

補骨脂

(PSORALEAE FRUCTUS)

補骨脂 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

補骨脂 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

補骨脂 TLC

一、方法.....	30
二、萃法選擇及濃度測試.....	31
三、溶媒系統選擇.....	33
四、觀察方式選擇.....	36
五、十批補骨脂樣品檢測.....	38

補骨脂

(PSORALEAE 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補骨脂的乾燥成熟果實。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：補骨脂

生藥名：PSORALEAE FRUCTUS

英文名：Malaytea Scurfpea Fruit

基原：本品為豆科 Leguminosae 植物補骨脂 *Psoralea corylifolia* L. 之乾燥成熟果實。

採收加工：秋季果實成熟時採收果序，曬乾，搓出果實，除去雜質。

藥材性狀：本品呈扁橢圓或近腎形，長 3~5 mm，寬約 2~4 mm，厚 1.0~1.5 mm，表面暗褐或黑色，具微細顆粒紋即細密腺點，中央微凹，一側略扁，有條形種臍。果皮薄，不易與種子分離，種仁 1 枚，子葉 2 枚，肥厚，質硬。氣芳香，味苦。

生長分佈：一年生直立草本，高 60~150 cm，花期 7~8 月，果期 9~11 月。喜溫暖濕潤氣候，宜生長在向陽平坦、日照充足的環境，常見於荒野或田邊荒地上。河南、安徽、陝西、山西、江西、四川、雲南、廣東及貴州等地。藥材主產於四川、陝西、河南及安徽等地。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 果皮波狀彎曲，棕褐色，細胞皺縮，細胞界限不清楚。凹陷處表皮下有眾多扁圓形內生腺體，多破碎或中空。
2. 中果皮薄壁組織中有小型並立型維管束。
3. 種皮外表皮為 1 層柵狀細胞，內含紅棕色物質。
4. 啞鈴狀支持細胞 1 層，上部較寬大，可見側壁環狀增厚。
5. 支持細胞之內為 7~10 層的薄壁細胞。
6. 子葉 2 片，內外各有 1 層排列緊密的薄壁細胞，子葉細胞靠近種皮的數層細胞呈類卵圓形，較大型，靠內側的數層細胞則呈柵狀排列。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 粉末灰黃色，略有香氣。
2. 中果皮碎片中含草酸鈣結晶，呈長方形或長條形，偏光顯微鏡下呈現亮

白黃色至多彩色。

3. 圓柱狀種皮柵狀細胞可見，側面觀細胞壁常呈 V 字形增厚，表面觀細胞呈類多角形。。
4. 支持細胞呈啞鈴狀，中部細胞壁增厚。
5. 子葉細胞可見，多為碎片狀。
6. 非腺毛碎片可見。



圖 1 補骨脂藥材圖

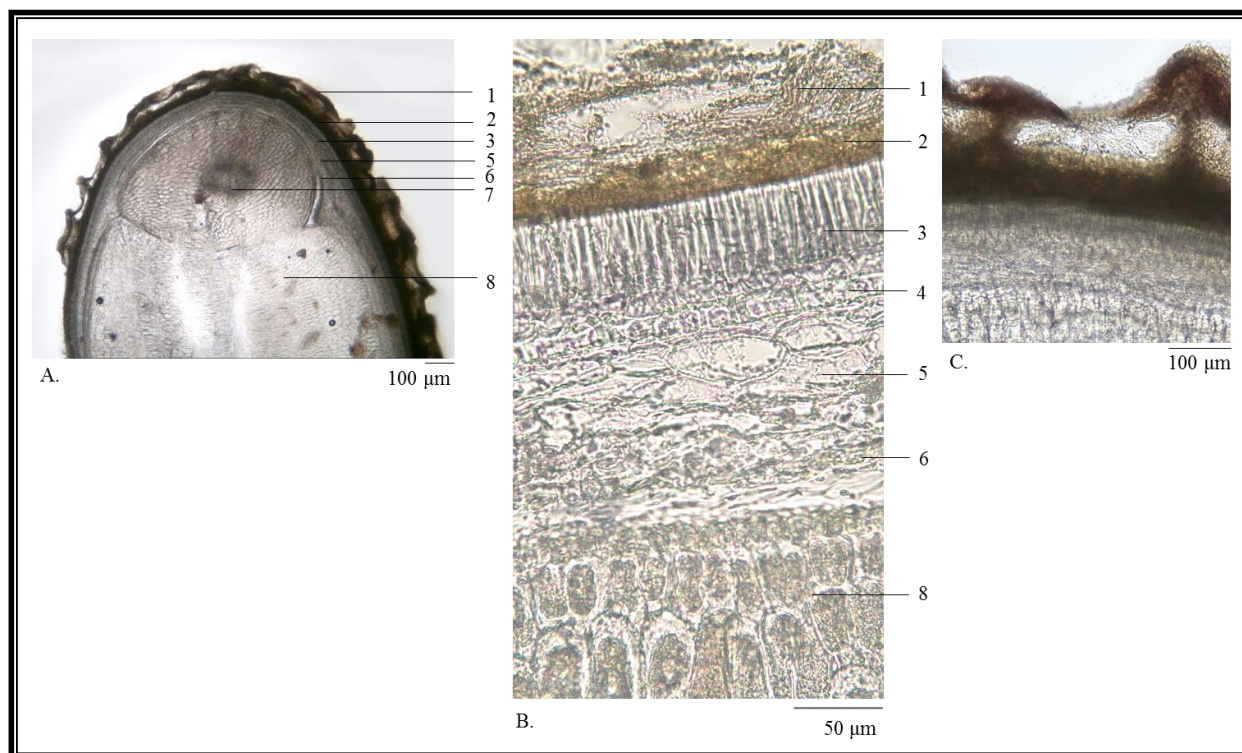


圖 2 補骨脂橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.壁內腺

1.外果皮 2.中果皮 3.種皮柵狀細胞 4.種皮支柱細胞 5.種皮薄壁細胞 6.
內種皮 7.胚根 8.子葉

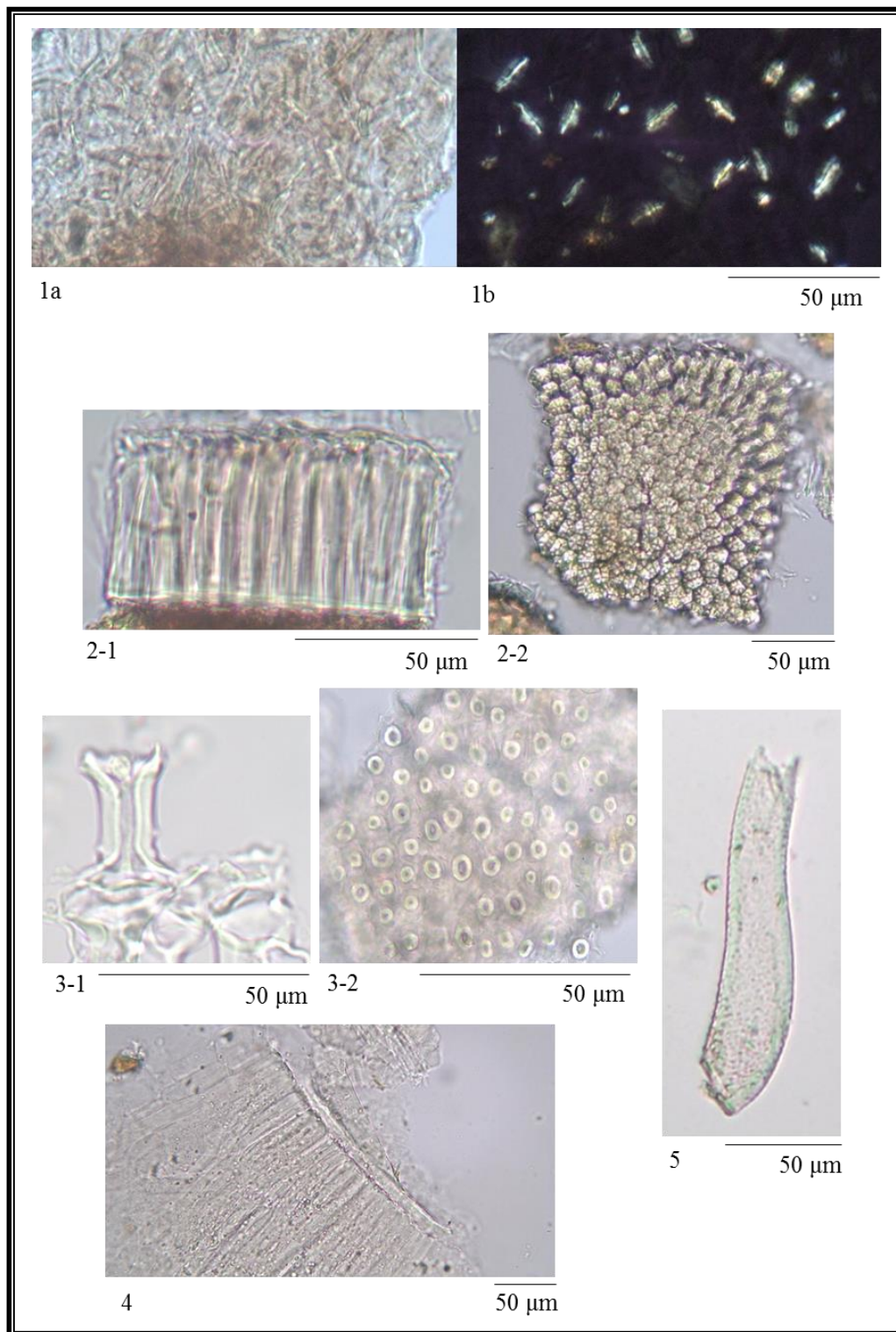


圖 3 補骨脂粉末顯微特徵圖

a.光學顯微鏡下特徵 b.偏光顯微鏡下特徵

1.中果皮組織內針晶 2-1.種皮柵狀組織側面觀 2-2.種皮柵狀組織表面觀

3-1.支持細胞側面觀 3-2.支持細胞表面觀 4.子葉碎片 5.非腺毛

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。93~94 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。372~373 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。495~496 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)。香港中藥材標準第三冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。99~108 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。336~341 頁。
6. 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。187~188 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。334 頁。
8. 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。352~353 頁。

補骨脂(PSORALEAE FRUCTUS)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店補骨脂藥材共 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 x 4.6 mm, 5 μ m)。

(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 μ m, 1.7 μ m)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(HPLC Grade)購自於 DUKSAN PURE CHEMICALS。

(二) 標準品

標準品補骨脂素(Psoralen)與異補骨脂素(Isopsoralen)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 0.5 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、80%甲醇、70%甲醇、50%甲醇各 20 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 μ m)，即得。每針 10 μ L 注入高效能液相層析儀(HPLC)，以所測得之標準品補骨脂素和異補骨脂素最大波峰面積為最佳補骨脂萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.5 g，置 50 mL 離心管中，準確加 50%甲醇 20 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 25 mL 定量瓶中，加 50%甲醇至刻度，搖勻再過濾(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。

(三) 對照標準品溶液

1. 準確稱取標準品補骨脂素 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含補骨脂素 1000 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 製成補骨脂素對照標準品溶液。
2. 準確稱取標準品異補骨脂素 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含異補骨脂素 1000 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 製成異補骨脂素對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.5 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 50% 甲醇 20 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 2 次，合併濾液，轉移至 100 mL 定量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。

(五) 測定法

準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 μL ，注入 HPLC，測定，分別用標準曲線計算溶液中補骨脂素與異補骨脂素的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取補骨脂素標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)適量，以甲醇稀釋製成含補骨脂素分別為 100、80、60、40、20、8.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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. 準確吸取異補骨脂素標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)適量，以甲醇稀釋製成含異補骨脂素分別為 100、80、60、40、20、8.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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

以補骨脂素及異補骨脂素濃度分別為 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，分別以補骨脂素及異補骨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：取同一批市售補骨脂粉末，依補骨脂檢品溶液製備方法平行製備 5 份補骨脂檢品溶液，進樣測定，以補骨脂素及異補骨脂素的含量(%)

為指標，求出相對標準差。

2. 穩定性：取同一批市售補骨脂粉末，依補骨脂檢品溶液製備方法製備補骨脂檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以補骨脂素及異補骨脂素的波峰面積為指標，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. 取已知補骨脂素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 2.0 mg 的補骨脂素，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知異補骨脂素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 1.5 mg 異補骨脂素，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 SB-C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 246 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(%)	水(%)
0	55	45
20	55	45

(十二) 臺灣市售補骨脂含量測定

取 10 批市售補骨脂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 公式計算樣品補骨脂素及異補骨脂素的百分含量。

(十三) 補骨脂檢品之 UPLC 層析條件

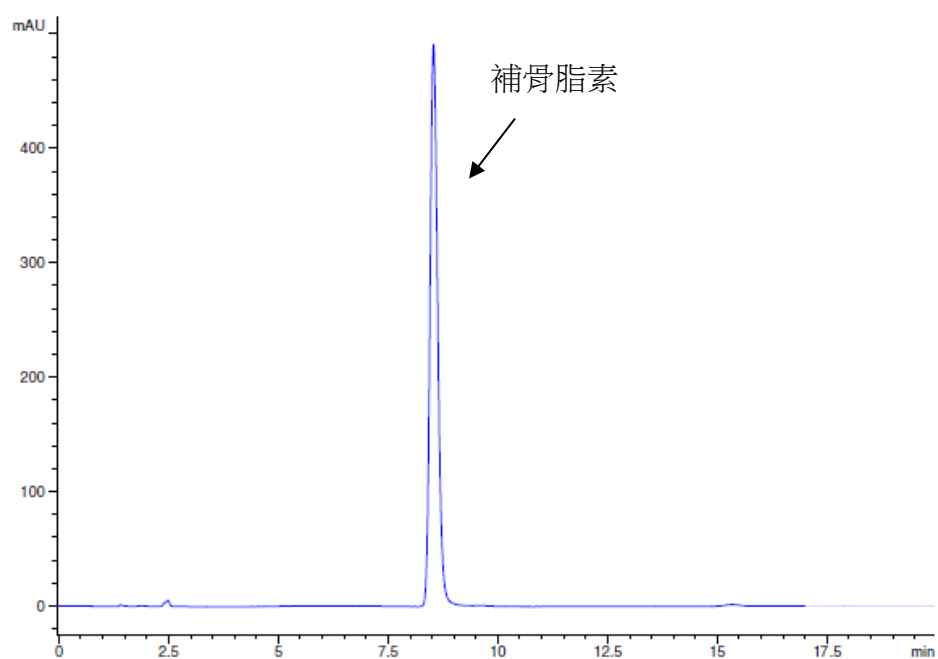
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 254 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	水(%)
0	50	50
6	70	30
10	85	15
12	90	10
13	90	10

五、結果

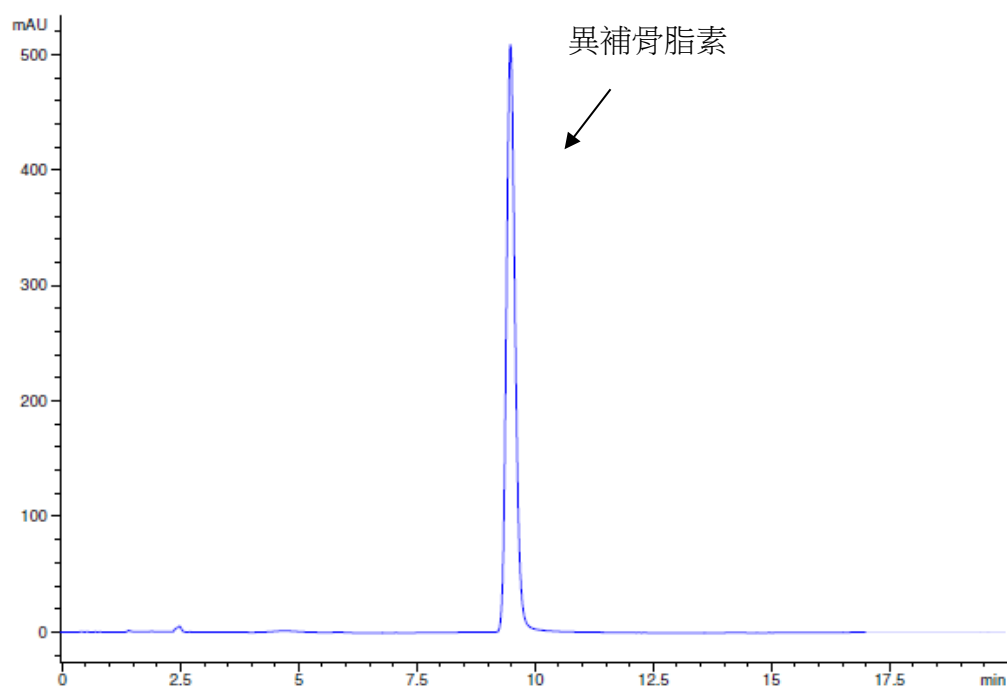
(一) 標準品補骨脂素與異補骨脂素之 HPLC 層析

於滯留時間 8.5 分鐘處顯示補骨脂素標準品的波峰(圖一)。



圖一、補骨脂素標準品溶液之 HPLC 層析圖

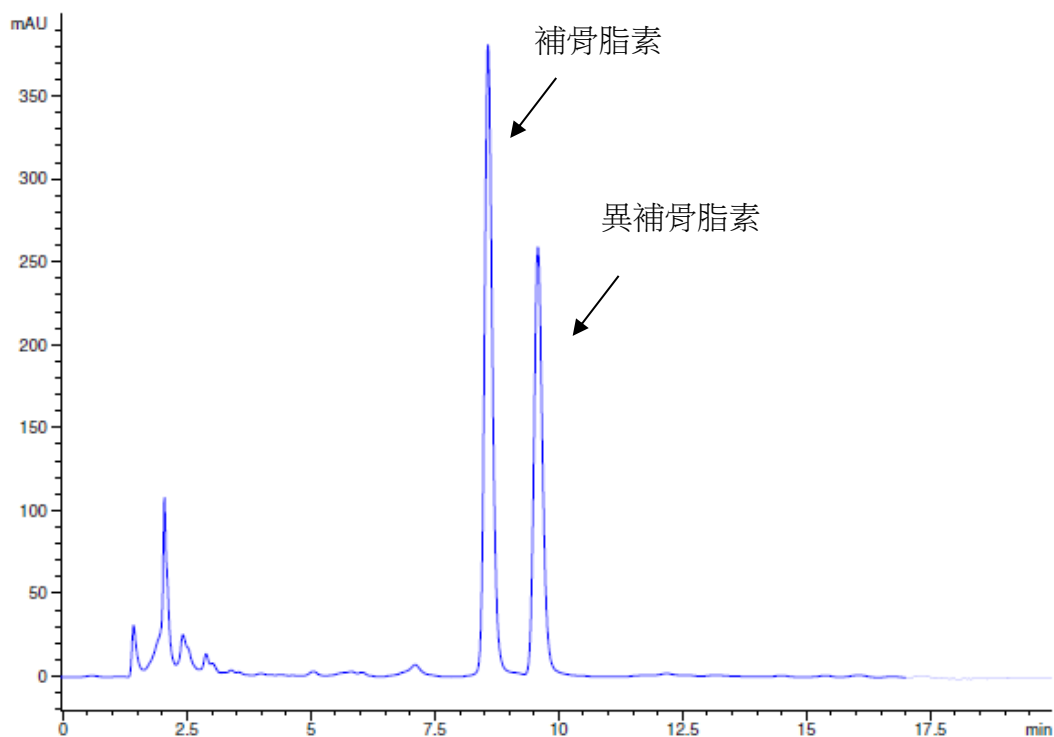
於滯留時間 9.4 分鐘處顯示異補骨脂素標準品的波峰(圖二)。



圖二、異補骨脂素標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售補骨脂檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 8.5 與 9.5 分鐘分別顯示補骨脂素及異補骨脂素的波峰(圖三)，補骨脂素之分離率(R)為 3.30，托尾因子(T)為 1.19，異補骨脂素分離率(R)為 3.30，托尾因子(T)為 1.19，均在系統適用性要求內。



圖三、市售補骨脂檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

以 50%甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得補骨脂素與異補骨脂素的波峰面積最大，顯示 50%甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	補骨脂素波峰面積	異補骨脂素波峰面積	最佳萃取
甲醇	7412.4	6007.8	
80%甲醇	8328.9	6534.1	
70%甲醇	9633.7	8027.4	
50%甲醇	11395.2	9513.9	√

(四) 最佳萃取次數評估

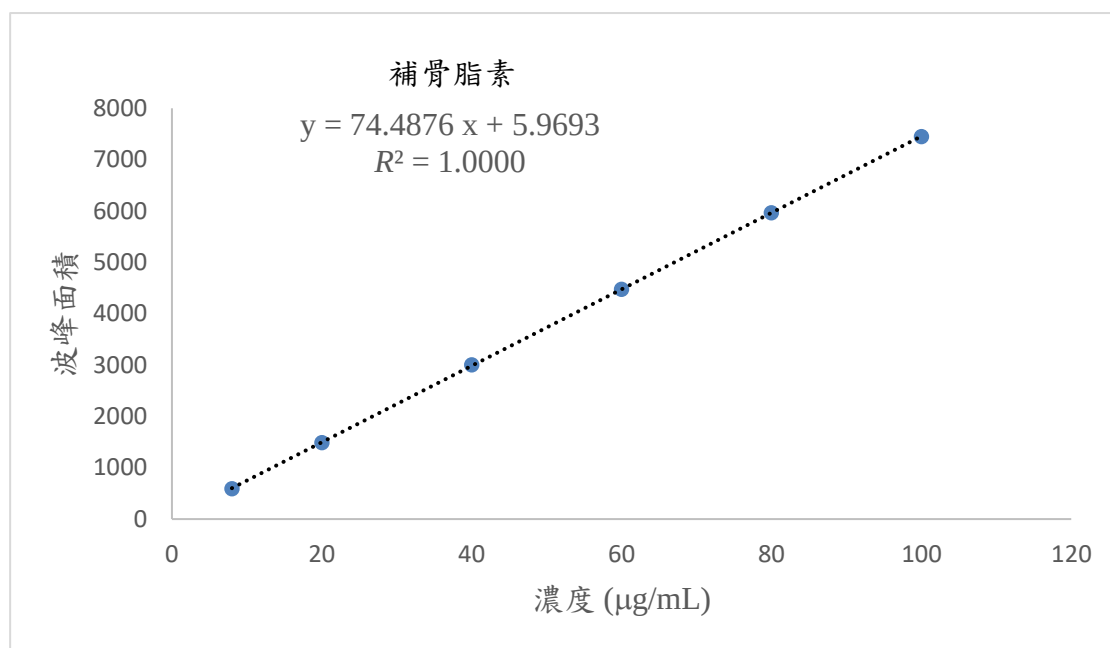
結果顯示萃取 3 次基本上已將補骨脂素與異補骨脂素萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、補骨脂檢品萃取次數評估

50%甲醇萃取次數	補骨脂素波峰面積	異補骨脂素波峰面積
第 1 次	15923.4	14275.3
第 2 次	5470.1	4433.4
第 3 次	1538.7	1322.0
第 4 次	245.9	219.2

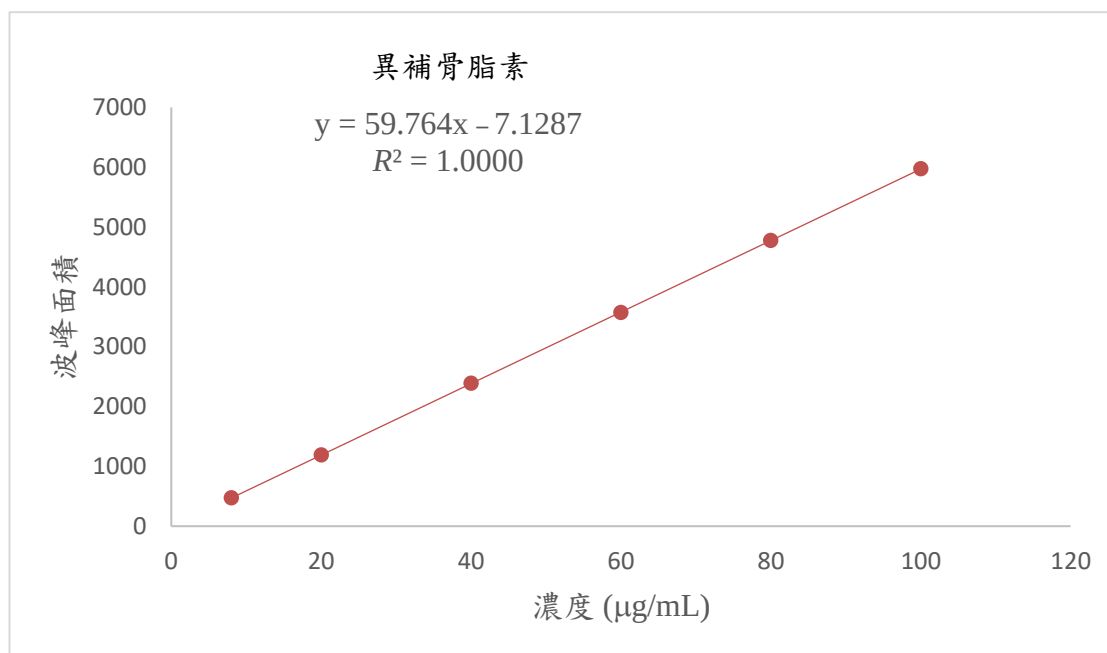
(五) 標準品補骨脂素與異補骨脂素檢量線

1. 經不同濃度補骨脂素(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 $y = 74.4876x + 5.9693$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 8.0–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、標準品補骨脂素之檢量線圖

2. 經不同濃度異補骨脂素(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 $y = 59.764x - 7.1287$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 8.0–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、標準品異補骨脂素之檢量線圖

表三、補骨脂素與異補骨脂素之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
補骨脂素	8.0–100	$y = 74.4876x + 5.9693$	1.0000
異補骨脂素	8.0–100	$y = 59.764x - 7.1287$	1.0000

(六) 精密度試驗

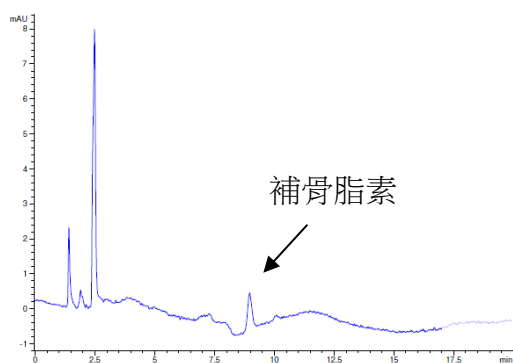
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，補骨脂素與異補骨脂素精密度之相對標準差分別為 0.05%與 0.17%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

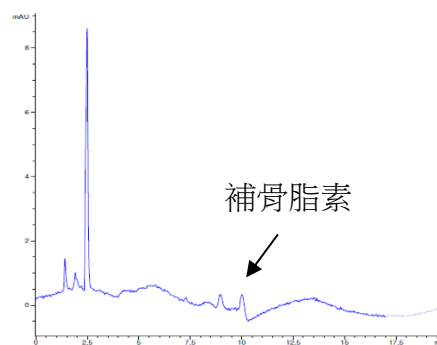
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，補骨脂素與異補骨脂素重複性之相對標準差分別為 2.74%與 2.99%，均在系統適用性要求內。補骨脂素與異補骨脂素在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差分別為 2.62% 與 2.24%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

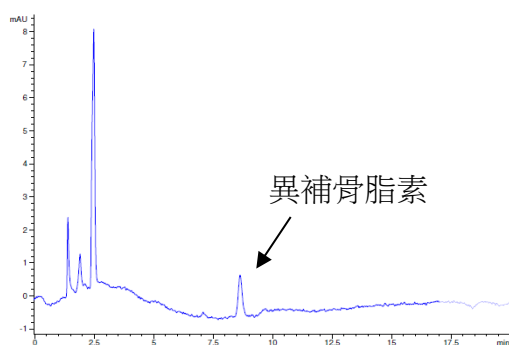
補骨脂素與異補骨脂素偵測極限皆為 0.08 $\mu\text{g/mL}$ (圖六) (圖七)，定量極限皆為 0.10 $\mu\text{g/mL}$ (圖八) (圖九)。



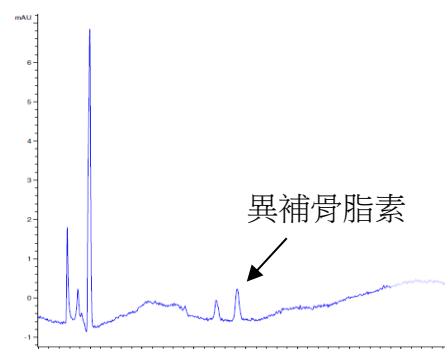
圖六、補骨脂素之偵測極限層析圖



圖七、異補骨脂素之偵測極限層析圖



圖八、補骨脂素之定量極限層析圖



圖九、異補骨脂素之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	補骨脂素		異補骨脂素	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 $\mu\text{g/mL}$	0.05	20 $\mu\text{g/mL}$	0.17
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.8)	2.74	檢品溶液(No.8)	2.99
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.8)	2.62	檢品溶液(No.8)	2.24
偵測極限 (n=1)	0.08 $\mu\text{g/mL}$	-	0.08 $\mu\text{g/mL}$	-
定量極限 (n=1)	0.10 $\mu\text{g/mL}$	-	0.10 $\mu\text{g/mL}$	-

(九) 添加回收率試驗

1. 補骨脂素平均添加回收率為 91.5%，相對標準偏差為 2.02% (表五)。

表五、補骨脂素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 8)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.263	2.13	2.08	4.01	90.4	91.49	2.02
2	0.250	2.03	2.01	3.84	90.1		
3	0.262	2.12	2.23	4.18	92.4		
4	0.258	2.09	2.04	4.01	94.3		
5	0.265	2.15	2.21	4.14	90.2		

2. 異補骨脂素平均添加回收率為 93.5%，相對標準偏差為 4.08% (表六)。

表六、異補骨脂素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 8)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.245	2.09	1.40	3.37	91.1	93.49	4.08
2	0.250	2.14	1.41	3.41	90.5		
3	0.255	2.18	1.40	3.45	91.2		
4	0.256	2.19	1.68	3.78	95.1		
5	0.258	2.20	1.70	3.90	99.5		

(十) 臺灣市售補骨脂含量測定

10 批補骨脂藥材之含量測定結果(乾燥品)如表七所示，補骨脂素的含量為 0.44%–1.31%，異補骨脂素的含量為 0.45%–1.21%，補骨脂素與異補骨脂素總含量為 0.89%–2.52%。建議補骨脂藥材指標成分補骨脂素與異補骨脂素含量總和不得少於 0.70%。建議理論板數按補骨脂素與異補骨脂素波峰計算應不低於 5000 (實際值為 15070 (補骨脂素)、15700 (異補骨脂素))。

表七、臺灣市售補骨脂檢品之補骨脂素與異補骨脂素含量

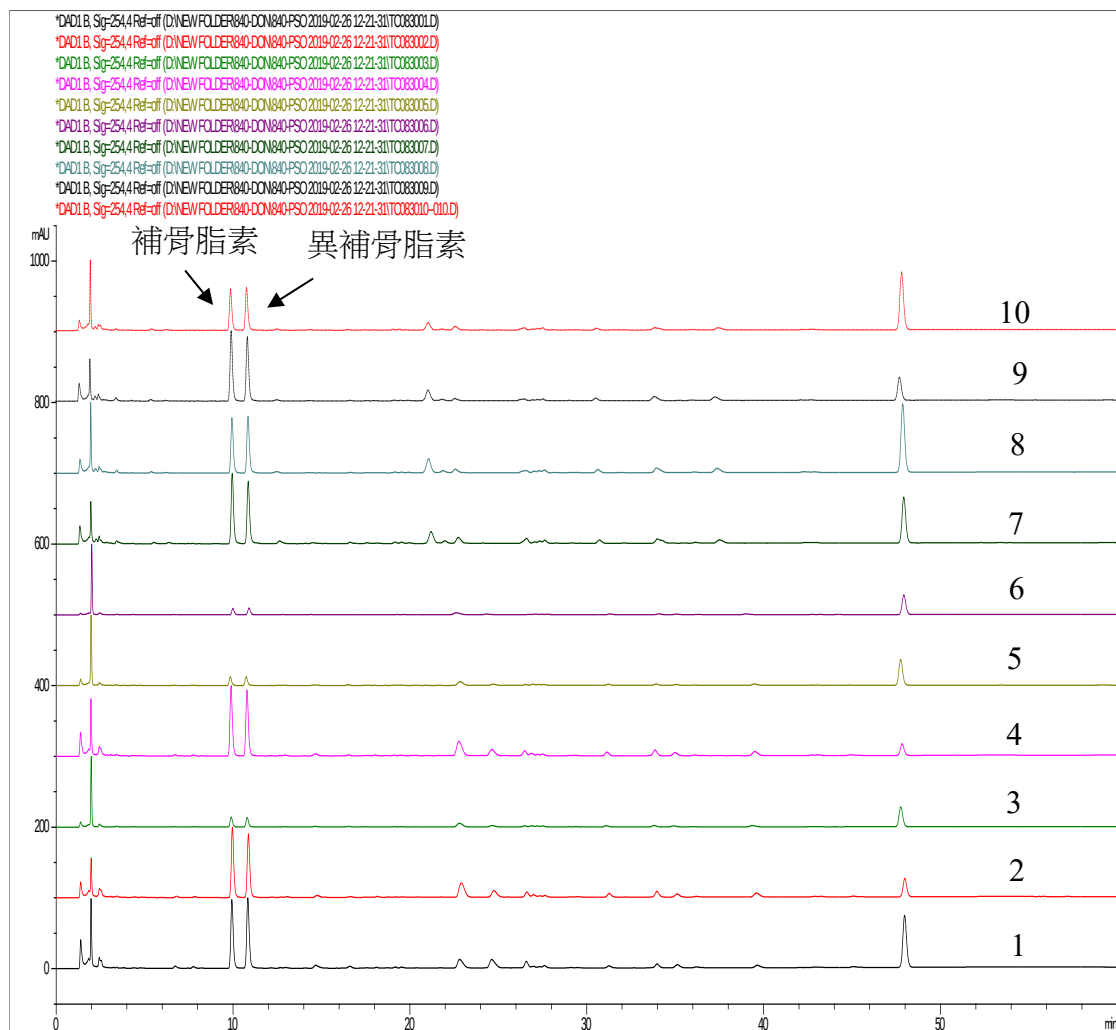
藥材編號(No.)	補骨脂素含量(%)	異補骨脂素含量(%)	總量(%)
1 (SA)	1.24	1.15	2.40
2 (SU-1)	0.49	0.47	0.96
3 (NJ)	0.44	0.45	0.89
4 (SC)	0.46	0.50	0.95
5 (CA)	1.16	1.10	2.26
6 (NC)	1.19	1.07	2.26
7 (SG)	0.96	1.00	1.95
8 (NF)	0.87	0.92	1.79
9 (ND)	1.00	1.04	2.04
10 (SU-2)	1.31	1.21	2.25
平均值±S.D.	0.91±0.34	0.89±0.30	1.78±0.61

(十一) 補骨脂藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售補骨脂檢品溶液各 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 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 254 nm
4. 管柱溫度：室溫
3. 流速：1.0 mL/min
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

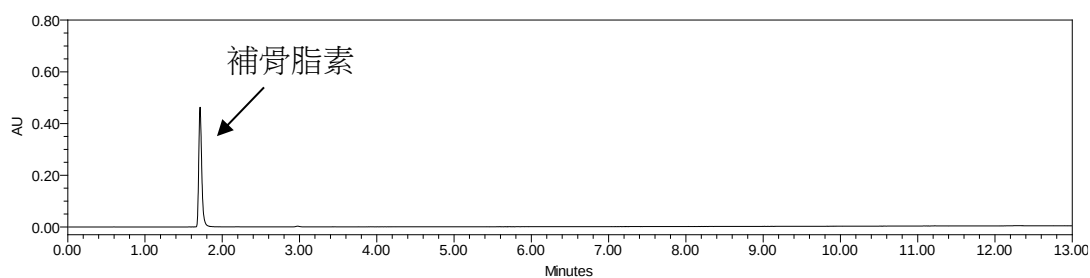
時間(min)	甲醇(%)	水(%)
0	50	50
20	70	30
45	85	15
50	90	10
60	90	10



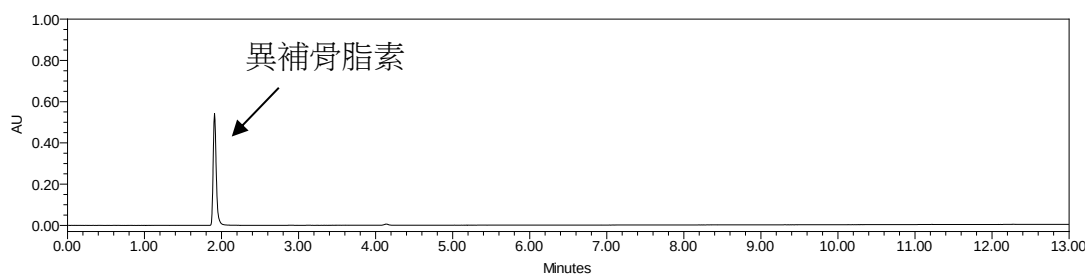
圖十、10 批補骨脂藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品補骨脂素與異補骨脂素之 UPLC 層析

於滯留時間 1.7 與 1.9 分鐘處分別顯示補骨脂素標準品的波峰(圖十一)與異補骨脂素標準品的波峰(圖十二)。



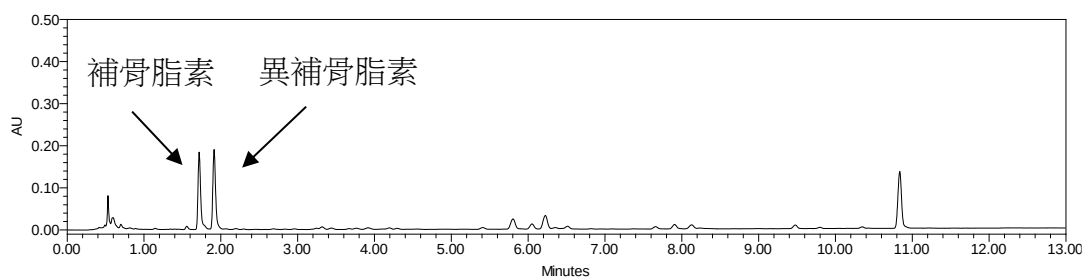
圖十一、補骨脂素標準品溶液之 UPLC 層析圖



圖十二、異補骨脂素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售補骨脂檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 1.7 與 1.9 分鐘處分別顯示補骨脂檢品中補骨脂素與異補骨脂素的波峰(圖十三)。

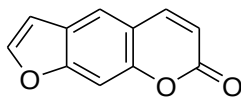


圖十三、市售補骨脂檢品之 UPLC 層析圖

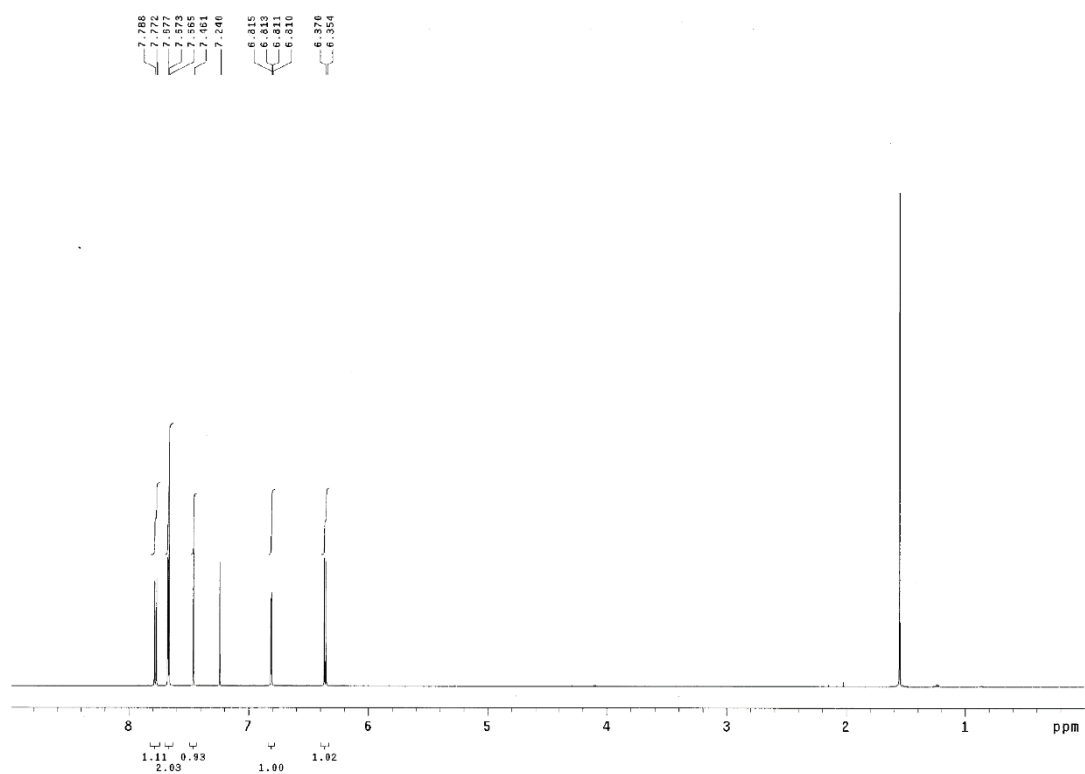
(十四) 補骨脂素的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{11}H_6O_3$ ；分子量：186.16；熔點：161 °C；白色固體。

(十五) 補骨脂素的結構

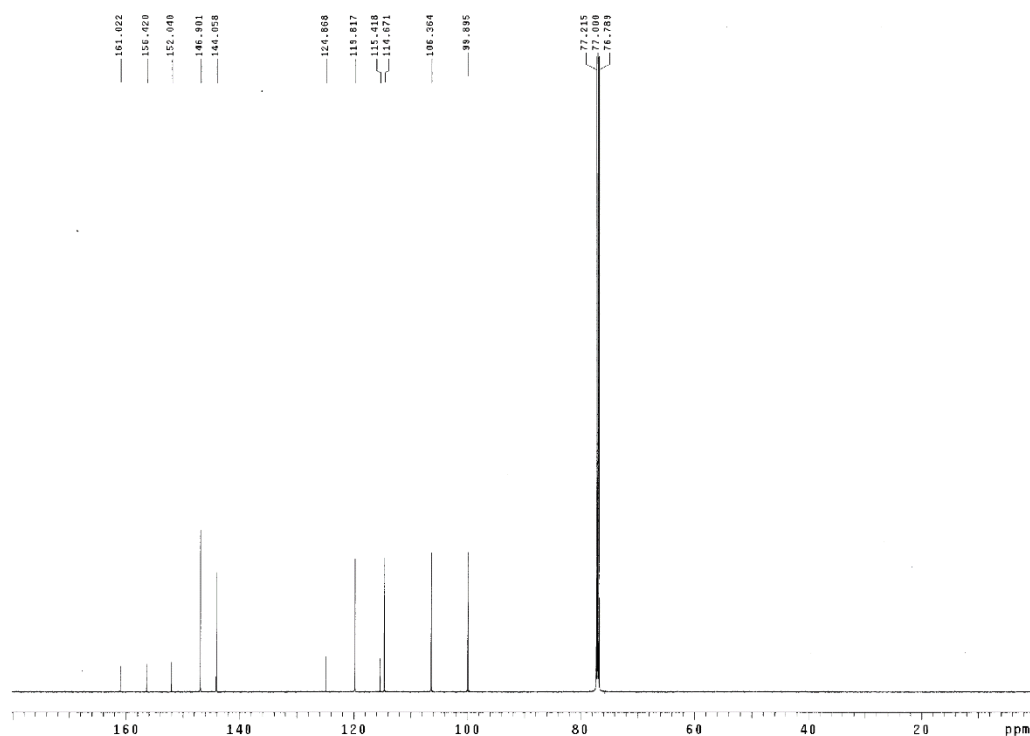


(十六) 補骨脂素的 1H NMR 圖譜



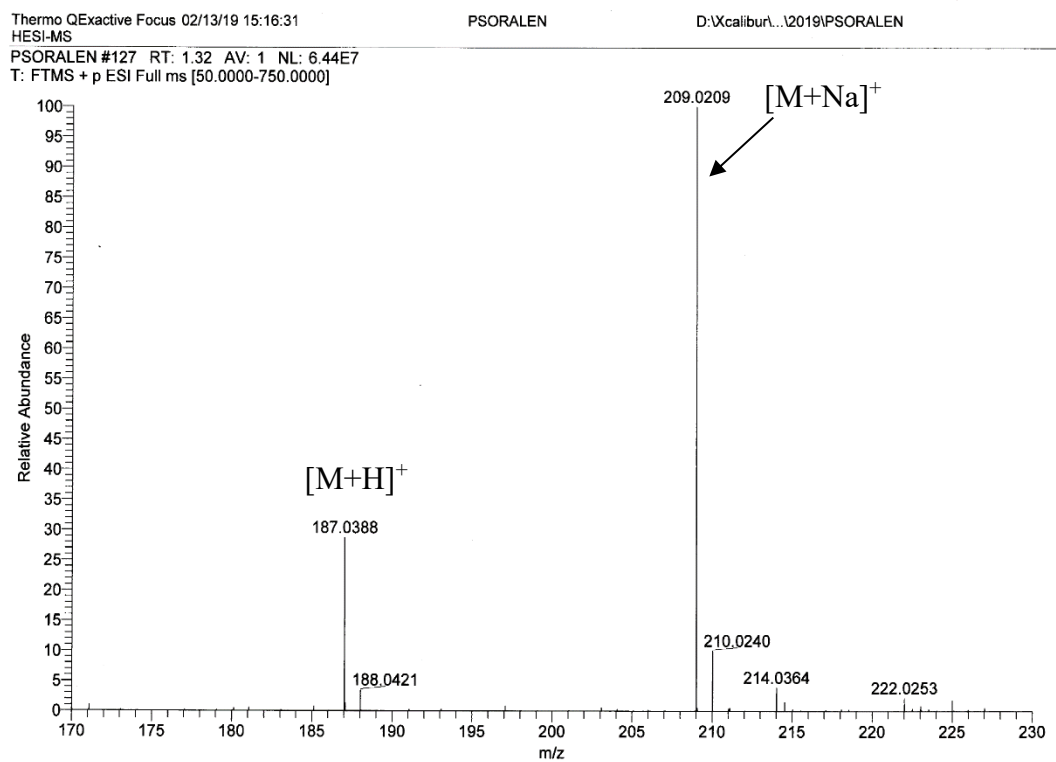
圖十四、補骨脂素的 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

(十七) 補骨脂素的 ^{13}C NMR 圖譜



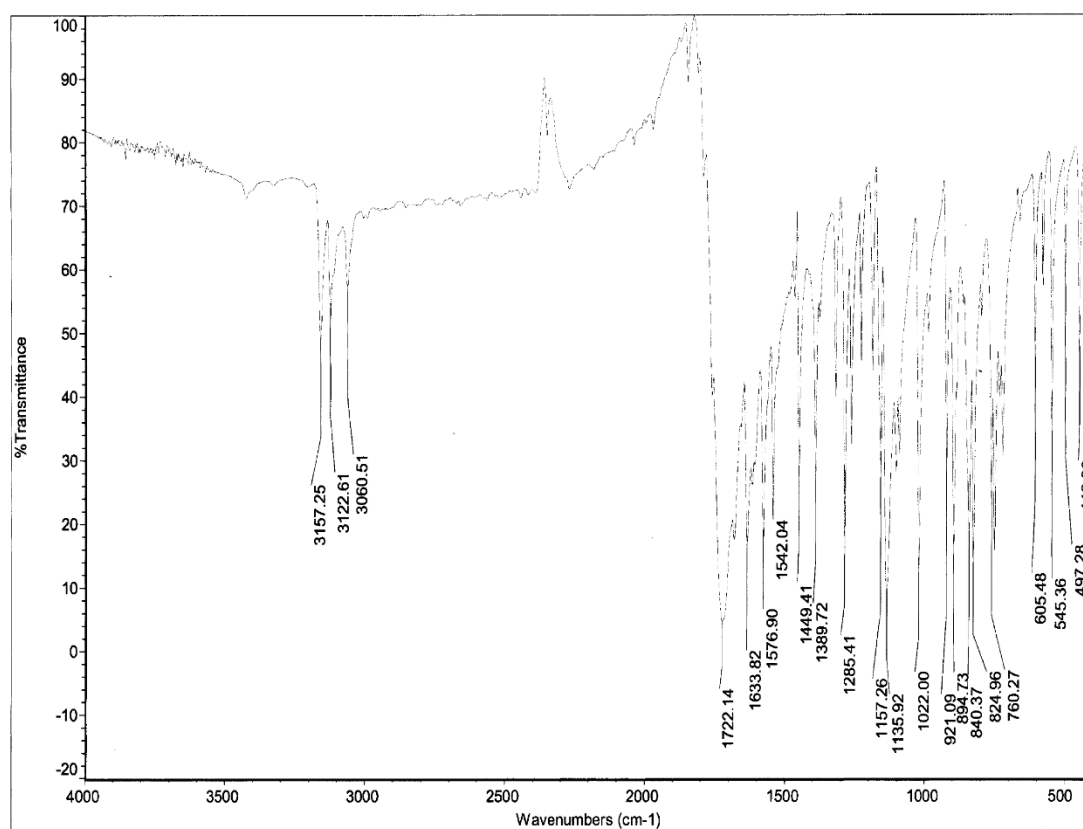
圖十五、補骨脂素的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(十八) 補骨脂素的 ESI-MS 圖譜



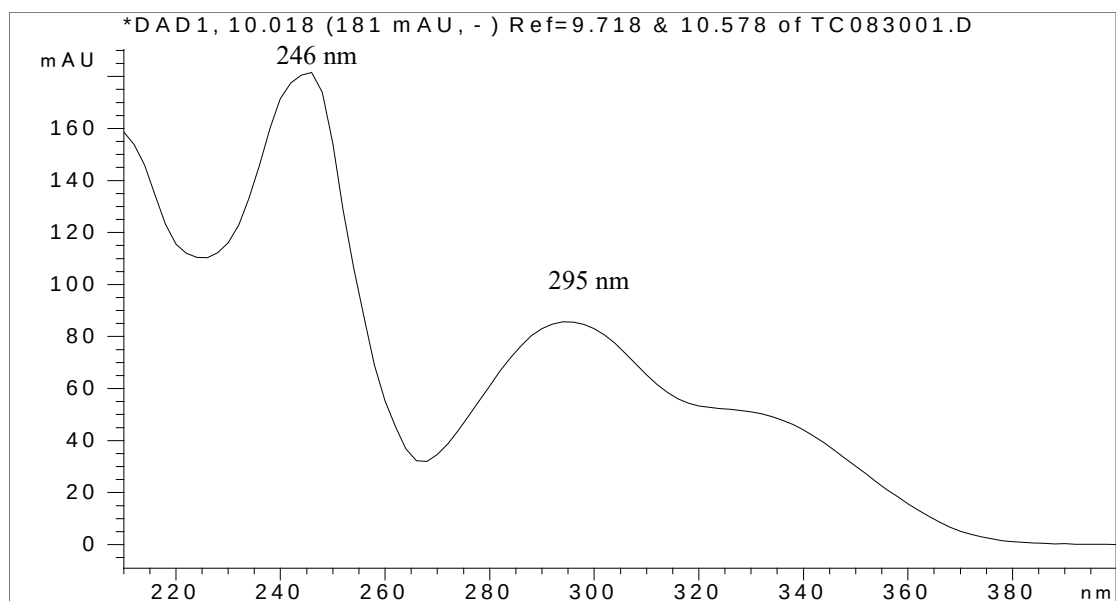
圖十六、補骨脂素的 ESI-MS 圖譜

(十九) 補骨脂素的 FTIR 圖譜



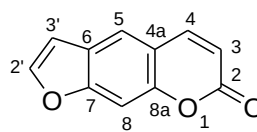
圖十七、補骨脂素的 FTIR 圖譜

(二十) 補骨脂素的 UV 圖譜



圖十八、補骨脂素的 UV 圖譜

(二十一) 補骨脂素的氫、碳化學位移



補骨脂素

表九、補骨脂素的氫、碳化學位移(CDCI₃)^a

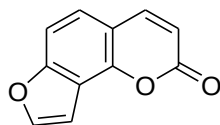
position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	161.0
3	6.36 (d, 9.6)	114.7
4	7.78 (d, 9.6)	144.1
4a	-	115.4
5	7.67 (s)	119.8
6	-	124.9
7	-	156.4
8	7.46 (s)	99.9
8a	-	152.0
2'	7.68 (d, 2.4)	146.9
3'	6.81 (dd, 2.4, 1.2)	106.4

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

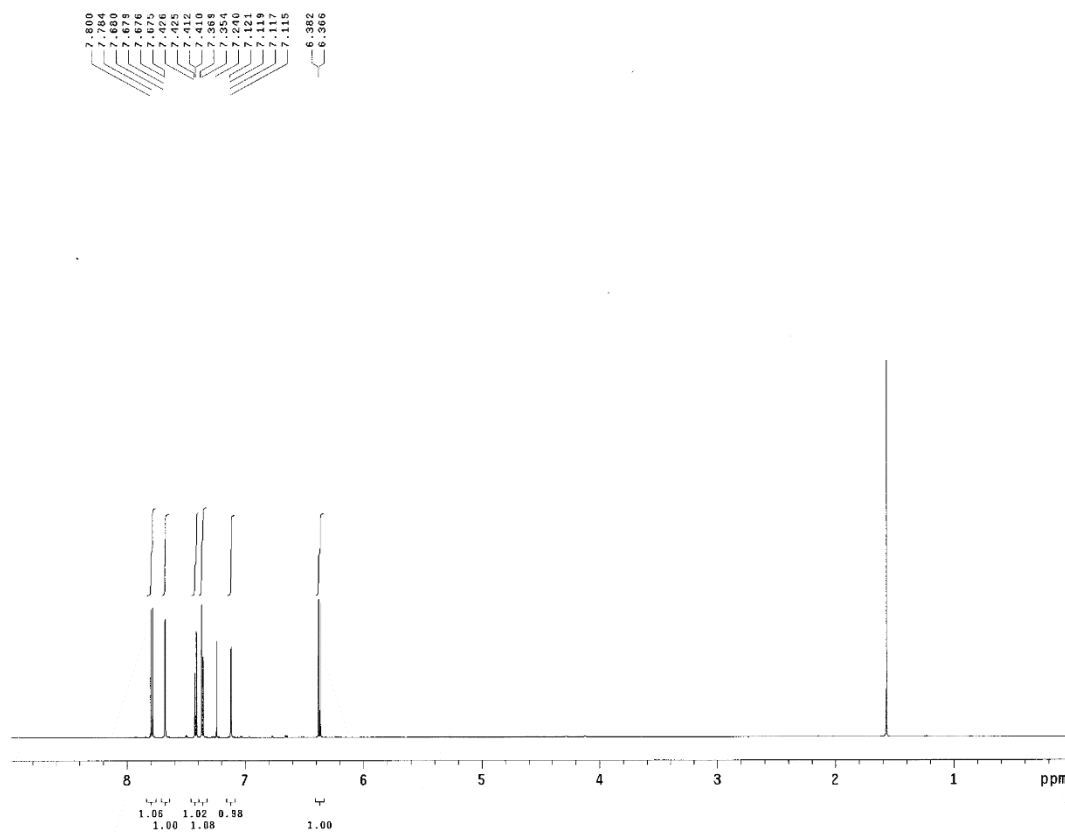
(二十二) 異補骨脂素的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{11}H_6O_3$ ；分子量：186.16；熔點：132 °C；白色固體。

(二十三) 異補骨脂素的結構

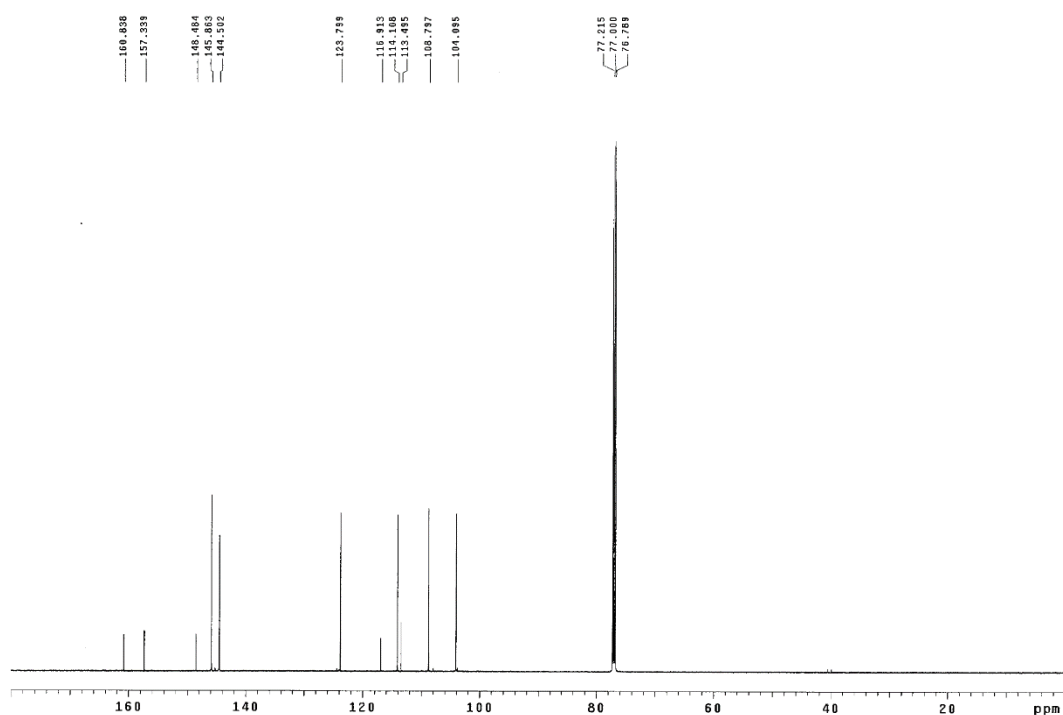


(二十四) 異補骨脂素的 1H NMR 圖譜



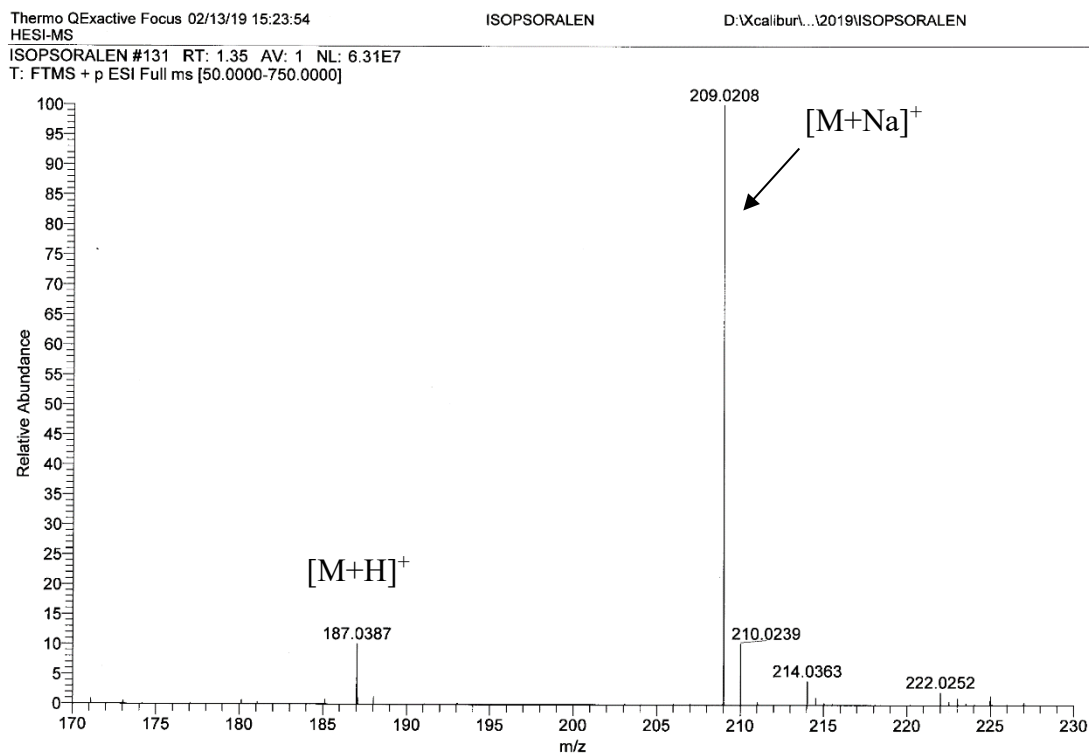
圖十九、異補骨脂素的 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

(二十五) 異補骨脂素的 ^{13}C NMR 圖譜



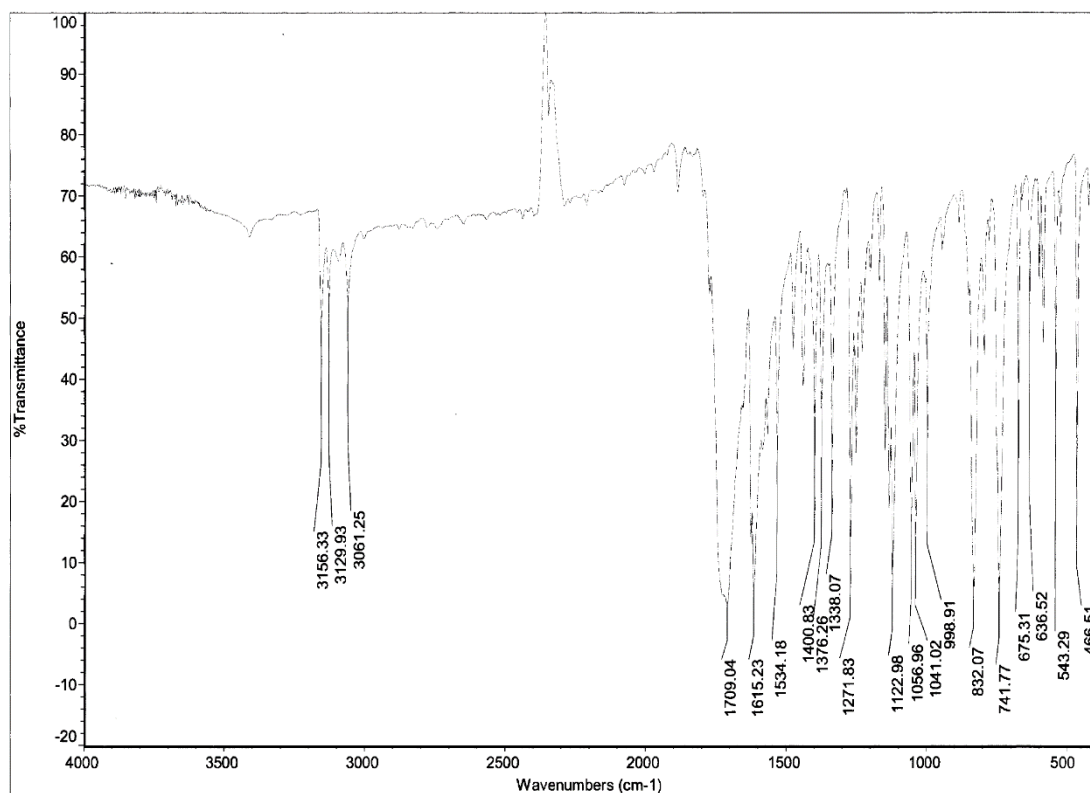
圖二十、異補骨脂素的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(二十六) 異補骨脂素的 ESI-MS 圖譜



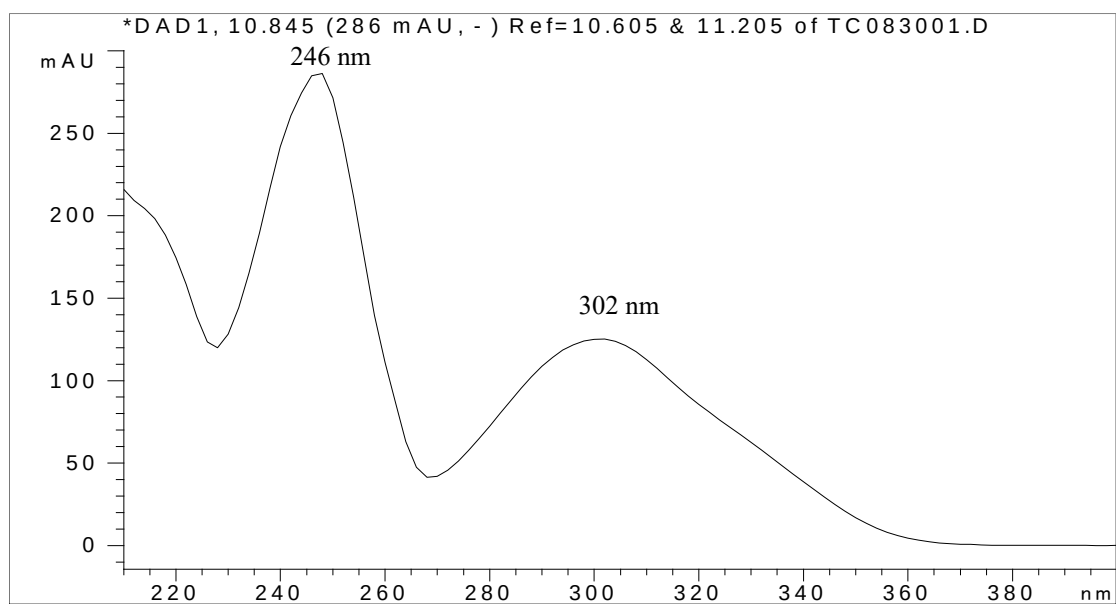
圖二十一、異補骨脂素的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 異補骨脂素的 FTIR 圖譜



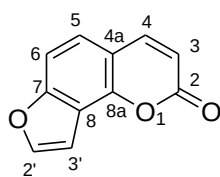
圖二十二、異補骨脂素的 FTIR 圖譜

(二十八) 異補骨脂素的 UV 圖譜



圖二十三、異補骨脂素的 UV 圖譜

(二十九) 異補骨脂素的氫、碳化學位移



異補骨脂素

表八、異補骨脂素的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_{H} (600 MHz)	δ_{C} (150 MHz)
2	-	160.8
3	6.37 (d, 9.6)	114.1
4	7.79 (d, 9.6)	144.5
4a	-	113.5
5	7.36 (d, 9.0)	123.8
6	7.42 (dd, 9.0, 1.2)	108.8
7	-	157.3
8	-	116.9
8a	-	148.5
2'	7.68 (dd, 2.4, 0.6)	145.9
3'	7.12 (dd, 2.4, 1.2)	104.1

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

補骨脂

生藥名：PSORALEAE FRUCTUS

英文名：Malaytea Scurfpea Fruit

基 原：本品為豆科 Leguminosae 植物補骨脂 *Psoralea corylifolia* 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】(中華人民共和國藥典 2015)

——取本品粉末 0.5 g，加乙酸乙酯 20 mL，超音波處理 15 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加乙酸乙酯 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

【萃取方法 3】(香港中藥材標準第三冊)

——取本品粉末 1.0 g，加水 30 mL，超音波處理 30 分鐘，過濾，濾液濃縮至約 10 mL，加 10 mL 乙酸乙酯萃取 2 次，取濾液濃縮至乾，殘渣加乙酸乙酯 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 溶 液 取補骨脂素(Psoralen)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。

取異補骨脂素(Isopsoralen)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】(修飾臺灣中藥典第三版 2018；修飾香港中藥材標準第三冊) ✓

——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (6：2：0.1)

【展開劑 2】(中華人民共和國藥典 2015)

——正己烷：乙酸乙酯 (4：1)

【展開劑 3】(修飾臺灣中藥典第三版 2018；修飾香港中藥材標準第三冊)

——正己烷：乙酸乙酯 (3：1)

(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 254 nm 及主波長 365 nm 之紫外燈照射下檢視。

二、萃法選擇及濃度測試

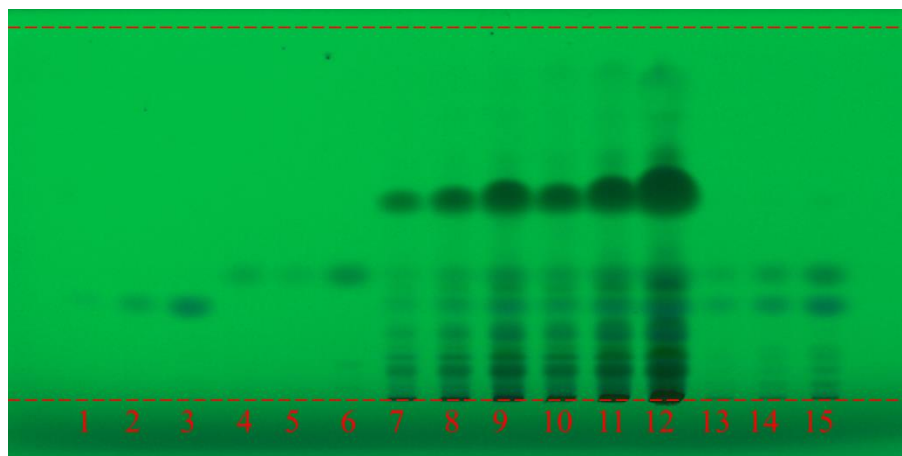
實驗日期：108/04/22

相對溼度(RH)：64%

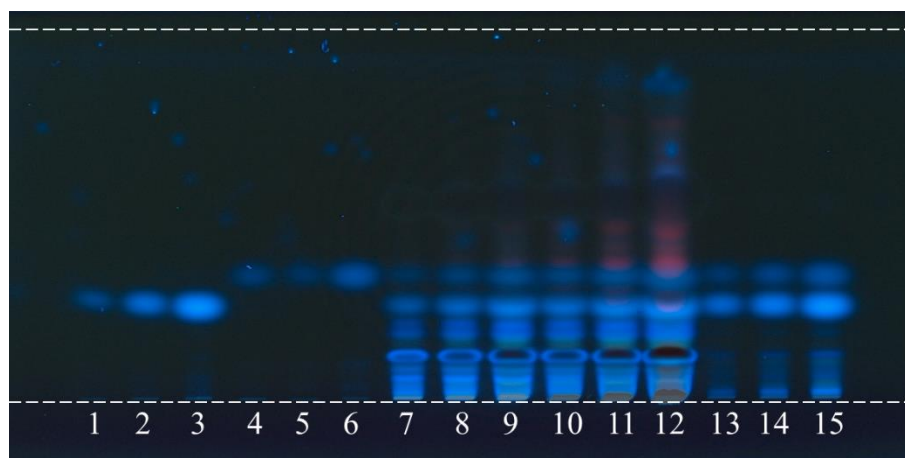
溫度(RT)：26 °C

【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (6：2：0.1)

—— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



—— HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



編號	名稱	含量
1，2，3	補骨脂素 (1.0 mg/mL)	1，2，5 μL
4，5，6	異補骨脂素(1.0 mg/mL)	1，2，5 μL
7，8，9	檢品溶液 3【萃取方法 1】	1，2，5 μL
10，11，12	檢品溶液 3【萃取方法 2】	1，2，5 μL
13，14，15	檢品溶液 3【萃取方法 3】	1，2，5 μL

建議萃法：3 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出標準品補骨脂素、異補骨脂素，由於製備方法較簡易快速，故採用臺灣中藥典萃法，選擇【萃取方法 1】。建議點注量：補骨脂素標準品溶液 1 μ L，異補骨脂素標準品溶液 1 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】2 μ L。

三、溶媒系統選擇

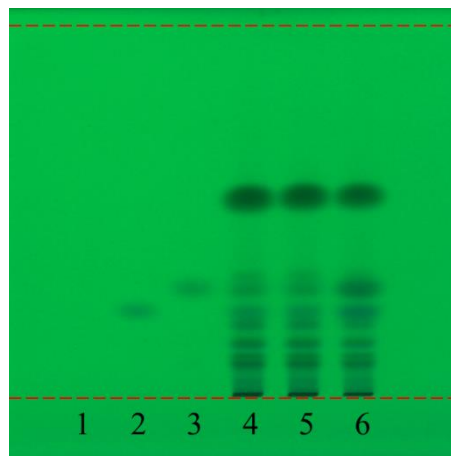
實驗日期：108/04/22

相對溼度(RH)：64%

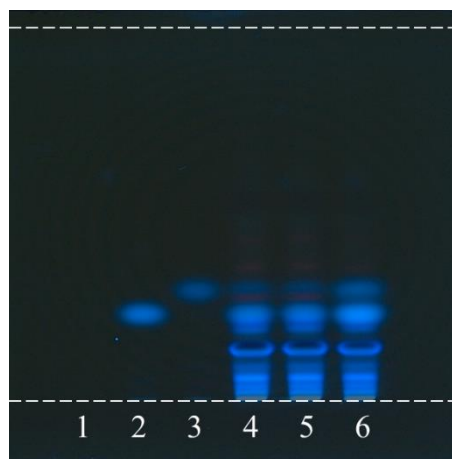
溫度(RT)：26 °C

【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (6：2：0.1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018) —— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(補骨脂素 R_f 值為 0.32，異補骨脂素 R_f 值為 0.24)

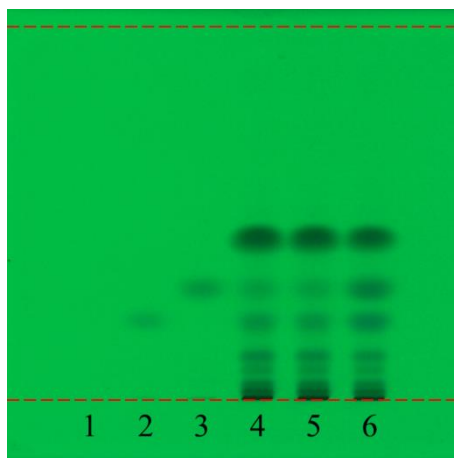


【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018) —— HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(補骨脂素 R_f 值為 0.3，異補骨脂素 R_f 值為 0.24)

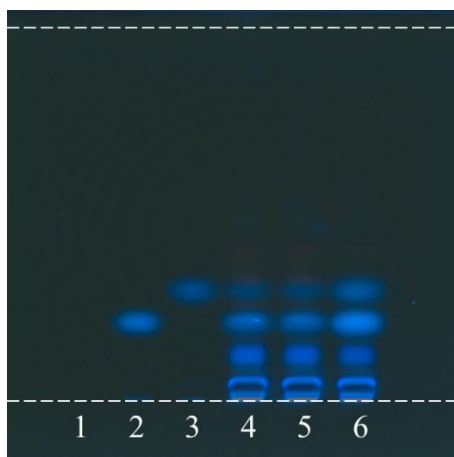


【展開劑 2】(中華人民共和國藥典 2015)——正己烷：乙酸乙酯 (4：1)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(補骨脂素 R_f 值為 0.3，異補骨脂素 R_f 值為 0.21)

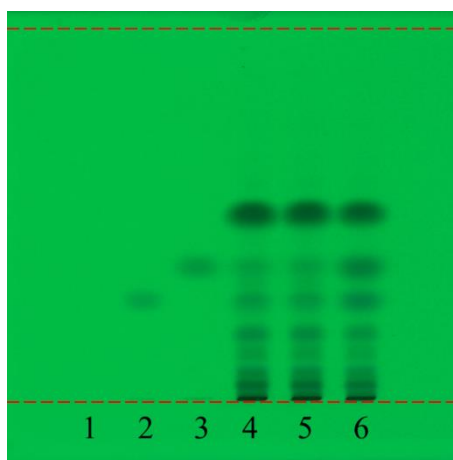


【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(補骨脂素 R_f 值為 0.3，異補骨脂素 R_f 值為 0.21)

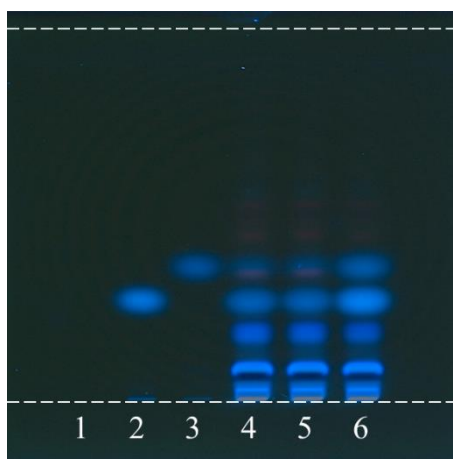


【展開劑 3】(修飾臺灣中藥典第三版 2018-2)——正己烷：乙酸乙酯 (3：1)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(補骨脂素 R_f 值為 0.36，異補骨脂素 R_f 值為 0.27)



【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(補骨脂素 R_f 值為 0.36，異補骨脂素 R_f 值為 0.27)



1：Blank

2：補骨脂素

3：異補骨脂素

4，5：檢品溶液 3

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補骨脂素及異補骨脂素，由於顯示較多之條帶，故採用修飾臺灣中藥典第三版 2018 之【展開劑 1】。

四、觀察方式選擇

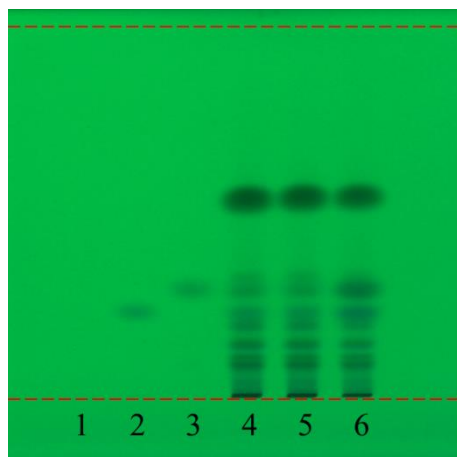
實驗日期：108/04/22

相對溼度(RH)：64%

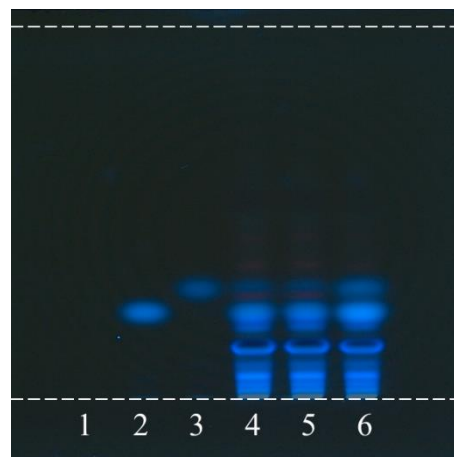
溫度(RT)：27 °C

【展開劑 1】(修飾臺灣中藥典第三版 2018) ——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (6：2：0.1)

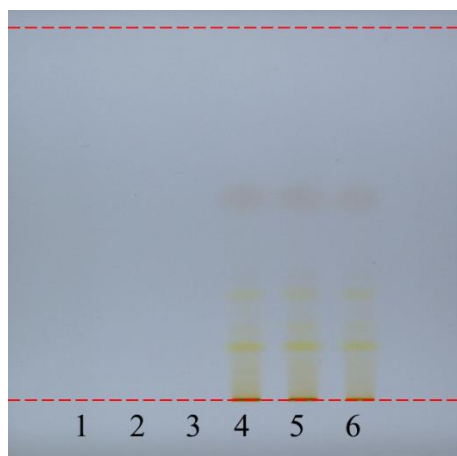
【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



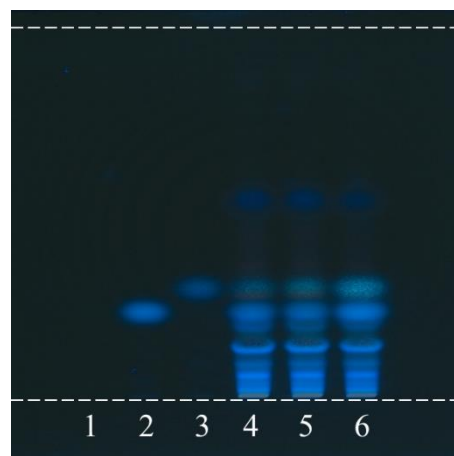
【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



【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：補骨脂素

3：異補骨脂素

4，5：檢品溶液 3

6：Spike

建議觀察方式：以 10%氫氧化鉀/乙醇溶液噴霧後，於紫外光(365 nm)下顯色與直接紫外光(365 nm)下顯色之條帶相比較，並無太大差異，故以紫外光(254 nm)

及紫外光(365 nm)檢視即可。

五、十批補骨脂樣品檢測

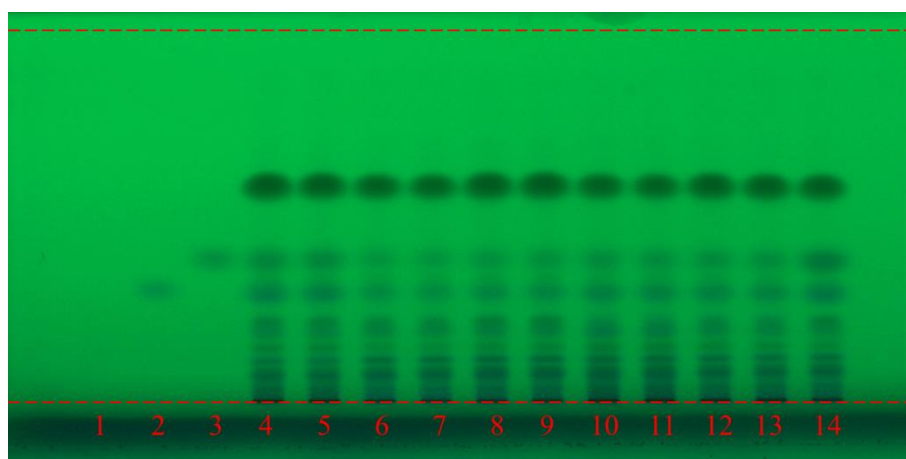
實驗日期：108/04/23

相對溼度(RH)：63%

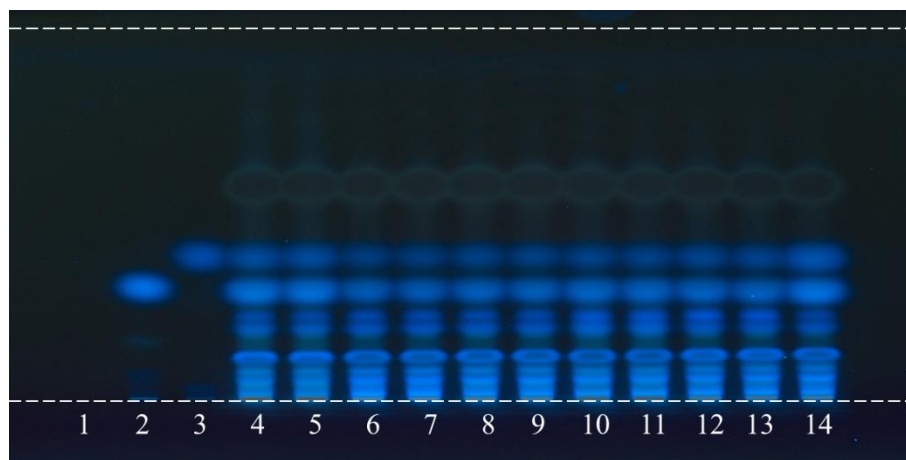
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (6：2：0.1)

【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 紫外光(365 nm)檢出

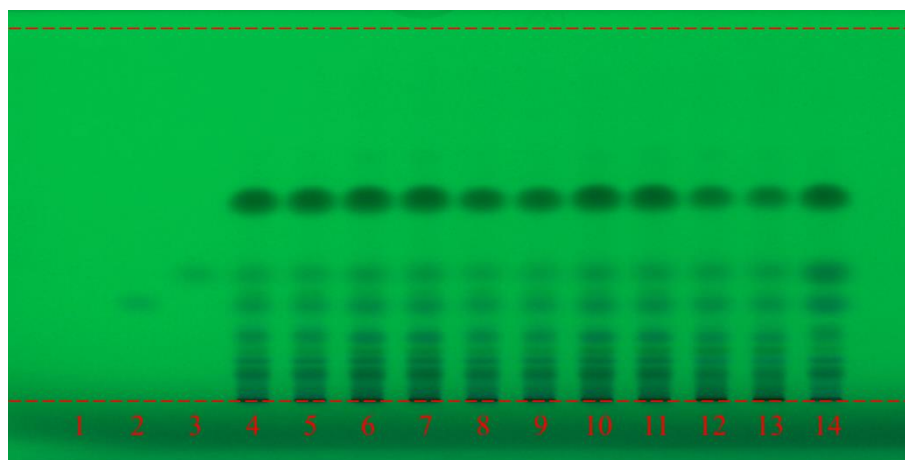


1	Blank
2	補骨脂素(1.0 mg/mL)
3	異補骨脂素(1.0 mg/mL)
4, 5	檢品溶液 1 (SG)
6, 7	檢品溶液 2 (SU-2)
8, 9	檢品溶液 3 (ND)
10, 11	檢品溶液 4 (NC)
12, 13	檢品溶液 5 (SC)
14	Spike (檢品溶液 3)

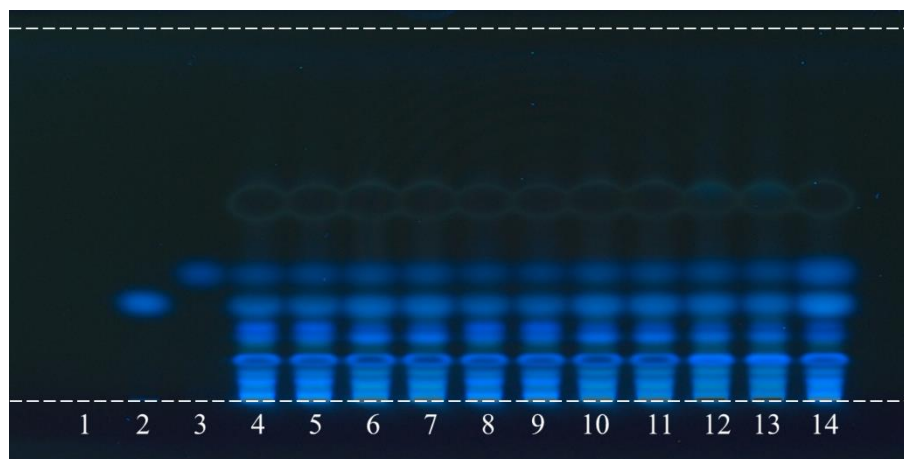
【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：甲酸

(6 : 2 : 0.1)

【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 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	補骨脂素(1.0 mg/mL)
3	異補骨脂素(1.0 mg/mL)
4，5	檢品溶液 6 (NJ)
6，7	檢品溶液 7 (CA)
8，9	檢品溶液 8 (SU-1)
10，11	檢品溶液 9 (SA)
12，13	檢品溶液 10 (NF)
14	Spike (檢品溶液 3)

結論與建議：以臺灣中藥典第三版之【萃取方法 1】方式，並以修飾臺灣中藥典第三版 2018 之【展開劑 1】分離與檢出補骨脂素及異補骨脂素較佳，於主波長 254 nm 及 365 nm 之紫外燈照射下檢視即可。