

吳茱萸

(EUODIAE FRUCTUS)

吳茱萸 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

吳茱萸 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

吳茱萸 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.....	34
五、十批吳茱萸樣品檢測.....	35

吳茱萸

(EUODIAE 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吳茱萸的乾燥成熟果實。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：吳茱萸

生藥名：EUODIAE FRUCTUS

英文名：Euodia Fruit

基原：芸香科 Rutaceae 植物吳茱萸 *Euodia rutaecarpa* (Juss.) Benth. 的乾燥近

成熟果實。

採收加工：8~11 月果實尚未開裂時採收，剪下果枝，曬乾或乾燥（不超過 6℃），去除雜質。

藥材性狀：本藥材為吳茱萸的乾燥成熟果實，呈球形或略呈五角狀扁球形。表面

棕褐色至棕黑色，粗糙，有多數點狀凹陷。頂端有呈五角星狀的裂隙，

基部多留有短果柄與宿萼。質硬而脆，橫切面可見子房 5 室，每室有

淡黃色種子 1 粒。氣芳香濃郁，味辛辣，刺舌而苦。

生長分佈：常綠灌木或小喬木，花期 6~8 月，果期 9~10 月。生長於低海拔向陽的疏林下或林緣曠地。野生於山地、路旁或疏林下。分佈於長江流域

及華南一帶和陝西等地。主產貴州、廣西、湖南、雲南、陝西、浙江、

四川等地。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 外果皮表皮細胞 1 列。
2. 油室較大，分佈於中果皮薄壁細胞中。
3. 草酸鈣簇晶分佈於中果皮薄壁細胞，近內果皮處較密集。
4. 維管束散在中果皮內側。
5. 內果皮為數列較小的薄壁細胞，類長方形。

6. 非腺毛壁疣明顯，有的胞腔含棕黃色至棕紅色物。
7. 種子多未發育成熟。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末棕褐色。
2. 非腺毛由數個細胞組成，表面多有疣狀凸起，壁厚者表面較光滑，部分
內含深棕色物。
3. 腺毛呈長圓形或梨形，由 7~18 個細胞組成，充滿黃棕色分泌物。
4. 草酸鈣簇晶主要分佈在薄壁細胞中，偏光顯微鏡下呈多彩色。
5. 草酸鈣方晶較少，偏光顯微鏡下呈多彩色。
6. 石細胞偶見多呈黃色，類多角形或紡錘形，偏光顯微鏡下呈亮橙黃色。
7. 外果皮細胞表面氣孔甚多，不定式。

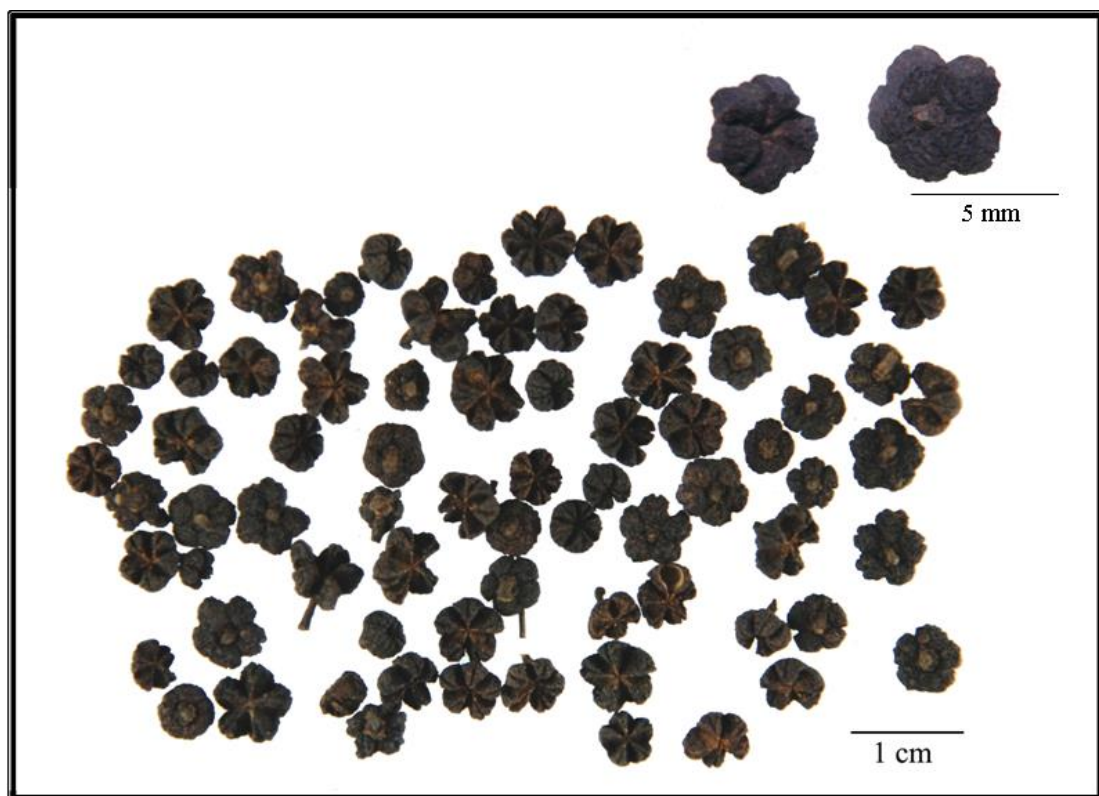


圖 1 吳茱萸藥材圖

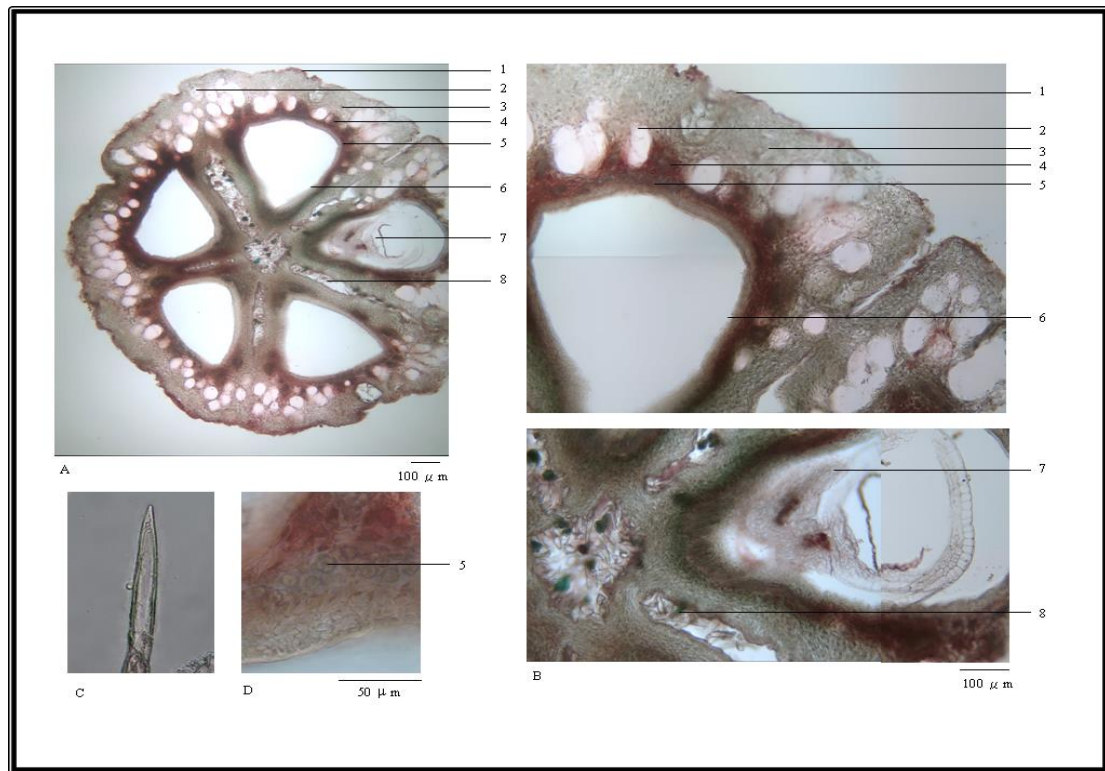


圖 2 吳茱萸橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.橫切面放大圖 C.非腺毛 D.草酸鈣簇晶

1.外果皮 2.油室 3.中果皮 4.維管束 5.草酸鈣簇晶 6.內果皮 7.種子 8.非腺毛

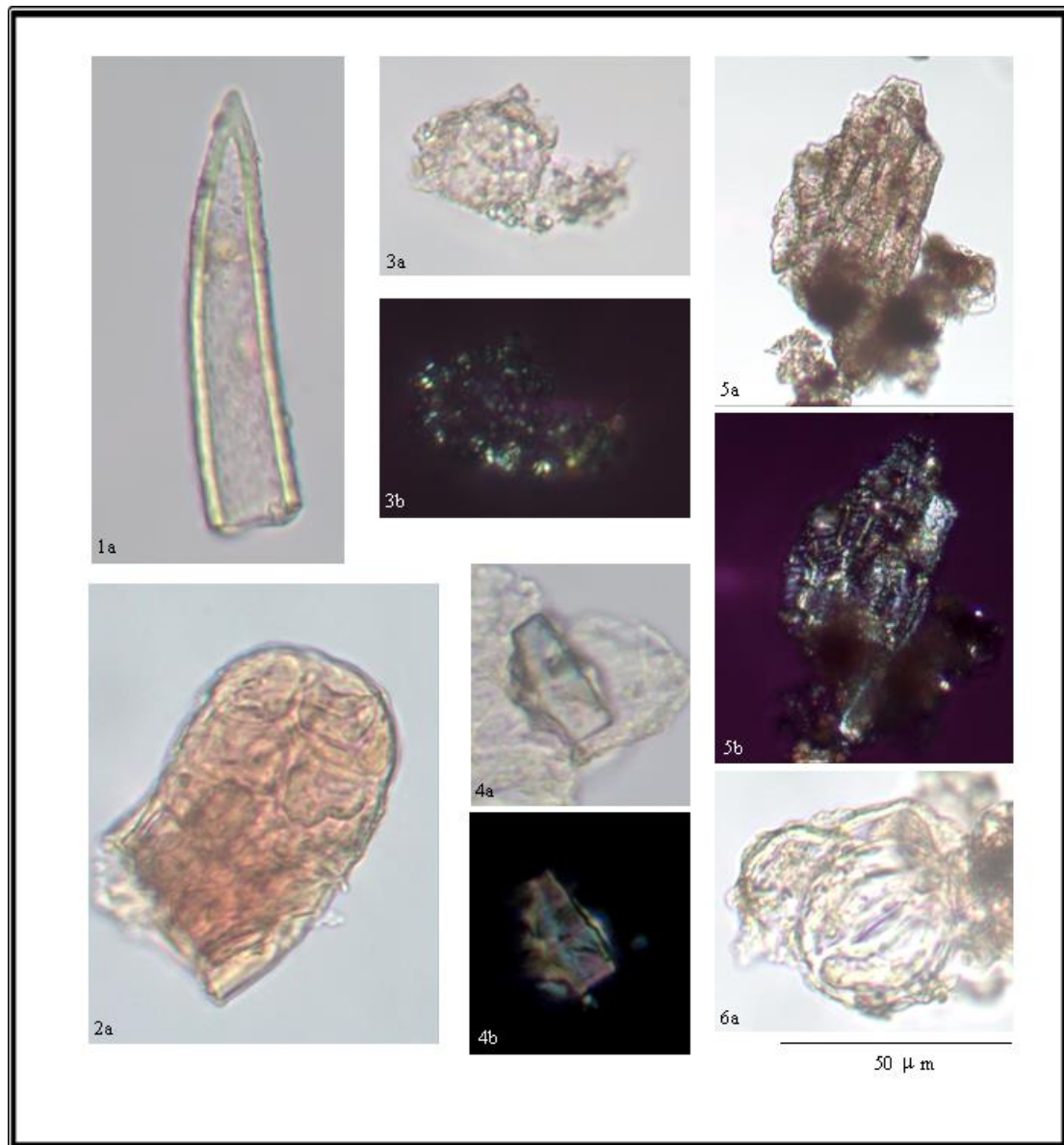


圖 3 吳茱萸粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 非腺毛 2. 腺毛 3. 草酸鈣簇晶 4. 草酸鈣方晶 5. 石細胞 6. 外果皮細胞具氣孔

參考文獻

1. 行政院衛生署中華藥典中藥集編修小組編輯 (2004)。中華中藥典第一版。台北市：行政院衛生署。82~83 頁。
2. 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。121~122 頁。
3. 張永勳、何玉玲等編輯 (2009)。中藥彩色圖鑑。台北：行政院衛生署中醫藥委員會。82 頁。
4. 張永勳、何玉玲總編輯 (2013)。台灣中藥典圖鑑。台北：衛生福利部。106 頁。
5. 張賢哲、蔡貴花編著 (2010)。中藥炮製學。台中：中國醫藥大學。406~408 頁。
6. 中國藥品生物製品檢定所、廣東省藥品檢驗所編著 (2011)。中國中藥材真偽鑑別圖典 3：常用種子、果實及皮類藥材分冊。廣東：廣東科技出版社。94~97 頁。
7. 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。63~77 頁。
8. 肖培根等編輯 (2001)。新編中藥志第二卷。北京：化學工業出版社。290 頁。
9. 徐國鈞、何宏賢、徐珞珊、金蓉鸞等編輯 (1996)。中國藥材學下冊。北京：中國醫藥科技出版社。1089~1092 頁。
10. 國家中醫藥管理局《中華本草》編委會編輯 (1999)。中華本草第 4 冊。上海：上海科學技術出版社。927~933 頁。
11. 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。232 頁。
12. 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。160 頁。
13. 趙中振、陳虎彪等編著 (2010)。常用中藥材鑑別圖典。香港：萬里機構·萬里書店。327 頁。
14. 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。348~349 頁。

吳茱萸(EUODIAE FRUCTUS)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店吳茱萸藥材共 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 EP-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 mm, 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；乙醇(95%)購自於國韶實業有限公司；乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich Co.；醋酸 (Acetic acid)購自於 J.T. Baker。

(二) 標準品

標準品吳茱萸鹼(Evodiamine)與吳茱萸次鹼(Rutaecarpine)自行純化，純度皆 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 130 mg，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、70%甲醇、乙醇、70%乙醇各 50 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)，以所測得每克重量之標準品吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼最大波峰面積為最佳吳茱萸萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 130 mg，置 50 mL 離心管中，準確加甲醇 50 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 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，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

準確稱取標準品吳茱萸鹼 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含吳茱萸鹼 1000 µg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 100 µg/mL 製成吳茱萸鹼對照標準品溶液；另準確稱取標準品吳茱萸次鹼 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含吳茱萸次鹼 1000 µg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 50 µg/mL 製成吳茱萸次鹼對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 130 mg，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 50 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)，取得上清液，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吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取吳茱萸鹼標準品儲備溶液(1000 µg/mL)適量，以甲醇稀釋製成含吳茱萸鹼分別為 250、200、150、100、50、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 。
2. 準確吸取吳茱萸次鹼標準品儲備溶液(1000 µg/mL)適量，以甲醇稀釋製成含吳茱萸次鹼分別為 200、150、100、50、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 。

(七) 精密度試驗

以吳茱萸鹼濃度為 100 µg/mL 與吳茱萸次鹼濃度為 50 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以吳茱萸鹼及吳茱萸次鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售吳茱萸粉末，依吳茱萸檢品溶液製備方法平行製備 5 份吳茱萸檢品溶液，進樣測定，以吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售吳茱萸粉末，依吳茱萸檢品溶液製備方法製備吳茱萸檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼的波峰面積為指標，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. 取已知吳茱萸鹼含量的吳茱萸藥材粉末 5 份，每份準確稱取各約 65 mg，分別加入約 3 mg 的吳茱萸鹼，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知吳茱萸次鹼含量的吳茱萸藥材粉末 5 份，每份準確稱取各約 65 mg，分別加入約 0.6 mg 吳茱萸次鹼，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 EP-C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 225 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%醋酸(v/v, %)
0	45	55
20	45	55

(十二) 臺灣市售吳茱萸含量測定

取 10 批市售吳茱萸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 公式計算樣品吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼的百分含量。

(十三) 吳茱萸檢品之 UPLC 層析條件

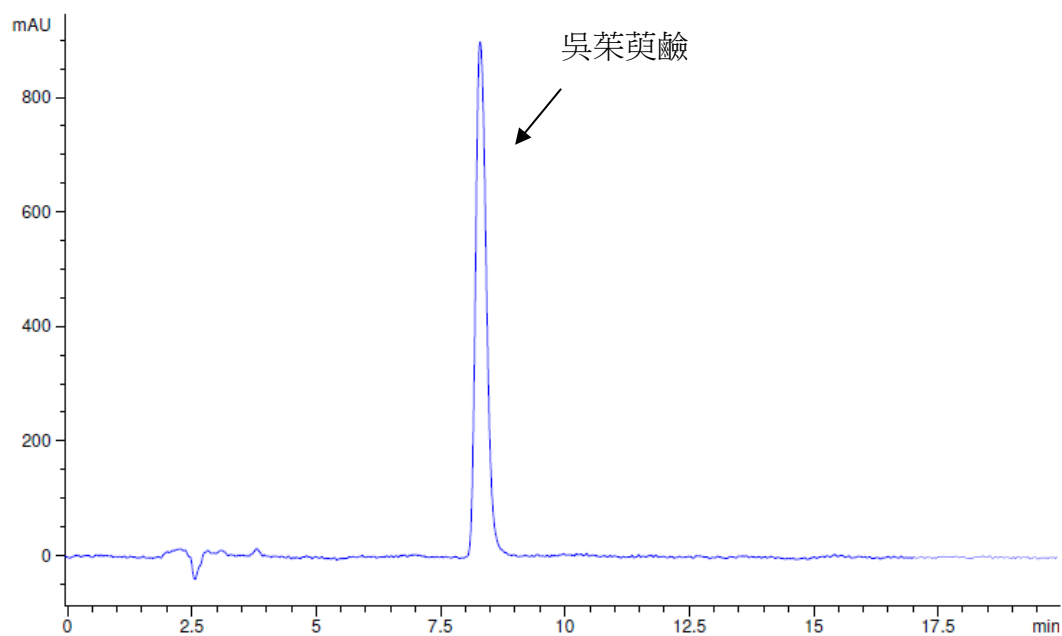
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 225 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.1%醋酸(v/v, %)
0	45	55
10	45	55

五、結果

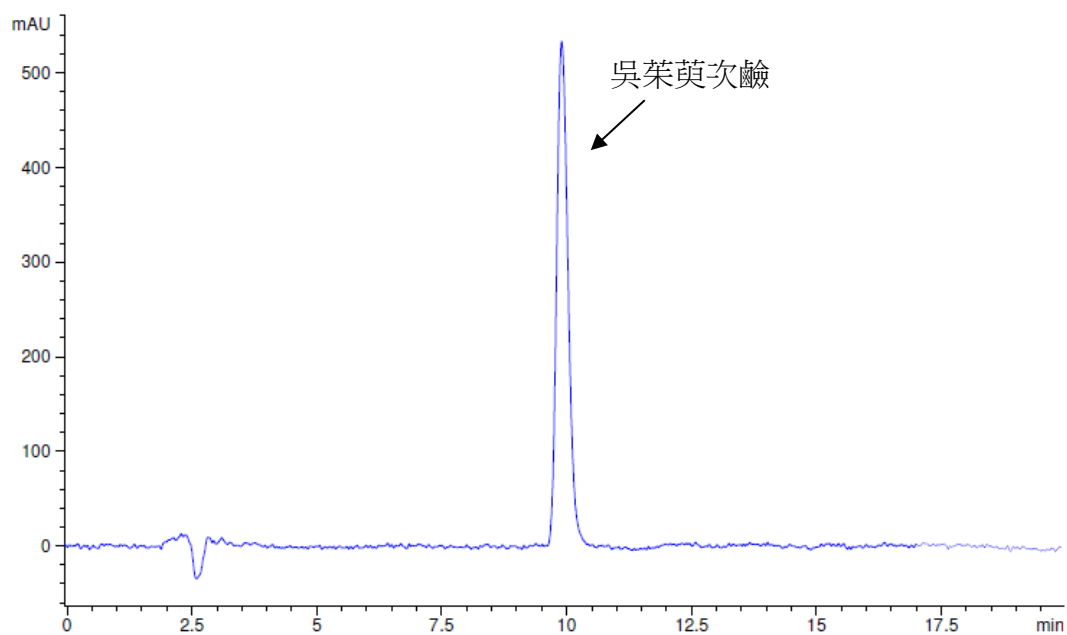
(一) 標準品吳茛萸鹼及吳茛萸次鹼之 HPLC 層析

於滯留時間 8.3 分鐘處顯示吳茛萸鹼標準品的波峰(圖一)。



圖一、吳茛萸鹼標準品溶液之 HPLC 層析圖

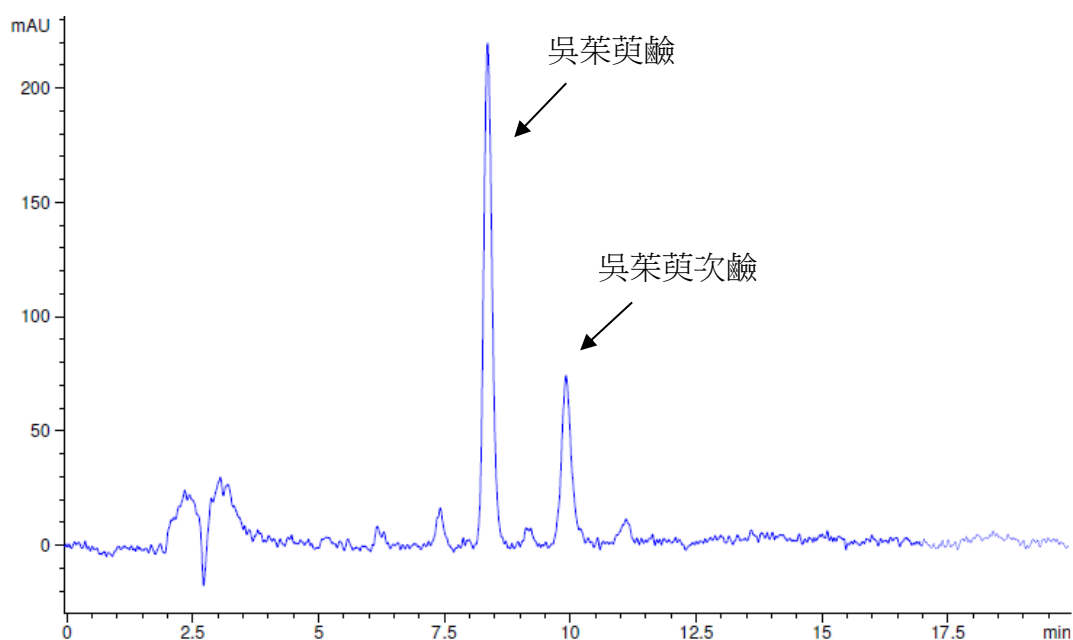
於滯留時間 9.9 分鐘處顯示吳茛萸次鹼標準品的波峰(圖二)。



圖二、吳茛萸次鹼標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售吳茱萸檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 8.3 分鐘與 9.9 分鐘分別顯示吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼的波峰(圖三)，吳茱萸鹼分離率(R)為 2.4，托尾因子(T)為 1.17，吳茱萸次鹼分離率(R)為 2.4，托尾因子(T)為 1.13，均在系統適用性要求內。



圖三、市售吳茱萸檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

以甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼的波峰面積最大，顯示甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	吳茱萸鹼波峰面積	吳茱萸次鹼波峰面積	最佳萃取
甲醇	3027.2	1374.2	√
70%甲醇	2469.5	1103.2	
乙醇	2655.6	1025.0	
70%乙醇	2499.2	920.5	

(四) 最佳萃取次數評估

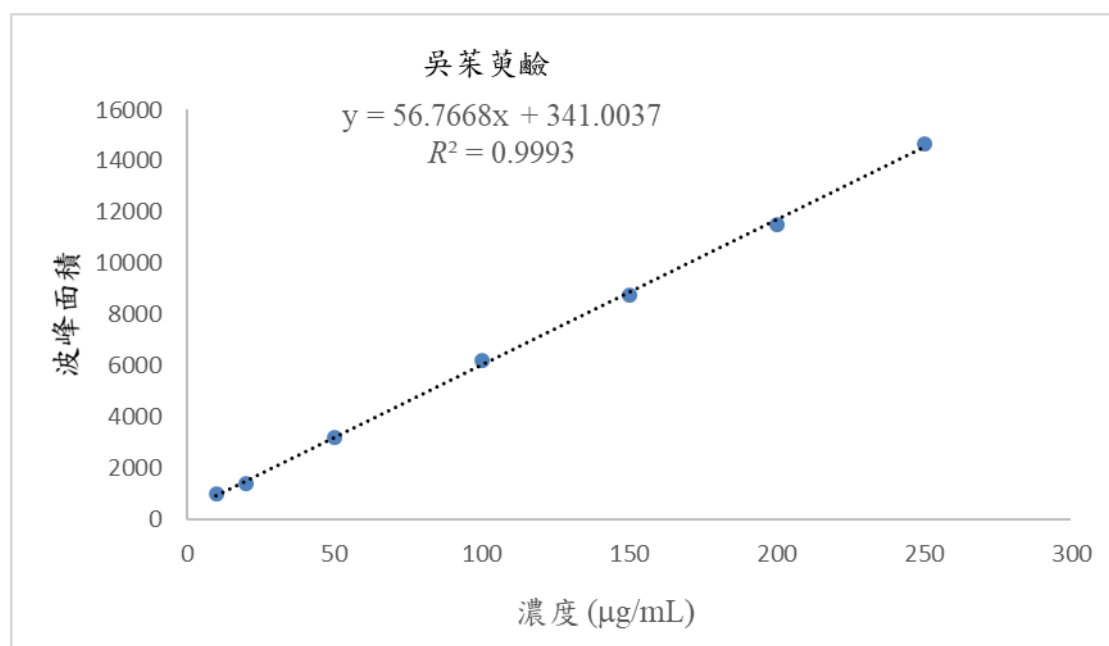
結果顯示萃取 2 次基本上已將吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、吳茱萸檢品萃取次數評估

甲醇萃取次數	吳茱萸鹼波峰面積	吳茱萸次鹼波峰面積
第 1 次	4961.9	2185.1
第 2 次	555.3	213.1
第 3 次	N.D.	N.D.

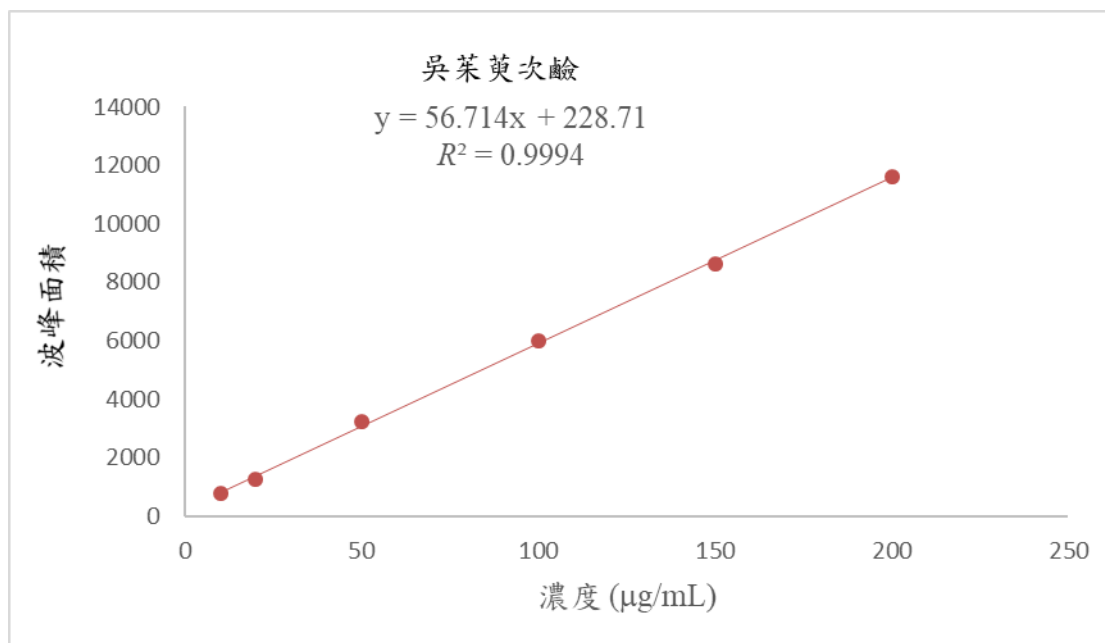
(五) 標準品吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼檢量線

經不同濃度吳茱萸鹼(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 $y = 56.7668x + 341.0037$ ， $R^2 = 0.9993$ ，顯示濃度在 10–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、標準品吳茱萸鹼之檢量線圖

經不同濃度吳茛莢次鹼(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 $y = 56.714x + 228.71$ ， $R^2 = 0.9994$ ，顯示濃度在 10–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、標準品吳茛莢次鹼之檢量線圖

表三、吳茛莢鹼與吳茛莢次鹼之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
吳茛莢鹼	10–250	$y = 56.7668x + 341.0037$	0.9993
吳茛莢次鹼	10–200	$y = 56.714x + 228.71$	0.9994

(六) 精密度試驗

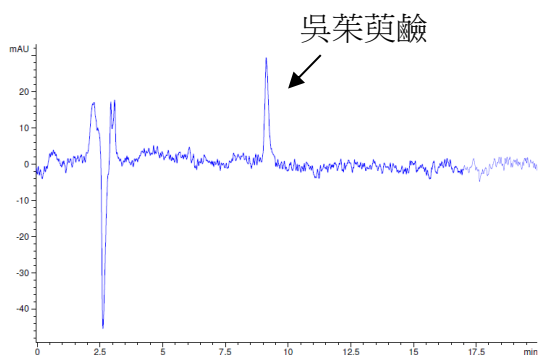
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，吳茛莢鹼與吳茛莢次鹼精密度之相對標準差分別為 1.23% 及 0.73%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

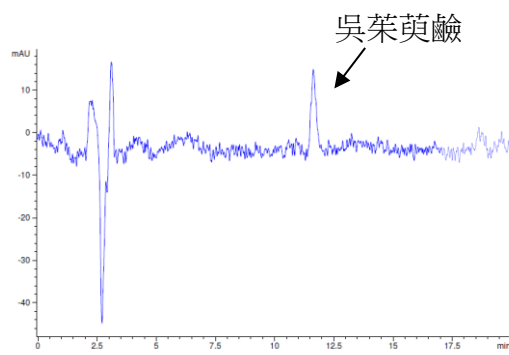
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，吳茛莢鹼與吳茛莢次鹼重複性之相對標準差分別為 2.02% 及 2.54%，均在系統適用性要求內。吳茛莢鹼與吳茛莢次鹼在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差分別為 1.73% 與 2.31%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

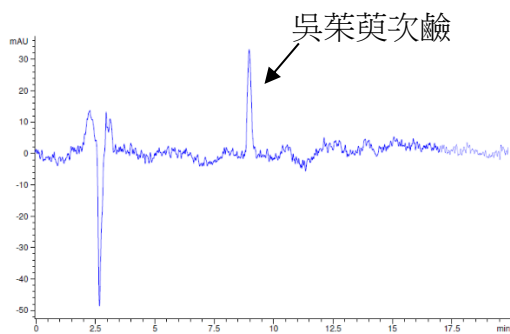
吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼偵測極限皆為 4.0 µg/mL (圖六) (圖七)，定量極限皆為 5.0 µg/mL (圖八) (圖九)。



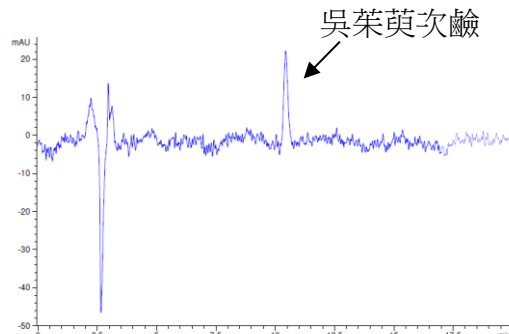
圖六、吳茱萸鹼之偵測極限層析圖



圖七、吳茱萸次鹼之偵測極限層析圖



圖八、吳茱萸鹼之定量極限層析圖



圖九、吳茱萸次鹼之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	吳茱萸鹼		吳茱萸次鹼	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	100 µg/mL	1.23	50 µg/mL	0.73
重複性 (n=5)	檢品溶液(No. 4)	2.02	檢品溶液(No.4)	2.54
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No. 4)	1.73	檢品溶液(No.4)	2.31
偵測極限 (n=1)	4.0 µg/mL	-	4.0 µg/mL	
定量極限 (n=1)	5.0 µg/mL	-	5.0 µg/mL	

(九) 添加回收率試驗

吳茱萸鹼平均添加回收率為 107.2%，相對標準偏差為 2.20%。

表五、吳茱萸鹼添加回收率

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	0.0643	1.96	3.02	5.14	105.3	107.16	2.20
2	0.0648	1.98	3.22	5.33	104.1		
3	0.0644	1.96	3.03	5.24	108.1		
4	0.0655	2.00	3.30	5.61	109.6		
5	0.0654	1.99	3.35	5.63	108.7		

吳茱萸次鹼平均添加回收率為 101.6%，相對標準偏差為 6.92%。

表六、吳茱萸次鹼添加回收率

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	0.0663	0.62	0.61	1.19	94.5	101.61	6.92
2	0.0665	0.62	0.65	1.30	105.1		
3	0.0664	0.62	0.62	1.20	93.5		
4	0.0662	0.62	0.63	1.29	107.5		
5	0.0669	0.62	0.69	1.36	107.5		

(十) 臺灣市售吳茱萸含量測定

10 批吳茱萸藥材之含量測定結果(乾燥品)如表七所示，吳茱萸鹼含量為 1.50%–6.30%，吳茱萸次鹼含量為 0.49%–1.72%，吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼總含量為 2.48%–8.03%。建議吳茱萸藥材指標成分吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼含量總和不得少於 0.2%。建議理論板數按吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼波峰計算應不低於 5000 (實際值為 11941 (吳茱萸鹼)、14916 (吳茱萸次鹼))。

表七、臺灣市售吳茱萸檢品之吳茱萸鹼與吳茱萸次鹼含量

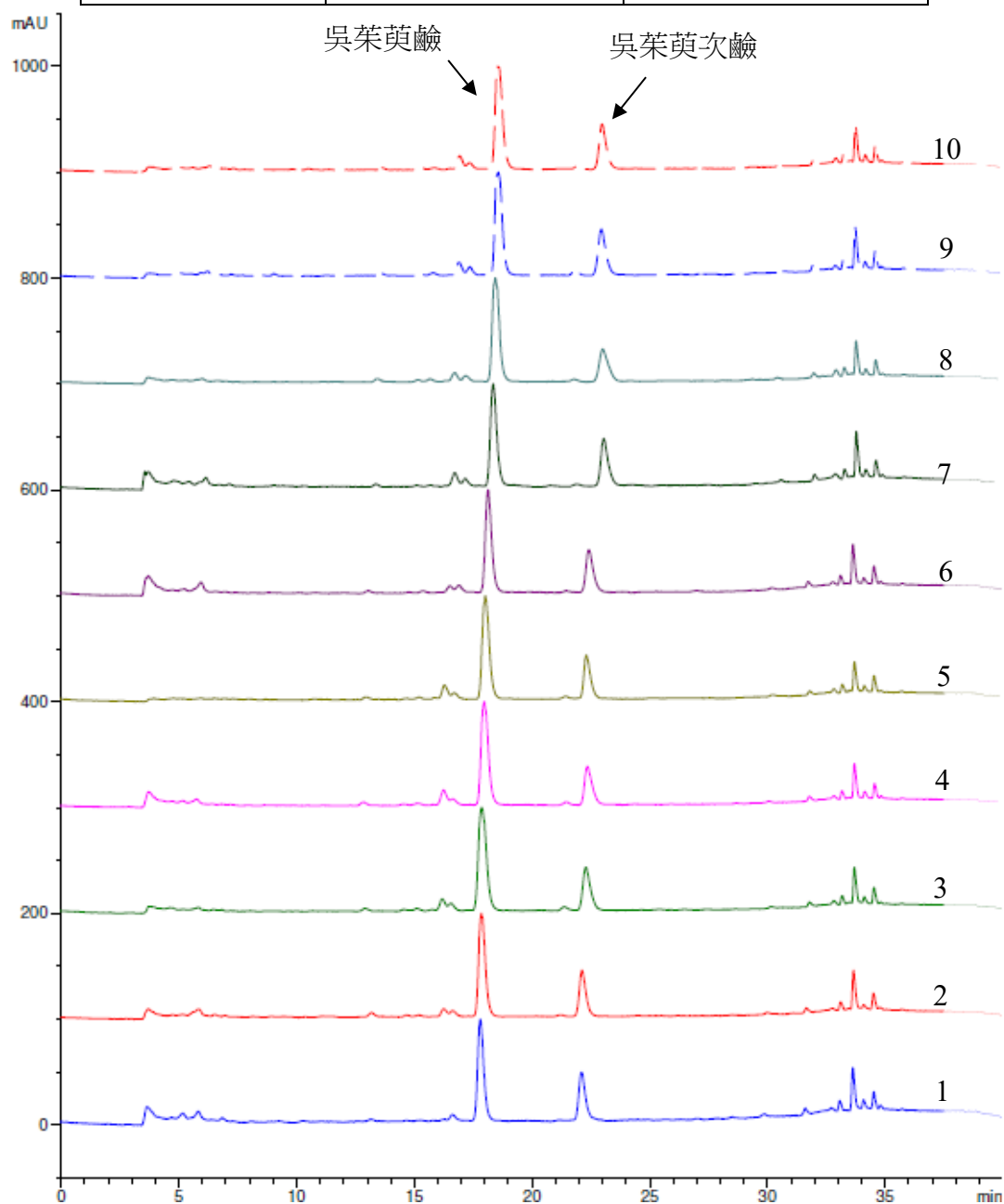
藥材編號(No.)	吳茱萸鹼含量(%)	吳茱萸次鹼含量(%)	總量(%)
1 (NC)	6.30	1.72	8.03
2 (SG)	2.47	0.92	3.40
3 (NJ)	5.08	1.42	6.50
4 (CD)	3.41	1.04	4.46
5 (MJ-4)	1.97	0.90	2.87
6 (NR)	4.01	1.11	5.12
7 (SE)	3.46	0.89	4.35
8 (SJ)	4.54	0.49	5.02
9 (MJ-3)	1.50	0.98	2.48
10 (NF)	3.94	1.02	4.96
平均值±S.D.	3.668±1.453	1.049±0.329	4.719±1.661

(十一) 吳茱萸藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售吳茱萸檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Agilent ZORBAX EP-C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 225 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：

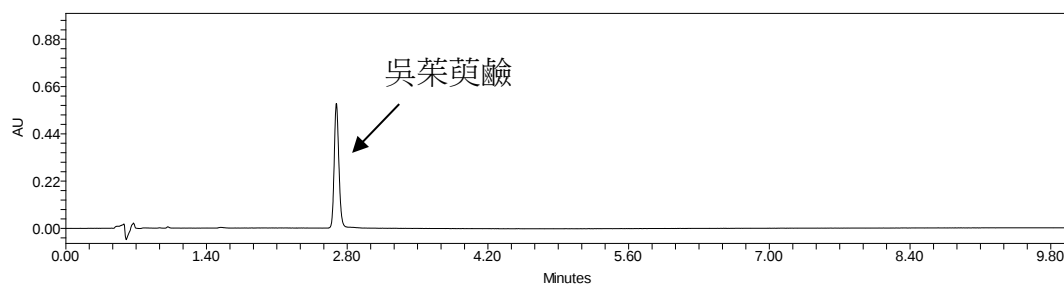
時間(min)	乙腈(%)	0.1%醋酸(v/v, %)
0	45	55
40	45	55



圖十、10 批吳茱萸藥材之 HPLC 指紋圖譜

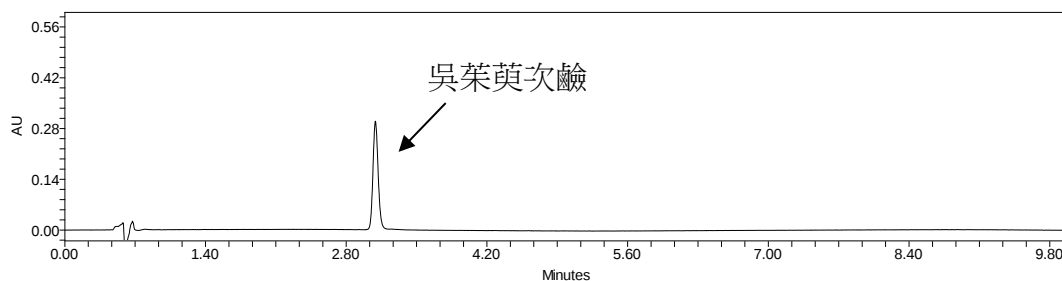
(十二) 標準品吳茛萸鹼與吳茛萸次鹼之 UPLC 層析

於滯留時間 2.7 分鐘處顯示吳茛萸鹼標準品的波峰(圖十一)。



圖十一、吳茛萸鹼標準品溶液之 UPLC 層析圖

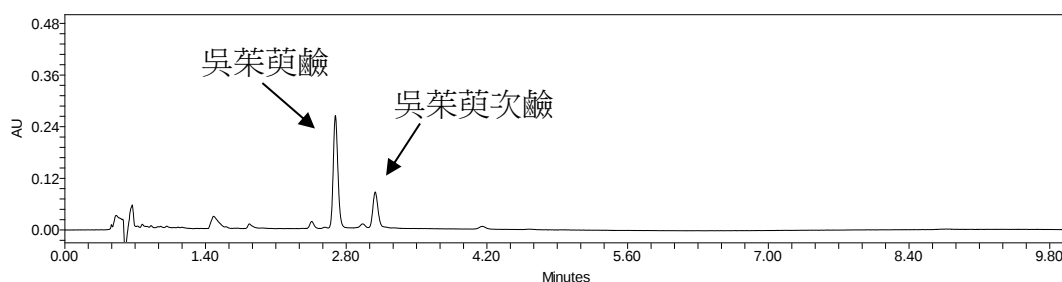
於滯留時間 3.1 分鐘處顯示吳茛萸次鹼標準品的波峰(圖十二)。



圖十二、吳茛萸次鹼標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售吳茛萸檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.69 分鐘及 3.09 分鐘處分別顯示吳茛萸檢品中吳茛萸鹼與吳茛萸次鹼的波峰(圖十三)。

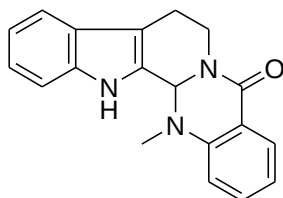


圖十三、市售吳茛萸檢品之 UPLC 層析圖

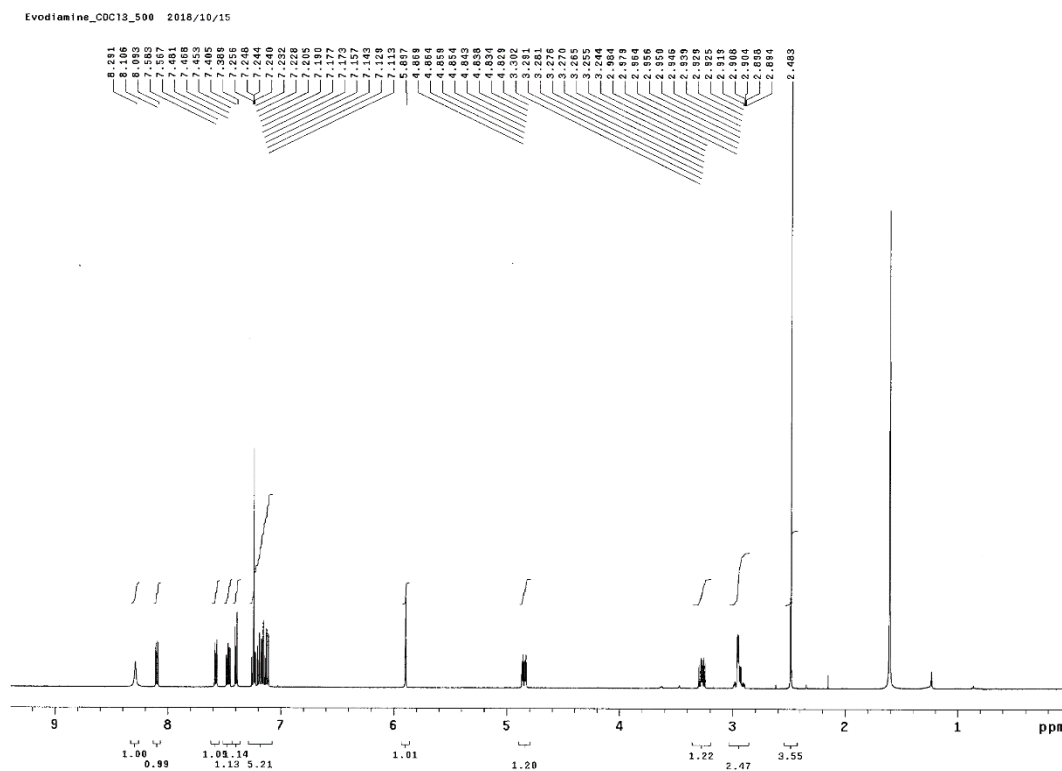
(十四) 吳茱萸鹼的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{19}H_{17}N_3O$ ；分子量：303.4；熔點：283 °C；黃色固體。

(十五) 吳茱萸鹼的結構

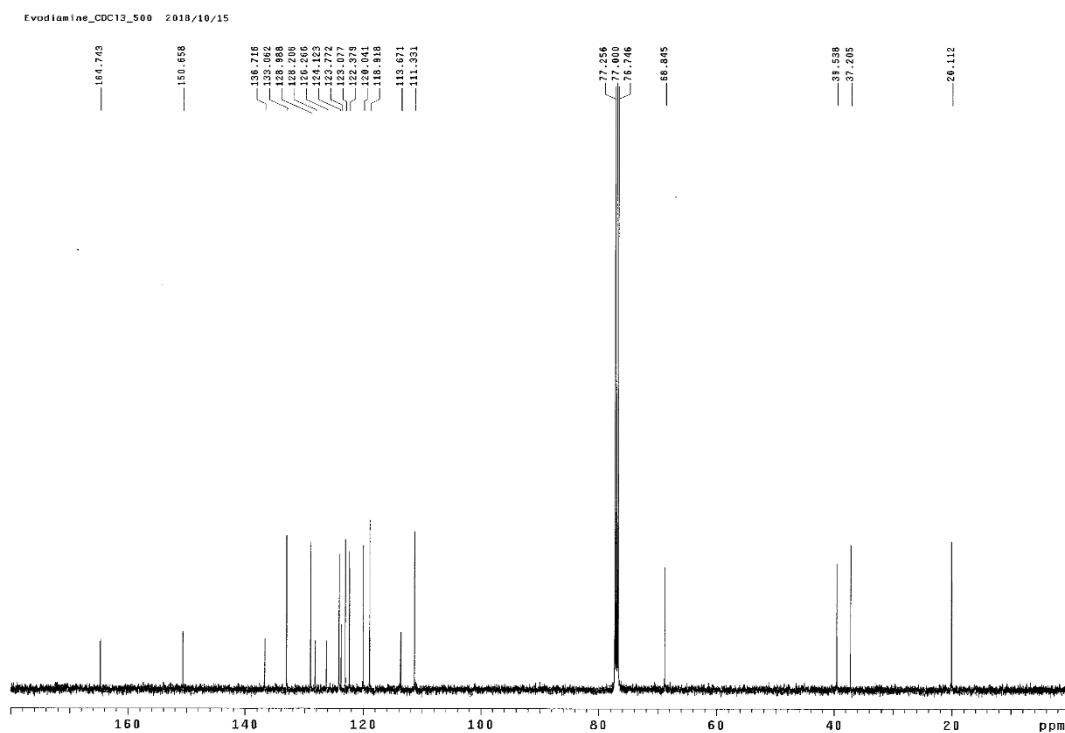


(十六) 吳茱萸鹼的 1H NMR 圖譜



圖十四、吳茱萸鹼的 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

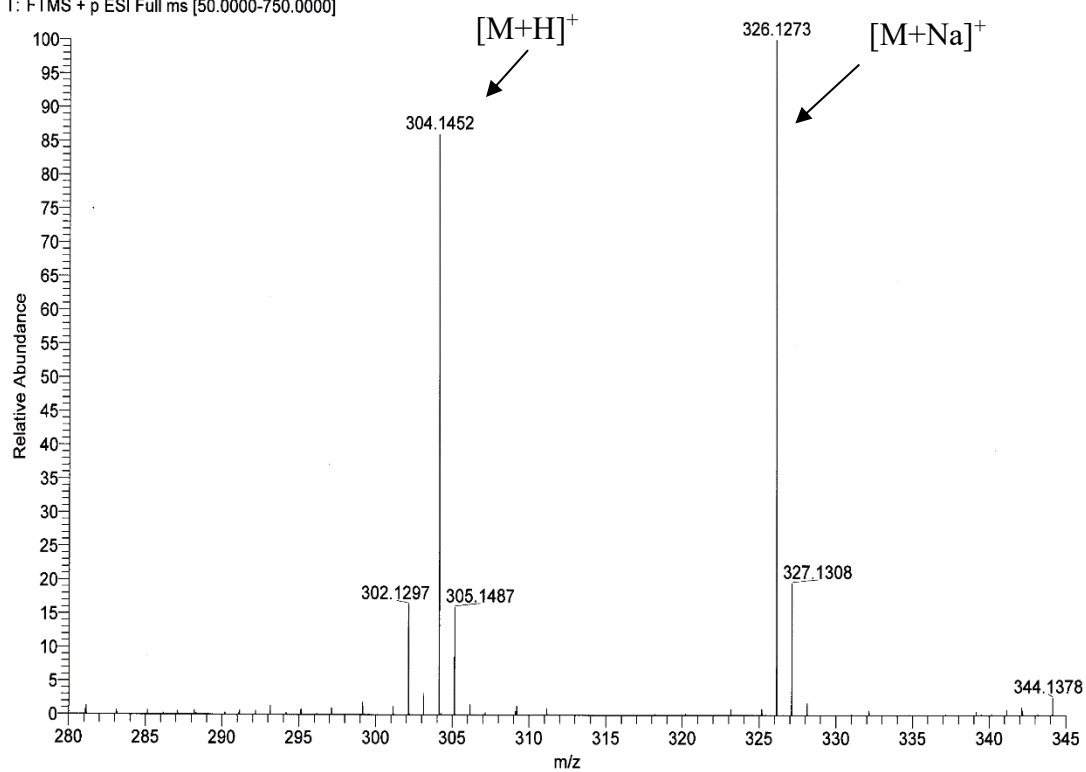
(十七) 吳茱萸鹼的 ^{13}C NMR 圖譜



圖十五、吳茱萸鹼的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

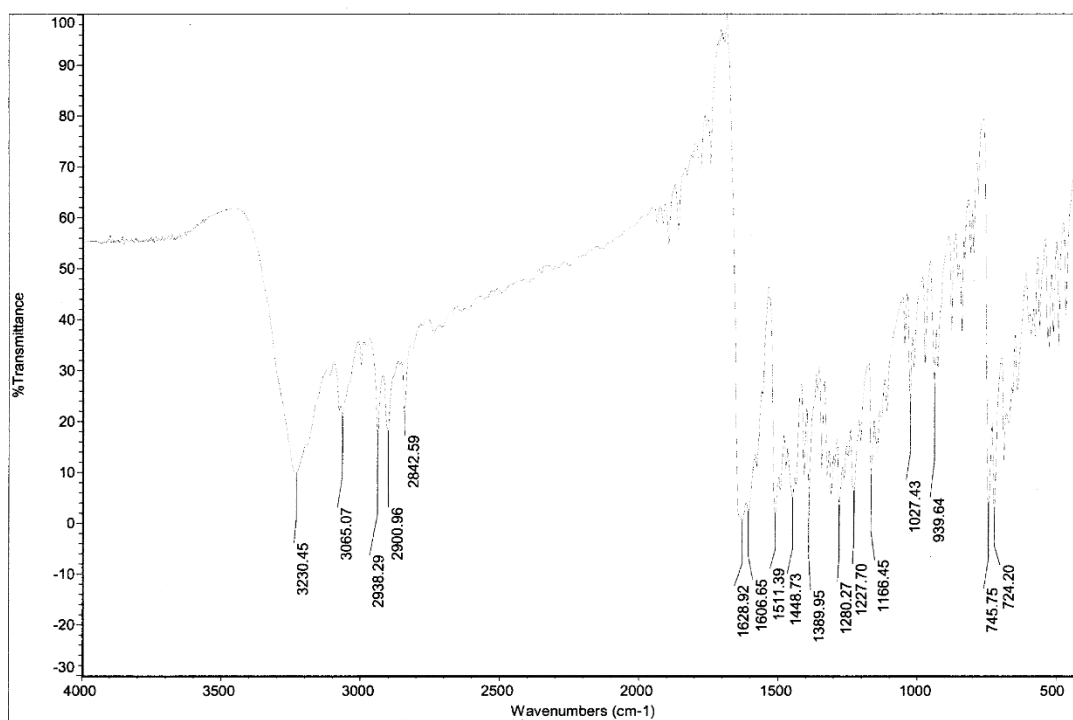
(十八) 吳茱萸鹼的 ESI-MS 圖譜

Evodiamine #119 RT: 1.16 AV: 1 NL: 8.29E7
T: FTMS + p ESI Full ms [50.0000-750.0000]



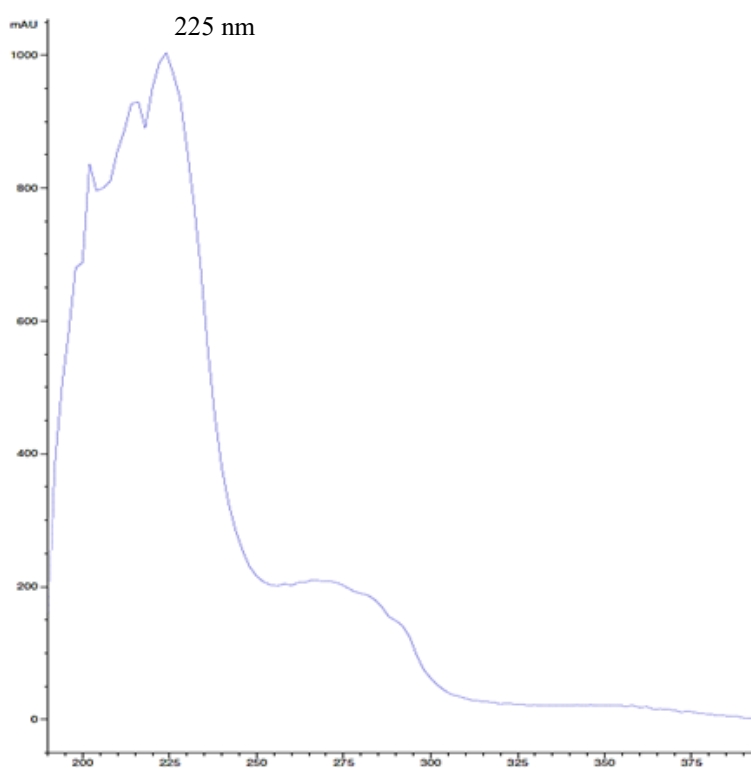
圖十六、吳茱萸鹼的 ESI-MS 圖譜

(十九) 吳茱萸鹼的 FTIR 圖譜



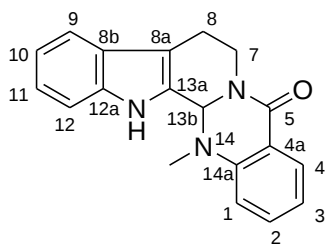
圖十七、吳茱萸鹼的 FTIR 圖譜

(二十) 吳茱萸鹼的 UV 圖譜



圖十八、吳茱萸鹼的 UV 圖譜

(二十一) 吳茱萸鹼的氫、碳化學位移



吳茱萸鹼

表八、吳茱萸鹼的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

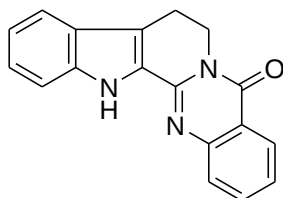
position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	7.12 (dd, 8.0, 0.5)	122.4
2	7.45–7.48 (m)	133.1
3	7.17–7.21 (m)	124.1
4	8.10 (dd, 8.0, 1.5)	129.0
4a	-	123.8
5	-	164.7
7	3.24–3.30 (m), 4.83–4.87 (m)	39.5
8	2.89–2.99 (m)	20.1
8a	-	113.7
8b	-	126.3
9	7.58 (d, 8.0)	118.9
10	7.14–7.26 (m)	120.0
11	7.23–7.33 (m)	123.1
12	7.38–7.64 (m)	111.3
12a	-	136.7
13a	-	128.2
13b	5.90 (s)	68.8
14a	-	150.7
14-CH ₃	2.48 (s)	37.2
NH	8.29 (br s)	-

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

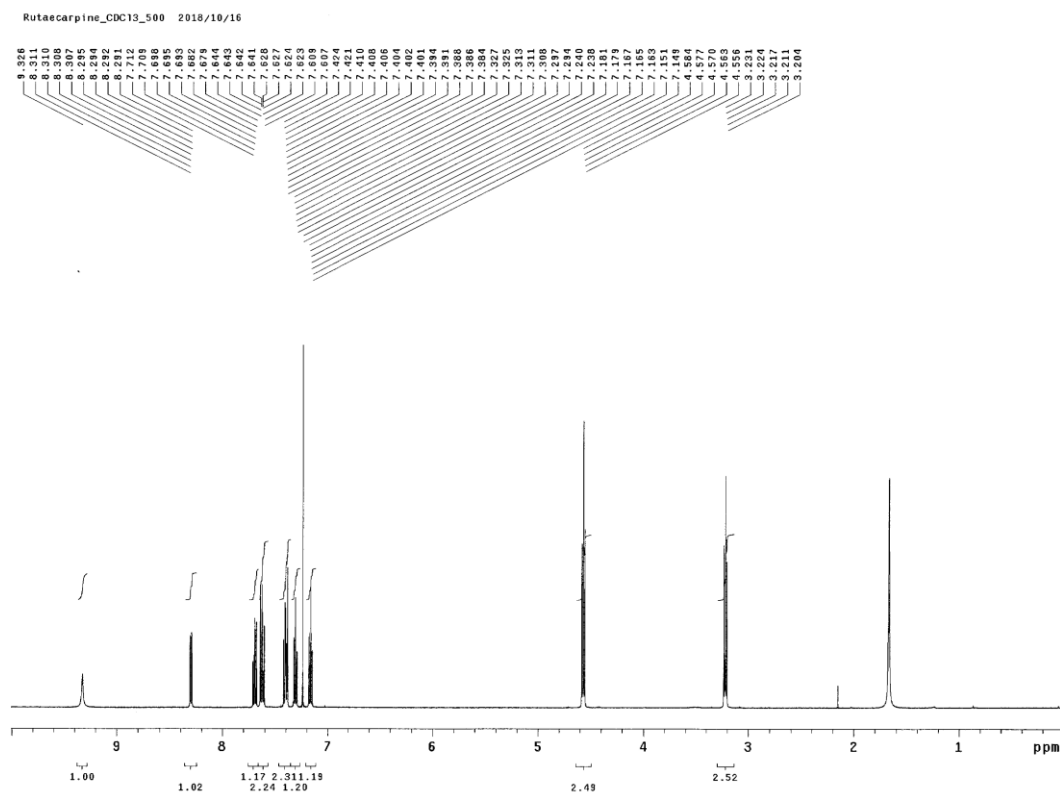
(二十二) 吳茱萸次鹼的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{18}H_{13}N_3O$ ；分子量：287.3；熔點：232 °C；白色固體。

(二十三) 吳茱萸次鹼的結構

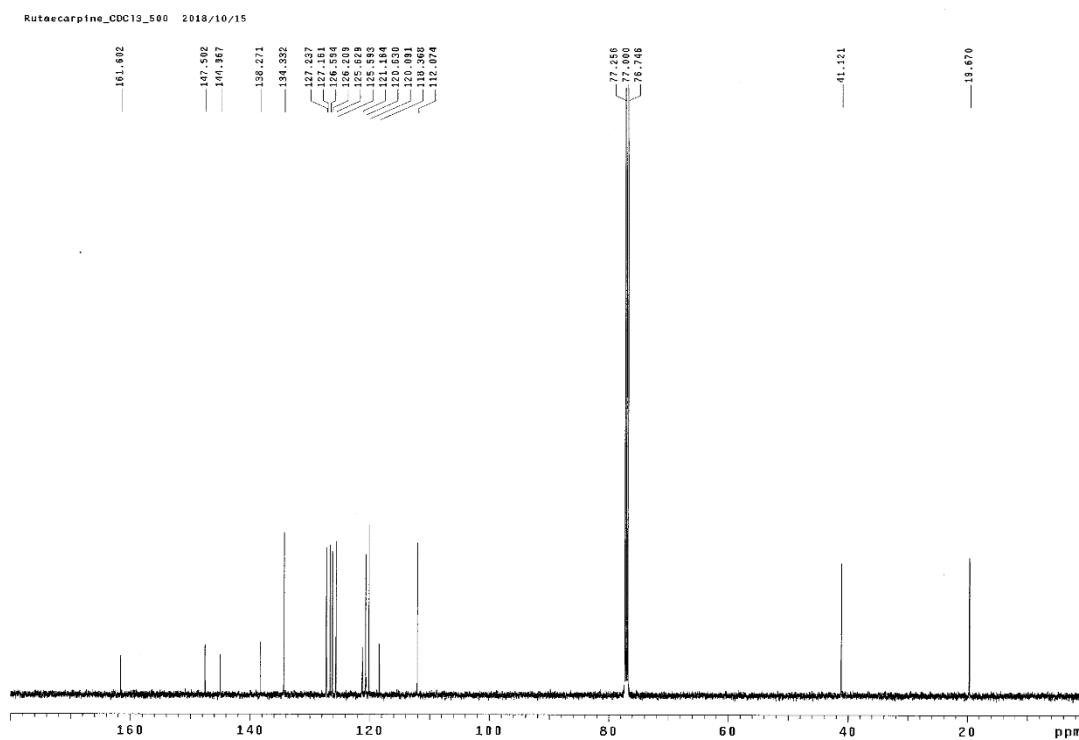


(二十四) 吳茱萸次鹼的 1H NMR 圖譜



圖十九、吳茱萸次鹼的 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

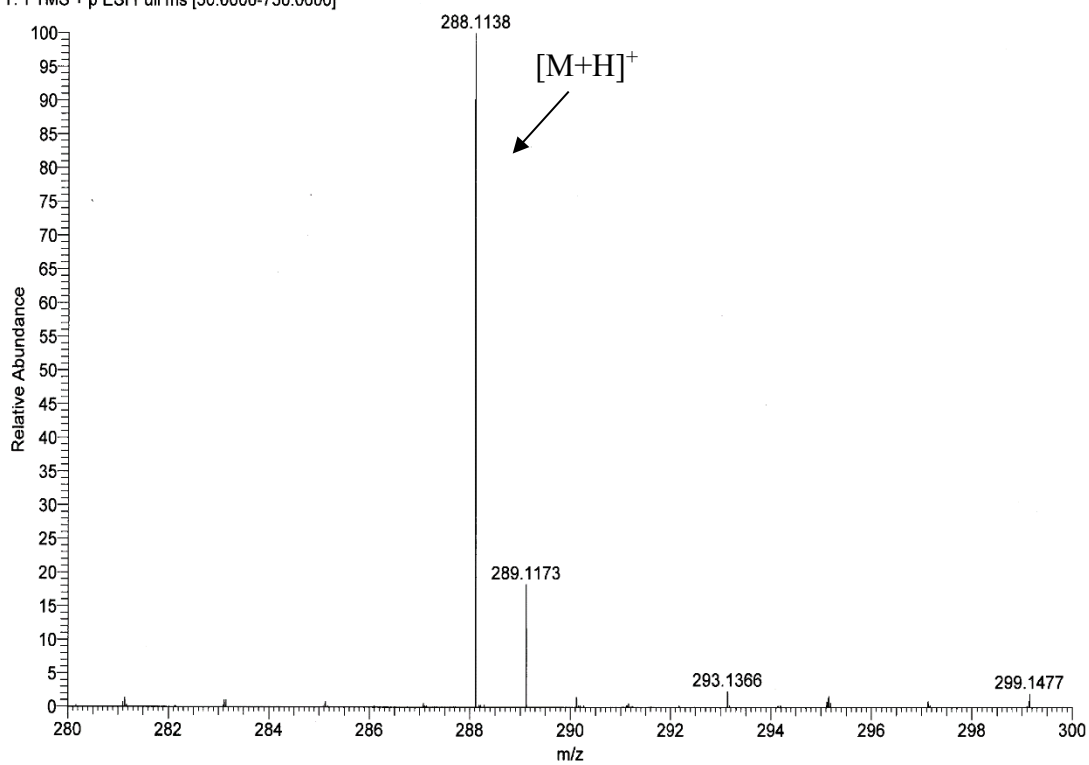
(二十五) 吳茱萸次鹼的 ^{13}C NMR 圖譜



圖二十、吳茱萸次鹼的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

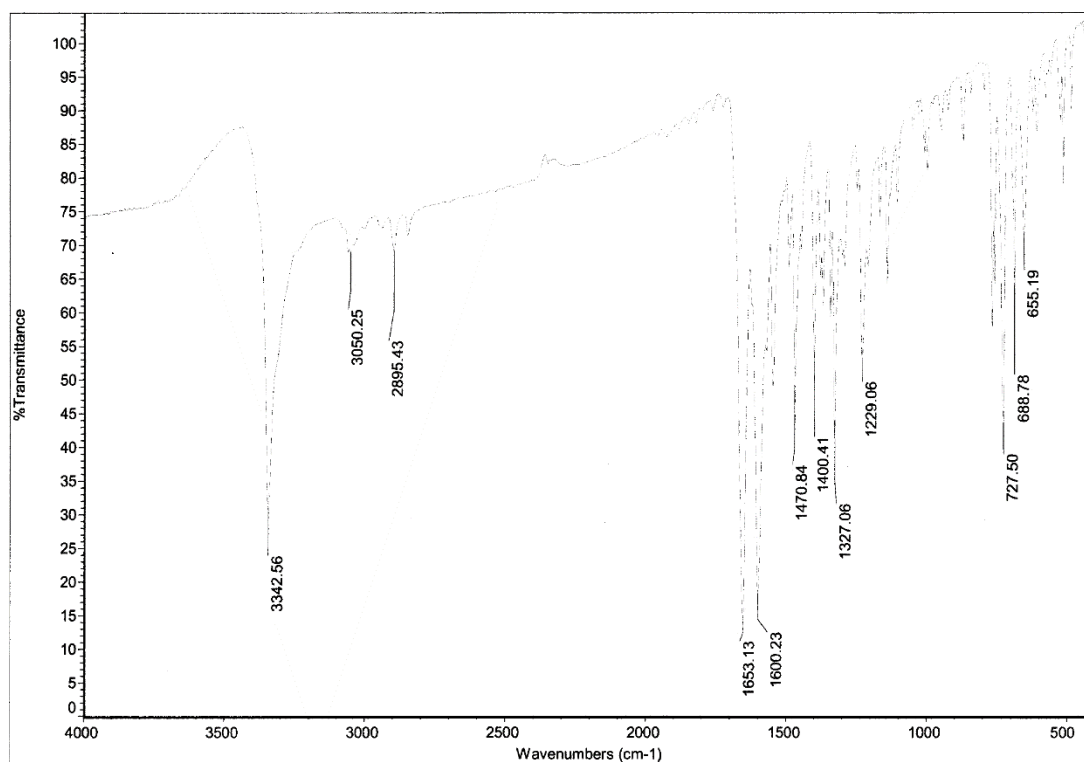
(二十六) 吳茱萸次鹼的 ESI-MS 圖譜

Rutacarpine #129 RT: 1.26 AV: 1 NL: 6.66E7
T: FTMS + p ESI Full ms [50.0000-750.0000]



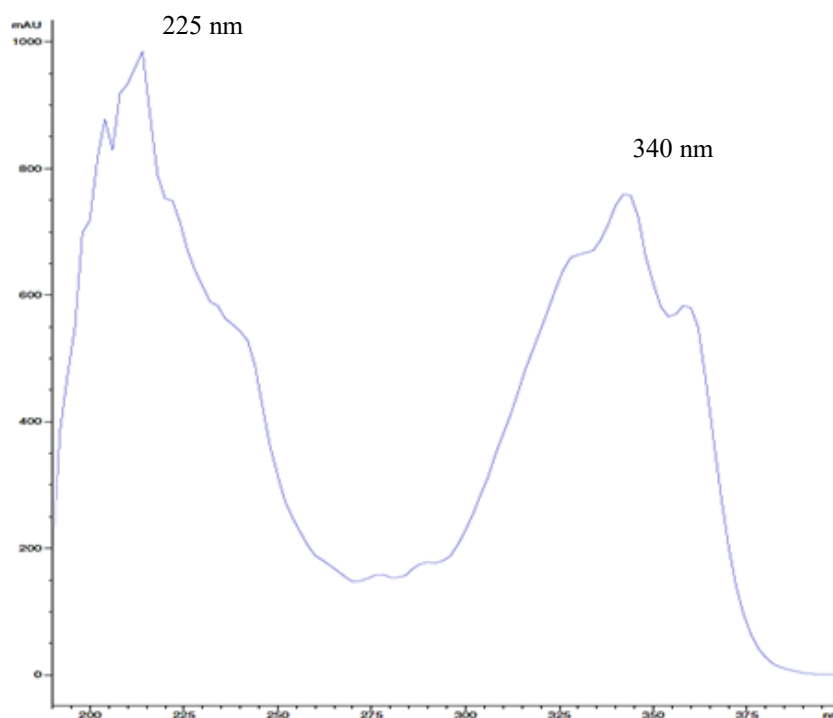
圖二十一、吳茱萸次鹼的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 吳茱萸次鹼的 FTIR 圖譜



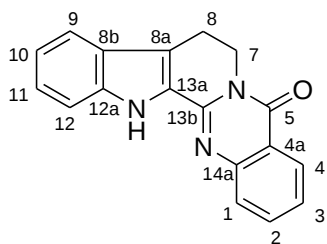
圖二十二、吳茱萸次鹼的 FTIR 圖譜

(二十八) 吳茱萸次鹼的 UV 圖譜



圖二十三、吳茱萸次鹼的 UV 圖譜

(二十九) 吳茱萸次鹼的氫、碳化學位移



吳茱萸次鹼

表九、吳茱萸次鹼的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	7.62–7.64 (m)	126.6
2	7.68–7.71 (m)	134.3
3	7.39–7.42 (m)	126.2
4	8.29–8.31 (m)	127.2
4a	-	121.2
5	-	161.6
7	4.57 (t, 7.0)	41.1
8	3.22 (t, 7.0)	19.7
8a	-	118.4
8b	-	125.6
9	7.61–7.63 (m)	120.1
10	7.15–7.18 (m)	120.6
11	7.29–7.33 (m)	125.6
12	7.38–7.64 (m)	112.1
12a	-	138.3
13a	-	127.2
13b	2.80–2.86 (m)	145.0
14a	2.50–2.55 (m)	147.5
NH	8.33 (br s)	-

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

吳茱萸

生藥名：EUODIAE FRUCTUS

英文名：Euodia Fruit

基 原：本品為芸香科 Rutaceae 植物吳茱萸 *Euodia ruticarpa* (A.Juss.) Benth. 、石虎 *Euodia ruticarpa* (A.Juss.) Benth. var.*officinalis* (Dode) C.C.Huang 或 小果吳茱萸 *Euodia ruticarpa* (A.Juss.) Benth. var.*bodinieri* (Dode) C.C.Huang 之乾燥近成熟果實。

一、方法

- (一) 檢品溶液 **【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018；中華人民共和國藥典 2015) ✓**
——取本品粉末 1.0 g，加乙醇 25 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】(香港中藥材標準第三冊)
——取本品粉末 1.0 g，加乙醇 10 mL，超音波處理 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品溶液
取吳茱萸次鹼(Rutaecarpine)對照標準品，加乙醇製成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液，作為對照標準品溶液。
取吳茱萸鹼(Evodiamine)對照標準品，加乙醇製成每 1 mL 含 1.5 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】(修飾臺灣中藥典第三版 2018；修飾中華人民共和國藥典 2015)**
——正己烷：乙酸乙酯：二乙胺 (7：3：0.1)
【展開劑 2】(修飾香港中藥材標準第三冊) ✓
——正己烷：乙酸乙酯：乙醇：二乙胺 (19：5：1：1)
【展開劑 3】(臺灣中藥典第三版 2018)
——石油醚(40~60 °C)：乙酸乙酯：二乙胺 (7：3：0.1)
- (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 之紫外燈照射下檢視。

二、萃法選擇及濃度測試

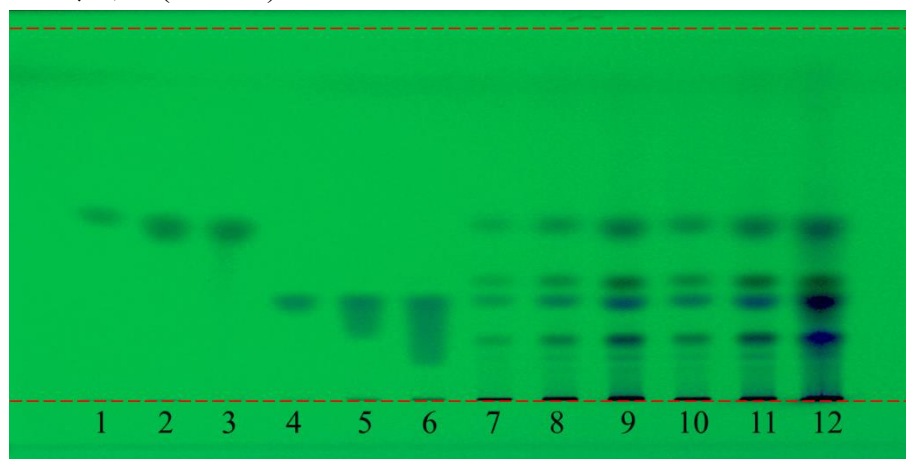
實驗日期：108/01/23

相對溼度(RH)：35%

溫度(RT)：23 °C

【展開劑 2】 (修飾香港中藥材標準第三冊) ——正己烷：乙酸乙酯：乙醇：二乙胺 (19：5：1：1)

—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	吳茱萸次鹼 (0.2 mg/mL)	2, 5, 8 μ L
4, 5, 6	吳茱萸鹼 (1.5 mg/mL)	2, 5, 8 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 2 【萃取方法 1】	1, 2, 5 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 2 【萃取方法 2】	1, 2, 5 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吳茱萸次鹼、吳茱萸鹼，故採用臺灣中藥典萃法，選擇【萃取方法 1】。

建議點注量：吳茱萸次鹼標準品溶液 2 μ L，吳茱萸鹼標準品溶液 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】 2 μ L。

三、溶媒系統選擇

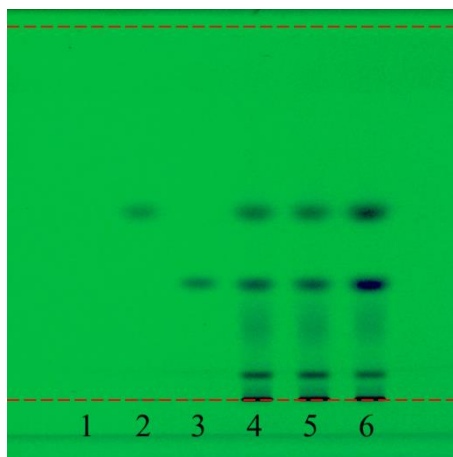
實驗日期：108/01/23

相對溼度(RH)：35%

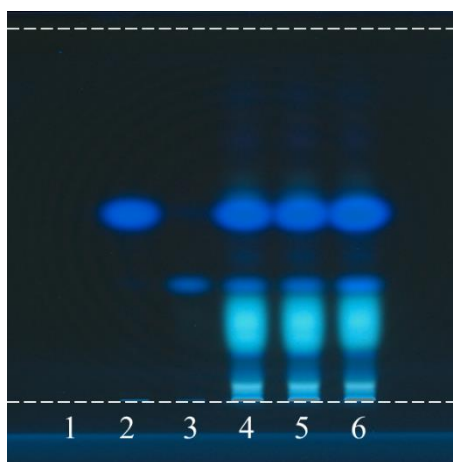
溫度(RT)：23 °C

【展開劑 1】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：二乙胺 (7：3：0.1)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(吳茱萸次鹼 R_f 值為 0.51，吳茱萸鹼 R_f 值為 0.33)

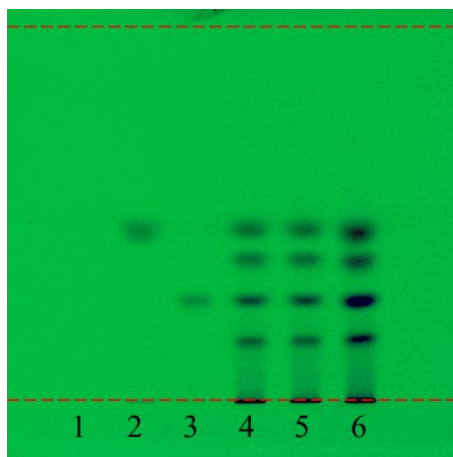


【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(吳茱萸次鹼 R_f 值為 0.51，吳茱萸鹼 R_f 值為 0.33)

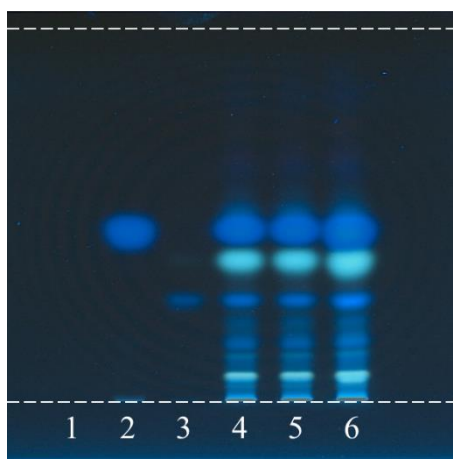


【展開劑 2】 (修飾香港中藥材標準第三冊) ——正己烷：乙酸乙酯：乙醇：二乙胺 (19：5：1：1) ✓

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018) —— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(吳茱萸次鹼 R_f 值為 0.46，吳茱萸鹼 R_f 值為 0.30)

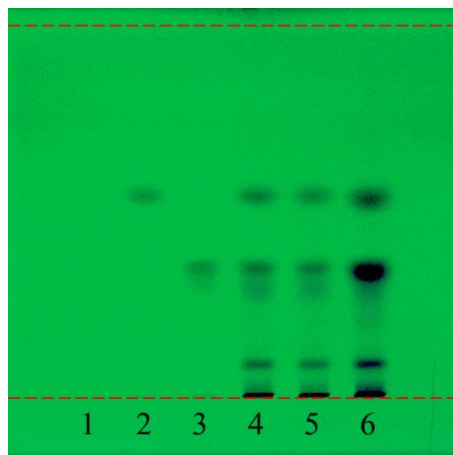


【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018) —— HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(吳茱萸次鹼 R_f 值為 0.46，吳茱萸鹼 R_f 值為 0.30)

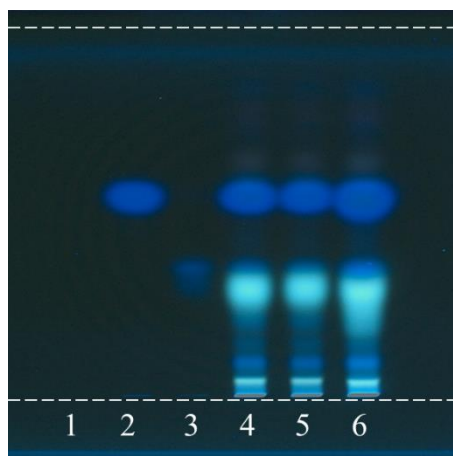


【展開劑 3】 (臺灣中藥典第三版 2018) ——石油醚(40~60 °C)：乙酸乙酯：二乙胺 (7：3：0.1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018) —— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(吳茱萸次鹼 R_f 值為 0.54，吳茱萸鹼 R_f 值為 0.35)



【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018) —— HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(吳茱萸次鹼 R_f 值為 0.54，吳茱萸鹼 R_f 值為 0.35)



1：Blank

2：吳茱萸次鹼

3：吳茱萸鹼

4，5：檢品溶液 2

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吳茱萸次鹼及吳茱萸鹼，由於條帶顯示較多與清楚，故採用修飾香港中藥材標準第三冊之【展開劑 2】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：108/01/23

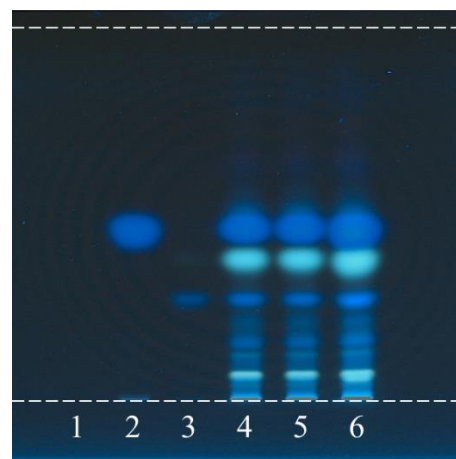
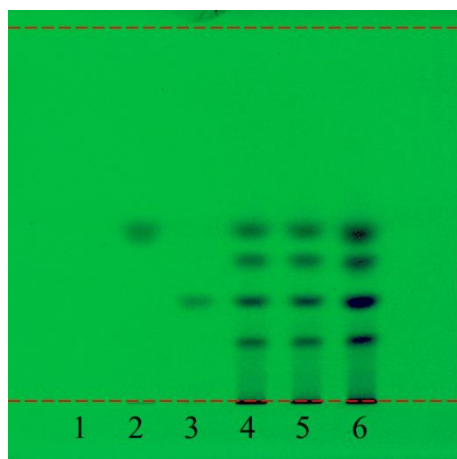
相對溼度(RH)：35%

溫度(RT)：23 °C

【展開劑 2】(修飾香港中藥材標準第三冊)——正己烷：乙酸乙酯：乙醇：二乙胺 (19：5：1：1)

【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：吳茱萸次鹼

3：吳茱萸鹼

4，5：檢品溶液 2

6：Spike

建議觀察方式：於紫外光(254 nm)或紫外光(365 nm)檢視下，有較明顯分離之條帶。

五、十批吳茱萸樣品檢測

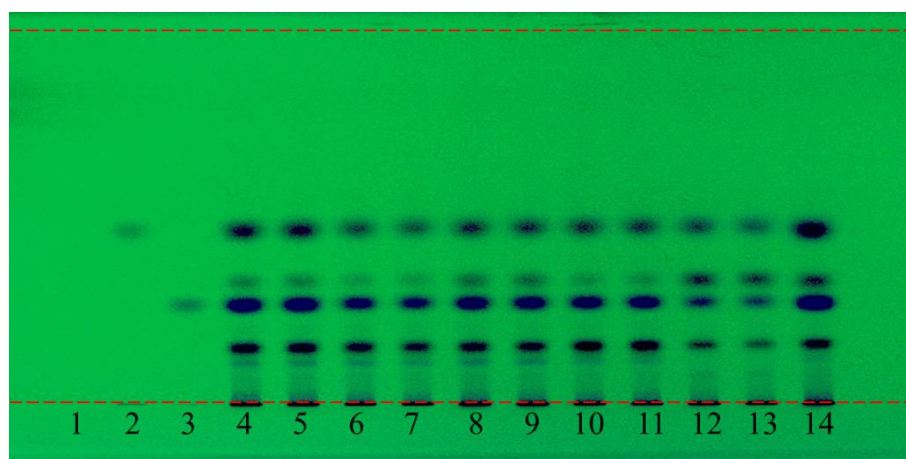
實驗日期：108/01/25

相對溼度(RH)：63%

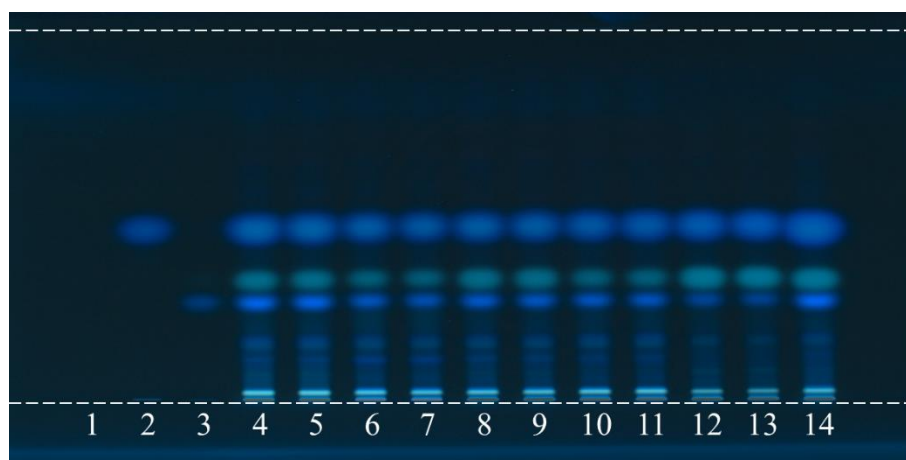
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 2】 (修飾香港中藥材標準第三冊) — 正己烷：乙酸乙酯：乙醇：二乙胺 (19：5：1：1)

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



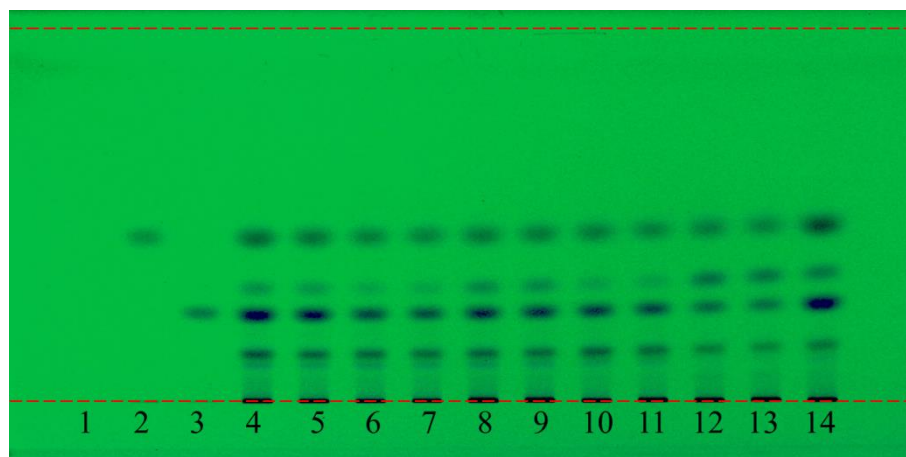
【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



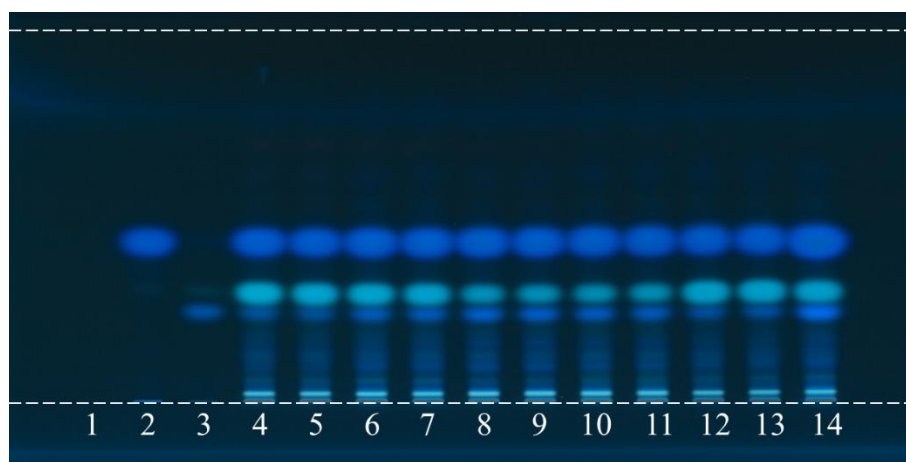
1	Blank
2	吳茱萸次鹼 (0.2 mg/mL)
3	吳茱萸鹼 (1.5 mg/mL)
4, 5	檢品溶液 1 (SG)
6, 7	檢品溶液 2 (CD)
8, 9	檢品溶液 3 (NJ)
10, 11	檢品溶液 4 (NR)
12, 13	檢品溶液 5 (MJ-4)
14	Spike (檢品溶液 2)

【展開劑 2】 (修飾香港中藥材標準第三冊)——正己烷：乙酸乙酯：乙醇：二乙胺 (19：5：1：1)

【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	吳茱萸次鹼 (0.2 mg/mL)
3	吳茱萸鹼 (1.5 mg/mL)
4, 5	檢品溶液 6 (NC)
6, 7	檢品溶液 7 (SE)
8, 9	檢品溶液 8 (NF)
10, 11	檢品溶液 9 (SJ)
12, 13	檢品溶液 10 (MJ-3)
14	Spike (檢品溶液 2)

結論與建議：以臺灣中藥典第三版之【萃取方法 1】方式，並以修飾香港中藥材標準第三冊之【展開劑 2】分離與檢出吳茱萸次鹼及吳茱萸鹼較佳，於紫外光(254 nm)下檢視較佳。