

川棟子

(TOOSENDAN FRUCTUS)

川棟子 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.....	2
四、藥材粉末顯微鑑別(圖 4).....	3

川棟子 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

川棟子 TLC

一、方法.....	24
二、萃法選擇及濃度測試.....	25
三、溶媒系統選擇.....	26
四、觀察方式選擇.....	28
五、十批樣品檢測.....	29

川棟子

(TOOSENDAN 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川棟子的乾燥成熟果實。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：川棟子

生藥名：TOOSENDAN FRUCTUS

英文名：Szechwan Chinaberry Fruit

基原：楝科 Meliaceae 植物川棟 *Melia toosendan* Sieb. et Zucc. 的乾燥成熟果實。

採收加工：冬季果實成熟時採收，除去雜質，乾燥。

藥材性狀：本藥材為川棟的乾燥成熟果實。果實呈球形至橢圓形，長徑 1.8~3 cm。表面金黃色至棕黃色，皺縮或微有凹陷，略具光澤，具多數黃棕色或黑棕色小點。頂部有棕色點狀花柱殘痕，基部凹陷有果梗痕。外果皮革質，與果肉間常有空隙。果肉質鬆軟而厚，淺黃色，遇水濕潤顯黏性。果核球形或卵圓形，質堅硬，兩端平截，表面有 5~8 條縱稜，內分 6~8 室，每室含黑紫色長圓形種子 1 粒。種子表面具細小突起，種仁乳白色，富油性。氣特異，味酸而苦。

生長分佈：落葉喬木，花期 3~4 月，果期 10~11 月。喜溫暖濕潤氣候，耐寒，適應性強。生於土壤濕潤，肥沃的雜木林和疏林內。分布於甘肅、河南、湖北、湖南、廣西、四川、貴州、雲南等地。藥材主產四川、甘肅、雲南、貴州、湖北等地。

三、藥材組織顯微鑑別

果皮橫切面(圖 2)

1. 外果皮由 1 列細胞組成，外被角質層。
2. 中果皮寬廣，主要為薄壁細胞，內含澱粉粒，有的含草酸鈣簇晶，直徑約 16 μm 。
3. 分泌細胞圓形或橢圓形，其中有石細胞散在，靠近中果皮的纖維多縱向排列，內側的纖維多橫向排列。
4. 內果皮由纖維及石細胞組成，偶見草酸鈣方晶。

種子橫切面(圖 3)

1. 種皮外表皮由 1 列類方形細胞組成，有明顯徑向紋理，外壁表面有細密的小突起。
2. 下表皮由 1~2 列紅棕色物質的薄壁細胞組成。
3. 薄壁細胞層由 1 列類方形或略呈橢圓形的細胞組成，具縱向紋理。
4. 色素層由數層薄壁細胞組成，含棕色物。
5. 內種皮由類方形或圓形含晶細胞組成。
6. 胚乳細胞及子葉細胞充滿澱粉粒。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 4)

1. 本品粉末黃棕色。
2. 纖維成束或單個散在，長短不一，末端鈍圓，壁極厚，常上下層交錯排列或排列不整齊，孔溝不明顯，胞腔偶見黃棕色物。偏光顯微鏡下呈橙黃色或多彩狀。
3. 晶纖維長方形或不規則狀，含晶細胞壁厚薄不一，木化，胞腔內充滿淡黃色、黃棕色或紅棕色物，並含細小草酸鈣方晶。偏光顯微鏡下呈橙黃色或多彩狀。
4. 外果皮細胞表面觀呈類圓形或類多角形。
5. 種皮表皮細胞橙黃色，表面觀多角形，壁極厚，具顆粒狀紋理。
6. 種皮色素細胞胞腔內充滿紅棕色物，邊界不明顯。
7. 石細胞呈類圓形、長多角形或形狀不規則，有瘤狀突起或鈍圓短分枝，彎曲成 S 形，直徑 20~54 μm ，長 50~150 μm ，壁極厚，胞腔充滿黃棕色物。偏光顯微鏡下呈黃白色或橙黃色。
8. 草酸鈣方晶細小，多面體狀或立方體狀。偏光顯微鏡下呈亮黃白色或多彩狀。



圖 1 川棟子藥材圖

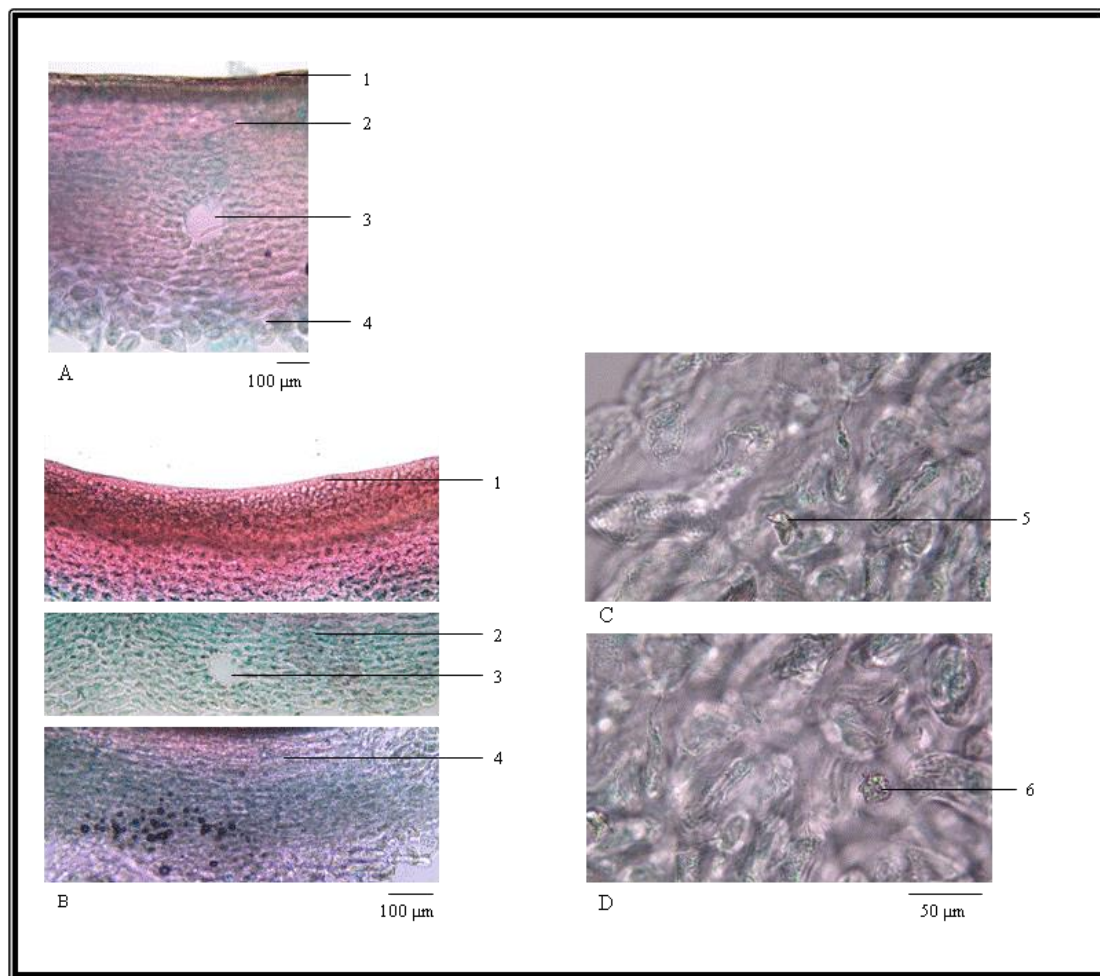


圖 2 川棟子果皮橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.局部組織放大圖 C.草酸鈣方晶 D.草酸鈣簇晶

1.外果皮 2.中果皮 3.分泌細胞 4.內果皮 5.草酸鈣方晶 6.草酸鈣簇晶

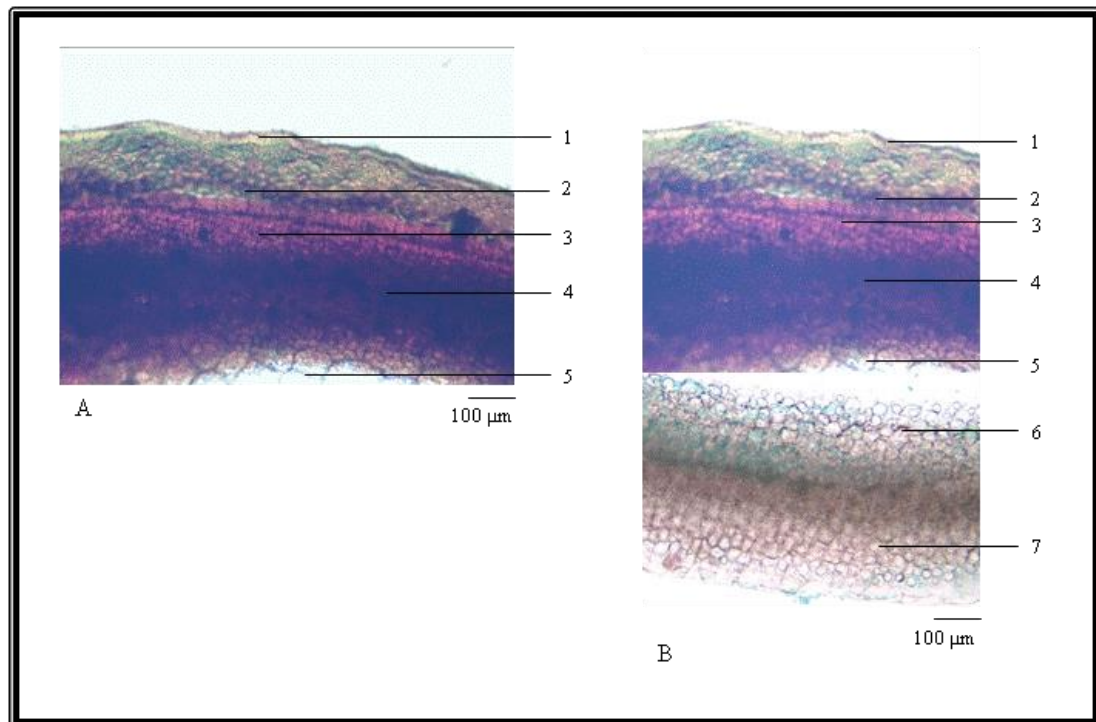


圖 3 川棟子種子橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.局部組織放大圖

1.種皮外表皮 2.下表皮 3.薄壁細胞層 4.色素層 5.內種皮 6.胚乳 7.子葉

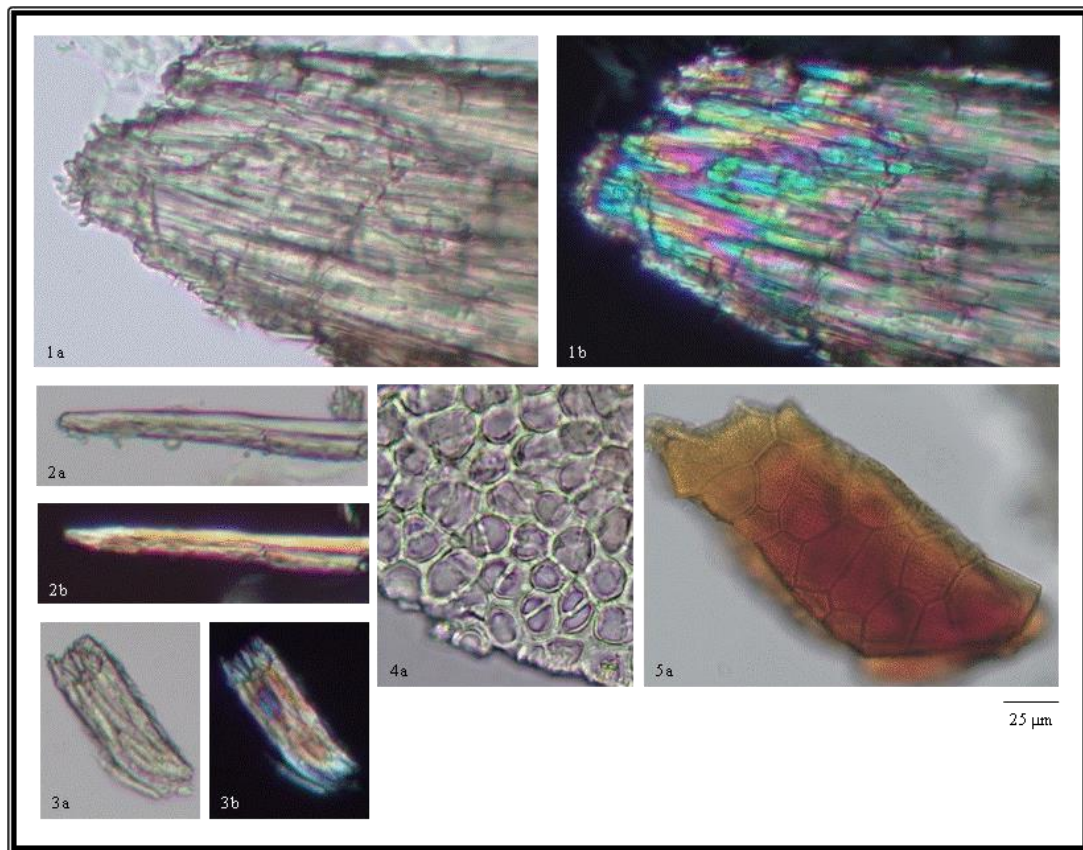


圖 4 川棟子粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 纖維束 2. 單根纖維 3. 晶纖維 4. 外果皮細胞 5. 種皮表皮細胞
6. 色素細胞 (6a-1 高倍率, 6a-2 低倍率) 7. 石細胞 8. 草酸鈣方晶

川棟子(*Toosendan Fructus*)

一、材料

購自於台灣各地中藥店川棟子藥材共 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 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 Thermo Synchronis C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(99.9%)和乙腈(99.9%)購自於 Merck；乙醇(95%)皆購自於國韶實業有限公司。

(二) 標準品

川棟素(*Toosendanin*)購自於昇漢科技有限公司，純度 95%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒開發

取本品粉末六份，每份精確稱定 0.5 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 10 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，冷卻後離心 10 分鐘(約 6000 RPM)，取得濾液搖勻再過濾(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)，以所測得每克重量之標準品川棟素(*Toosendanin*)最大波峰面積為最佳川棟子萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

取本品粉末約 0.5 g(過第 20 號篩網)，精確稱定，置 50 mL 離心管中，精確加入 75%甲醇 10 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，冷卻後離心 10 分鐘(約 6000 RPM)，取上清液至 10 mL 之定量瓶中，加 75%甲醇定容至 10 mL，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，取濾液，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，並選出最佳萃取次數。

(三) 對照標準品溶液

取標準品川棟素(Toosendanin)精確稱定 1.0 mg，加 1 mL 的乙腈製成每 1 mL 含川棟素(Toosendanin) 1000 µg 的標準品儲備溶液，並以乙腈稀釋至 25 µg/mL 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.5 g，精確稱定，置 50 mL 離心管中，精確加入 75% 甲醇 10 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 6000 RPM)，取上清液至 25 mL 之定量瓶中，殘渣部分重複提取一次，合併濾液，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川棟素(Toosendanin)的含量，即得。

(六) 檢量線

精確吸取川棟素(Toosendanin)標準品儲備溶液適量(1000 µg/mL)，以乙腈稀釋製成含川棟素(Toosendanin)分別為 250、100、50、25、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 。

(七) 精確度試驗

以川棟素(Toosendanin)濃度為 25 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣五針，以川棟素(Toosendanin)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:取同一批市售川棟子粉末，依川棟子檢品溶液製備方法平行製備五份川棟子檢品溶液，進樣測定，以川棟素(Toosendanin)含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性:取同一批市售川棟子粉末，依川棟子檢品溶液製備方法製備川棟子檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以川棟素(Toosendanin)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，並以訊號雜訊比為 $\geq 3:1$ 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

取已知川楝素(Toosendanin)含量的川楝子藥材粉末約 0.25 g，精確稱定五份，分別加入 850 μL 的川楝素(Toosendanin)溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)，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：Cosmosil 5C18-AR-II Column (250 x 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 210 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}\text{C}$
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	32	68
30	32	68

(十二) 臺灣市售川楝子含量測定

取十批市售川楝子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 公式計算樣品川楝素(Toosendanin)的百分含量。

(十三) 川棟子檢品之 UPLC 層析條件

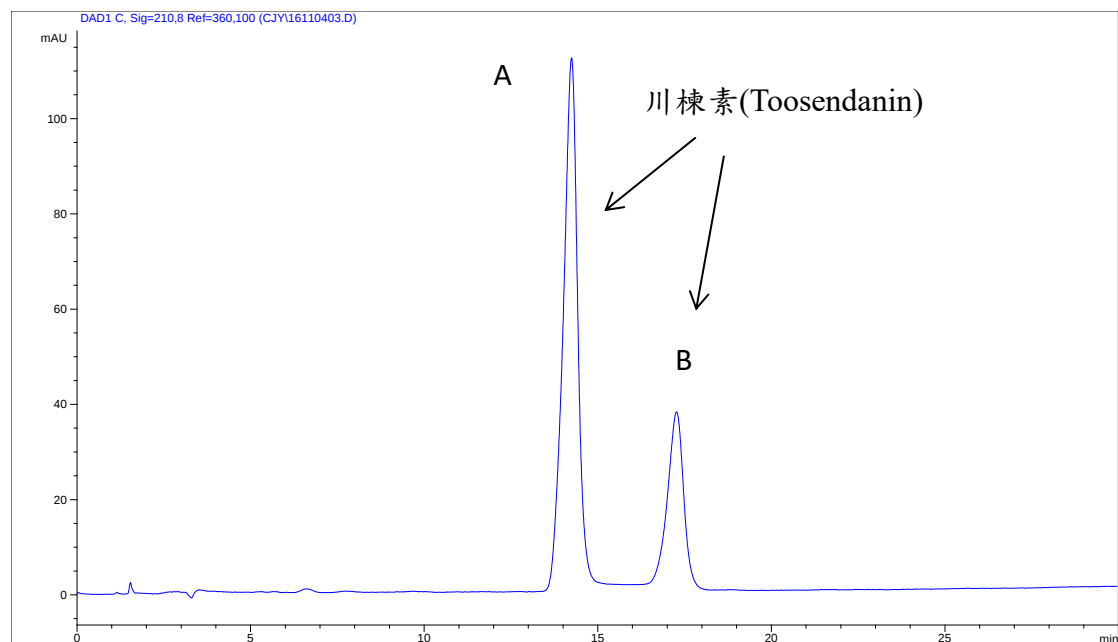
1. 層析管：Thermo Synchronis C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：UV 210 nm
3. 流速：0.3 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1.0 μ L
6. 移動相：

時間(min)	甲 醇(%)	水(%)
0	20	80
2	20	80
4	40	60
6	50	50
7	52	48
11	60	40

五、結果

(一) 標準品川棟素(Toosendanin)之 HPLC 層析

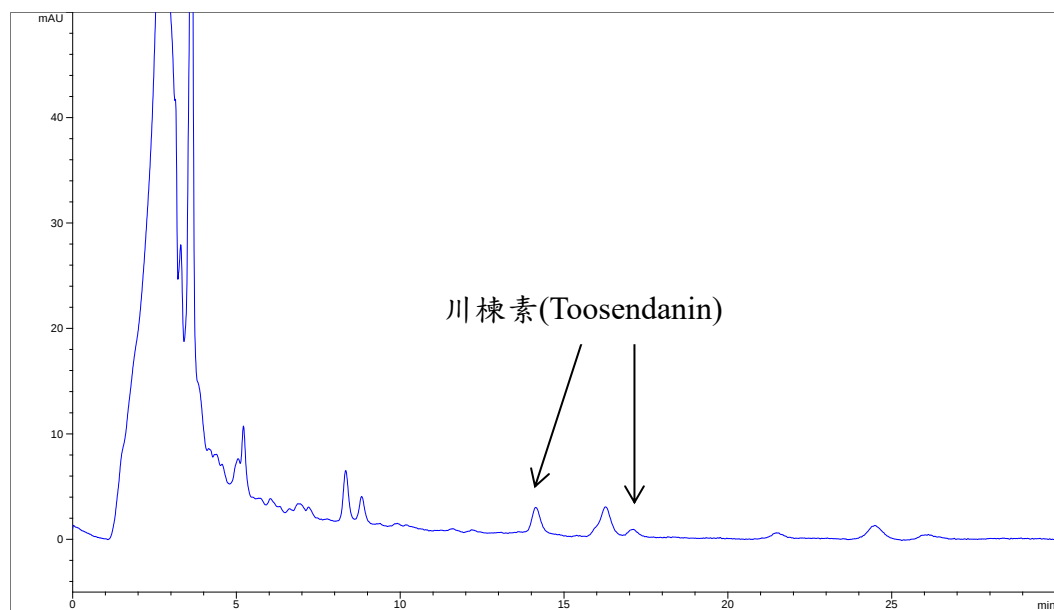
於滯留時間 14.3 (peak A) 與 17.2 分鐘 (peak B) 處顯示川棟素 (Toosendanin) 標準品波峰(圖一)。



圖一、川棟素(Toosendanin)標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售川棟子檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 14.3 與 17.2 分鐘處顯示川棟子檢品中川棟素(Toosendanin) 波峰(圖二)。分離率為 $R > 3.54$ (peak A), $R > 1.56$ (Peak B), 拖尾因子皆為 $T = 0.91$ (Peak A, B), 均在系統適用性要求內。



圖二、市售川棟子檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒開發

以 75% 甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得川棟素(Toosendanin)的波峰面積最大，顯示 75% 甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	川棟素(Toosendanin) 波峰面積(peak A)	川棟素(Toosendanin) 波峰面積(peak B)	最佳萃取
甲醇	162.7	78.2	
75% 甲醇	165.5	78.3	√
50% 甲醇	127.5	44.8	
乙醇	150.0	51.8	
75% 乙醇	89.2	33.5	
50% 乙醇	77.1	33.0	

(四) 最佳萃取次數評估

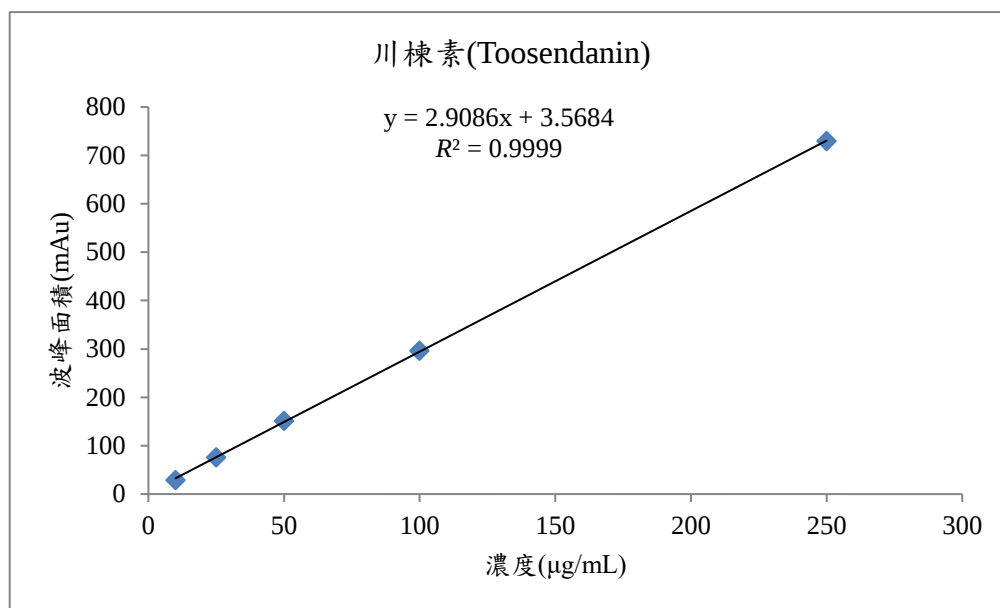
結果顯示萃取兩次基本上已將川棟素(Toosendanin)萃取完全(>99%)

表二、川棟子檢品萃取次數評估

75% 甲醇萃取次數	川棟素(Toosendanin) 波峰面積(peak A)	川棟素(Toosendanin) 波峰面積(peak B)
第一次	120.0	51.1
第二次	30.5	11.8
第三次	N.D.	N.D.

(五) 標準品川棟素(Toosendanin)檢量線

經不同濃度川棟素(Toosendanin) (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 $y = 2.9086x + 3.5684$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 10–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、川棟素(Toosendanin)之檢量線圖

表三、川棟素(Toosendanin)之檢量線方程式

對照標準品	濃度(µg/mL)	線性回歸方程式	R^2
川棟素 (Toosendanin)	10–250	$y = 2.9086x + 3.5684$	0.9999

(六) 精確度與再現性試驗

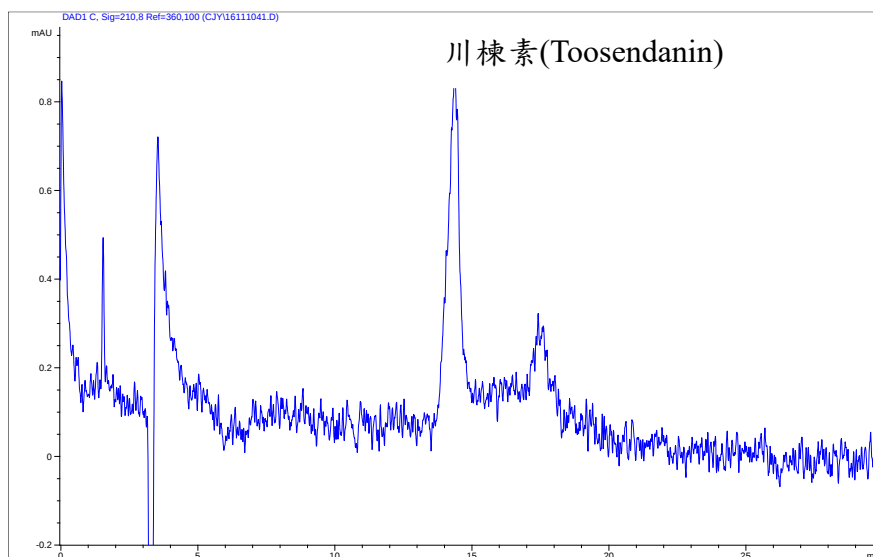
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精確度良好，川棟素(Toosendanin) 精確度之相對標準差為 1.52%，再現性之相對標準差為 1.78%，均在系統適用性要求內。

(七) 穩定性試驗

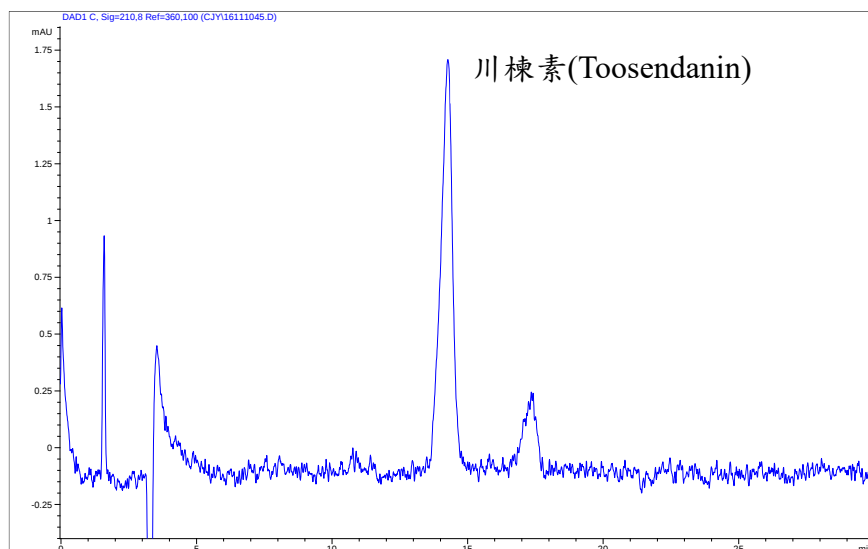
由結果可以得知，川棟素(Toosendanin)在 24 小時內穩定，相對標準差為 1.34%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

川棟素(Toosendanin)偵測極限(limit of detection, LOD)為 5.0 µg/mL (圖四)，定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 10 µg/mL (圖五)。



圖四、川棟素(Toosendanin)之 LOD 層析圖



圖五、川棟素(Toosendanin)之 LOQ 層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	川棟素(Toosendanin)	
	濃度	R.S.D. (%)
精確度 (n=5)	25 µg/mL	1.87
再現性 (n=5)	檢品溶液(No.6)	1.78
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.6)	1.34
偵測極限 (n=1)	5.0 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	10 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

添加川楝素(Toosendanin)平均回收率 103.5%，相對標準偏差 1.90%。

表五、川楝素(Toosendanin)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	0.25	0.41	0.85	1.26	100.0	103.5	1.90
2	0.25	0.41	0.85	1.30	105.2		
3	0.25	0.41	0.85	1.29	104.0		
4	0.25	0.41	0.85	1.28	103.2		
5	0.25	0.41	0.85	1.30	105.2		

(十) 台灣市售川楝子含量測定

10 批川楝子藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，川楝素(Toosendanin)的含量為 0.13–0.19%。建議川楝子藥材指標成分川楝素(Toosendanin)的含量介於 0.060%–0.20%之間。理論板數按川楝素(Toosendanin)波峰計算應不低於 5000 (實際值為 14781 (peak A), 15522 (peak B))。

表六、台灣市售川楝子檢品之川楝素(Toosendanin)含量

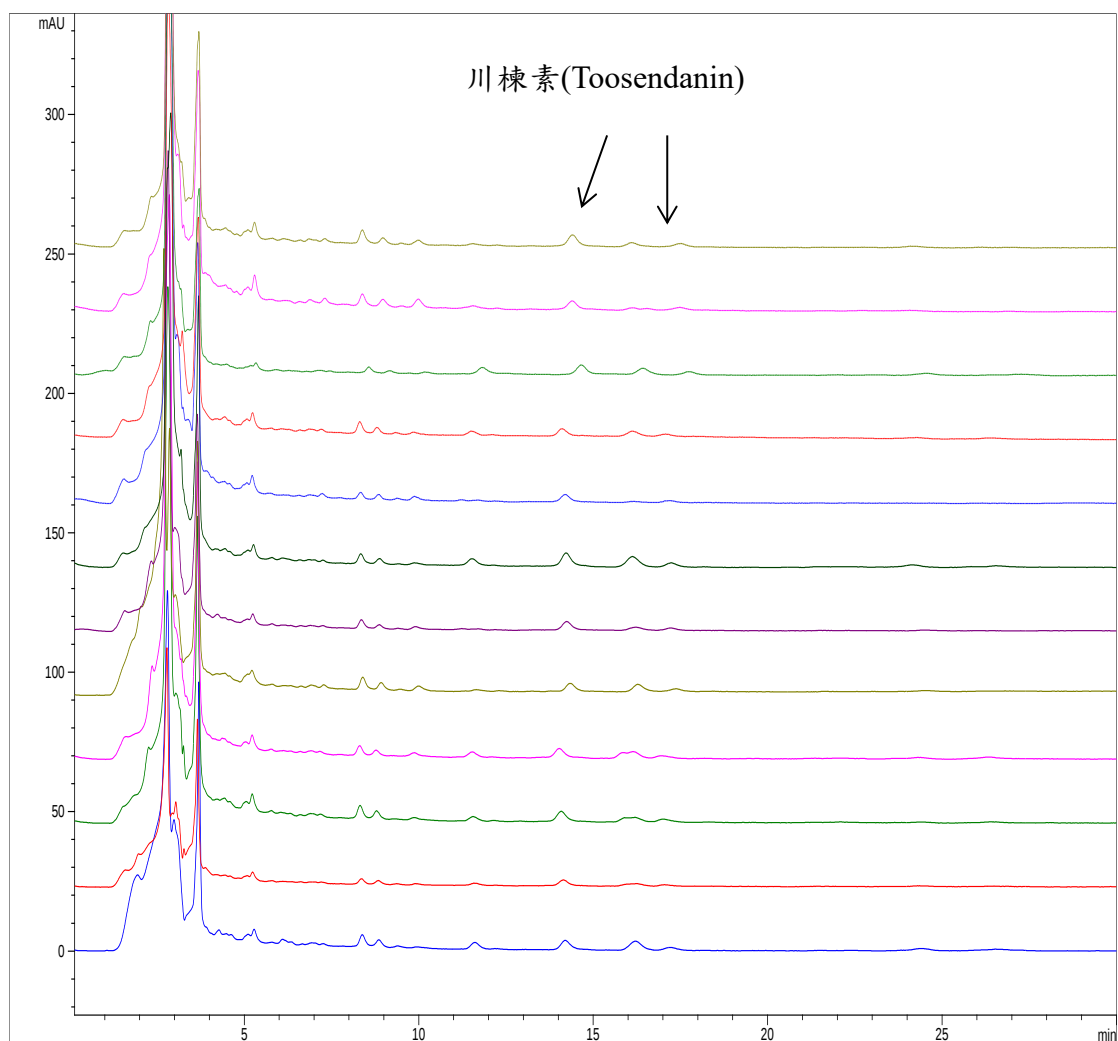
中藥材編號 (No.)	川楝素(Toosendanin)含 量(%)	中藥材編號 (No.)	川楝素(Toosendanin)含 量(%)
1 (NF)	0.16	6 (SG)	0.14
2 (SC)	0.15	7 (CD)	0.14
3 (SR)	0.14	8 (SQ)	0.17
4 (SE)	0.13	9 (SU)	0.14
5 (SJ)	0.19	10 (SP)	0.18

(十一) 市售川棟子藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取十批市售川棟子檢品溶液各 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 210 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}$ C
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

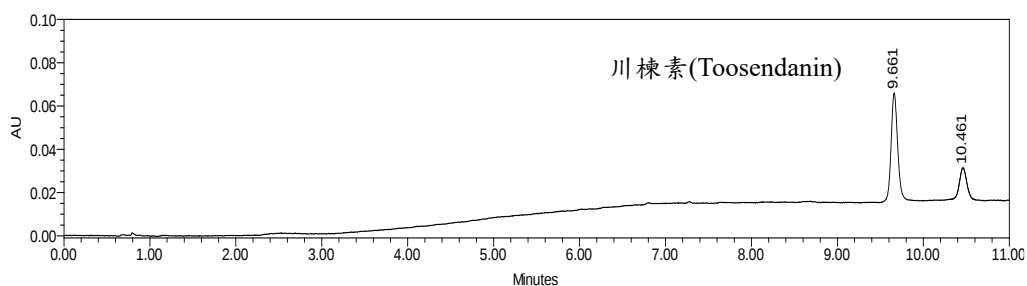
時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	32	68
30	32	68



圖六、10 批川棟子藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品川棟素(Toosendanin)之 UPLC 層析

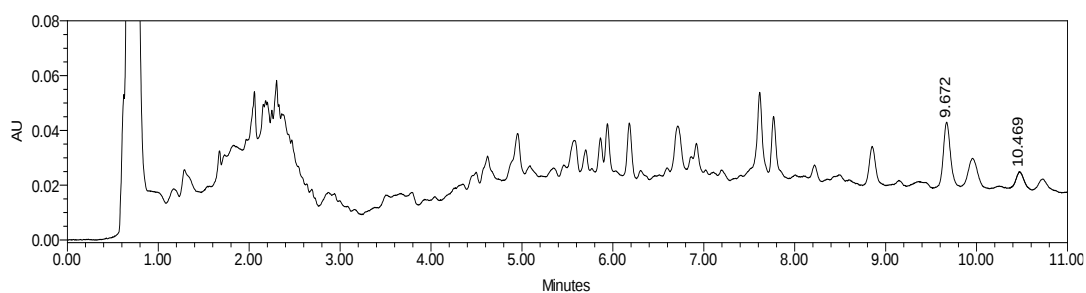
於滯留時間 9.66 與 10.46 鐘處顯示川棟素(Toosendanin)標準品波峰(圖七)。



圖七、川棟素(Toosendanin)標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售川棟子檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 9.67 與 10.47 鐘處顯示川棟子檢品中川棟素(Toosendanin)的波峰(圖八)。

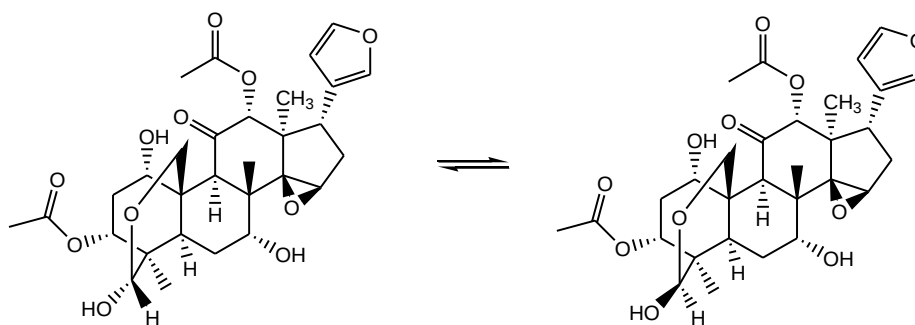


圖八、市售川棟子檢品之 UPLC 層析圖

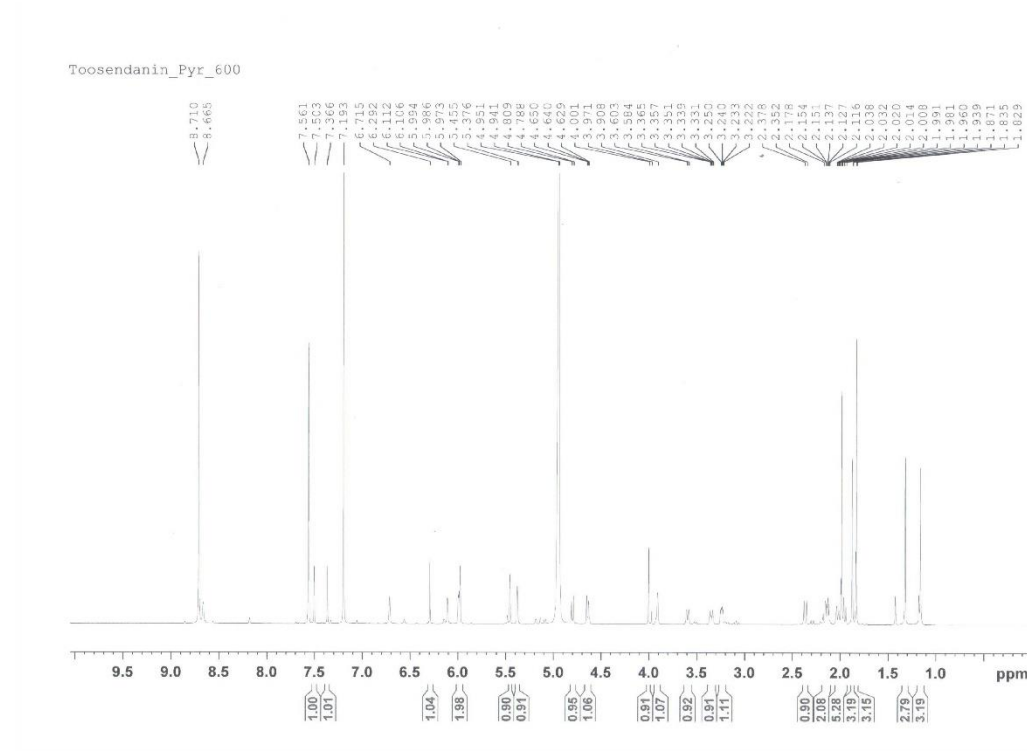
(十四) 川棟素(Toosendanin)的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{30}H_{38}O_{11}$ ；Mol. Wt.：574.62；mp：179–180 °C；白色固體。

(十五) 川棟素(Toosendanin)的結構

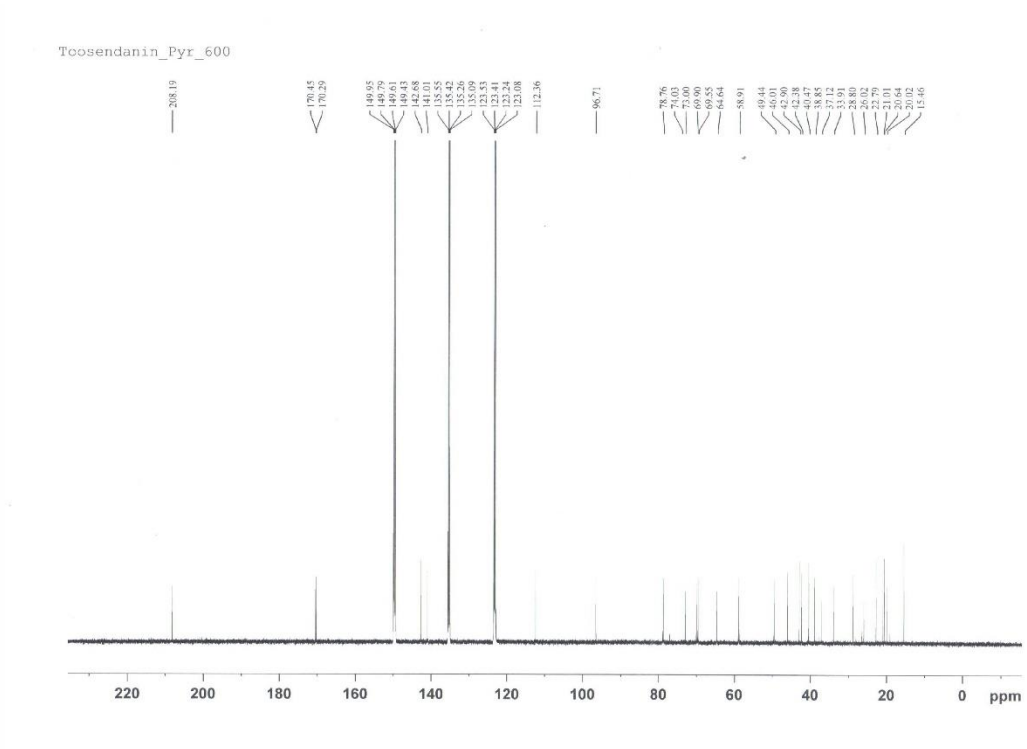


(十六) 川棟素(Toosendanin)的 ^1H NMR 圖譜



圖九、川棟素(Toosendanin)的 ^1H NMR 圖譜(pyridine- d_5)

(十七) 川棟素(Toosendanin)的 ^{13}C NMR 圖譜



圖十、川棟素(Toosendanin)的 ^{13}C NMR 圖譜(pyridine- d_5)

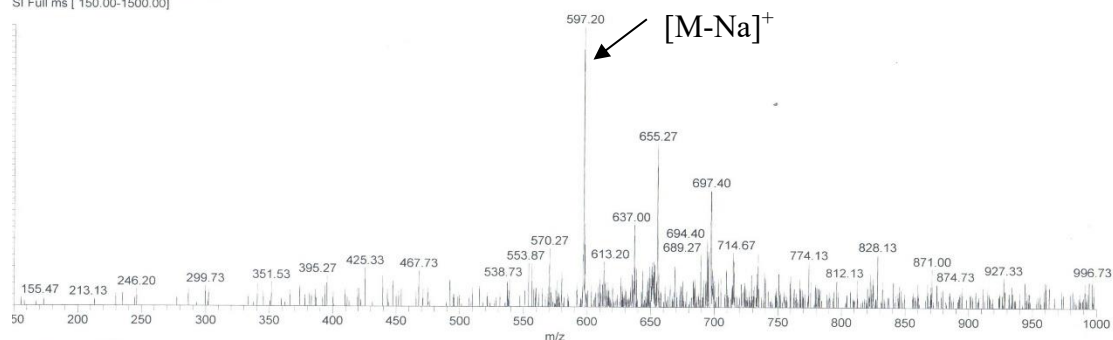
(十八) 川棟素(Toosendanin)的 ESI-MS 圖譜

TA\Lu, Chung-Kuang\2016\Toosendanin

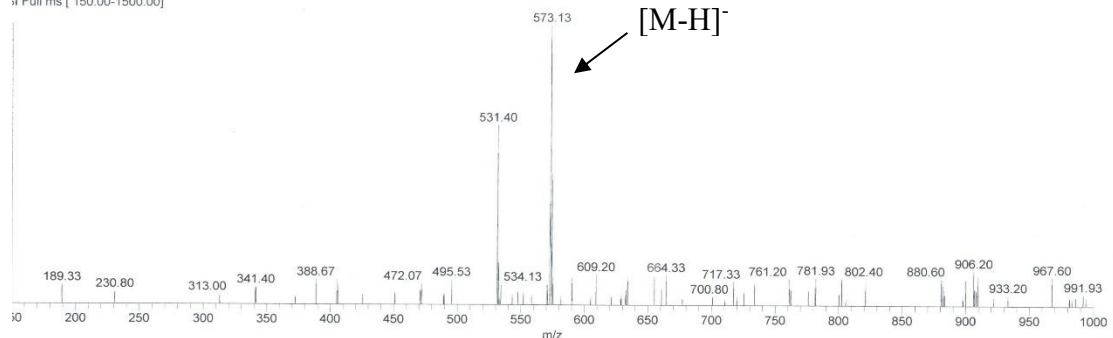
12/2/2016 1:43:36 PM

Toosendanin

Janin #14-24 RT: 0.48-0.83 AV: 11 NL: 2.77E3
SI Full ms [150.00-1500.00]

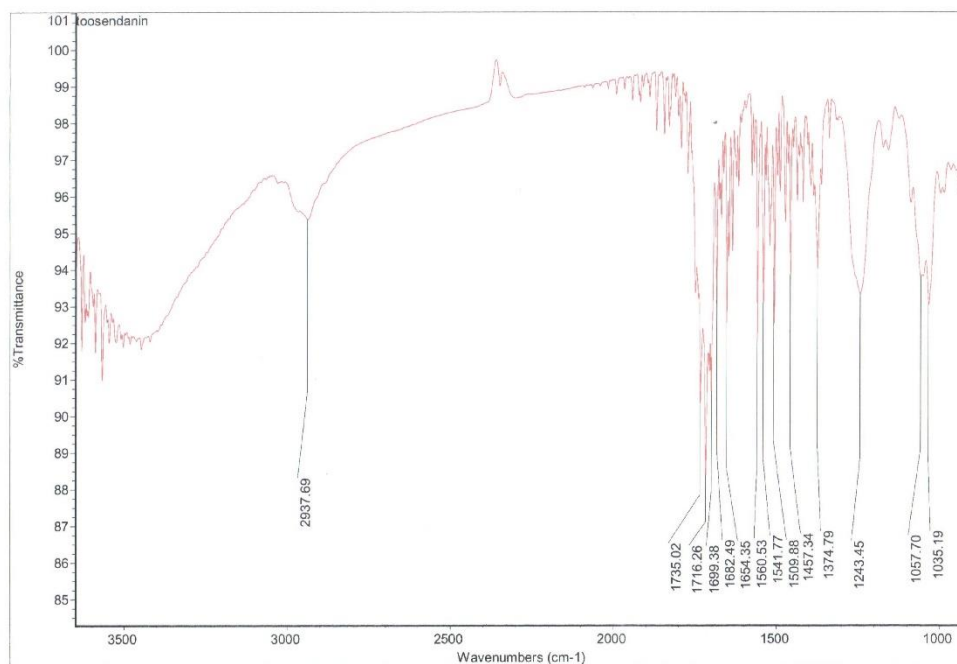


Janin #87-91 RT: 2.67-2.78 AV: 5 NL: 1.39E4
SI Full ms [150.00-1500.00]



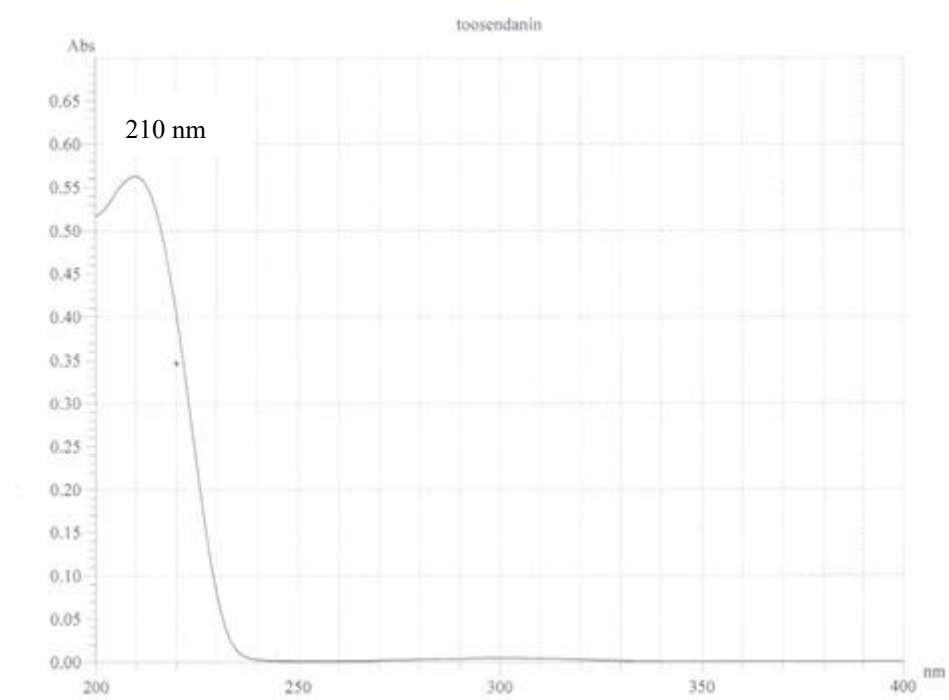
圖十一、川棟素(Toosendanin)的 ESI-MS 圖譜

(十九) 川棟素(Toosendanin)的 FTIR 圖譜



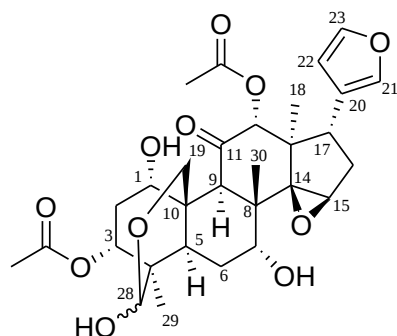
圖十二、川棟素(Toosendanin)的 FTIR 圖譜

(二十) 川棟素(Toosendanin)的 UV 圖譜



圖十三、川棟素(Toosendanin)的 UV 圖譜

(二十一) 川棟素(Toosendanin)的氫、碳化學位移



川棟素(Toosendanin)

表七、川棟素(Toosendanin)的氫、碳化學位移(pyridine- d_5)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	4.94 (s)	69.6
2	2.36 (d, 15.7)	37.1
	3.34 (dt, 16.2, 4.3)	
3	5.99 (d, 5.4)	74.0
4	-	40.5
5	3.59 (d, 11.4)	28.8
6	2.04 (dt, 14.6, 3.5)	26.0
	2.16 (m)	
7	3.90 (brs)	69.9
8	-	42.9
9	5.45 (s)	49.4
10	-	42.4
11	-	208.2
12	5.97 (s)	78.8
13	-	46.0
14	-	73.0
15	4.00 (s)	58.9
16	1.95 (t, 12.5)	33.9
	2.12 (m)	
17	3.24 (dd,)	38.9
18	1.87 (s)	15.5
19	4.64 (d, 12.6)	64.6
	4.80 (d, 12.6)	
20	-	123.4

21	7.37 (s)	141.0
22	6.29 (s)	112.4
23	7.50 (s)	142.7
28	1.16 (s)	20.0
29	5.38 (s)	96.7
30	1.32 (s)	22.8
OA _c	1.98 (s)	21.0
		170.5
OA _c	1.83 (s)	20.6
		170.3

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

川楝子

生藥名：TOOSENDAN FRUCTUS

英文名：Sichuan Chinaberry Fruit

基 原：本品為楝科 Meliaceae 植物川楝 *Melia toosendan* Sieb. et Zucc.之乾燥成熟果實。

一、方法

(一) 檢 品 溶 液 **【萃取方法 1】(臺灣中藥典第二版 2013) ✓**

——取本品粉末 1.0 g，加乙酸乙酯 30 mL，超音波處理 30 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加乙醇 1 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 2015)

——取本品粉末 2.0 g，加水 80 mL，超音波處理 1 小時，過濾，取濾液用二氯甲烷振搖萃取 3 次，每次 25 mL，合併二氯甲烷液，濃縮至乾，殘渣加甲醇 2 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

【萃取方法 3】(香港中藥材標準第六冊)

——取本品粉末 2.0 g，加甲醇 20 mL，超音波處理 30 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加甲醇 2 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 取川楝素(Toosendanin)對照標準品，加乙醇製成每 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】(臺灣中藥典第二版 2013)**

——甲苯：丙酮 (9：1)

【展開劑 2】(中華人民共和國藥典 2015)

——二氯甲烷：甲醇 (16：1)

【展開劑 3】(修飾香港中藥材標準第六冊) ✓

——正己烷：丙酮 (1：1)

(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 10%硫酸乙醇試液(H₂SO₄/EtOH TS)噴霧後，105 °C 加熱至條帶顯色清晰，於可見光下檢視。

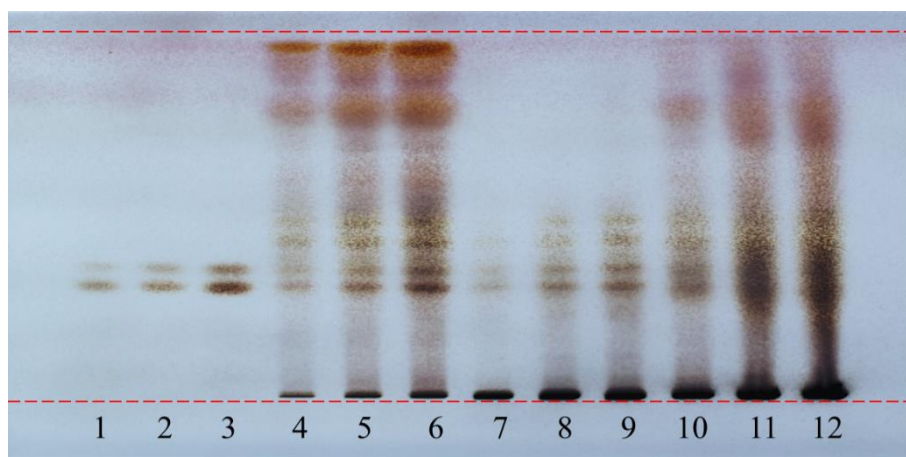
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：105/12/06

相對溼度(RH)：36%

溫度(RT)：27 °C

【展開劑3】 (修飾香港中藥材標準第六冊)——正己烷：丙酮 (1：1)

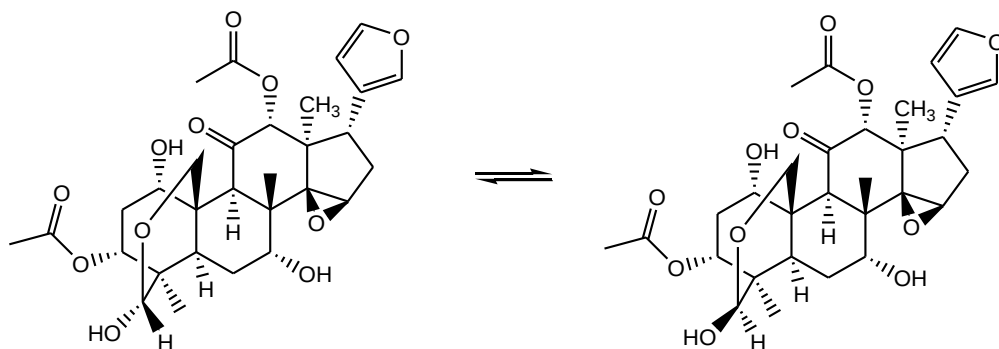


編號	名稱	點注量
1, 2, 3	川棟素(Toosendanin) (1.0 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	檢品溶液 9【萃取方法 1】	2, 5, 8 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 9【萃取方法 2】	2, 5, 8 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 9【萃取方法 3】	2, 5, 8 μ L

建議萃法：3 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出標準品川棟素的二個特徵條帶，故支持臺灣中藥典萃法，且其條帶顯示較多，並有明顯標準品條帶，故選擇【萃取方法 1】。

建議點注量：川棟素(Toosendanin)標準品溶液 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】5 μ L。

註：川棟素有 2 個可互變異構體



三、溶媒系統選擇

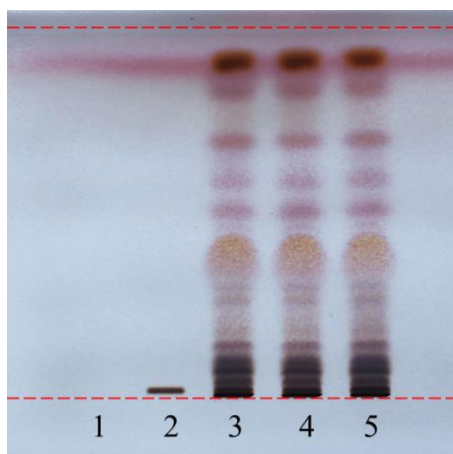
實驗日期：105/12/07

相對溼度(RH)：41%

溫度(RT)：26 °C

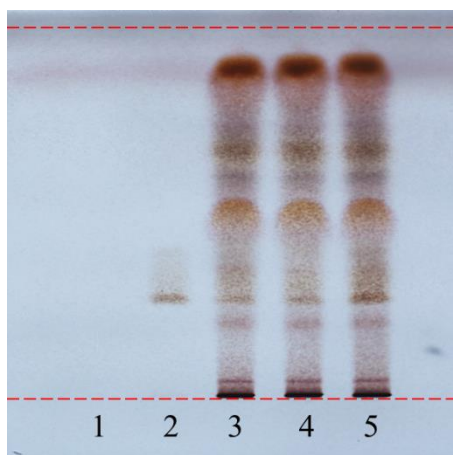
【展開劑 1】 (臺灣中藥典第二版 2013)——甲苯：丙酮 (9：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013)——HPTLC 10%硫酸乙醇呈色後可見光檢出 (川楝素 R_f 值為 0.01)



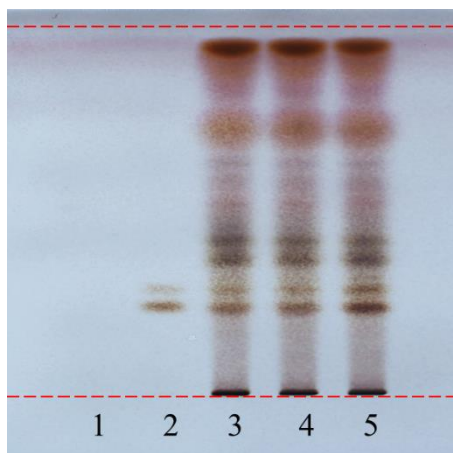
【展開劑 2】 (中華人民共和國藥典 2015)——二氯甲烷：甲醇 (16：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013)——HPTLC 10%硫酸乙醇呈色後可見光檢出 (川楝素 R_f 值分別為 0.27 及 0.39)



【展開劑 3】 (修飾香港中藥材標準第六冊)——正己烷：丙酮 (1：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013)——HPTLC 10%硫酸乙醇呈色後可見光檢出 (川楝素 R_f 值分別為 0.24 及 0.28)



1：Blank

2：川楝素(Toosendanin)

3，4：檢品溶液 9

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式，唯【展開劑 2】及【展開劑 3】展開可從檢品溶液中分離與檢出川楝素，而由於條帶顯示較清楚，且所使用的溶劑也較廣用，故採用修飾香港中藥材標準第六冊之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

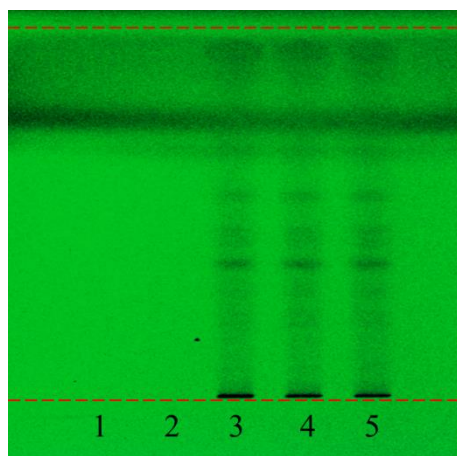
實驗日期：105/12/07

相對溼度(RH)：41%

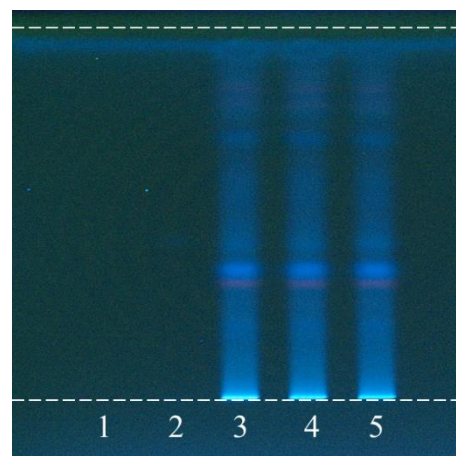
溫度(RT)：26 °C

【展開劑 3】 (修飾香港中藥材標準第六冊)——正己烷：丙酮 (1：1)

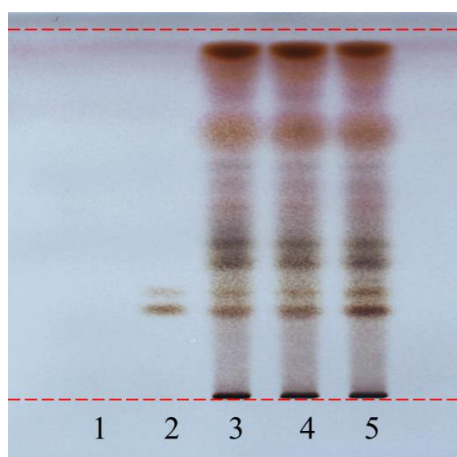
【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



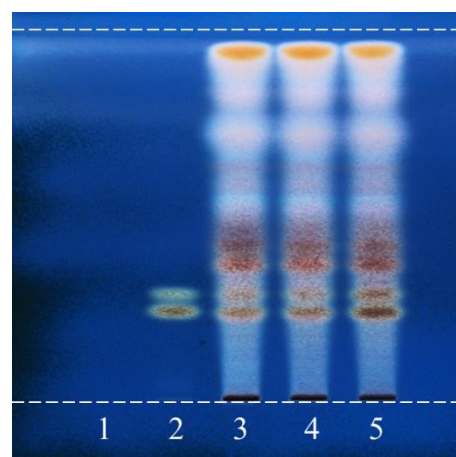
【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013) — HPTLC 呈色/可見光檢出✓



【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013) — HPTLC 呈色/紫外光(365 nm)檢出



1：Blank

2：川棟素(Toosendanin)

3，4：檢品溶液 9

5：Spike

建議觀察方式：經 10%硫酸乙醇呈色後，於可見光檢視較其他觀察方式有較多明顯之條帶及川棟素(Toosendanin)標準品斑點。

五、十批樣品檢測

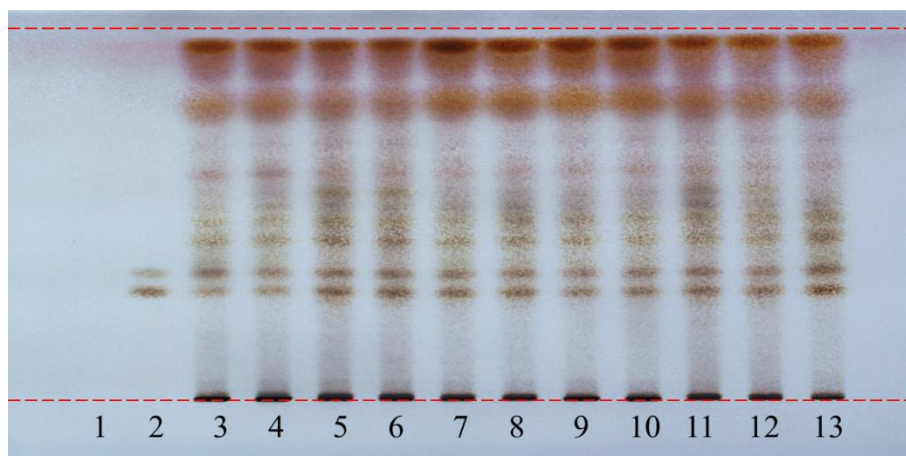
實驗日期：105/12/08

相對溼度(RH)：43%

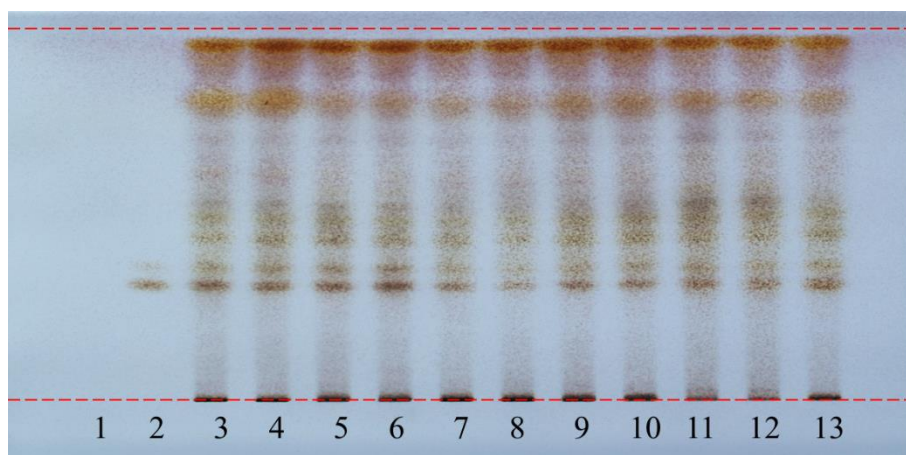
溫度(RT)：27 °C

【展開劑 3】 (修飾香港中藥材標準第六冊)——正己烷：丙酮 (1：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第二版 2013)——HPTLC 10%硫酸乙醇呈色後可見光檢出



1	Blank
2	川棟素(Toosendanin) (1.0 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NF)
5 , 6	檢品溶液 2 (CD)
7 , 8	檢品溶液 3 (SC)
9 , 10	檢品溶液 4 (SE)
11 , 12	檢品溶液 5 (SG)
13	Spike (檢品溶液 9)



1	Blank
2	川楝素(Toosendanin) (1.0 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 6 (SJ)
5, 6	檢品溶液 7 (SP)
7, 8	檢品溶液 8 (SQ)
9, 10	檢品溶液 9 (SR)
11, 12	檢品溶液 10 (SU)
13	Spike (檢品溶液 9)

結論與建議：以臺灣中藥典第二版 2013 之【萃取方法 1】方式，並以修飾香港中藥材標準第六冊之【展開劑 3】分離與檢出川楝素(Toosendanin)，使用溶劑較廣用，並以 10%硫酸乙醇顯色後，於可見光檢視較佳。