

玄參

(SCROPHULARIAE RADIX)

玄參 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）	2
玄參 HPLC（藥材）	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
玄參 TLC	29
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	32

玄參 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玄參的乾燥根。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：玄參

生藥名：SCROPHULARIAE RADIX

英文名：Scrophularia Root

基原：本品玄參科 Scrophulariaceae 植物玄參 *Scrophularia ningpoensis* Hemsl.之乾燥根。

採收加工：冬季莖葉枯萎時採挖，除去根莖、幼芽、鬚根及泥沙，曬或烘至半乾，堆放 3~6 天，反覆數次至根內部發黑，再曬至全乾。

藥材性狀：本品已切成不規則的薄片。外表皮灰黃色或灰褐色，有明顯的縱溝和橫向皮孔。質堅硬，不易折斷，斷面略平坦，烏黑色，微有光澤。氣特異似焦糖，味甘、微苦。以水浸泡，水呈墨黑色。

生長分佈：多年生草本植物，高可達 1 m 以上。生於海拔 1700 m 以下的竹林、溪邊、叢林和高草叢旁。喜溫暖濕潤氣候，耐寒、耐旱、怕澇，以土層深厚、疏鬆肥沃、排水良好的砂質壤土栽培為宜。花期 6~10 月，果期 9~11 月。分布於亞洲溫帶如中國華北中部、華中、華東、內蒙古，及亞洲熱帶如中南半島、越南等地。藥材主產於浙江、四川、重慶、陝西、湖北、湖南、江西、河南、貴州等地。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 後生皮層細胞棕黃色，呈不規則長方形，微木栓化。
2. 皮層細胞切向延長，長方形或類圓形。
3. 石細胞存在於皮層，單個散在或 2~5 成群，呈多角形、類圓形、類方形、類三角形。
4. 韌皮部較窄，分泌細胞散布，有時可見內含分泌物。
5. 形成層成環。
6. 木質部佔切面大部分，射線寬廣，導管少，呈斷續放射狀排列，中央處初生木質部導管伴有較多木纖維。
7. 薄壁細胞有時可見含棕色核狀物。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末棕黑色。

2. 石細胞多，大多單個散在或2~5成群。形狀不一，呈多角形、長方形、類方形、類圓形、類三角形或不規則形，較大，長徑55~260 μm ，短徑25~105 μm ，壁厚5~20 μm ，孔溝明顯。
3. 木纖維細長，稍彎曲，末端鈍圓或斜尖，有的具短分支，偏光顯微鏡下呈亮黃白色。
4. 導管為網紋及有緣紋孔導管，直徑20~60 μm 。
5. 後生皮層細胞棕黃色，表面觀呈類方形、類長方形或多角形，壁稍增厚。
6. 薄壁細胞碎片多，有時可見細胞內含棕色核狀物。



圖 1 玄參藥材圖

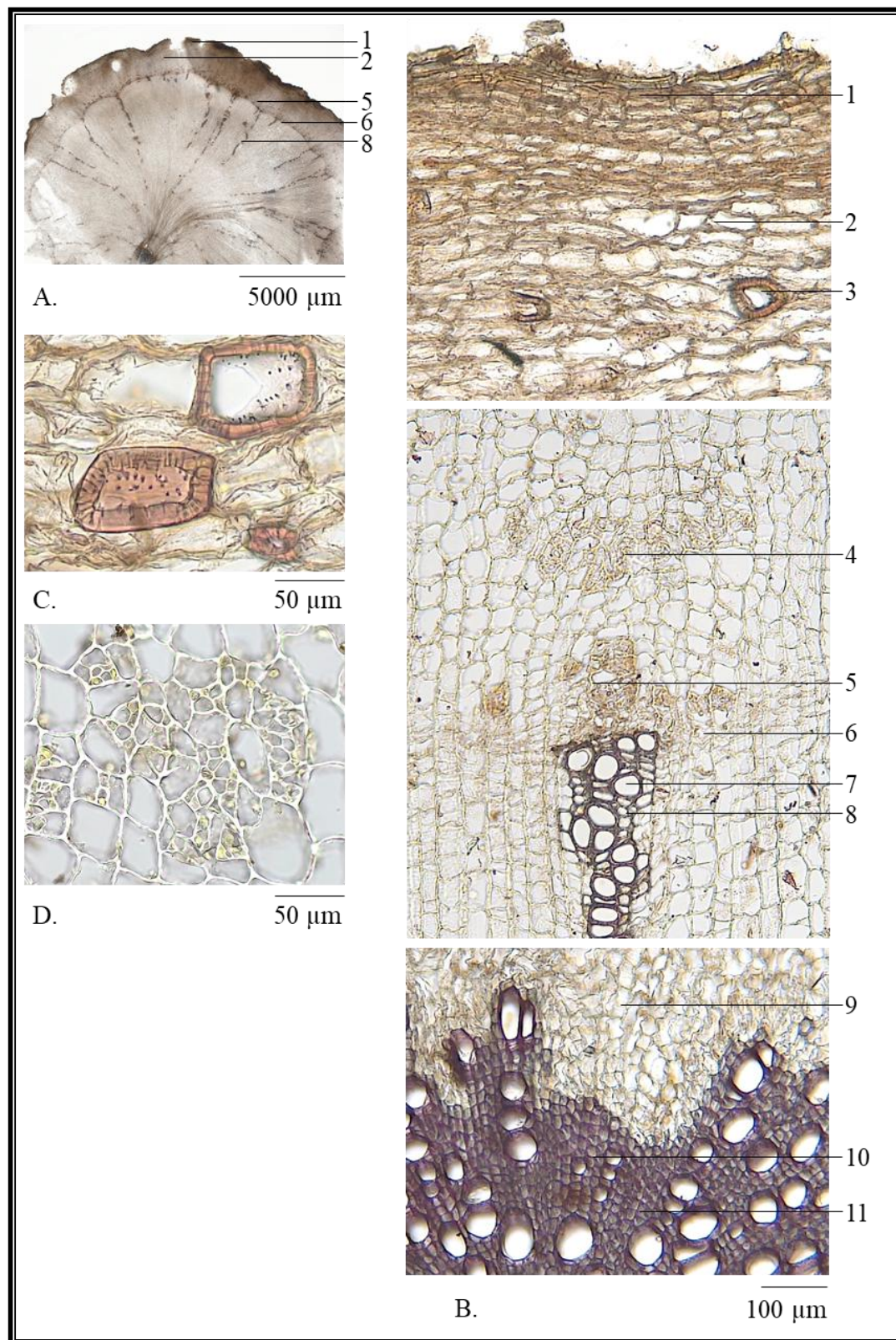


圖 2 玄參橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.石細胞 D.分泌細胞

1.後生皮層 2.皮層 3.石細胞 4.分泌細胞 5.韌皮部 6.形成層 7.導管
8.次生木質部 9.射線 10.纖維 11.初生木質部

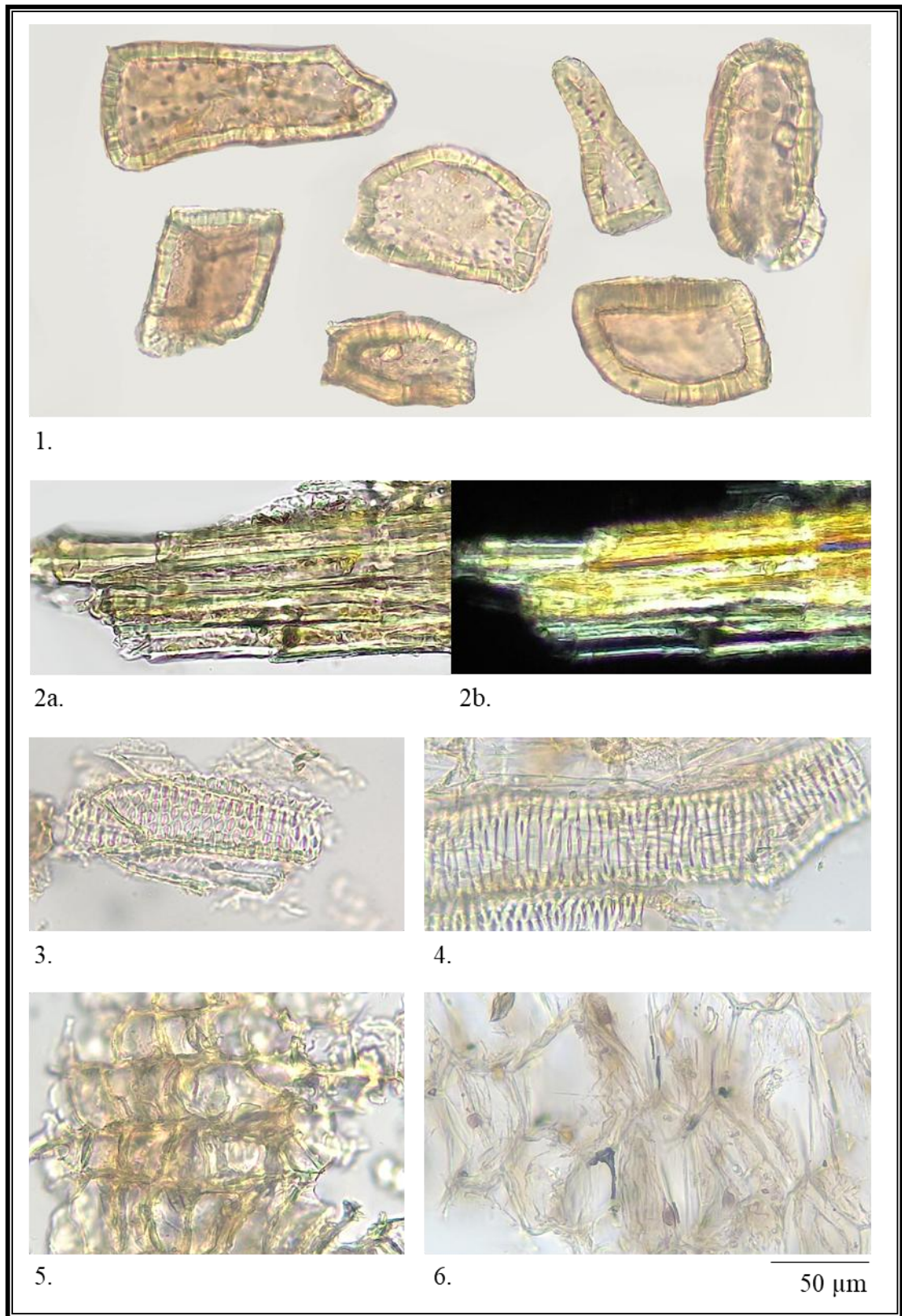


圖 3 玄參粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 石細胞 2. 纖維 3. 網紋導管 4. 有緣紋孔導管 5. 後生皮層細胞 6. 薄壁細胞

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。臺北市：衛生福利部。85 頁。
2. 顏焜熒、蘇慶華、楊玲玲(1991)。中藥材之品質管制(I.型態學的評價篇)。行政院衛生署中醫藥委員會。83~84 頁。
3. 國家藥典委員會(2025)。中華人民共和國藥典 2025 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。124~125 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(2012)。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。280~283 頁。
5. 肖培根(主編)(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。366~370 頁。
6. 陳萬生、詹亞華、吳和珍(主編)(2020)。新編中國藥材學第四卷。中國醫藥科技出版社。96~99 頁。
7. 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。136~137 頁。
8. 任仁安(主編)(1986)。中藥鑑定學。上海科學技術出版社。169~170 頁。
9. 艾鐵民(主編)(2022)。中國藥典中藥材及原植物志。北京：中國醫藥科技出版社。213 頁。
10. 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。215 頁。
11. 趙中振、陳虎彪(主編)(2016)。中藥顯微鑑定圖典。福建科學技術出版社。92~93 頁。
12. 趙中振、陳虎彪(主編)(2018)。中藥材鑑定圖典(第二版)。福建科學技術出版社。91 頁。
13. 國家藥典委員會(2009)。中華人民共和國藥典中藥材顯微鑒別彩色圖鑒。人民衛生出版社。166 頁。
14. 王滿恩、趙昌(主編)(2019)。飲片驗收經驗。山西科學技術出版社。198 頁。
15. 張繼(主編)(2021)。中國中藥材及飲片真偽鑑別圖典第二冊。廣東科技出版社。139~140 頁。

玄參(CHAENOMELIS FRUCTUS)

一、材料

購置於臺灣各地玄參藥材共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Shimadzu LC-2060C 3D，包含 Quaternary pump、Autosampler、column compartment、PDA Detector；層析管柱 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)。

(二) UPLC 儀器及層析管柱

Shimadzu LC-2060C 3D，包含 Quaternary pump、Autosampler、column compartment、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

乙腈(HPLC grade)購置於永定科技有限公司。

(二) 對照標準品

哈巴苷(Harpagide) CAS No. 6926-08-5, 純度為 99.91% , Lot No. 24080703; 哈巴俄苷(Harpagoside) CAS No. 19210-12-9, 純度為 99.30%, Lot No. 25050802, 普思生物科技有限公司(皆購於昇漢科技有限公司)。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 6 份，每份準確稱取約 0.5 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇、50%乙醇各 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × g)，取上清液過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得進注量之哈巴苷及哈巴俄苷最大波峰面積為最佳玄參藥材萃取溶媒。

(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，準確加入 50%甲醇 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液移入 25 mL 之

容量瓶中，加 50% 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，直到哈巴苷及哈巴俄苷被萃取完全，並選出最佳萃取次數。

(三) 對照標準品溶液

1. 準確稱取對照標準品哈巴苷 3.0 mg，加 10 mL 的 50% 甲醇製成每 1 mL 含哈巴苷 300 μg 的對照標準品儲備溶液，並以 50% 甲醇稀釋至哈巴苷 60 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 製成對照標準品溶液。
2. 準確稱取對照標準品哈巴俄苷 2.0 mg，加 10 mL 的 50% 甲醇製成每 1 mL 含哈巴俄苷 200 μg 的對照標準品儲備溶液，並以 50% 甲醇稀釋至哈巴俄苷 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 製成對照標準品溶液。

(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 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 $4000 \times g$)，以 No.1 濾紙過濾，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，移入 50 mL 之容量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 μL ，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算檢品溶液中哈巴苷及哈巴俄苷的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取哈巴苷對照標準品儲備溶液適量(300 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，以 50% 甲醇稀釋成含哈巴苷分別為 150、60、30、15、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的對照標準品溶液。以上溶液各取 10 μL 分別注入 HPLC 進行定量分析，利用對照標準品之波峰面積(y 軸)和對照標準品之濃度(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. 準確吸取哈巴俄苷對照標準品儲備溶液適量(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，以 50% 甲醇稀釋成含哈巴俄苷分別為 100、50、20、10、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的對照標準品溶液。以上溶液各取 10 μL 分別注入 HPLC 進行定量分析，利用對照標準品之波峰面積(y 軸)和對照標準品之濃度(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

1. 以哈巴苷為 60 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以哈巴苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

2. 以哈巴俄苷為 20 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以哈巴俄苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售玄參藥材粉末，依玄參藥材檢品溶液製備方法平行製備 5 份玄參藥材檢品溶液，進樣測定，以哈巴苷及哈巴俄苷的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售玄參藥材粉末，依玄參藥材檢品溶液製備方法製備玄參藥材檢品溶液，分別在 0、2、4、8、24 小時進樣測定，以哈巴苷及哈巴俄苷的含量為指標，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 Quantification, 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. 取已知哈巴苷含量的玄參藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入哈巴苷 0.9 mg，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知哈巴俄苷含量的玄參藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 1.0 mL 的哈巴俄苷溶液(120 µg/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：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (250 × 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：35 °C
5. 注入量：10 µL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.03%磷酸(v/v, %)
0	3	97
10	10	90
20	33	67
25	50	50
30	80	20
35	80	20

(十二) 臺灣市售玄參藥材含量測定

取 10 批市售玄參藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μ L 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品哈巴苷及哈巴俄苷的百分比含量。

(十三) 玄參檢品之 UPLC 分析條件

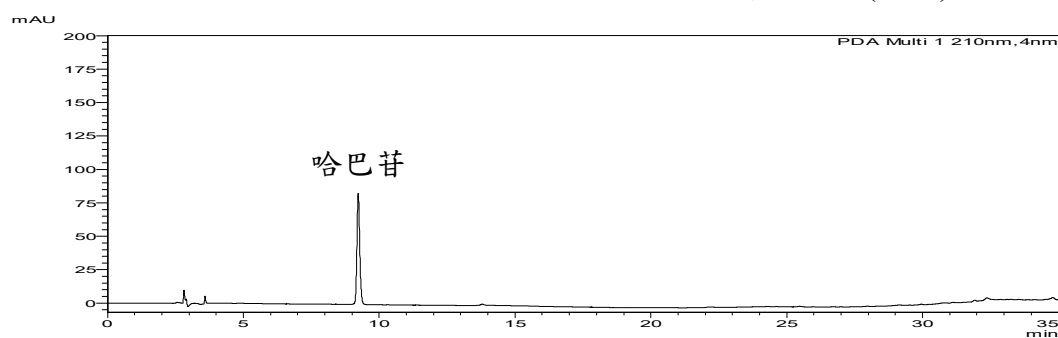
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 $\times$ 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：UV 210 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.03%磷酸(v/v, %)
0	3	97
2	10	90
4	33	67
5	50	50
6	80	20
8	80	20

五、結果

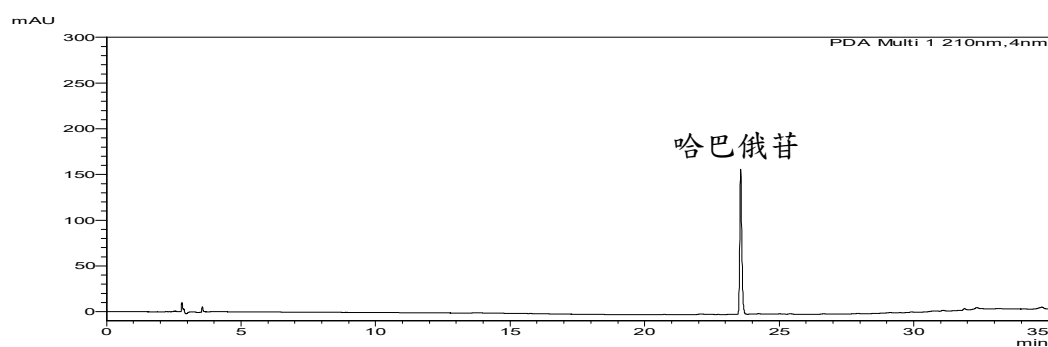
(一) 對照標準品哈巴苷與哈巴俄苷之 HPLC 層析

於滯留時間 9.22 分鐘處顯示哈巴苷對照標準品波峰(圖一)。



圖一、哈巴苷對照標準品溶液之 HPLC 層析圖

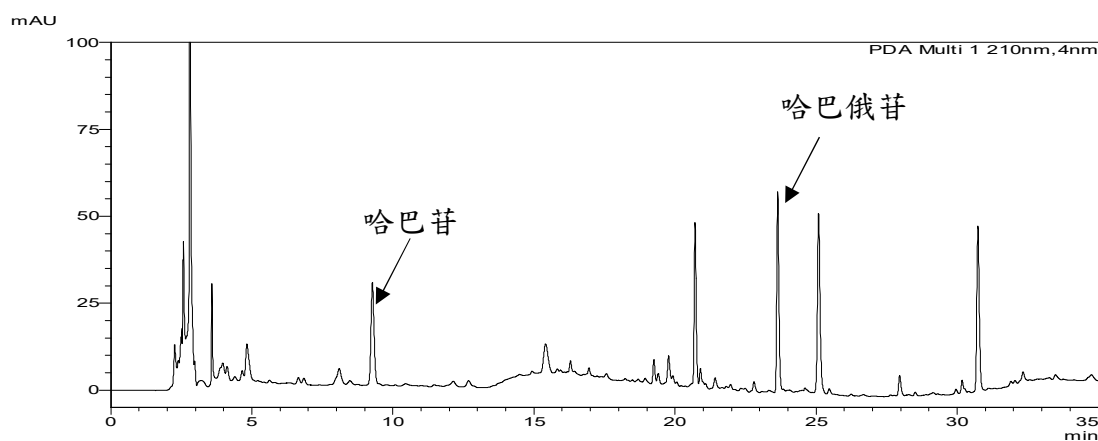
滯留時間 23.6 分鐘處顯示哈巴俄苷對照標準品波峰(圖二)。



圖二、哈巴俄苷對照標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售玄參藥材檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 9.27 與 23.4 分鐘處顯示玄參藥材檢品中哈巴苷及哈巴俄苷波峰(圖三)。哈巴苷及哈巴俄苷分離率(R)分別為 5.01 及 1.72，拖尾因子(T)分別為 1.06 及 1.09，均在系統適用性要求內。



圖三、市售玄參藥材檢品之 HPLC 層析圖

表一、哈巴苷與哈巴俄苷之分離率與拖尾因子

	哈巴苷	哈巴俄苷
分離率	5.01	1.72
拖尾因子	1.06	1.09

(三) 最佳萃取溶媒評估

以 50% 甲醇溶液為溶媒時，每單位進注量所得哈巴苷及哈巴俄苷波峰面積最高，顯示 50% 甲醇溶液為最佳萃取溶媒(表二)。

表二、不同萃取溶媒評估

溶媒	哈巴苷波峰面積	哈巴俄苷波峰面積	最佳萃取
甲醇	94512	451242	
75% 甲醇	215038	625388	
50% 甲醇	235484	635259	√
乙醇	14262	185485	
75% 乙醇	89642	629943	
50% 乙醇	153368	607412	
30% 乙醇	172275	487811	

(四) 最佳萃取次數評估

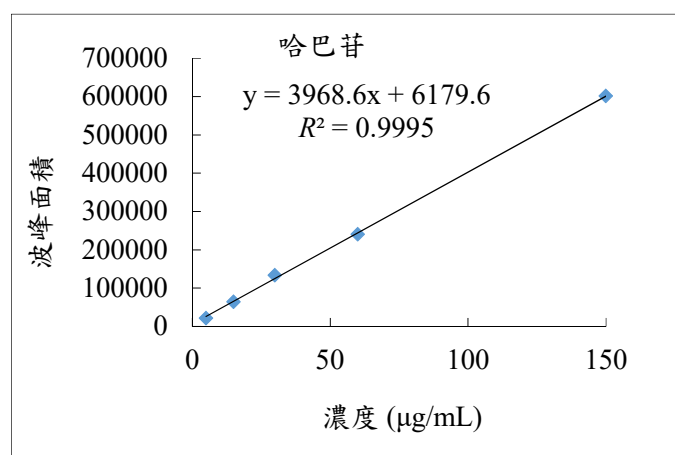
結果顯示萃取 2 次基本上已將哈巴苷及哈巴俄苷萃取完全(萃取率皆大於 98%)(表三)。

表三、玄參藥材檢品萃取次數評估

50% 甲醇	哈巴苷波峰面積	哈巴俄苷波峰面積
第 1 次	196004	511651
第 2 次	34695	104204
第 3 次	4551	11584
第 4 次	N.D.	N.D.

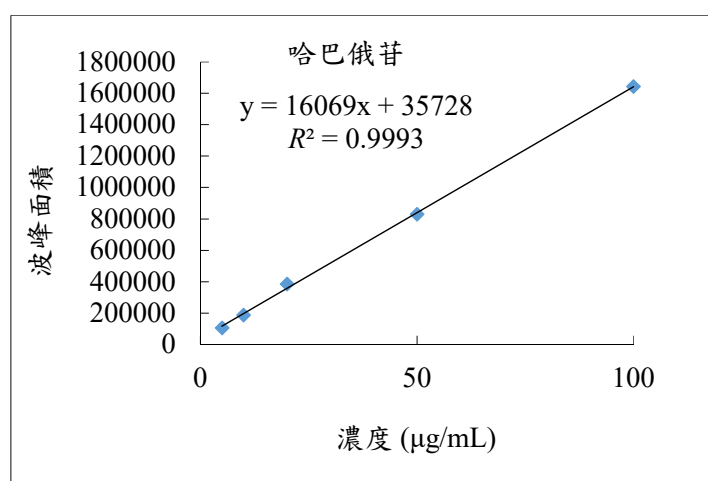
(五) 對照標準品哈巴苷與哈巴俄苷檢量線

1. 經不同濃度哈巴苷(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 $y = 3968.6x + 6179.6$ ， $R^2 = 0.9995$ ，顯示濃度在 5.0–150 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、哈巴甘之檢量線圖

2. 經不同濃度哈巴俄甘(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 $y = 16069x + 35728$ ， $R^2 = 0.9993$ ，顯示濃度在 5.0–100 µg/mL 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、哈巴俄甘之檢量線圖

表四、哈巴甘及哈巴俄甘之檢量線方程式

對照標準品	濃度(µg/mL)	線性回歸方程式	R^2
哈巴甘	5.0–150	$y = 3968.6x + 6179.6$	0.9995
哈巴俄甘	5.0–100	$y = 16069x + 35728$	0.9993

(六) 精密度試驗

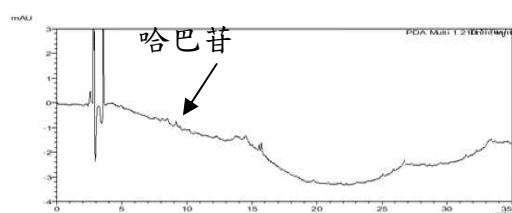
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，哈巴甘及哈巴俄甘精密度之相對標準差分別為 0.05%與 0.04%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

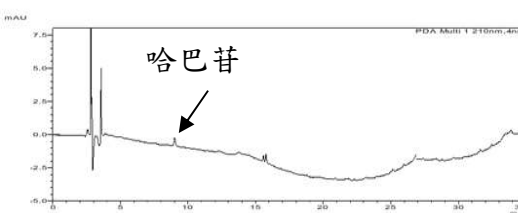
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，哈巴苷及哈巴俄苷重複性之相對標準差分別為 2.19% 及 1.62%，均在系統適用性要求內。哈巴苷及哈巴俄苷在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差分別為 2.26% 及 0.13%，變化差異小，若所有樣品分析都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

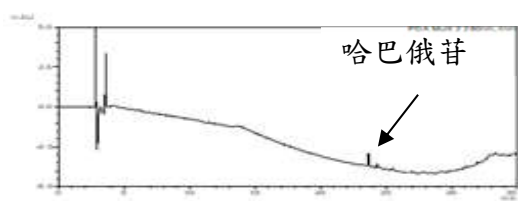
哈巴苷偵測極限為 0.25 $\mu\text{g/mL}$ (圖六)，定量極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖七)。
哈巴俄苷偵測極限為 0.05 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限為 0.10 $\mu\text{g/mL}$ (圖九)。



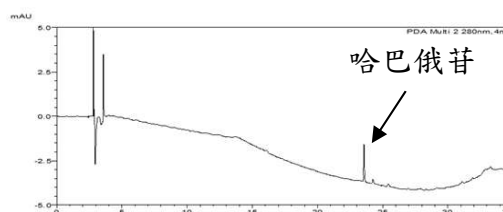
圖六、哈巴苷之偵測極限層析圖



圖七、哈巴苷之定量極限層析圖



圖八、哈巴俄苷之偵測極限層析圖



圖九、哈巴俄苷之定量極限層析圖

表五、各項檢驗分析

檢測項目	哈巴苷		哈巴俄苷	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	60 $\mu\text{g/mL}$	0.05	20 $\mu\text{g/mL}$	0.04
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.4)	2.19	檢品溶液(No.4)	1.62
穩定性 (n=5)	檢品溶液(No.4)	2.26	檢品溶液(No.4)	0.13
偵測極限(n=1)	0.25 $\mu\text{g/mL}$	-	0.05 $\mu\text{g/mL}$	-
定量極限(n=1)	1.0 $\mu\text{g/mL}$	-	0.10 $\mu\text{g/mL}$	-

(九) 添加回收率試驗

哈巴苷平均添加回收率為 93.9%，相對標準偏差為 2.55% (表六)。

哈巴俄苷平均添加回收率為 96.3%，相對標準偏差為 1.90% (表七)。

表六、哈巴苷添加回收率

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	0.2000	0.8564	0.9	1.6821	91.74	93.96	2.55
2	0.2011	0.8611	0.9	1.7221	95.67		
3	0.2015	0.8628	0.9	1.6934	92.29		
4	0.2014	0.8624	0.9	1.7379	97.28		
5	0.2013	0.8620	0.9	1.6974	92.82		

表七、哈巴俄苷添加回收率

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	0.2000	0.1231	0.12	0.2364	94.42	96.35	1.90
2	0.2011	0.1238	0.12	0.2370	94.33		
3	0.2015	0.1240	0.12	0.2418	98.17		
4	0.2014	0.1240	0.12	0.2407	97.25		
5	0.2013	0.1239	0.12	0.2411	97.58		

(十) 臺灣市售玄參藥材含量測定

10 批玄參藥材之含量測定結果(乾燥品)如表八所示，哈巴苷的含量為 0.341–0.645%，哈巴俄苷的含量為 0.087–0.276%，哈巴苷與哈巴俄苷的總含量為 0.501–0.759%，建議哈巴苷與哈巴俄苷的總含量不得少於 0.45%。理論板數按哈巴苷波峰計算應不低於 5000 (實際值為 35380)，按哈巴俄苷波峰計算應不低於 5000 (實際值為 517689)。

表八、臺灣市售玄參藥材檢品之哈巴苷及哈巴俄苷的含量

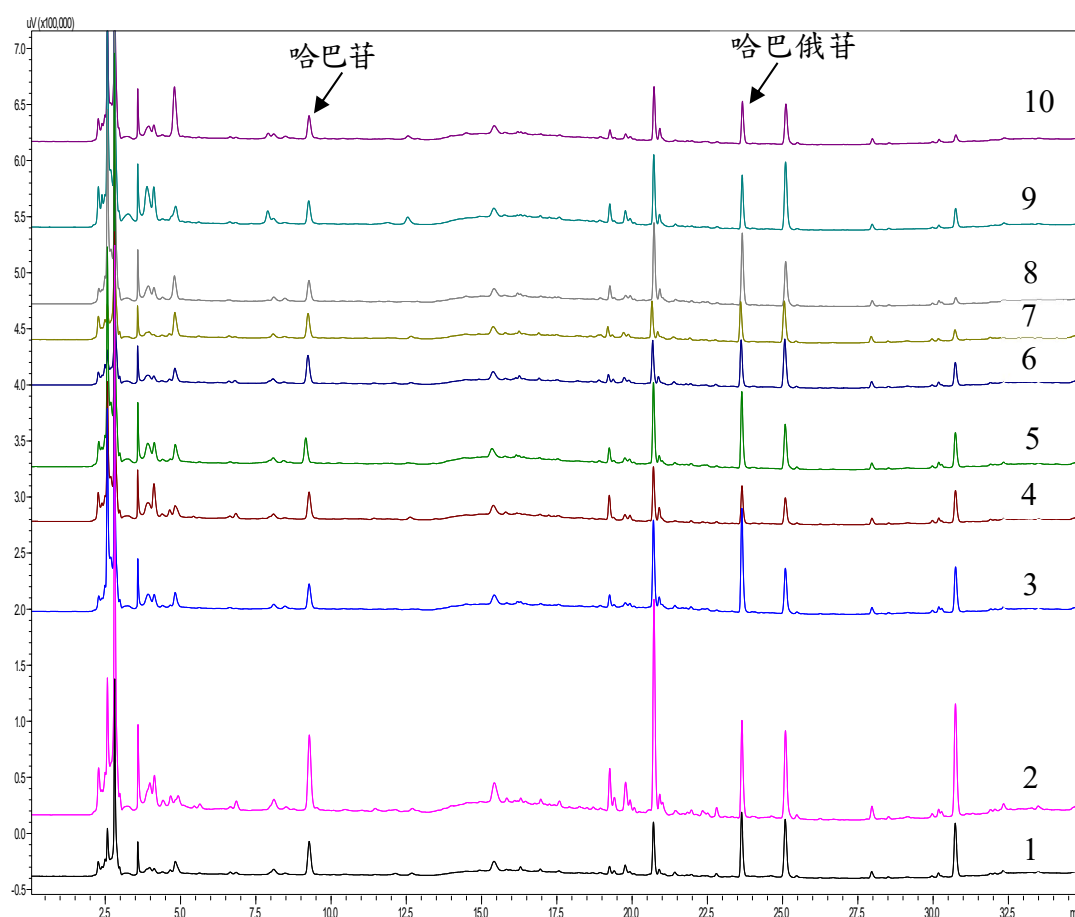
藥材編號 (No.)	哈巴苷含量 (%)	哈巴俄苷含量 (%)	哈巴苷與哈巴 俄苷總含量(%)
1 (NA)	0.558	0.179	0.737
2 (NC)	0.645	0.114	0.759
3 (NWB)	0.455	0.276	0.731
4 (CB2)	0.477	0.087	0.564
5 (CE)	0.418	0.198	0.616
6 (SK2)	0.478	0.115	0.593
7 (SK3)	0.429	0.094	0.523
8 (SK4)	0.341	0.181	0.522
9 (SK5)	0.410	0.135	0.545
10 (SUC)	0.401	0.100	0.501
平均值±S.D.	0.461±0.086	0.148±0.060	0.609±0.098

(十一) 玄參藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售玄參藥材檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (250 $\times$ 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：35 $^{\circ}$ C
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

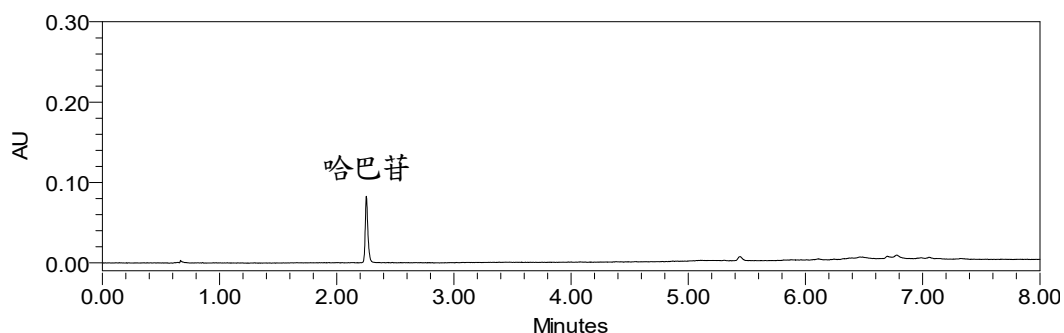
時間(min)	乙腈(%)	0.03%磷酸(v/v, %)
0	3	97
10	10	90
20	33	67
25	50	50
30	80	20
35	80	20



圖十、10 批玄參藥材之 HPLC 指紋圖譜

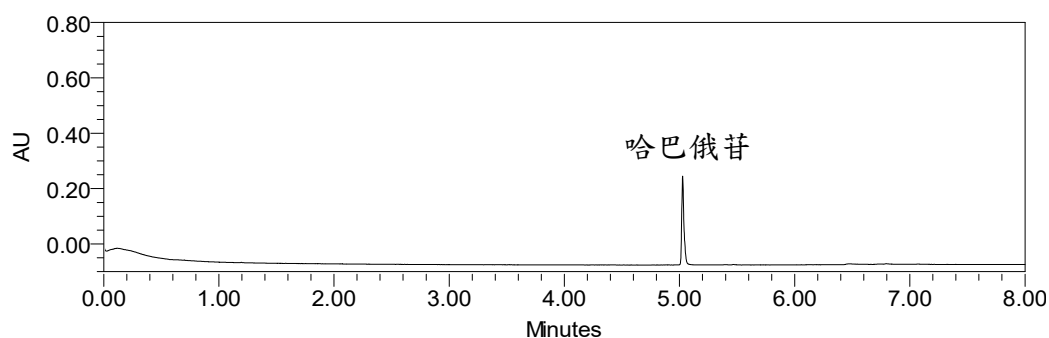
(十二) 對照標準品哈巴苷及哈巴俄苷之 UPLC 層析

於滯留時間 2.25 分鐘處顯示哈巴苷對照標準品波峰(圖十一)。



圖十一、哈巴苷對照標準品溶液之 UPLC 層析圖

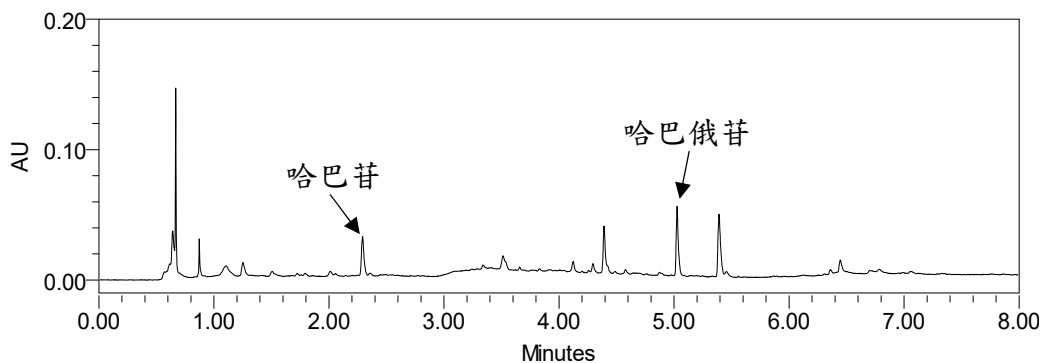
滯留時間 5.03 分鐘處顯示哈巴俄苷對照標準品波峰(圖十二)。



圖十二、哈巴俄苷對照標準品溶液之 UPLC 層析圖

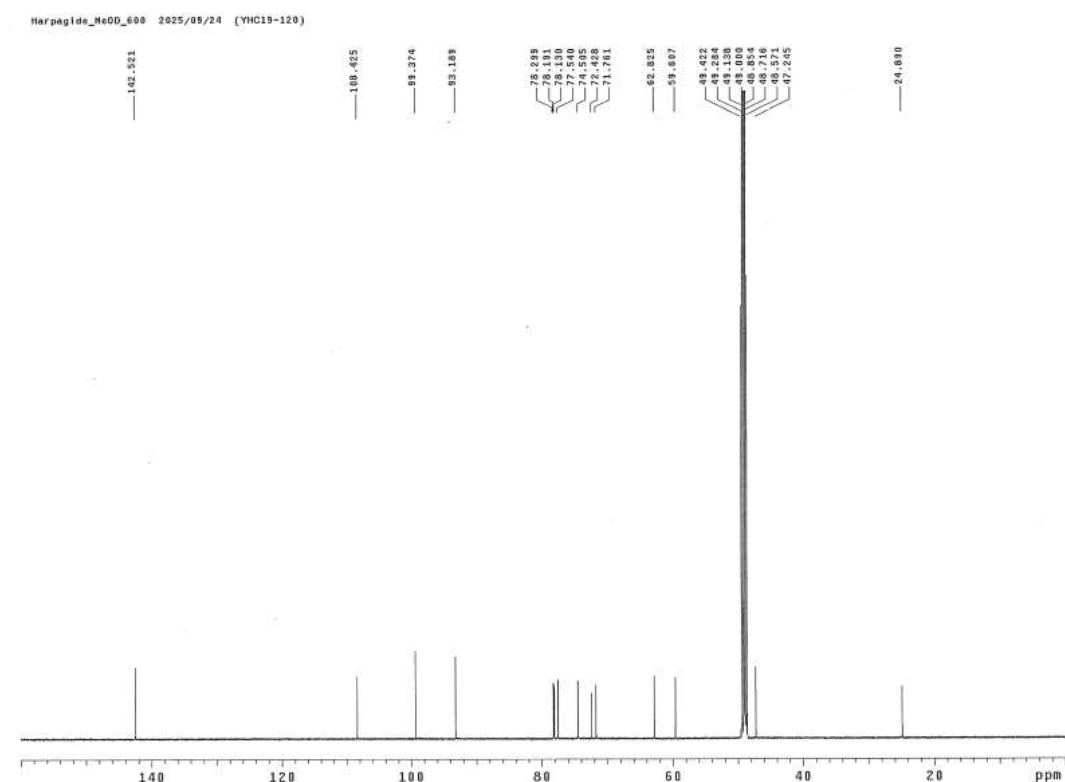
(十三) 市售玄參藥材檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.29 分鐘及 5.03 分鐘分別處顯示哈巴苷及哈巴俄苷波峰(圖十三)



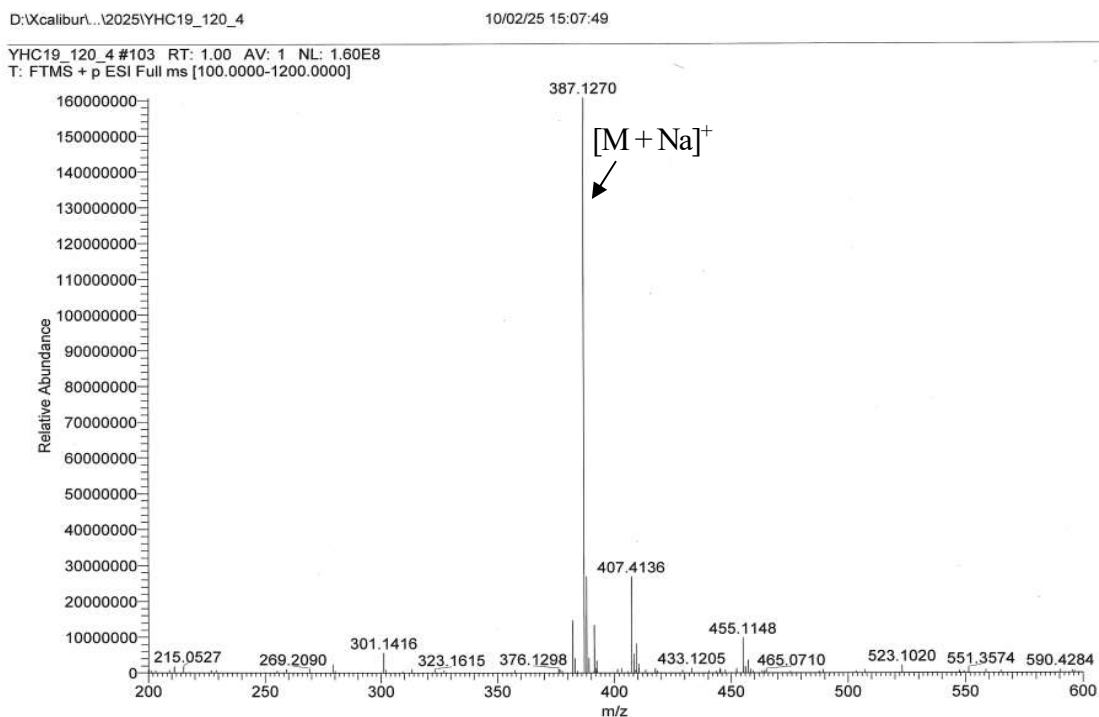
圖十三、市售玄參藥材檢品之 UPLC 層析圖

(十七) 哈巴苷的 ^{13}C NMR 圖譜



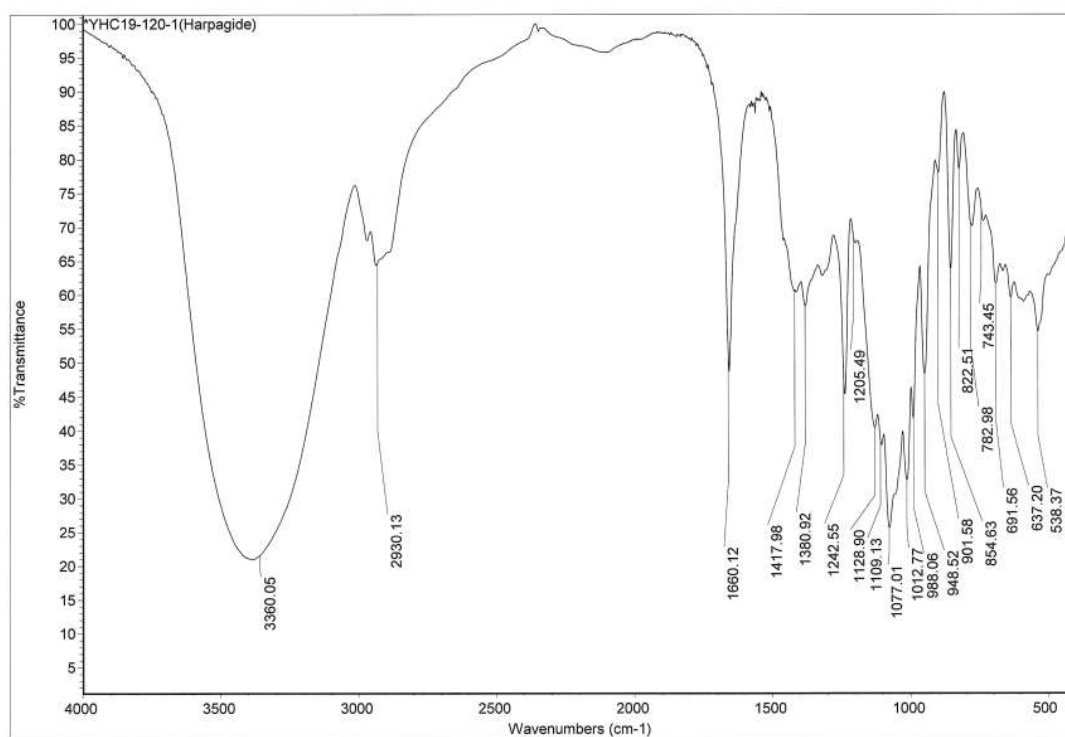
圖十五、哈巴苷的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 哈巴苷的 ESI-MS 圖譜



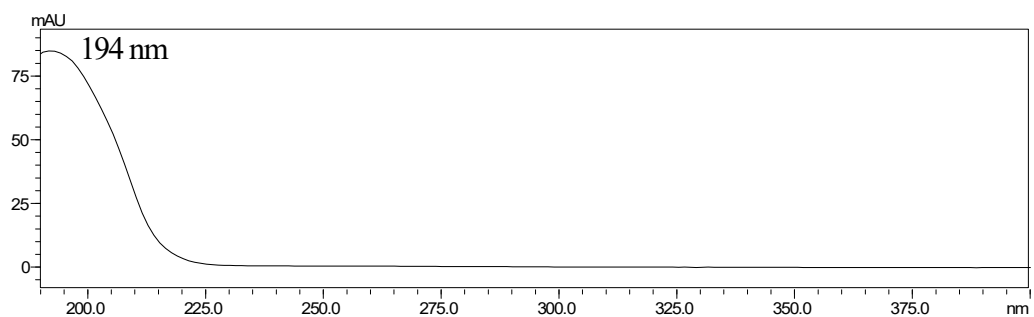
圖十六、哈巴苷的 ESI-MS 圖譜

(十九) 哈巴苷的 FTIR 圖譜



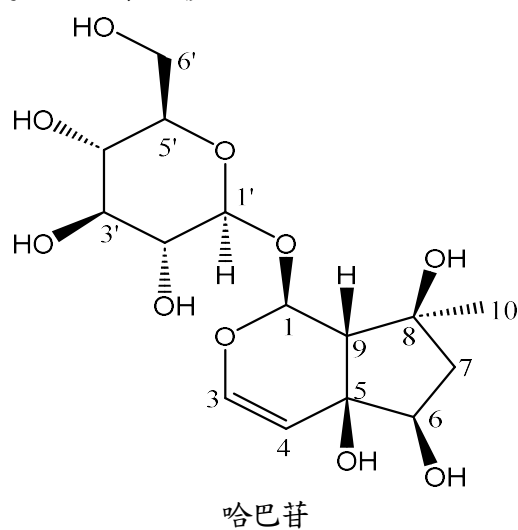
圖十七、哈巴苷的 FTIR 圖譜

(二十) 哈巴苷的 UV 圖譜



圖十八、哈巴苷的 UV 圖譜

(二十一) 哈巴苷的氫、碳化學位移

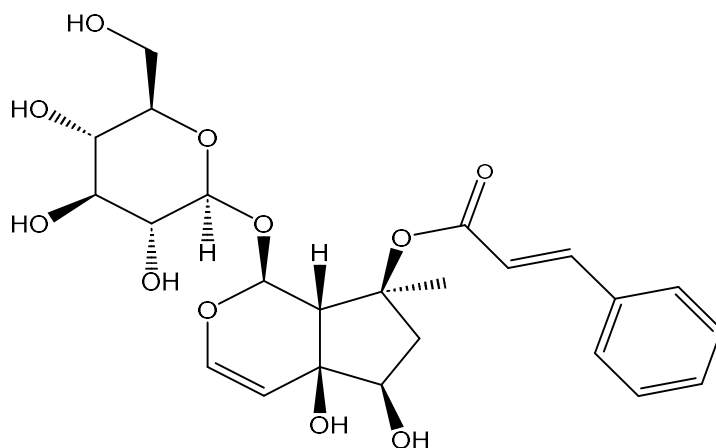


表九、哈巴苷的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

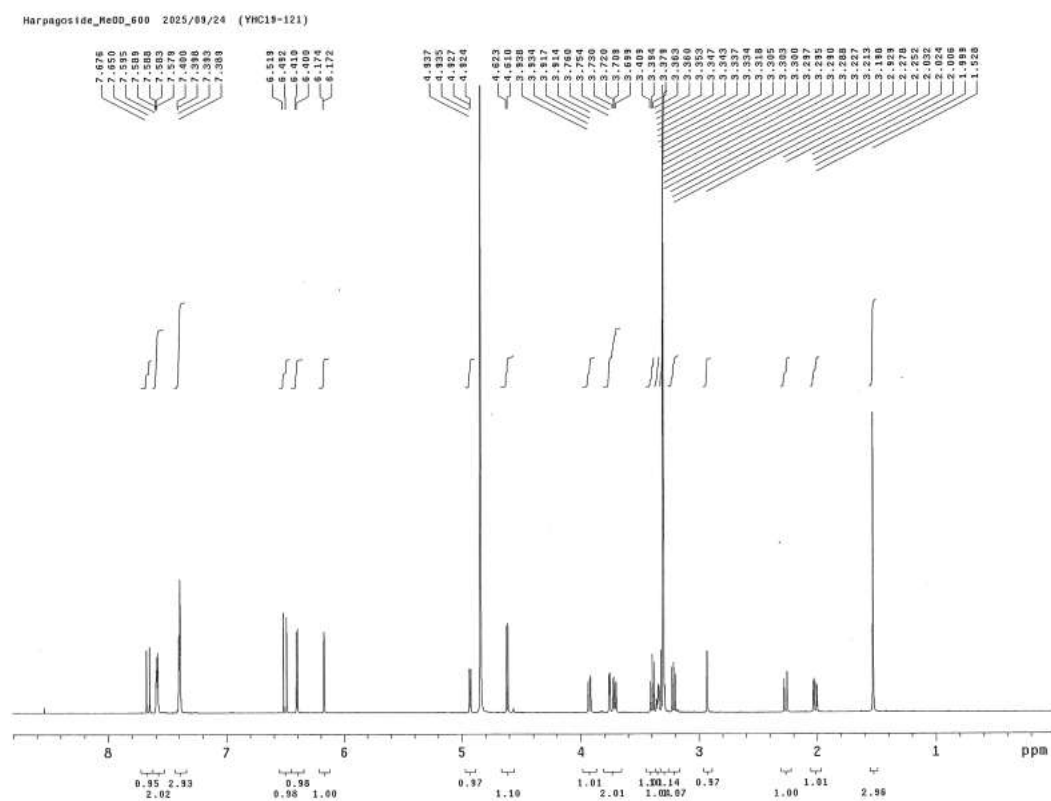
position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	5.72 (d, 1.2)	93.2
3	6.30 (d, 6.6)	142.5
4	4.94 (dd, 6.6, 1.8)	108.4
5	-	72.4
6	3.69 (t, 4.5)	78.2
7	1.78 (ddd, 13.8, 4.2, 1.2) 1.89 (dd, 13.8, 4.8)	47.2
8	-	78.3
9	2.53 (brs)	59.6
10	1.23 (s)	24.9
1'	4.56 (d, 7.8)	99.4
2'	3.20 (dd, 9.0, 7.8)	74.5
3'	3.37 (t, 9.0)	77.5
4'	3.27 (t, 7.8)	71.8
5'	3.30 (m)	78.1
6'	3.65 (dd, 12.0, 6.0) 3.88 (dd, 12.0, 1.8)	62.8

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

分子式：C₂₄H₃₀O₁₁；分子量：494.18；熔點：120–122 °C；白色粉末。
(二十三) 哈巴俄苷的結構

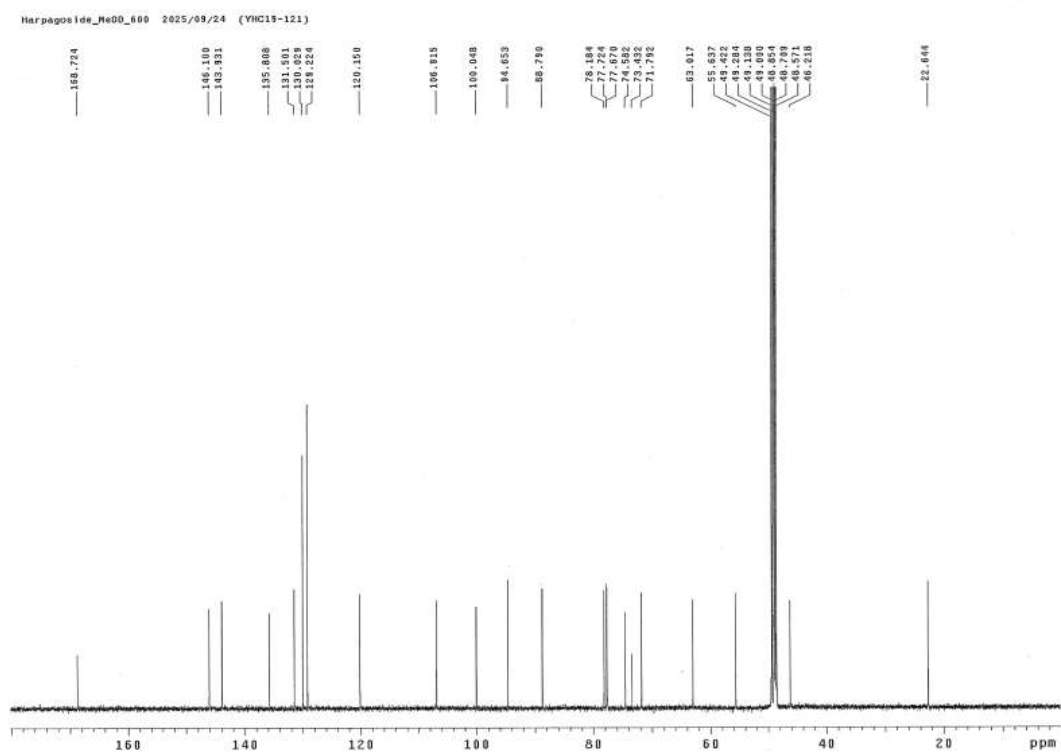


(二十四) 哈巴俄苷的 ^1H NMR 圖譜



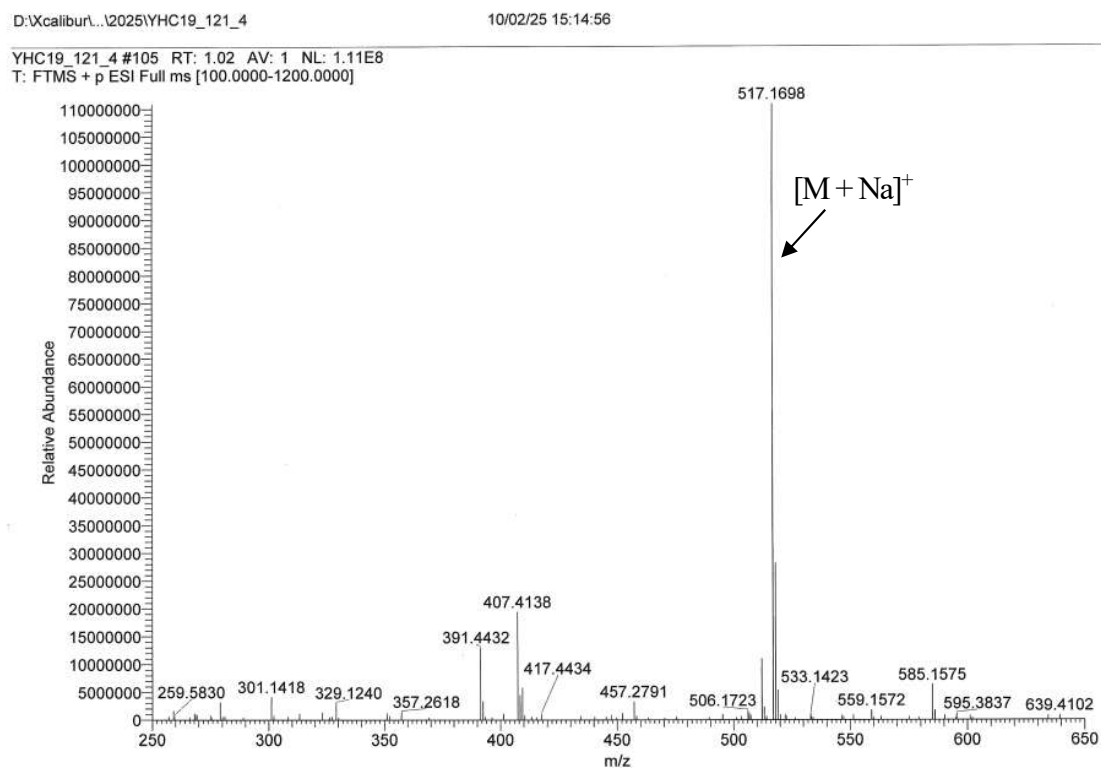
圖十九、哈巴俄苷的 ^1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(二十五) 哈巴俄苷的 ^{13}C NMR 圖譜



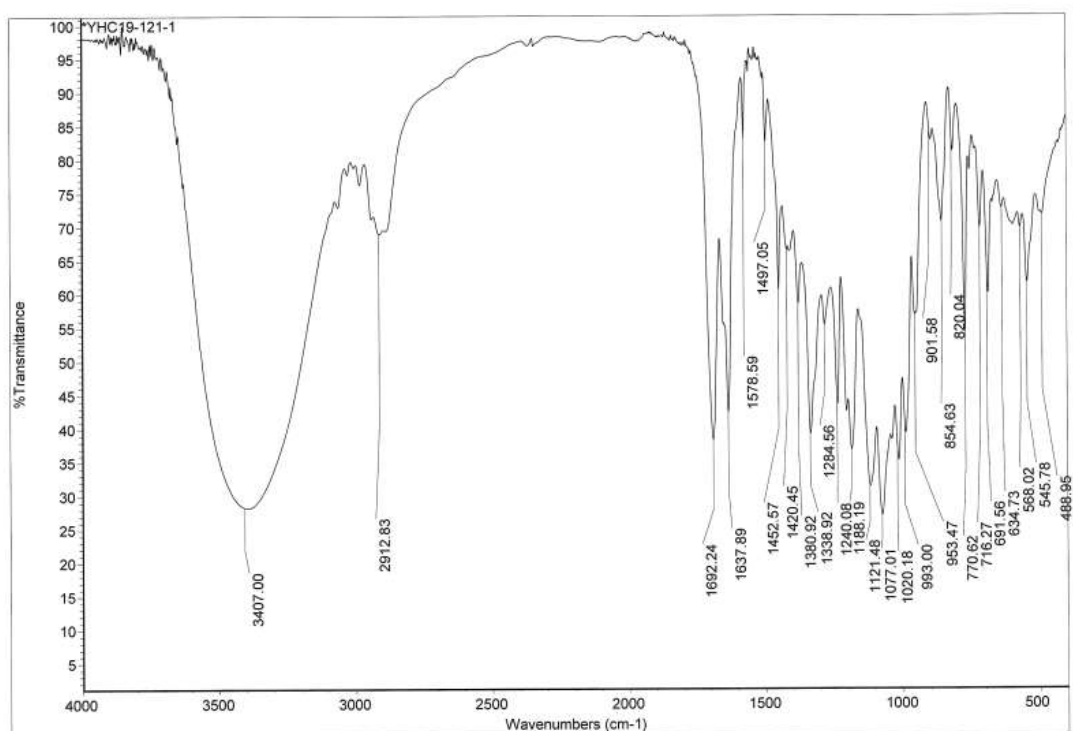
圖二十、哈巴俄苷的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(二十六) 哈巴俄苷的 ESI-MS 圖譜



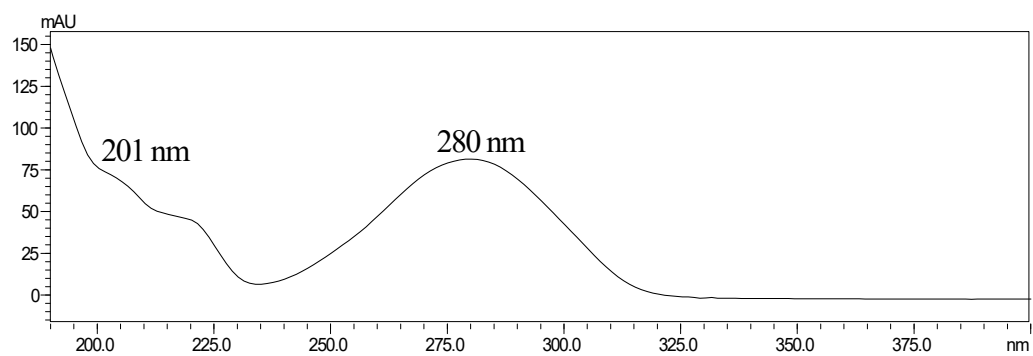
圖二十一、哈巴俄苷的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 哈巴俄苷的 FTIR 圖譜



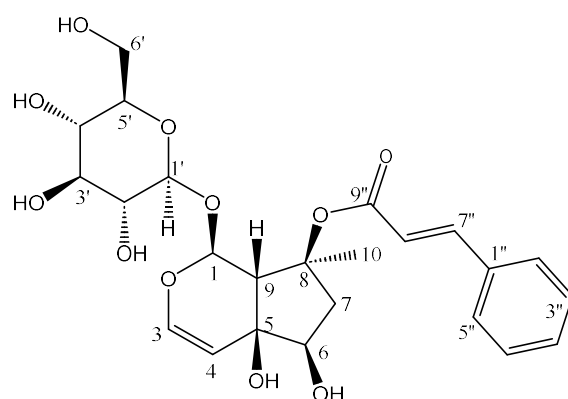
圖二十二、哈巴俄苷的 FTIR 圖譜

(二十八) 哈巴俄苷的 UV 圖譜



圖二十三、哈巴俄苷的 UV 圖譜

(二十九) 哈巴俄苷的氫、碳化學位移



哈巴俄苷

表十、哈巴俄苷的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)	position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	6.17 (d, 1.2)	94.7	1''	-	135.8
3	6.40 (d, 6.6)	143.9	2''	7.58 (dd, 8.4, 2.4)	129.2
4	4.93 (dd, 6.6, 1.8)	106.9	3''	7.39 (t, 8.4)	130.0
5	-	73.4	4''	7.39 (t, 8.4)	131.5
6	3.76 (brd, 3.6)	77.7	5''	7.39 (t, 8.4)	130.0
7	2.01 (dd, 15.6, 4.8) 2.26 (d, 15.6)	46.2	6''	7.58 (dd, 8.2, 2.4)	129.2
8	-	88.8	7''	7.66 (d, 15.6)	146.1
9	2.93 (brs)	55.6	8''	6.50 (d, 15.6)	120.2
10	1.53 (s)	22.6	9''	-	168.7
1'	4.62 (d, 7.8)	100.0			
2'	3.21 (dd, 9.0, 7.8)	74.5			
3'	3.39 (t, 9.0)	77.7			
4'	3.30 (m)	71.8			
5'	3.35 (ddd, 7.8, 6.0, 1.8)	78.2			
6'	3.71 (dd, 12.0, 6.0) 3.93 (dd, 12.0, 1.8)	63.0			

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

藥典	《臺灣中藥典》 -IV			《中國藥典》 2025版 一部	《香港中藥材標準》第四冊	自行研究		
對照標準品	哈巴苷、 哈巴俄苷			哈巴苷、 哈巴俄苷	哈巴苷、 哈巴俄苷	哈巴苷、 哈巴俄苷		
含量限度	哈巴苷和哈巴俄苷的總量不少於0.45%			同《臺灣中藥典》-IV	哈巴苷和哈巴俄苷的總量不少於0.45% 肉桂酸不少於0.03%	同《臺灣中藥典》-IV		
檢品溶液製備	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 50 mL,浸泡 1 小時,超音波振盪處理(功率 300 W,頻率 40 kHz) 45 分鐘,離心 10 分鐘(約 4000 × g),以 No.1 濾紙過濾,移入 50 mL 之容量瓶中,加 50%甲醇至刻度。			同《臺灣中藥典》-IV	準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 2.0 g,置 50 mL 離心管中,準確加入 30%乙醇 15 mL,超音波振盪處理(功率 300 W,頻率 40 kHz) 30 分鐘,離心 10 分鐘(約 4000 × g),以 No.1 濾紙過濾,殘渣部分重複提取 2 次,合併濾液,移入 50 mL 之容量瓶中,加 30%乙醇至刻度。	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 25 mL,超音波振盪處理(功率 300 W,頻率 40 kHz) 30 分鐘,離心 10 分鐘(約 4000 × g),以 No.1 濾紙過濾,殘渣部分重複提取 1 次,合併濾液,移入 50 mL 之容量瓶中,加 50%甲醇至刻度。		
色譜洗脫條件	時間 (min)	乙腈 (%)	0.03% 磷酸 (%)	同《臺灣中藥典》-IV	時間 (min)	乙腈 (%)	0.03% 磷酸 (%)	同《臺灣中藥典》-IV
	0	3	97		0	3	97	
	10	10	90		10	10	90	
	20	33	67		20	33	67	
	25	50	6.		25	50	6.	
	30	80	20		30	50	20	
	35	80	20					
檢測方法	檢測波長 210 nm			檢測波長 210 nm	檢測波長 哈巴苷210 nm 哈巴俄苷和肉桂酸280 nm	檢測波長 210 nm		

優缺點 說明及 建議				《臺灣中藥典》-IV 萃取方法0.5 g，置 50 mL 離心管中，準確加入50% 甲醇50 mL，放置1 小時，超音波振盪45分鐘處理，含量並沒較多且耗時。結果如下表
------------------	--	--	--	--

萃取方法	哈巴苷含量 (%)	哈巴俄苷含量 (%)	哈巴苷與哈巴 俄苷總含量(%)
《臺灣中藥典》-IV	0.250	0.164	0.414
自行	0.260	0.168	0.428

玄參

生藥名：SCROPHULARIAE RADIX

英文名： *Scrophularia Root*

基 原：本品為玄參科 Scrophulariaceae 植物玄參 *Scrophularia ningpoensis* Hemsl. 之乾燥根。

一、方法

(一) 檢品溶液 【萃取方法 1】《臺灣中藥典》第四版、《香港中藥材標準》第四冊 ✓

——取本品粉末 1.0 g，加 50%乙醇 10 mL，超音波振盪 10 分鐘，過濾，作為檢品溶液。

【萃取方法 2】《中華人民共和國藥典》2025 版

——取本品粉末 2.0 g，加甲醇 25 mL，浸泡 1 小時，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加水 25 mL 使之溶解，用水飽和正丁醇振搖提取 2 次，每次 30 mL，合併正丁醇液，蒸乾，殘渣加甲醇 5 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 溶 液 取哈巴俄苷(Harpagoside CAS No. 19210-12-9 廠牌普思生物科技，批號 25050802)及哈巴苷(Harpgide CAS No. 6926-8-5 廠牌普思生物科技，批號 24080703)對照標準品，分別加甲醇製成每 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、《香港中藥材標準》第四冊 ✓

——乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (4：1：0.1)

【展開劑 2】《中華人民共和國藥典》2025 版

——三氯甲烷：甲醇：水 (12：4：1)下層溶液

(五) 展 開 槽 10 cm × 10 cm、20 cm × 10 cm CAMAG 雙槽展開槽

(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，於紫外光(365 nm)照射下檢視之。

(八) Spike 配製 取採用萃取方法之檢品溶液 5，與對照標準品溶液哈巴俄苷，哈巴苷(5：2：2)混合，點注量 9 μL。

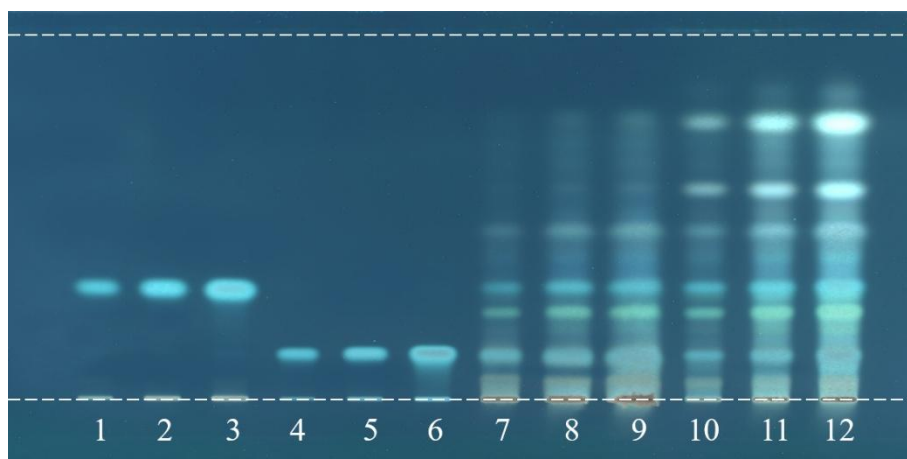
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：114/11/10

相對溼度(RH)：68%

溫度(RT)：23.5 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典》第四版——乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (4：1：0.1)
——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	哈巴俄苷(1.0 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	哈巴苷(1.0 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哈巴俄苷及哈巴苷，因《中國藥典》萃取方法花費時間長，且步驟冗長，故維持原《臺灣中藥典》之【萃取方法 1】。

建議點注量：哈巴俄苷 2 μ L，哈巴苷 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】5 μ L。

三、溶媒系統選擇

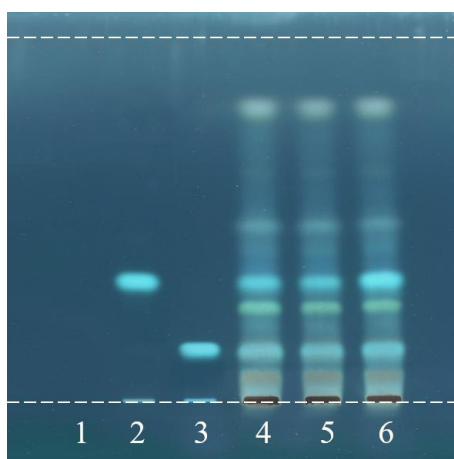
實驗日期：114/11/10

相對溼度(RH)：68%

溫度(RT)：23.5 °C

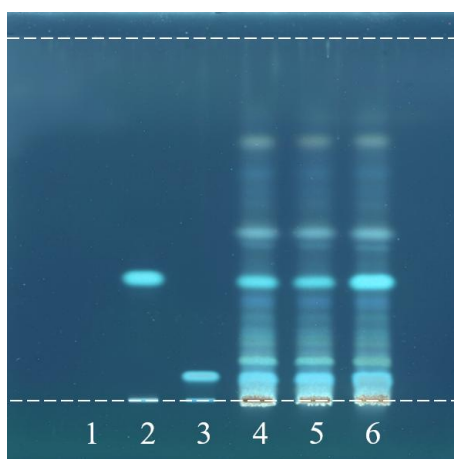
【展開劑 1】《臺灣中藥典》第四版——乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (4：1：0.1) ✓

【萃取方法 1】《臺灣中藥典》第四版——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(哈巴俄苷 R_f 值為 0.34，哈巴苷 R_f 值為 0.15)



【展開劑 2】《中華人民共和國藥典》2025 版——三氯甲烷：甲醇：水 (12：4：1)下層溶液

【萃取方法 1】《臺灣中藥典》第四版——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(哈巴俄苷 R_f 值為 0.31，哈巴苷 R_f 值<0.1)



1：Blank

4，5：檢品溶液 5

2：哈巴俄苷

6：Spike

3：哈巴苷

建議溶媒系統：以【萃取方法】方式，以《臺灣中藥典》之【展開劑】展開哈巴俄苷及哈巴苷，分離佳，故維持原《臺灣藥典》【展開劑 1】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：114/11/10

相對溼度(RH)：68%

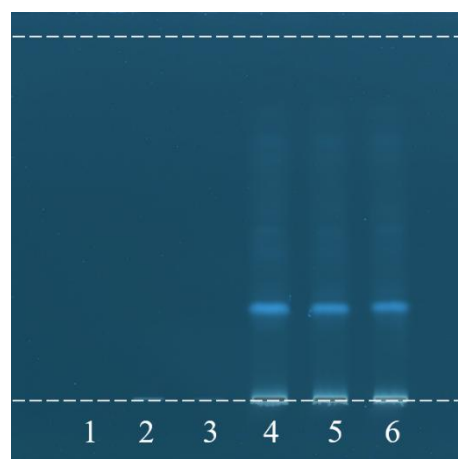
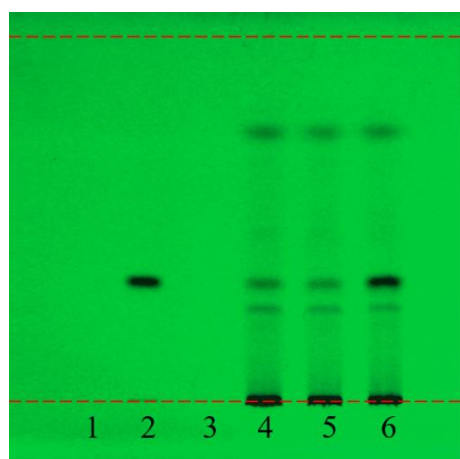
溫度(RT)：23.5 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典》第四版——乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (4：1：0.1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典》第四版 【萃取方法 1】《臺灣中藥典》第四版

—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

—HPTLC 紫外光(365 nm)檢出

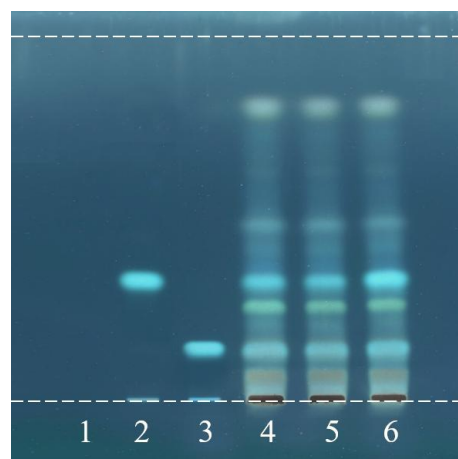
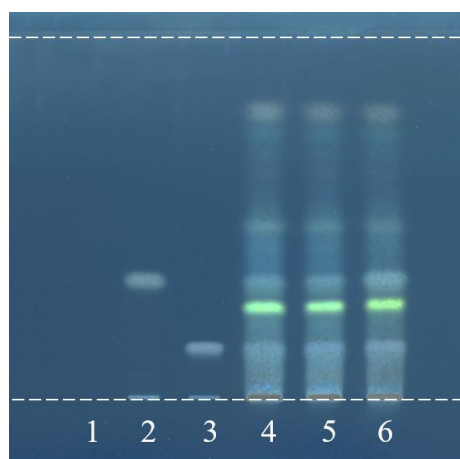


【萃取方法 1】《臺灣中藥典》第四版

—HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色後
紫外光(365 nm) 檢出

【萃取方法 1】《臺灣中藥典》第四版

—HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後
紫外光(365 nm) 檢出✓



1：Blank

4，5：檢品溶液 5

2：哈巴俄苷

6：Spike

3：哈巴苷

建議觀察方式：以 10%硫酸/乙醇試液顯色後，於紫外光(365 nm)，有較多明顯分離之條帶。

五、十批玄參藥材樣品檢測

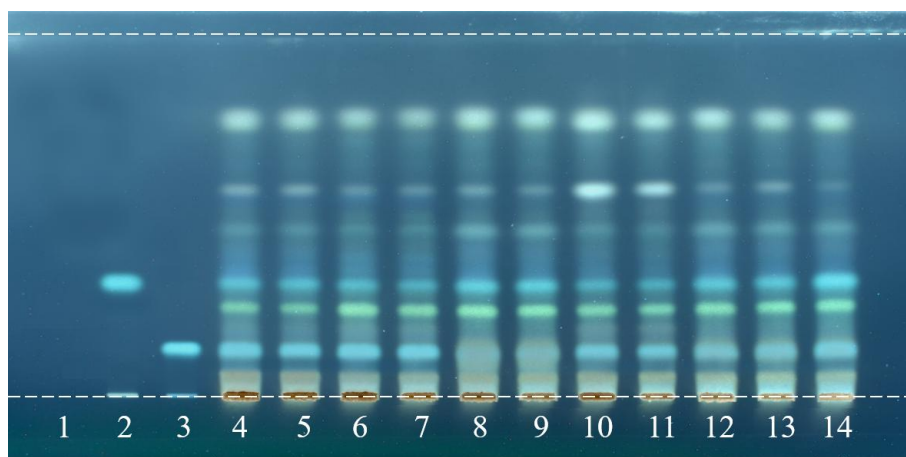
實驗日期：114/11/10

相對溼度(RH)：68%

溫度(RT)：23.5 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典》第四版——乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (4：1：0.1)

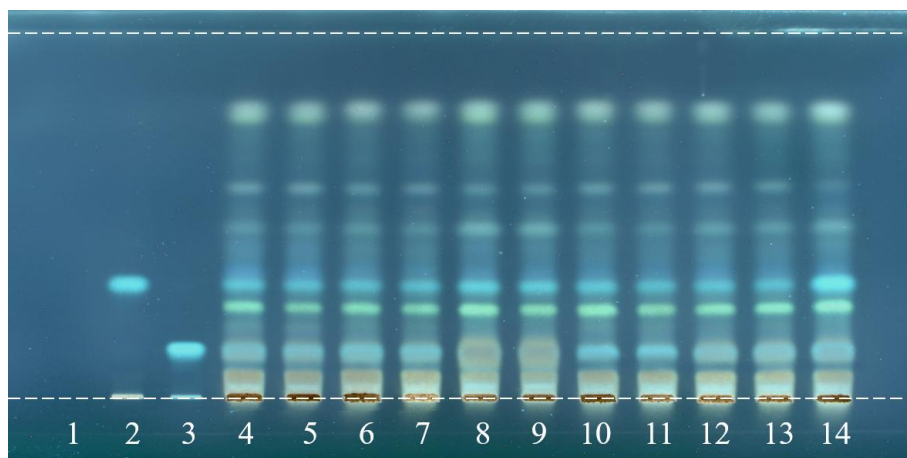
【萃取方法 1】《臺灣中藥典》第四版—HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	8, 9	檢品溶液 3 (NWB)
2	哈巴俄苷(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 4 (CB2)
3	哈巴俄苷(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 5 (CE)
4, 5	檢品溶液 1 (NA)	14	Spike (檢品溶液 5)
6, 7	檢品溶液 2 (NC)		

【展開劑 1】《臺灣中藥典》第四版——乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (4：1：0.1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典》第四版—HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	8, 9	檢品溶液 8 (SK4)
2	哈巴俄苷(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 9 (SK5)
3	哈巴苷(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 10 (SUC)
4, 5	檢品溶液 6 (SK2)	14	Spike (檢品溶液 5)
6, 7	檢品溶液 7 (SK3)		

結論與建議：以《臺灣中藥典》之【萃取方法 1】方式及《臺灣中藥典》之【展開劑 1】分離與檢出哈巴俄苷及哈巴苷較佳，以 10%硫酸/乙醇顯色後於紫外光(365 nm)檢視較佳。