

枇杷葉

(ERIOBOTRYAE FOLIUM)

枇杷葉 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）	3
枇杷葉 HPLC （藥材）	8
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
枇杷葉 TLC （藥材）	28
一、方法	28
二、萃法選擇及濃度測試	29
三、溶媒系統選擇	30
四、觀察方式選擇	32
五、十批枇杷葉藥材樣品檢測	33

枇杷葉 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枇杷的乾燥葉。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：枇杷葉

生藥名：ERIOBOTRYAE FOLIUM

英文名：Loquat Leaf

基原：本品為薔薇科 Rosaceae 植物枇杷 *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl.之乾燥葉。

採收加工：全年可採，採收後曬製 7~8 成乾，扎成小把，乾燥即得。

藥材性狀：本品已切成寬約 1~2 cm 的絲狀。葉面黃棕色或灰綠色，較光滑，有些微光澤，葉背主脈明顯隆起，側脈羽狀，密被黃棕色絨毛，葉革質而脆，葉柄短。氣微，味苦。

生長分佈：常綠小喬木。性喜陽光充足、高溫、濕潤的環境，能對抗強風、耐乾旱，較不耐寒，然而經過馴化後生長溫度可達-10℃。對土壤要求不嚴，適應性廣，以土層深厚、有機質含量高、排水良好之礫質壤土或礫質黏土最適合種植。花期 9~11 月，果期翌年 4~5 月。臺灣、中國、日本、印度、越南、緬甸、泰國、印尼皆有分布栽培；藥材主產於中國江蘇、浙江、廣東、福建等地。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 本品上下表皮均被角質層及絨毛。
2. 表皮細胞扁方形，上被厚角質層。
3. 表皮細胞下方具 3~5 列厚角細胞，類方形。
4. 下表皮常見氣孔及非腺毛，單細胞非腺毛，常彎曲，近主脈可見人字形彎曲。
5. 黏液細胞多散在於主脈薄壁細胞及葉肉海綿組織中，圓形至橢圓形，細胞常含棕色物質。
6. 柵狀組織由 3~5 列長方形細胞組成。
7. 海綿組織排列疏鬆，由類方形或多形細胞組成。
8. 含大量草酸鈣方晶及簇晶，方晶多分布於主脈薄壁細胞、中柱鞘纖維及葉肉柵狀組織近上表皮處；簇晶多分布於葉肉海綿組織及主脈薄壁細胞中。
9. 主脈處為並立型維管束，環狀或近環狀。

10. 中柱鞘纖維細胞不連續環繞，壁木質化，常見草酸鈣方晶，形成結晶纖維。
11. 內皮層於中柱鞘外側，由 1~2 列薄壁細胞組成，可見類圓形的澱粉粒。
12. 皮層為 10 數列類圓形薄壁細胞，近表皮有數列厚角細胞。
13. 髓細胞多角形或類圓形，內含澱粉和黃棕色物質。
14. 髓線明顯，呈放射狀。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末黃綠色。
2. 上表皮細胞略呈連珠狀增厚。
3. 下表皮細胞呈不規則形，可見氣孔，呈橢圓形，直徑 20~30 μm ，副衛細胞 4~8 個。
4. 非腺毛極長，單細胞，彎曲呈人字形，基部細長，頂端鈍圓，直徑 15~30 μm ，長約可達 1600 μm ，壁厚約 2~9 μm 。
5. 黏液細胞，類圓形或長橢圓形，長 50~100 μm ，直徑 25~60 μm 。
6. 導管多為螺紋導管，直徑 9~13 μm 。
7. 纖維細長，常斷裂，直徑 10~20 μm ，纖維束周圍有時可見菱形或雙椎形草酸鈣方晶，形成結晶纖維。
8. 草酸鈣簇晶可見，直徑 9~26 μm ，偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。
9. 草酸鈣方晶可見，直徑 8~37 μm ，偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。

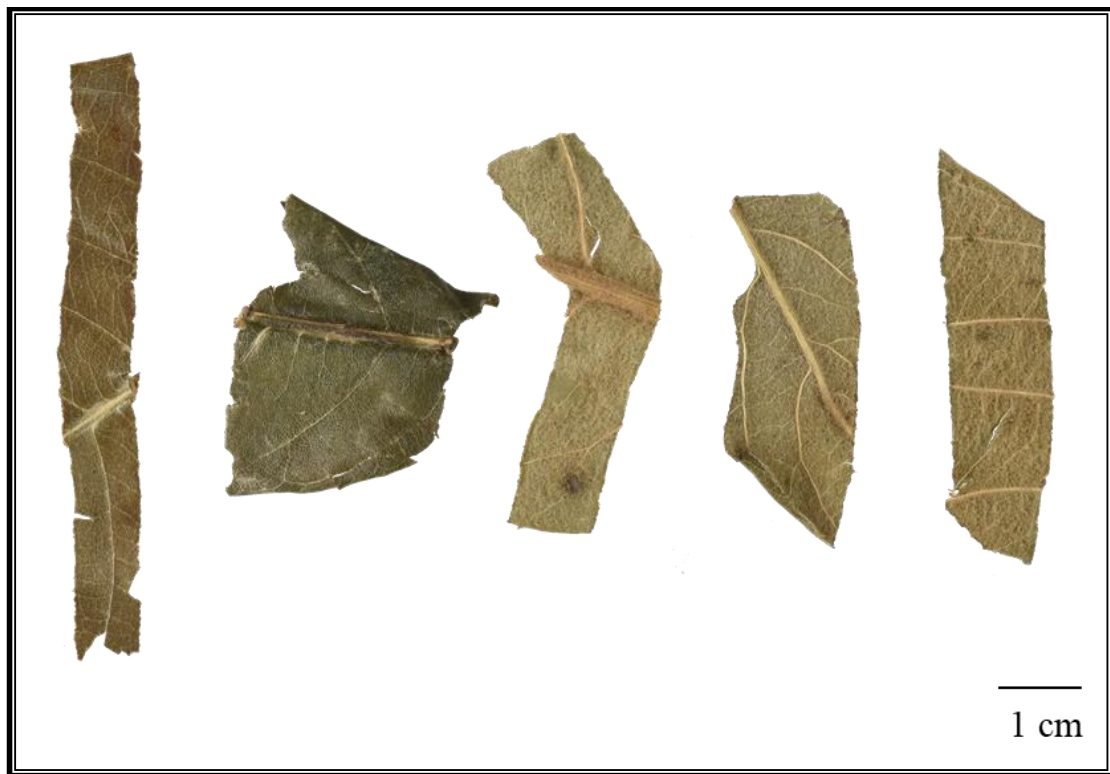


圖 1 枇杷葉藥材圖

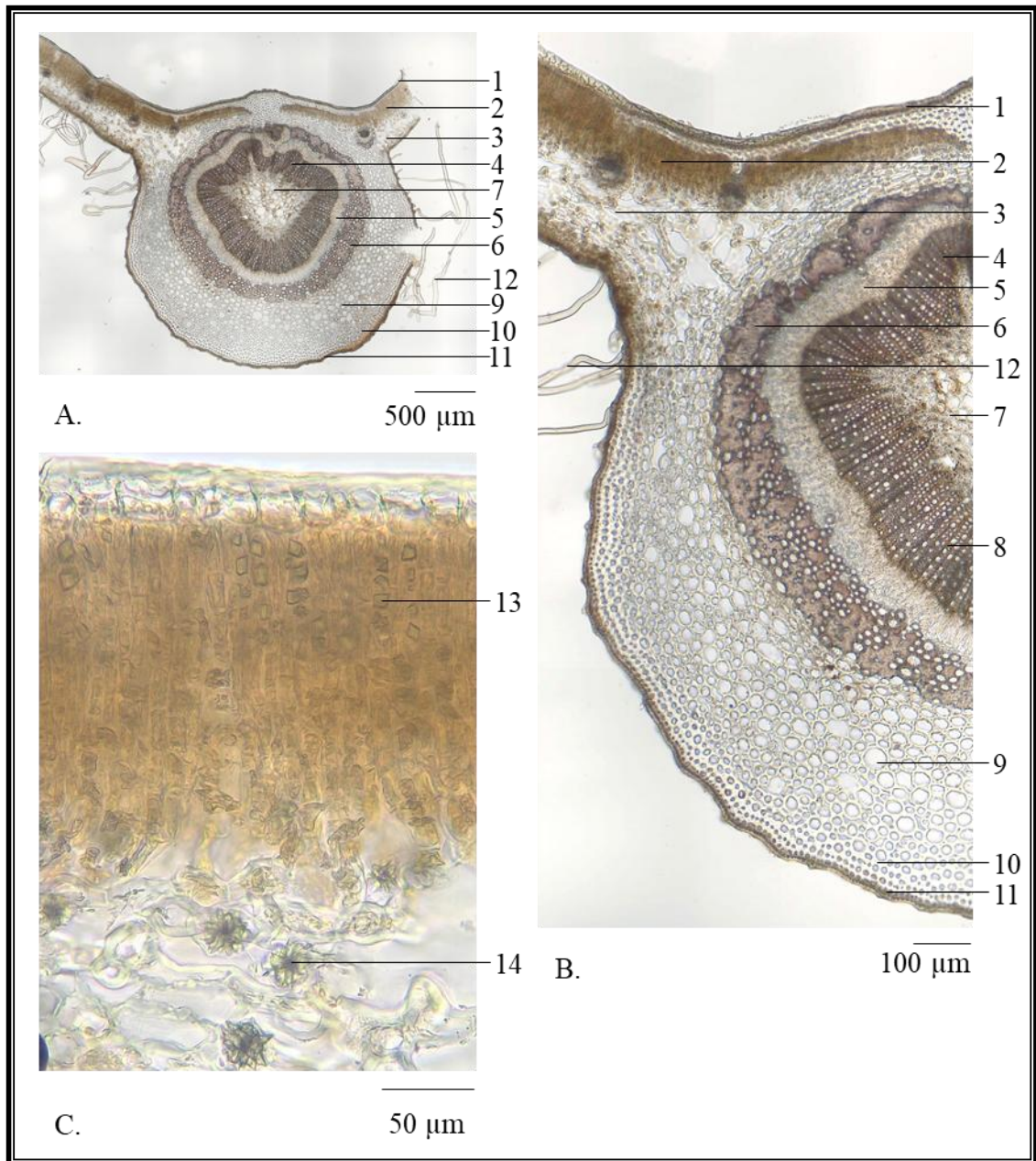


圖 2 枇杷葉橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.草酸鈣結晶

1.上表皮 2.柵狀組織 3.海綿組織 4.木質部 5.韌皮部 6.纖維 7.髓 8.髓線
9.皮層 10.厚角組織 11.下表皮 12.非腺毛 13.草酸鈣方晶 14.草酸鈣簇晶

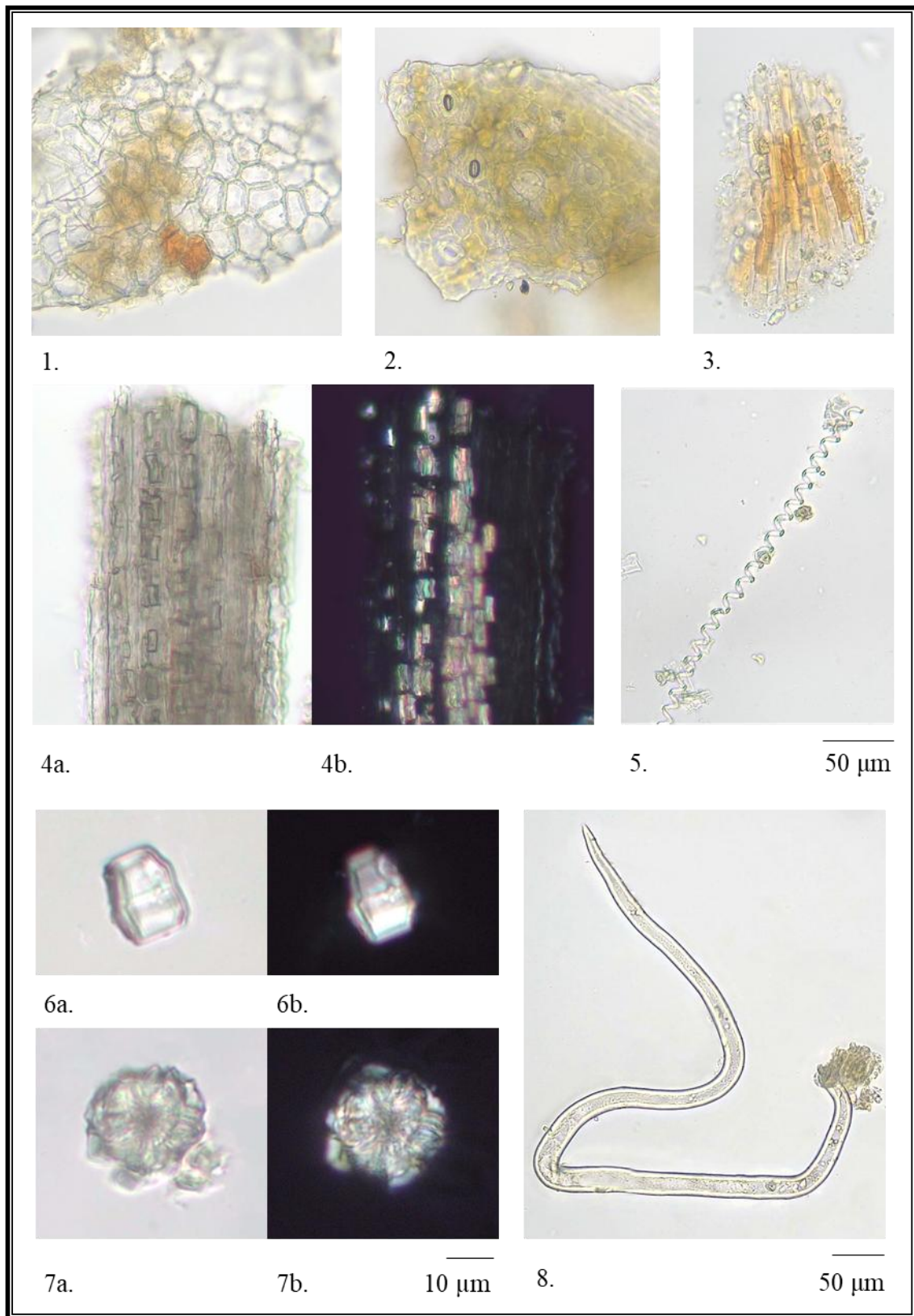


圖 3 枇杷葉粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 上表皮細胞 2. 下表皮細胞及氣孔 3. 黏液細胞 4. 結晶纖維 5. 螺旋導管

6. 草酸鈣方晶 7. 草酸鈣簇晶 8. 非腺毛

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。台北市：衛生福利部。175~176 頁。
2. 張永勳、何玉鈴(主編)(2023)。臺灣中藥典圖鑑(第二版)。臺北市：衛生福利部，163 頁。
3. 張永勳、何玉鈴(主編)(2019)。彩色常用中藥材鑑別圖鑑。臺北市：衛生福利部，123 頁。
4. 行政院衛生署中醫藥委員會(1999)。中藥材品質管制：組織形態學鑑定。台北市：行政院衛生署中醫藥委員。61~62 頁。
5. 肖培根(主編)(2002)。新編中藥志第三卷。北京：化學工業出版社。458~462 頁。
6. 國家藥典委員會(2020)。中華人民共和國藥典 2020 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。213~214 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。297~298 頁。
8. 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。365~366 頁。
9. 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。262~263 頁。
10. 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。259 頁。
11. 王滿恩、趙昌(主編)(2019)。飲片驗收經驗。山西科學技術出版社。344~345 頁。
12. 張繼(主編)(2022)。中國中藥材及飲片真偽鑑別圖典第四冊。廣東科技出版社。80~81 頁。
13. 黃璐琦(總主編)(2020)。新編中國藥材學第五卷。中國醫藥科技出版社。191~194 頁。

枇杷葉(ERIOBOTRYAE FOLIUM)

一、材料

購置於臺灣各地中藥店枇杷葉藥材共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Waters e2695 Separation Module，包含 Waters 2998、Photodiode Array Detector；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈-AR-II 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 Fortis SpeedCore C18 Column (100 × 2.1 mm, 2.6 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(HPLC grade)購置於永定科技有限公司；乙酸胺(ammonium acetate)購置於友和貿易有限公司。

(二) 對照標準品

齊墩果酸(Oleanolic acid)、熊果酸(Ursolic acid)購置於普思生物科技公司，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，每份準確稱取約 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、75%甲醇、乙醇、75%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)，過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得每克重量之齊墩果酸及熊果酸最大波峰面積為最佳枇杷葉藥材萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 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，直到齊墩果酸及熊果酸被萃取完全，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齊墩果酸 4.0mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含齊墩果酸 400 μg 的對照標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至齊墩果酸 50 $\mu\text{g/mL}$ 製成對照標準品溶液。
2. 準確稱取對照標準品熊果酸 4.0 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含熊果酸 400 μg 的對照標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至熊果酸 100 $\mu\text{g/mL}$ 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過 No.20 篩網)約 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 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齊墩果酸及熊果酸的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取齊墩果酸對照標準品儲備溶液適量(400 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋成含齊墩果酸分別為 200、100、50、25、10 $\mu\text{g/mL}$ 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. 準確吸取熊果酸對照標準品儲備溶液適量(400 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋成含熊果酸分別為 200、100、50、25、10 $\mu\text{g/mL}$ 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. 以齊墩果酸為 50 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以齊墩果酸的波峰面積為指標，求出相對標準差。
2. 以熊果酸為 100 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以熊果酸的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售枇杷葉藥材粉末，依枇杷葉藥材檢品溶液製備方法平行製備 5 份枇杷葉藥材檢品溶液，進樣測定，以齊墩果酸及熊果酸的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售枇杷葉藥材粉末，依枇杷葉藥材檢品溶液製備方法製備枇杷葉藥材檢品溶液，分別在 0、2、4、8、24 小時進樣測定，以齊墩果酸及熊果酸的含量為指標，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. 取已知齊墩果酸含量的枇杷葉藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，加入齊墩果酸 1.0 mg，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知熊果酸含量的枇杷葉藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，加入熊果酸 4.0 mg，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 × 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)	甲醇(%)	0.3%乙酸胺(v/v, %)
0	85	15
30	85	15

(十二) 臺灣市售枇杷葉藥材含量測定

取 10 批市售枇杷葉藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μL 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品齊墩果酸及熊果酸的百分比含量。

(十三) 枇杷葉檢品之 UPLC 分析條件

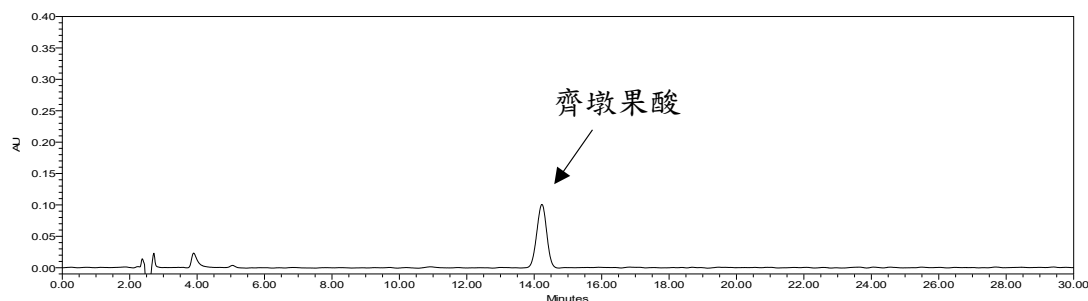
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 × 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 210 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.3%乙酸胺(v/v, %)
0	85	15
8	85	15

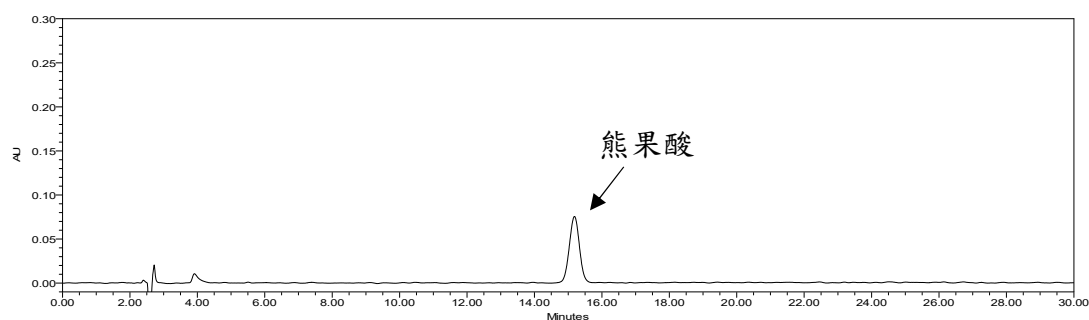
五、結果

(一) 對照標準品齊墩果酸與熊果酸之 HPLC 層析

於滯留時間 14.2 分鐘處顯示齊墩果酸對照標準品波峰(圖一)，於滯留時間 15.2 分鐘處顯示熊果酸對照標準品波峰(圖二)。



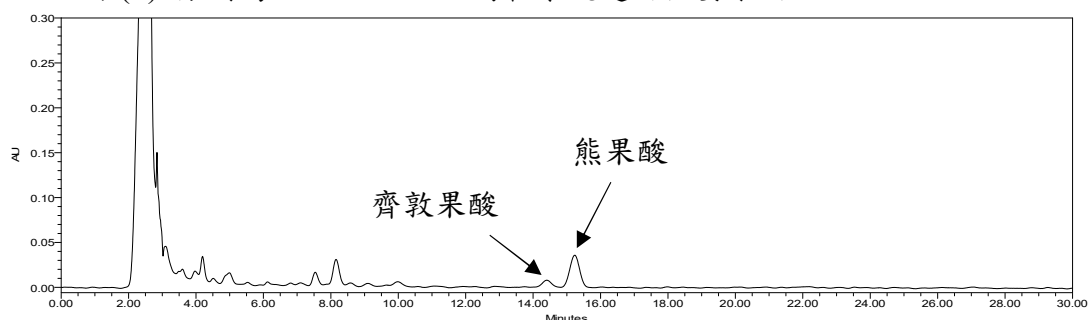
圖一、齊墩果酸對照標準品溶液之 HPLC 層析圖



圖二、熊果酸對照標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售枇杷葉藥材檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 14.3 與 15.2 分鐘處分別顯示枇杷葉藥材檢品中齊墩果酸及熊果酸波峰(圖三)。齊墩果酸及熊果酸分離率(R)分別為 1.66 及 1.67，拖尾因子(T) 分別為 1.06 及 1.03，均在系統適用性要求內。



圖三、市售枇杷葉藥材檢品之 HPLC 層析圖

表一、齊墩果酸與熊果酸之分離率與拖尾因子

	齊墩果酸	熊果酸
分離率	1.66	1.67
拖尾因子	1.06	1.03

(三) 最佳萃取溶媒評估

以甲醇溶液為溶媒時，每克藥材重量所得齊墩果酸及熊果酸的波峰面積最大，顯示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	齊墩果酸波峰面積	熊果酸波峰面積	最佳萃取
甲醇	384572	1633946	√
75%甲醇	57318	42090	
乙醇	290504	1179241	
75%乙醇	305639	974914	

(四) 最佳萃取次數評估

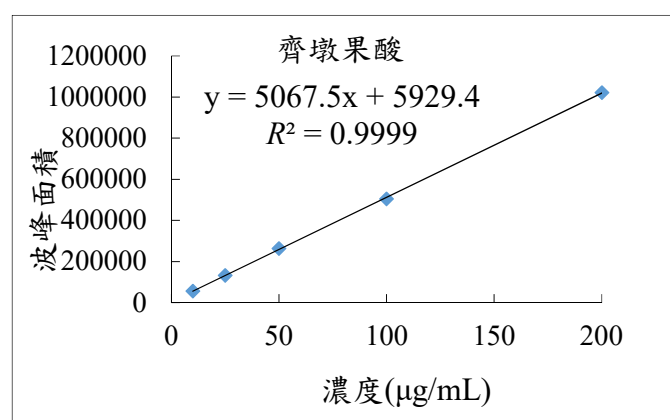
結果顯示萃取 2 次基本上已將齊墩果酸及熊果酸萃取完全(萃取率大於 98%)(表三)。

表三、枇杷葉藥材檢品萃取次數評估

甲醇	齊墩果酸波峰面積	熊果酸波峰面積
第 1 次	283271	1182813
第 2 次	54340	325602
第 3 次	6170	9499
第 4 次	N.D.	N.D.

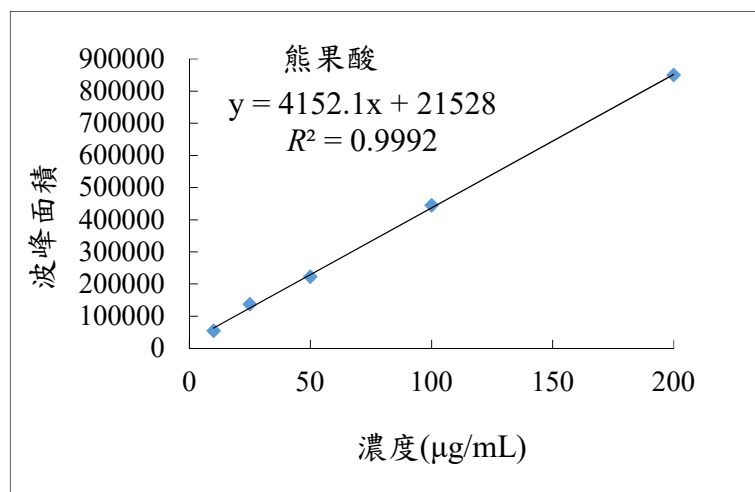
(五) 對照標準品墩果酸與熊果酸檢量線

1. 經不同濃度齊墩果酸(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 $y = 5067.5x + 5929.4$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 10–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、齊墩果酸之檢量線圖

2. 經不同濃度熊果酸(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 $y = 4152.1x + 21528$ ， $R^2 = 0.9992$ ，顯示濃度在 10–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、熊果酸之檢量線圖

表四、齊墩果酸及熊果酸之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
齊墩果酸	10–200	$y = 5067.5x + 5929.4$	0.9999
熊果酸	10–200	$y = 4152.1x + 21528$	0.9992

(六) 精密度試驗

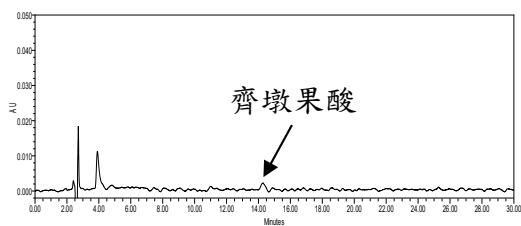
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，齊墩果酸及熊果酸精密度之相對標準差分別為 0.26%與 0.12%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

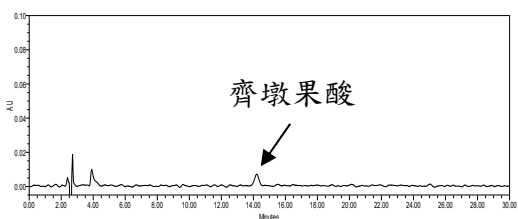
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，齊墩果酸及熊果酸重複性之相對標準差分別為 1.34%及 1.30%，均在系統適用性要求內。齊墩果酸及熊果酸在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差分別為 0.95%及 0.96%，變化差異小，若所有樣品分析都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

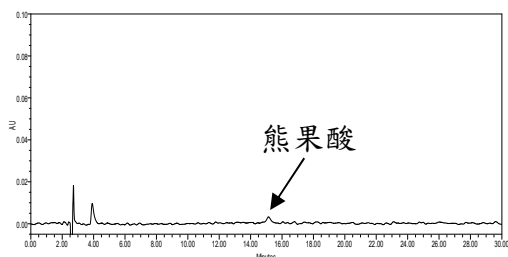
齊墩果酸偵測極限為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖六)，定量極限為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖七)。熊果酸偵測極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖九)。



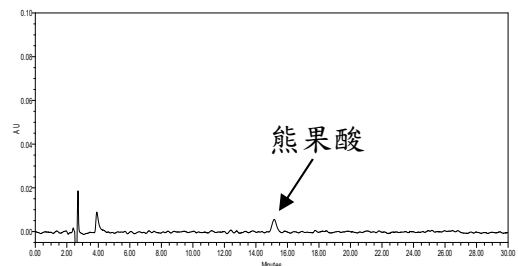
圖六、齊墩果酸之偵測極限層析圖



圖七、齊墩果酸之定量極限層析圖



圖八、熊果酸之偵測極限層析圖



圖九、熊果酸之定量極限層析圖

表五、各項檢驗分析

檢測項目	齊墩果酸		熊果酸	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	50 µg/mL	0.26	100 µg/mL	0.12
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.3)	1.34	檢品溶液(No.3)	1.30
穩定性 (n=5)	檢品溶液(No.3)	0.95	檢品溶液(No.3)	0.96
偵測極限(n=1)	2.0 µg/mL	-	1.0 µg/mL	-
定量極限(n=1)	5.0 µg/mL	-	5.0 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

齊墩果酸平均添加回收率為 98.0%，相對標準偏差為 2.11% (表六)。

熊果酸平均添加回收率為 97.6%，相對標準偏差為 1.65% (表七)。

表六、齊墩果酸添加回收率

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	0.5014	0.8148	1.0	1.8111	99.63	98.03	2.11
2	0.5013	0.8146	1.0	1.7882	97.36		
3	0.5019	0.8156	1.0	1.8224	100.7		
4	0.5013	0.8146	1.0	1.7872	96.81		
5	0.5012	0.8145	1.0	1.7711	95.66		

表七、熊果酸添加回收率

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	0.5014	4.2356	4.0	8.0457	95.25	97.55	1.65
2	0.5013	4.2348	4.0	8.1805	98.64		
3	0.5019	4.2398	4.0	8.2111	99.28		
4	0.5013	4.2348	4.0	8.1025	96.69		
5	0.5012	4.2339	4.0	8.1496	97.89		

(十) 臺灣市售枇杷葉藥材含量測定

10 批枇杷葉藥材之含量測定結果(乾燥品)如表八所示，齊墩果酸的含量為 0.179–0.218%，熊果酸的含量為 0.835–0.989%，齊墩果酸與熊果酸的總含量為 1.014–1.195%，建議齊墩果酸與熊果酸的總含量不得少於 0.7%。理論板數按齊墩果酸波峰計算應不低於 5000 (實際值為 13381)，按熊果酸波峰計算應不低於 5000 (實際值為 12597)。

表八、臺灣市售枇杷葉藥材檢品之齊墩果酸及熊果酸的含量

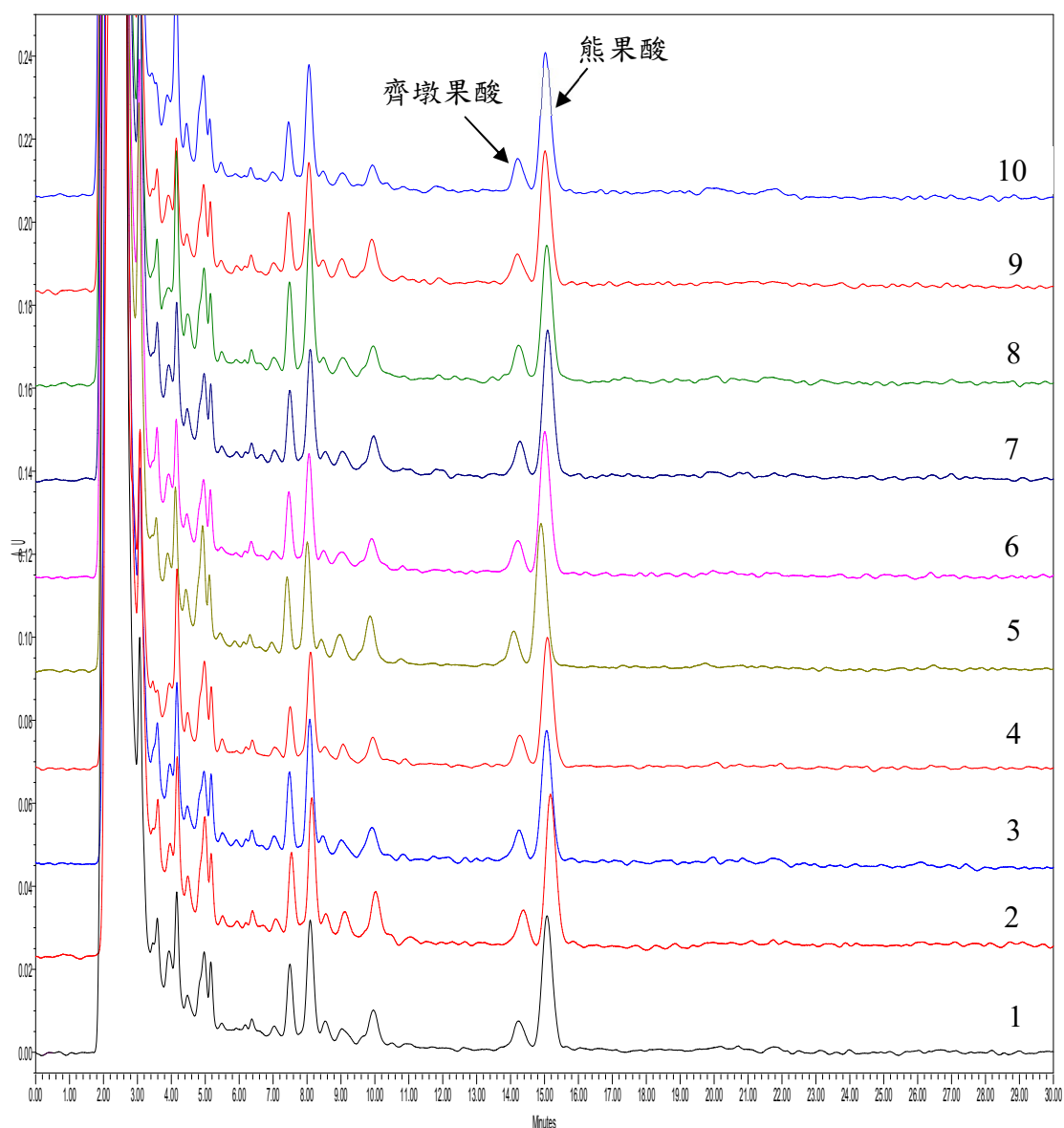
藥材編號 (No.)	齊墩果酸含量 (%)	熊果酸含量 (%)	齊墩果酸與熊 果酸總含量(%)
1 (NC)	0.206	0.989	1.195
2 (NJ)	0.210	0.924	1.134
3 (NRA)	0.179	0.835	1.014
4 (NX)	0.208	0.921	1.129
5 (CA2)	0.198	0.934	1.132
6 (CB)	0.197	0.848	1.045
7 (CH)	0.215	0.978	1.193
8 (SCB)	0.218	0.912	1.130
9 (SK1)	0.196	0.882	1.078
10 (SUA)	0.193	0.933	1.126
平均值±S.D.	0.202±0.012	0.916±0.050	1.118±0.058

(十一) 枇杷葉藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售枇杷葉藥材檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Cosmosil 5C₁₈ 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：

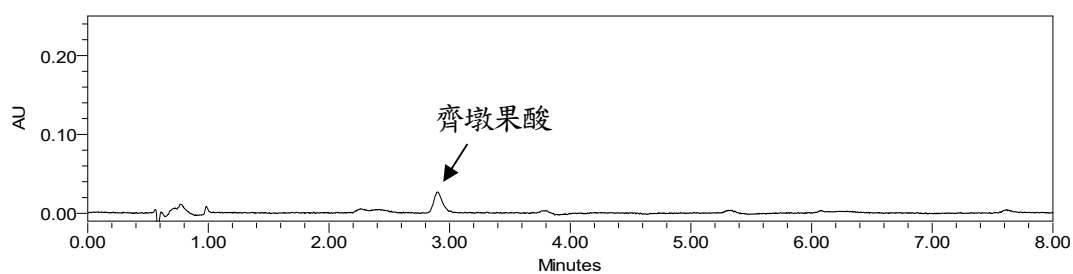
時間(min)	甲醇(%)	0.3%乙酸胺(v/v, %)
0	85	15
30	85	15



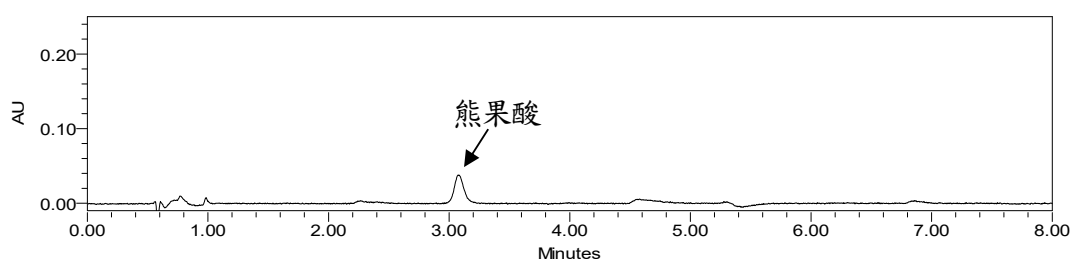
圖十、10 批枇杷葉藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 對照標準品齊墩果酸及熊果酸之 UPLC 層析

於滯留時間 2.90 分鐘處顯示齊墩果酸對照標準品波峰(圖十一)，於滯留時間 3.07 分鐘處顯示熊果酸對照標準品波峰(圖十二)。



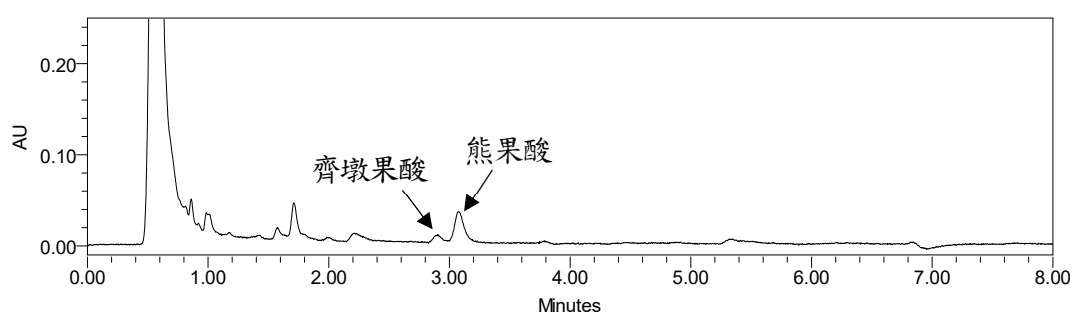
圖十一、齊墩果酸對照標準品溶液之 UPLC 層析圖



圖十二、熊果酸對照標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售枇杷葉藥材檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.9 分鐘及 3.07 分鐘處分別顯示齊墩果酸及熊果酸波峰 (圖十三)

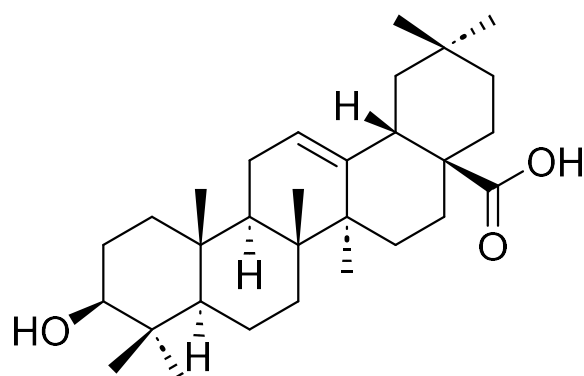


圖十三、市售枇杷葉藥材檢品之 UPLC 層析圖

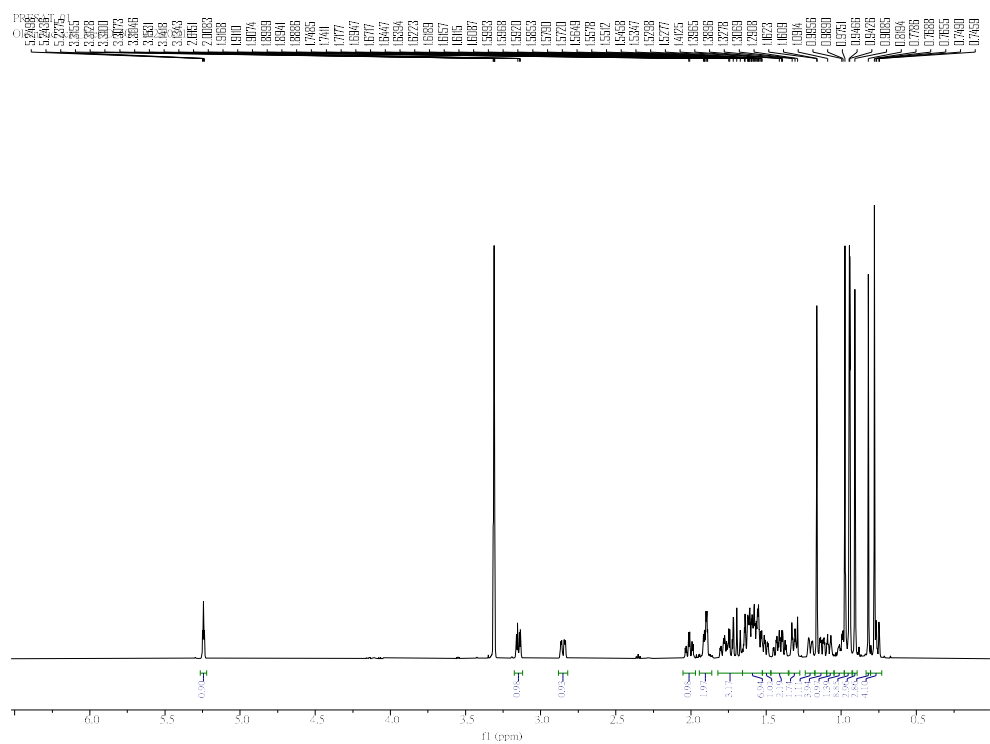
(十四) 齊墩果酸的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{30}H_{48}O_3$ ；分子量：456.7；熔點：308–310 °C；白色粉末。

(十五) 齊墩果酸的結構

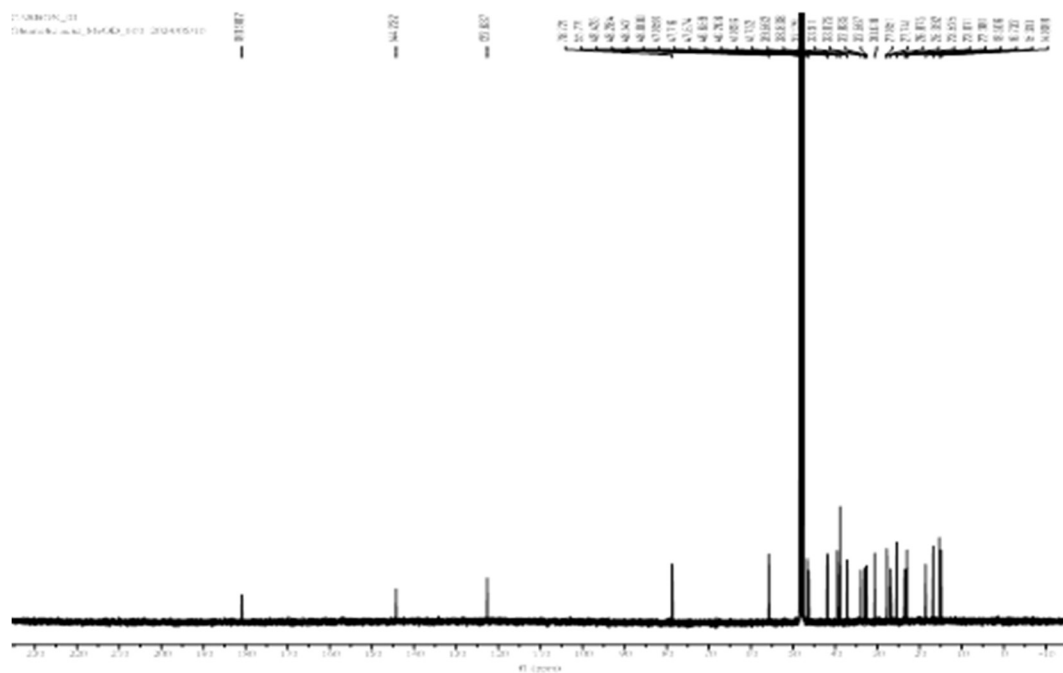


(十六) 齊墩果酸的 ^1H NMR 圖譜



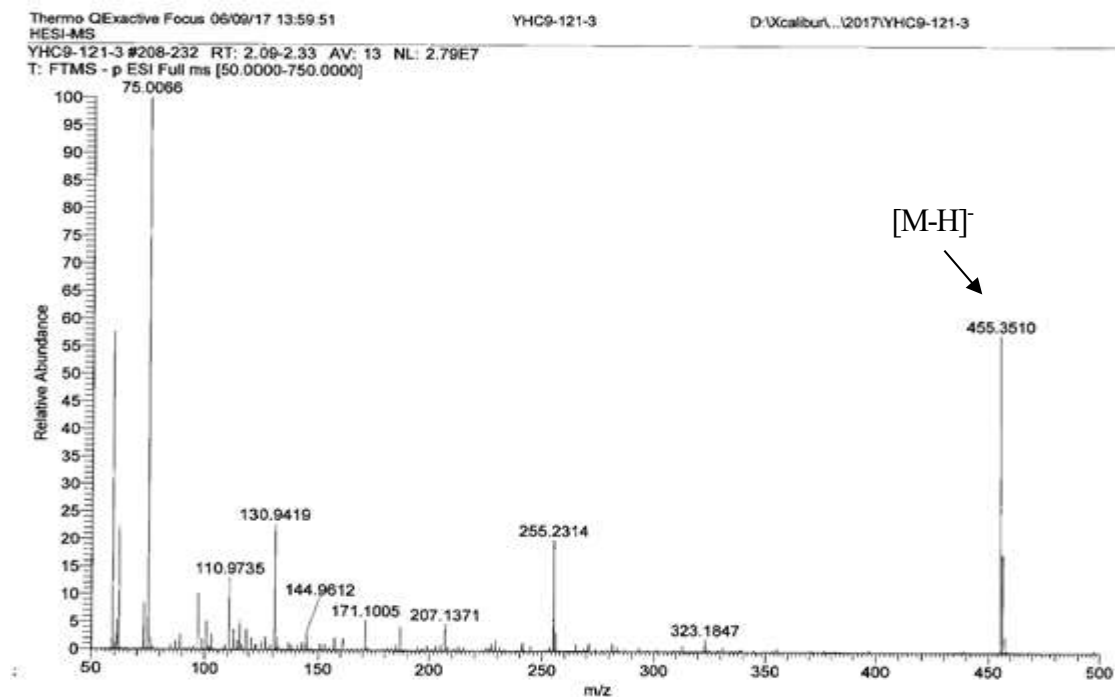
圖十四、齊墩果酸的 ^1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七) 齊墩果酸的 ^{13}C NMR 圖譜



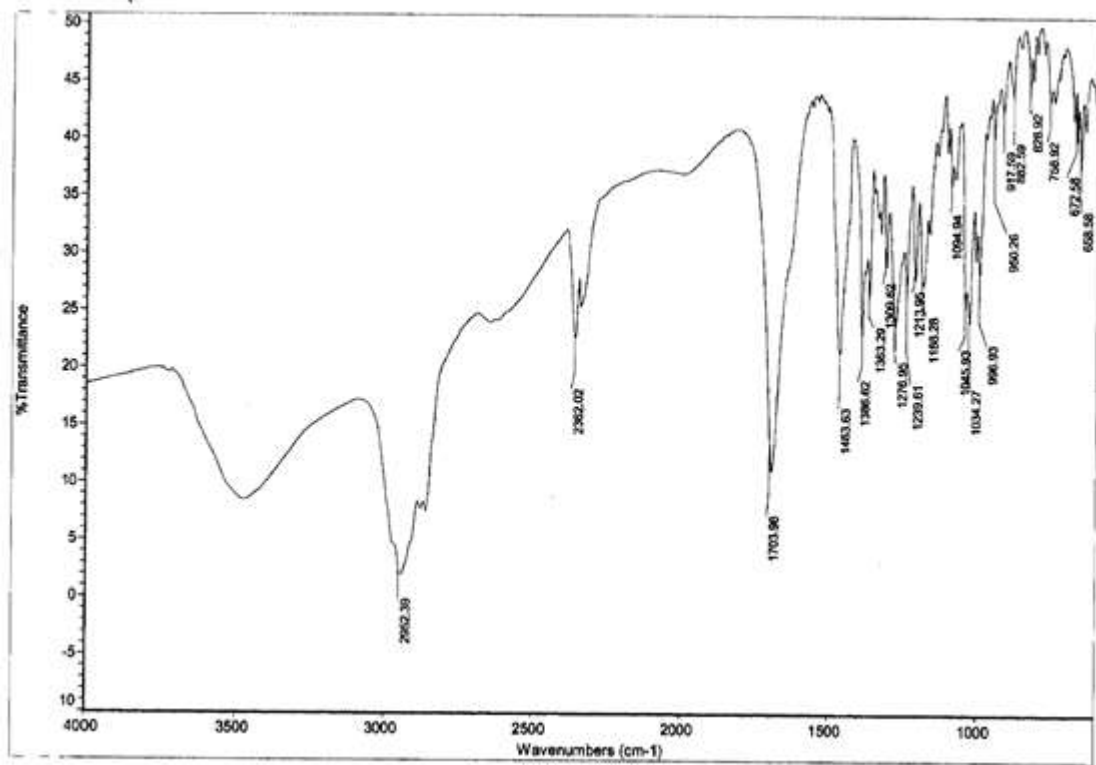
圖十五、齊墩果酸的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 齊墩果酸的 ESI-MS 圖譜



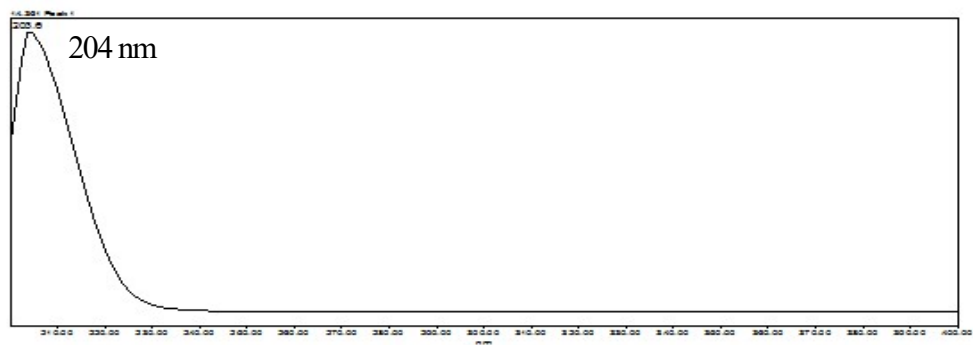
圖十六、齊墩果酸的 ESI-MS 圖譜

(十九) 齊墩果酸的 FTIR 圖譜



圖十七、齊墩果酸的 FTIR 圖譜

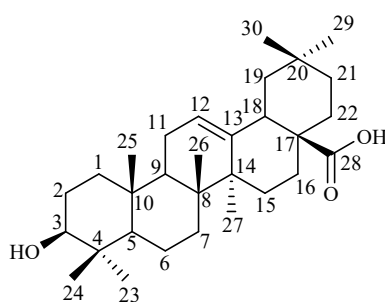
(二十) 齊墩果酸的 UV 圖譜



圖十

八、齊墩果酸的 UV 圖譜

(二十一) 齊墩果酸的氫、碳化學位移



齊墩果酸

表九、齊墩果酸的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	0.98–1.02 (m), 1.59–1.64 (m)	39.8
2	1.53–1.66 (2H,m)	27.9
3	3.14 (dd, 11.4, 4.2)	79.7
4	-	39.8
5	0.75 (dd, 11.4, 1.8)	56.8
6	1.36–1.44 (m), 1.55–1.60 (m)	19.5
7	1.29–1.32 (m), 1.50–1.55 (m)	34.0
8	-	40.6
9	1.56–1.62 (m)	48.7
10	-	38.2
11	1.88–1.91 (2H,m)	24.5
12	5.23 (t, 3.6)	123.6
13	-	145.3
14	-	42.9
15	1.05–1.08 (m), 1.75–1.80 (m)	28.9
16	1.57–1.62 (m), 1.97–2.02 (m)	24.1
17	-	47.7
18	2.84 (dd, 13.8, 4.2)	42.8
19	1.10–1.13 (m), 1.66–1.73 (m)	47.3
20	-	31.6
21	1.18–1.21 (m), 1.36–1.44 (m)	34.9
22	1.48–1.52 (m), 1.71–1.76 (m)	33.8
23	0.97 (s)	28.7*
24	0.77 (s)	16.3*
25	0.94 (s)	15.9
26	0.81 (s)	17.7

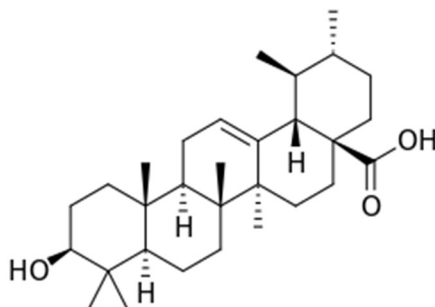
27	1.51 (s)	26.4
28	-	182.0
29	0.90 (s)	33.6 [#]
30	0.93 (s)	24.0 [#]

^a(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm. *,[#] interchangeable.

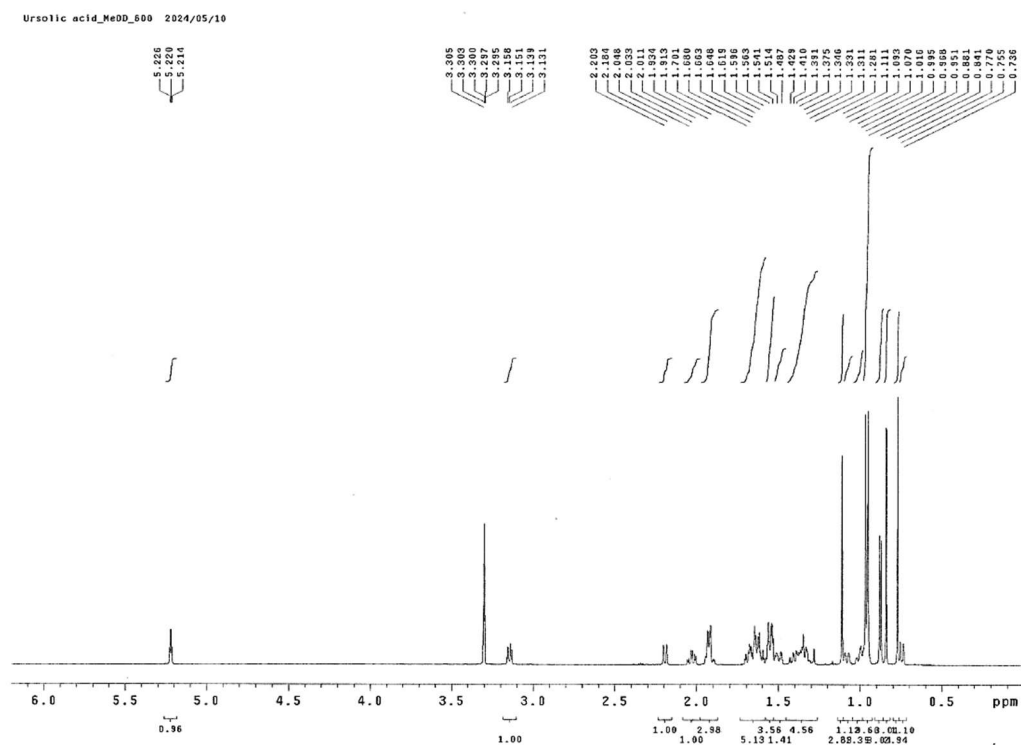
(二十二) 熊果酸的分子式、分子量與熔點

分子式：C₃₀H₄₈O₃；分子量：456.7；熔點：285–288 °C；白色粉末。

(二十三) 熊果酸的結構

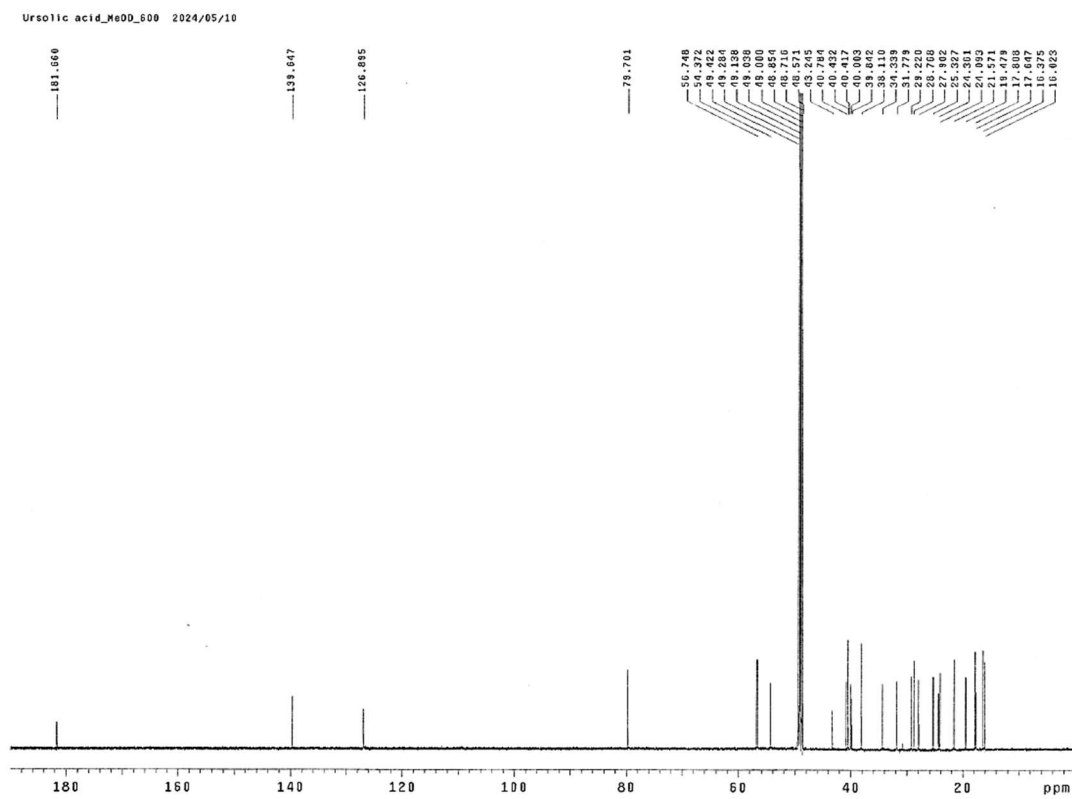


(二十四) 熊果酸的 ¹H NMR 圖譜



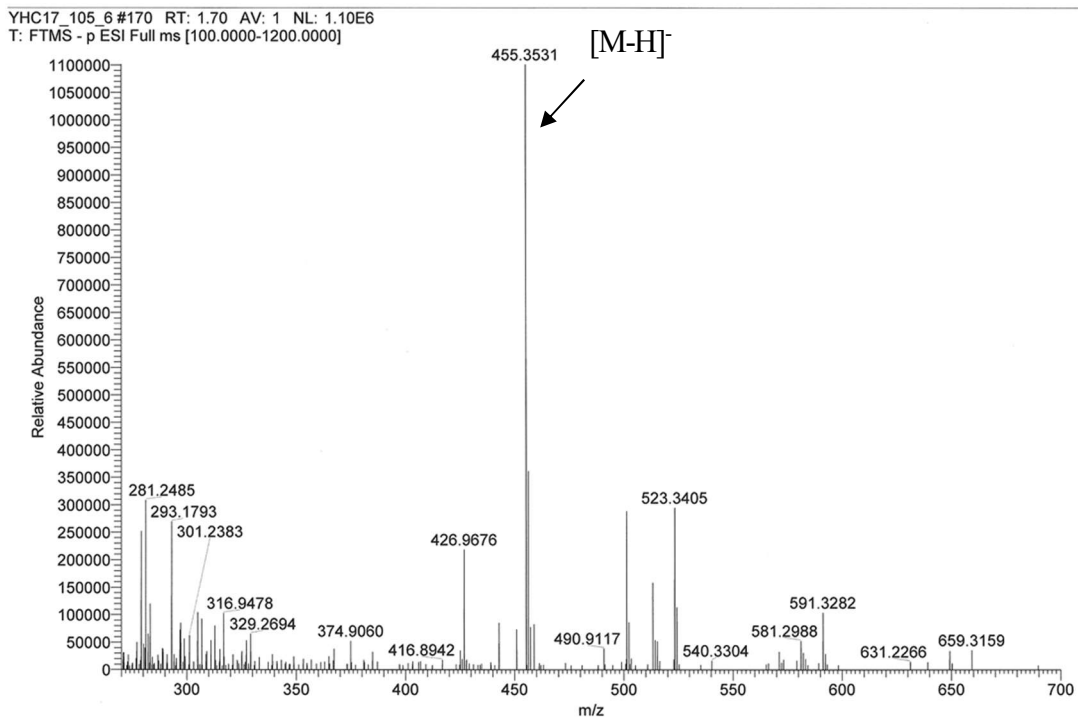
圖十九、熊果酸的 ¹H NMR 圖譜(CD₃OD)

(二十五) 熊果酸的 ^{13}C NMR 圖譜



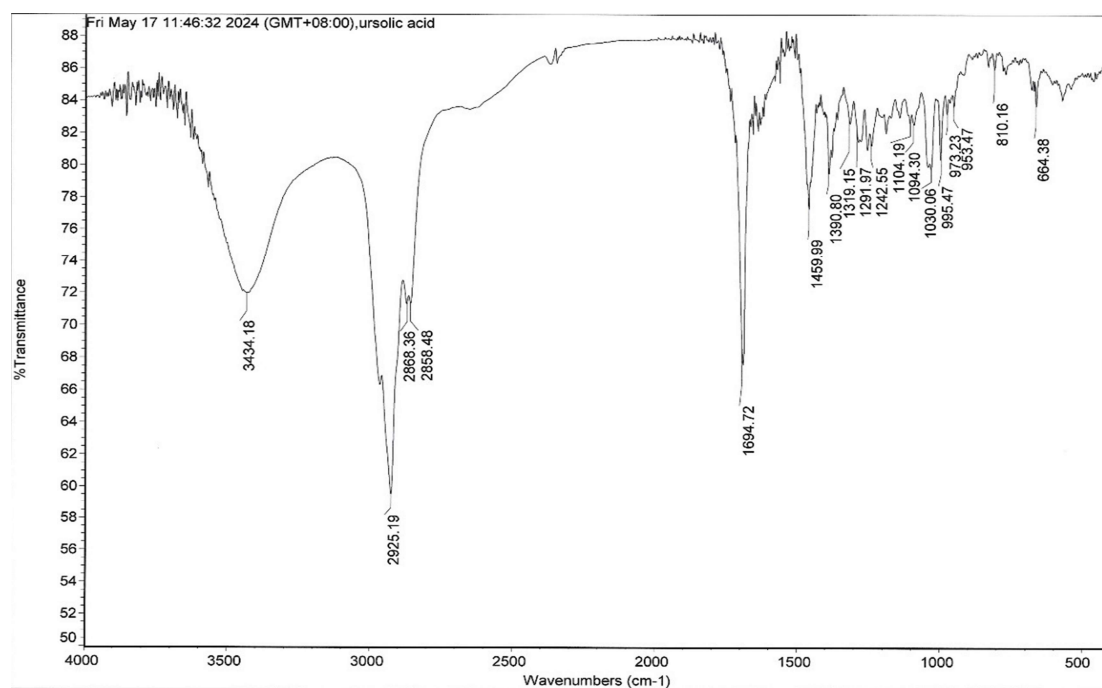
圖二十、齊熊果酸的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(二十六) 熊果酸的 ESI-MS 圖譜



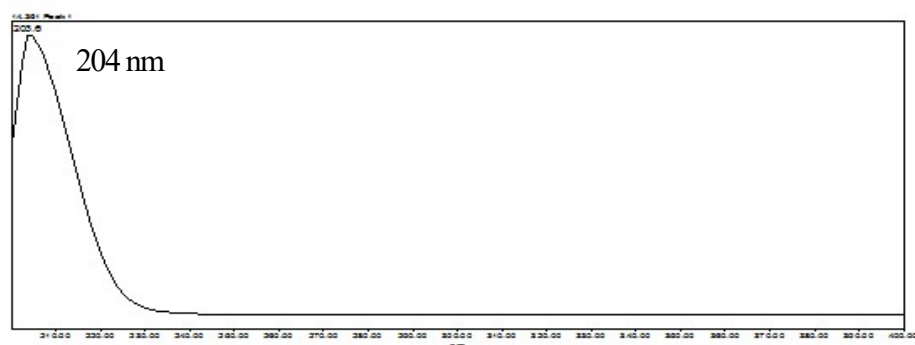
圖二十一、熊果酸的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 熊果酸的 FTIR 圖譜



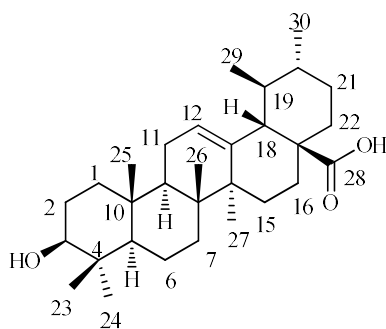
圖二十二、熊果酸的 FTIR 圖譜

(二十八) 熊果酸的 UV 圖譜



圖二十三、熊果酸的 UV 圖譜

(二十九) 熊果酸的氫、碳化學位移



熊果酸

表十、熊果酸的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	1.59–1.64 (m), 1.67–1.71 (m)	38.1
2	1.53–1.65 (2H,m)	27.9
3	3.15 (dd, 12.0, 4.8)	79.7
4	-	39.8
5	0.75 (d, 11.4)	56.7
6	1.39–1.43 (m), 1.53–1.58 (m)	19.5
7	1.30–1.36 (m), 1.53–1.58 (m)	34.3
8	-	40.8
9	1.53–1.58 (m)	49.0
10	-	38.1
11	1.89–1.94 (2H,m)	24.4
12	5.22 (t, 3.6)	126.9
13	-	139.6
14	-	43.2
15	1.06–1.10 (m), 1.89–1.94 (m)	29.2
16	2.03 (dt, 4.2, 13.2)	25.3
17	-	49.0
18	2.19 (d, 11.4)	54.4
19	1.35–1.40 (m)	40.4
20	1.35–1.40 (m)	40.4
21	1.34–1.39 (m), 1.47–1.52 (m)	31.8
22	0.96–1.02 (m), 1.64–1.68 (m)	40.0
23	0.97 (s)	28.8*
24	0.77 (s)	16.4*
25	0.95 (s)	16.0
26	0.84 (s)	17.8
27	1.11 (s)	24.1

28	-	181.7
29	0.88 d (6.0)	17.6
30	0.96 d (6.0)	21.6

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

枇杷葉

生藥名：ERIOBOTRYAE FOLIUM

英文名：Loquat Leaf

基 原：本品為薔薇科 Posaceae 植物枇杷 *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl.之乾燥葉。

一、方法

(一) 檢品溶液 【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版》

——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，作為檢品溶液。

【萃取方法 2】《中華人民共和國藥典 2020》

——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 20 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加甲醇 5 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

【萃取方法 3】(自行開發) ✓

——取本品粉末 0.5 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。

(二) 對照標準品 取熊果酸(Ursolic acid)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 0.2 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》

——甲苯：乙酸乙酯 (1：1)

【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》✓

——甲苯：丙酮 (5：1)

【展開劑 3】(自行開發 1)

——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)

【展開劑 3】(自行開發 2)

——正己烷：丙酮 (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 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)下檢視。

二、萃法選擇及濃度測試

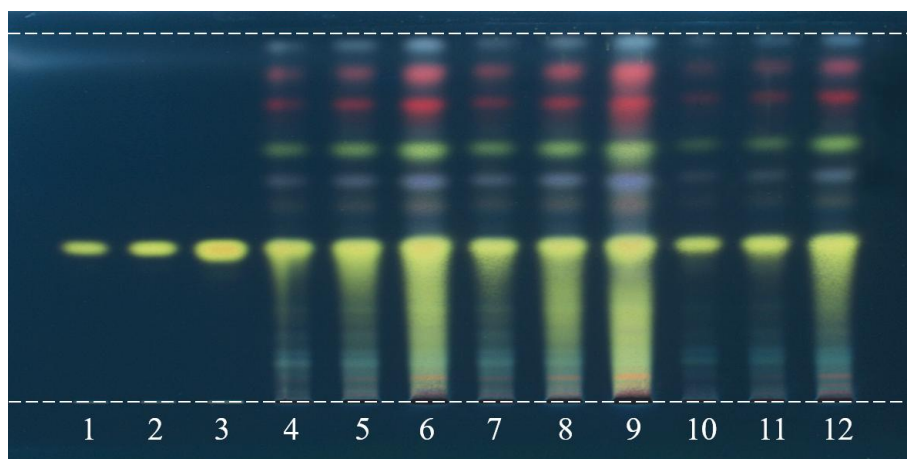
實驗日期：113/06/12

相對溼度(RH)：62%

溫度(RT)：25.2 °C

【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》——甲苯：丙酮 (5：1)

——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	熊果酸(0.2 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	檢品溶液 9【萃取方法 1】	1, 2, 5 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 9【萃取方法 2】	1, 2, 5 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 9【萃取方法 3】	1, 2, 5 μ L

建議萃法：三種萃取方法，檢品溶液中皆可分離與檢出熊果酸，因萃取方法簡單，且濃度適中，故採用自行開發之【萃取方法 3】。

建議點注量：熊果酸 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 3】2 μ L。

三、溶媒系統選擇

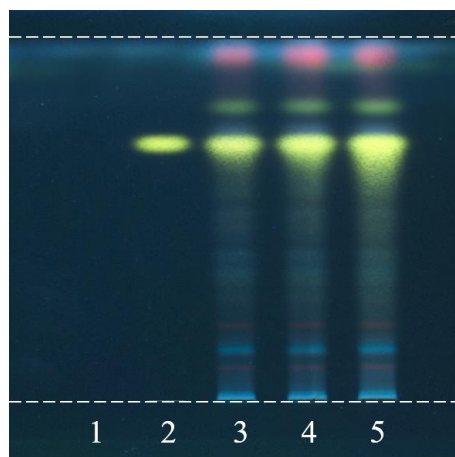
實驗日期：113/06/12

相對溼度(RH)：62%

溫度(RT)：25.2 °C

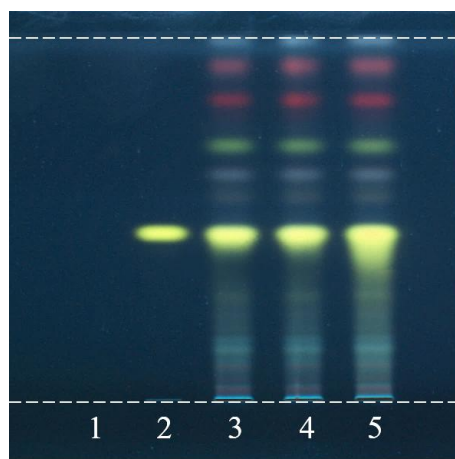
【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版》——甲苯：乙酸乙酯 (1：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(熊果酸 R_f 值為 0.70)



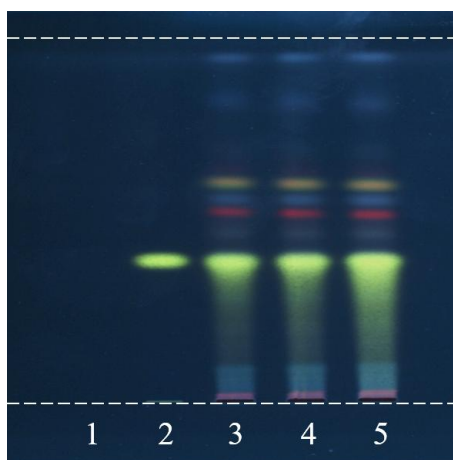
【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》——甲苯：丙酮 (5：1) ✓

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(熊果酸 R_f 值為 0.45)



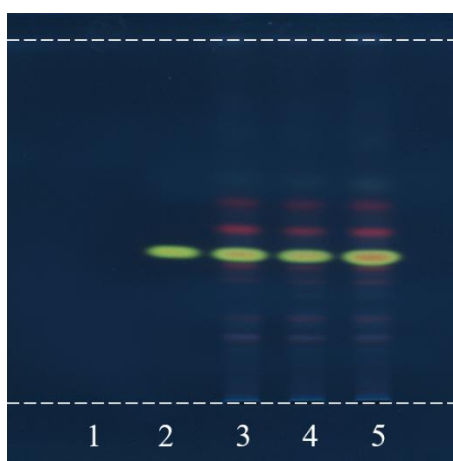
【展開劑 3】(自行開發 1)——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(熊果酸 R_f 值為 0.39)



【展開劑 4】(自行開發 2)——正己烷：丙酮 (2：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(熊果酸 R_f 值為 0.41)



1：Blank

2：熊果酸

3，4：檢品溶液 9

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 3】方式，以中國藥典之【展開劑 2】展開，顯示熊果酸的 R_f 值適中，分離佳，故採用【展開劑 2】。

四、觀察方式選擇

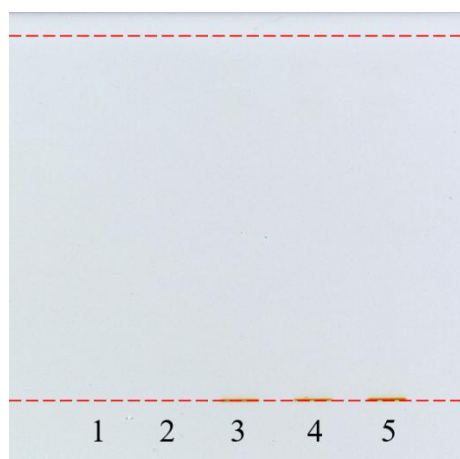
實驗日期：113/06/12

相對溼度(RH)：62%

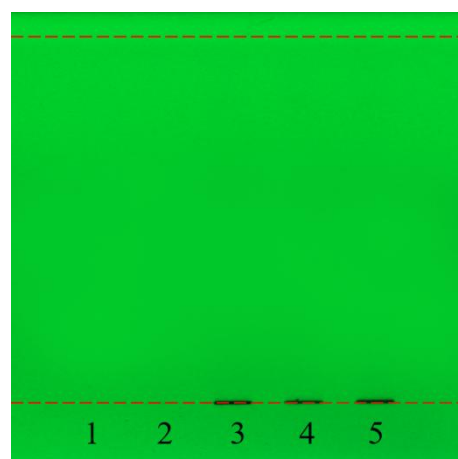
溫度(RT)：25.2 °C

【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》——甲苯：丙酮 (5：1))

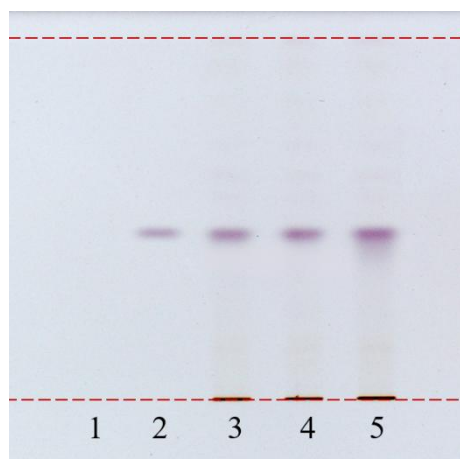
【萃取方法 3】(自行開發)—HPTLC 可
見光檢出



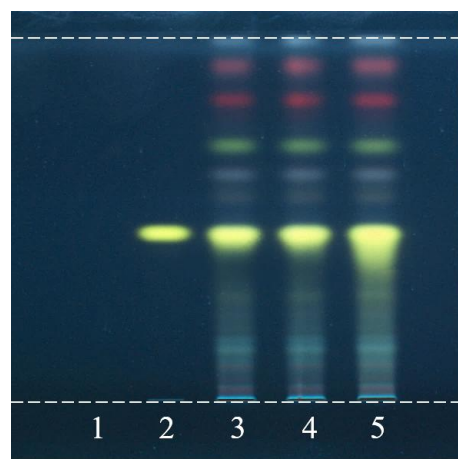
【萃取方法 3】(自行開發)—HPTLC 紫
外光(254 nm)檢出



【萃取方法 3】(自行開發)—HPTLC
10%硫酸/乙醇試液顯色後可見光檢
出



【萃取方法 3】(自行開發)—HPTLC
10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光
(365 nm)檢出✓



1：Blank
2：熊果酸

3，4：檢品溶液 9
5：Spike

建議觀察方式：以 10%硫酸/乙醇試液顯色後於紫外光(365 nm)下檢視，顯示有明顯且較多的分離之條帶。

五、十批枇杷葉藥材樣品檢測

實驗日期：113/06/12

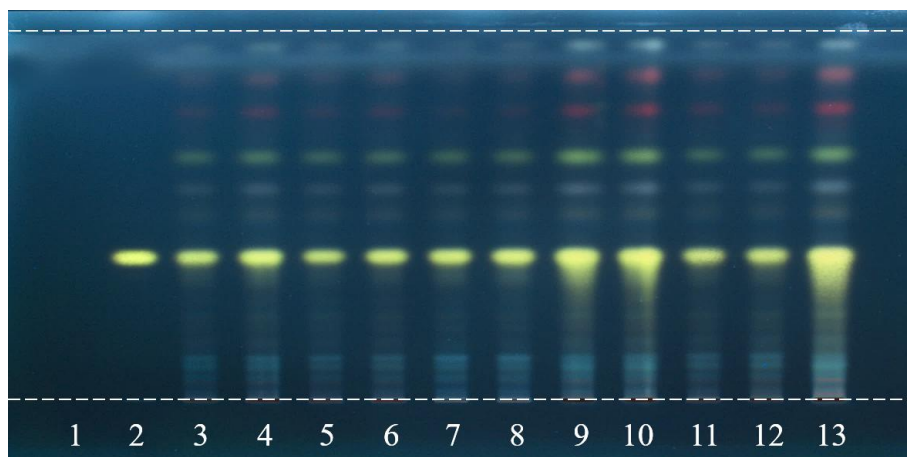
相對溼度(RH)：62%

溫度(RT)：25.2 °C

【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》——甲苯：丙酮 (5：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)

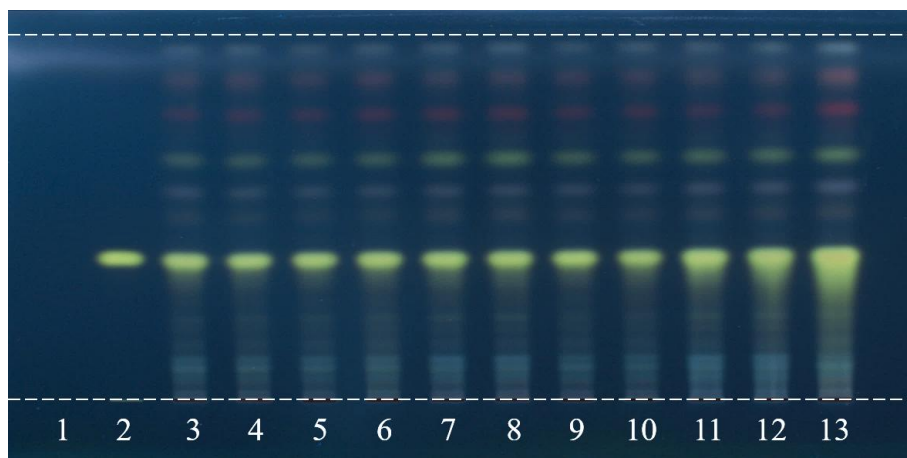
檢出



1	Blank	7, 8	檢品溶液 3 (NRA)
2	熊果酸(0.2 mg/mL)	9, 10	檢品溶液 4 (NX)
3, 4	檢品溶液 1 (NC)	11, 12	檢品溶液 5 (CA2)
5, 6	檢品溶液 2 (NJ)	13	Spike (檢品溶液 9)

【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》——甲苯：丙酮 (5：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)
檢出



1	Blank	7, 8	檢品溶液 8 (SCB)
2	熊果酸(0.2 mg/mL)	9, 10	檢品溶液 9 (SK1)
3, 4	檢品溶液 6 (CB)	11, 12	檢品溶液 10 (SUA)
5, 6	檢品溶液 7 (CH)	13	Spike (檢品溶液 9)

結論與建議：以【萃取方法 3】方式及《中華人民共和國藥典》之【展開劑 2】分離與檢出熊果酸較佳，以 10%硫酸/乙醇試液顯色後於紫外光(365 nm)下檢視較佳。