , 9	檢品溶液 3 (NI)
10 , 11	檢品溶液 4 (NJ)
12 , 13	檢品溶液 5 (NN)
14	Spike (檢品溶液 5)



1	Blank
2	白花前胡甲素(Praeruptorin A) (0.5 mg/mL)
3	白花前胡乙素(Praeruptorin B) (0.5 mg/mL)
4, 5	檢品溶液 6 (NR)
6, 7	檢品溶液 7 (CG)
8, 9	檢品溶液 8 (SC)
10, 11	檢品溶液 9 (SJ)
12, 13	檢品溶液 10 (SU)
14	Spike (檢品溶液 5)

結論與建議：以臺灣中藥典第二版 2013 及香港中藥材標準第四冊之【萃取方法 1】方式，並以自行開發之【展開劑 3】分離與檢出白花前胡甲素(Praeruptorin A)及白花前胡乙素(Praeruptorin B)較佳，於紫外光(365 nm)下檢視較佳。