

金錢草

(LYSIMACHIAE HERBA)

金錢草 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

金錢草 HPLC

一、材料.....	9
二、儀器及層析管柱.....	9
三、實驗藥品及試劑來源.....	9
四、方法.....	9
五、結果.....	13

金錢草 TLC

一、方法.....	29
二、萃法選擇及濃度測試.....	31
三、溶媒系統選擇.....	32
四、觀察方式選擇.....	34
五、十批金錢草藥材樣品檢測.....	36

金錢草

(LYSIMACHIAE HERBA)

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金錢草的乾燥全草。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：金錢草

生藥名：LYSIMACHIAE HERBA

英文名：Longhairy Antenoron Herb

基原：本品為報春花科 Primulaceae 植物過路黃 *Lysimachia christinae* Hance 之乾燥全草。

採收加工：4~6 月採收。拔取全草，除去雜質，切段，曬乾備用。

藥材性狀：本品多皺縮成團，無毛或被疏柔毛。莖表面棕色至暗棕紅色，有縱溝紋，下部莖節上有時具鬚根，斷面實心。葉對生，展平後呈寬卵形或心形，全緣，基部微凹，長約 1~3 cm，寬約 1~3 cm，上表面灰綠色至棕褐色，下表面色較淺，主脈明顯突起；用水浸泡後，對光透視，可見黑色或深褐色的條紋。有些帶黃花，花單生於葉腋。氣微，味淡。

生長分佈：多年生草本，莖柔弱，匍匐於地面。生長於路邊、溝邊及山坡、疏林、草叢陰濕處。喜肥沃、疏鬆、富含腐植質的濕潤山地夾沙土。花期 5~7 月，果期 6~8 月。主產於四川。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

莖：

1. 表皮細胞 1 列，外有角質層。
2. 腺毛偶見，頭部單細胞，直徑約 15~30 μm ，柄部 1~2 個細胞。偶可見非腺毛，長約 400 μm 。
3. 皮層寬廣，有些細胞內含紅棕色色素塊。
4. 分泌道散在，由 5~10 個分泌細胞組成，有些內含紅棕色分泌物。
5. 內皮層明顯。
6. 中柱鞘纖維斷續排列成環，壁微木質化。
7. 韌皮部狹窄。形成層不明顯。木質部由兩側大型導管及兩側較小的導管相連，形成類似橢圓形的環。
8. 髓有時中空。

9. 薄壁細胞中含澱粉粒。

葉：

1. 上表皮細胞 1 列，類長方形，外有角質層，無氣孔；下表皮細胞與上表皮相似，有氣孔。
2. 柵欄組織 1 列，稀有 2 列。海綿組織 4~6 列。有些細胞內含紅棕色色素塊。
3. 分泌道散在，由數個分泌細胞組成，有些內含紅棕色色素塊。
4. 主脈明顯突起。近下表皮處和韌皮部外可見厚角細胞。側脈小，不發達。
5. 具腺毛，頭部單細胞，類圓形，直徑 20~30 μm ，柄部 1~2 個細胞。偶可見非腺毛，長約 400 μm 。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末灰黃色。
2. 表皮細胞垂周壁波狀彎曲，可見角質紋理和腺毛脫落後的圓形基痕，下表皮可見氣孔。
3. 有的薄壁細胞中含紅棕色色素塊。
4. 可見澱粉粒，單粒呈圓形，直徑約 10~20 μm ，複粒由 2~3 個分粒組成。偏光顯微鏡下呈黑十字。
5. 導管多為螺紋、有緣孔紋及網紋導管。
6. 具腺毛，頭部單細胞，類圓形，直徑約 15~40 μm ，呈紅棕色，柄部 1~2 個細胞。
7. 非腺毛偶見，長約 150~400 μm 。
8. 纖維長條形，偏光顯微鏡下呈白色。



圖 1 金錢草藥材圖

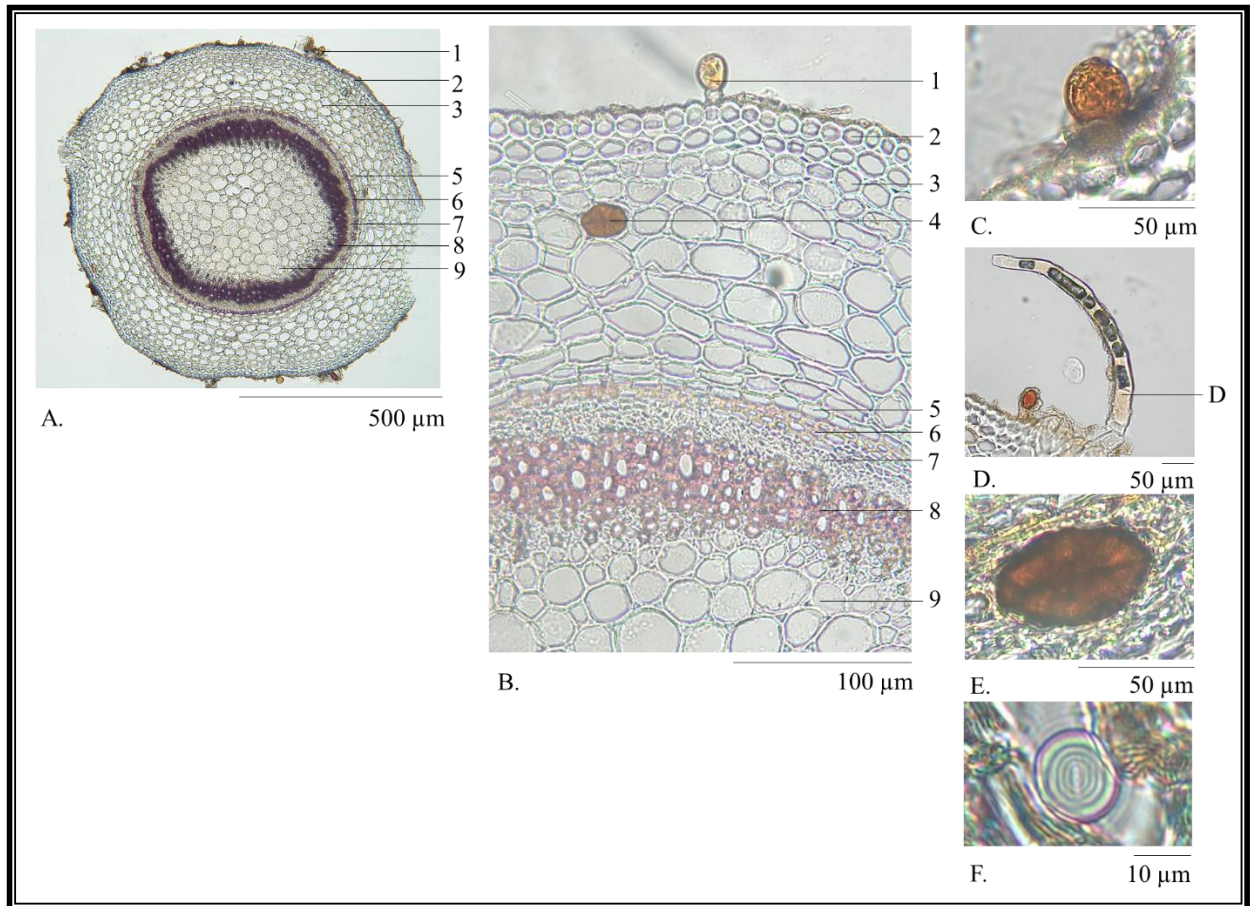


圖 2A 金錢草莖橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.腺毛 D.非腺毛 E.分泌道 F.澱粉粒

1.腺毛 2.表皮 3.皮層 4.分泌道 5.內皮層 6.中柱鞘纖維 7.韌皮部 8.木質部 9.髓

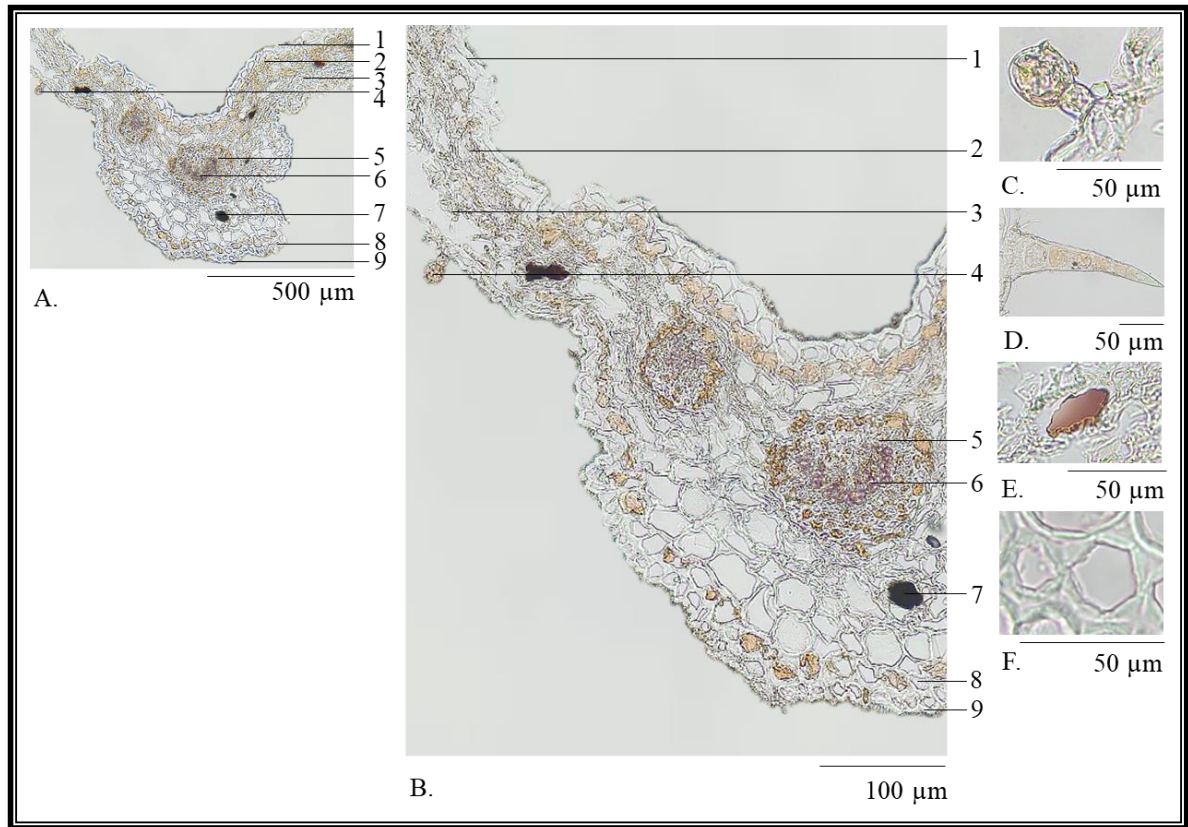


圖 2B 金錢草葉橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.腺毛 D.非腺毛 E.分泌道 F.厚角細胞

1.上表皮 2.柵狀組織 3.海綿組織 4.腺毛 5.韌皮部 6.木質部 7.分泌道

8.厚角細胞 9.下表皮

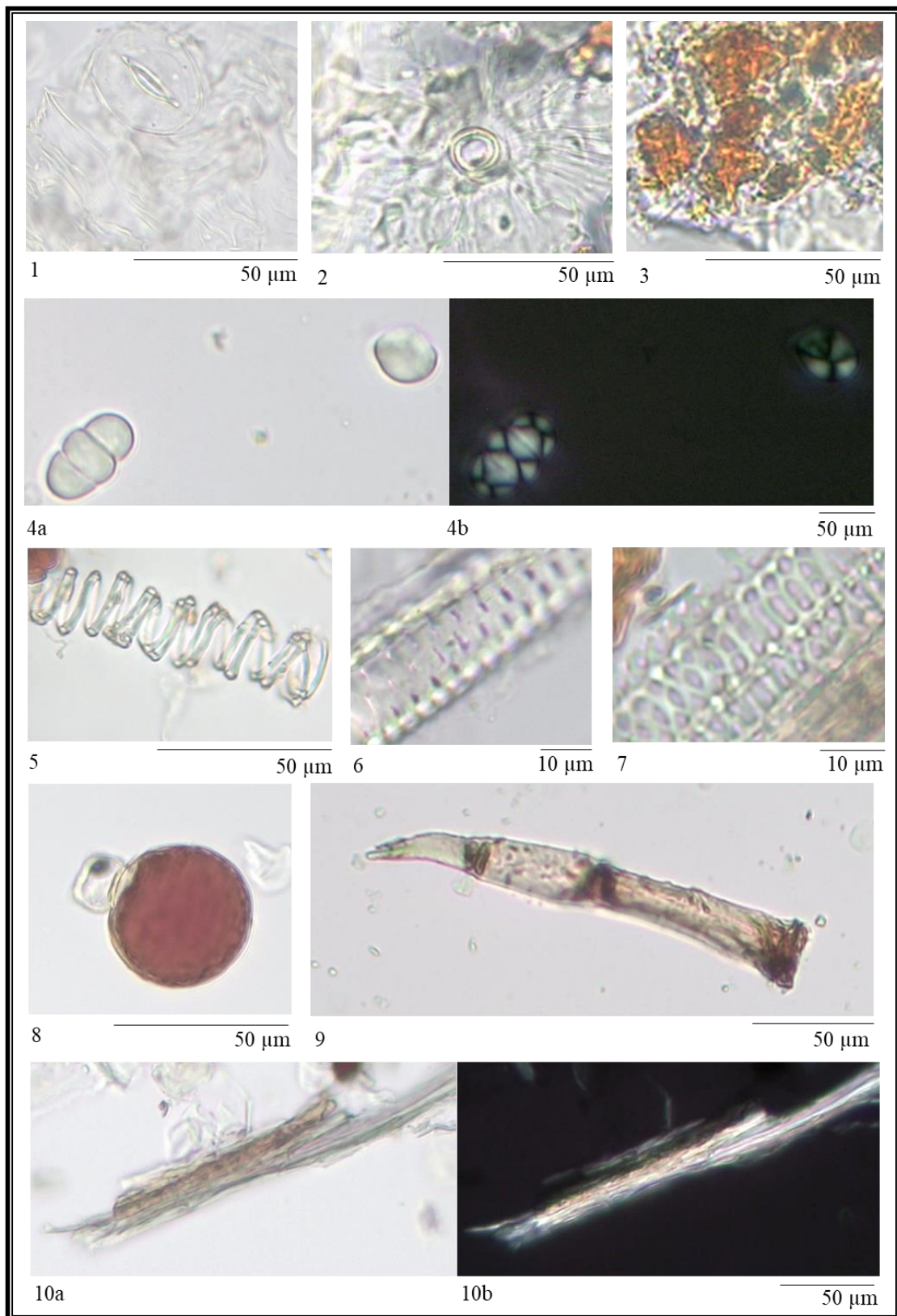


圖 3 金錢草粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 表皮細胞及氣孔 2. 腺毛基痕 3. 色素塊 4. 澱粉粒 5. 螺旋導管 6. 有緣孔紋導管 7. 網紋導管 8. 腺毛 9. 非腺毛 10. 纖維

參考文獻

1. 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。194~196 頁。
2. 肖培根等編輯(2001)。新編中藥志第三卷。北京：化學工業出版社。190~194 頁。
3. 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。395 頁。
4. 國家藥典委員會編輯(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。229~230 頁。
5. 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。416~417 頁。
6. 李家實主編(1993)。中藥鑑定學。貴州科技出版社。367~369 頁。
7. 徐乃良、岑麗華編著(1991)。名貴中草藥栽培技術。廣西民族出版社。32~34 頁。
8. 文瑞良主編(2002)。中藥材顯微彩色圖鑑。中國醫藥科技出版社。168~169 頁。
9. 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。537~538 頁。
10. 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著(2012)。香港中藥材標準第五冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。222~227 頁。
11. 國家藥典委員會(2009)。中華人民共和國藥典中藥材顯微鑑別彩色圖鑑。人民衛生出版社。271~272 頁。

金錢草(LYSIMACHIAE HERBA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店金錢草藥材共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Waters 2695 Separation Module，包含 Waters 2996、Photodiode Array Detector；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、Sampler 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 Merck，85%磷酸購自於 Sigma。

(二) 標準品

標準品槲皮素(Quercetin)、山柰素(Kaempferol)，購自於普思生物科技股份有限公司，純度皆 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取條件評估

取本品粉末 2 份，準確稱取 1.5g，置 100 mL 圓底瓶中，準確加入 80%甲醇各 50 mL，加熱迴流 1 小時，冷卻後以 No.1 濾紙過濾，濾液移入 50 mL 容量瓶中，加入溶媒至刻度。續取濾液 2 份，分別準確量取 25 mL 置 100 mL 圓底瓶中，各加鹽酸 5 mL，1 份置水浴 80 °C 加熱 1 小時，1 份加熱迴流 1 小時，冷卻後，移入 50 mL 容量瓶中，加 80%甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 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槲皮素與山柰素最大波峰面積為最佳金錢草萃取條件。

(二) 最佳萃取時間評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)3 份，每份準確稱取 1.5 g，置 100 mL 圓底瓶中，準確加入 80%甲醇各 50 mL，加熱迴流 1 小時，冷卻後以 No.1 濾紙過濾，濾液移入 50 mL 容量瓶中，加入溶媒至刻度。續取濾液 3 份，每份準確量取 25 mL 置 100 mL 圓底瓶中，加鹽酸 5 mL，分別置水浴 80 °C 加熱 1 小時、2 小時、3 小時，冷卻後，移入 50 mL 容量瓶中，加 80%甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μ m)，即得。每

針 10 μL 注入 HPLC，選出最佳萃取時間。

(三) 對照標準品溶液

1. 準確稱取標準品槲皮素 2.0 mg，加 10 mL 的 80% 甲醇製成每 1 mL 含槲皮素 200 μg 的標準品儲備溶液，並以 80% 甲醇稀釋至 4.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 製成對照標準品溶液。
2. 準確稱取標準品山柰素 2.0 mg，加 10 mL 的 80% 甲醇製成每 1 mL 含山柰素 200 μg 的標準品儲備溶液，並以 80% 甲醇稀釋至 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 1.5 g，置 100 mL 圓底瓶中，準確加入 80% 甲醇 50 mL，加熱迴流 1 小時，冷卻後以 No. 1 濾紙過濾，濾液移入 50 mL 容量瓶中，加入 80% 甲醇至刻度。續取濾液 25 mL 置 100 mL 圓底瓶中，加鹽酸 5 mL，置水浴 80 $^{\circ}\text{C}$ 加熱 1 小時，冷卻後，移入 50 mL 容量瓶中，加 80% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 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，用標準曲線分別計算溶液中槲皮素與山柰素的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取槲皮素標準品儲備溶液適量(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，以 80% 甲醇稀釋成含槲皮素分別為 50、20、10、4.0、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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. 準確吸取山柰素標準品儲備溶液適量(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，以 80% 甲醇稀釋成含山柰素分別為 100、50、20、10、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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

1. 以槲皮素為 4.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以槲皮素的波峰面積為指標，求出相對標準差。
2. 以山柰素為 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以山柰素的波峰面

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：取同一批市售金錢草粉末，依金錢草檢品溶液製備方法平行製備 5 份金錢草檢品溶液，進樣測定，以槲皮素與山柰素的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售金錢草粉末，依金錢草檢品溶液製備方法製備金錢草檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以槲皮素與山柰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. 取已知槲皮素含量的金錢草藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 1 mL 的槲皮素溶液(0.25 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知山柰素含量的金錢草藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 1 mL 的山柰素溶液(0.25 mg/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 SB- C18 Column (250 mm x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 360 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(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	50	50
30	50	50

(十二) 臺灣市售金錢草藥材含量測定

取 10 批市售金錢草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 公式計算樣品槲皮素與山柰素的百分含量。

(十三) 金錢草檢品之 UPLC 層析條件

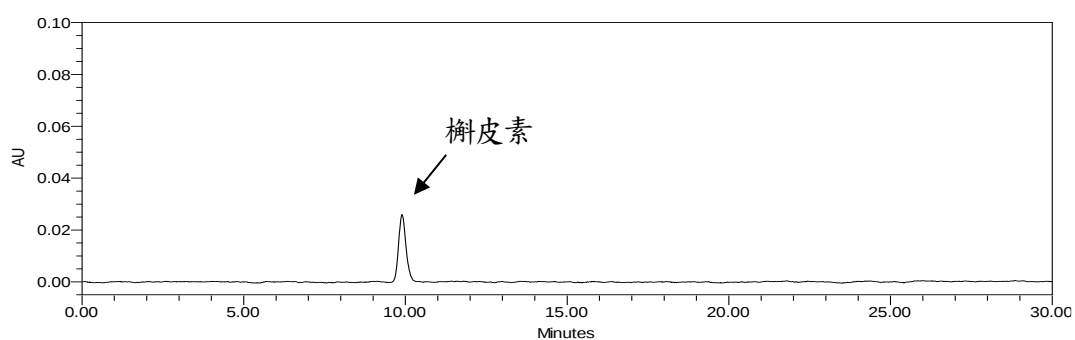
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 360 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲 醇(%, v/v)	0.1%磷酸(%, v/v)
0	50	50
10	50	50

五、結果

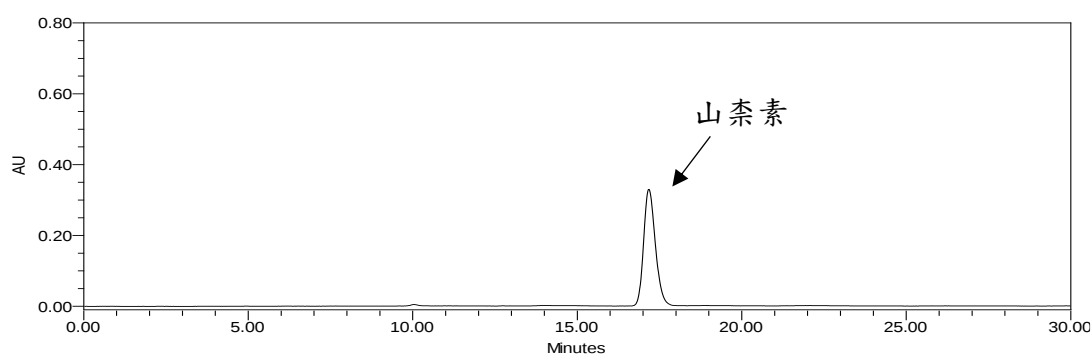
(一) 標準品槲皮素與山柰素之 HPLC 層析

於滯留時間 9.89 分鐘處顯示槲皮素標準品波峰(圖一)。



於滯留時間 17.17 分鐘處顯示山柰素標準品波峰(圖二)。

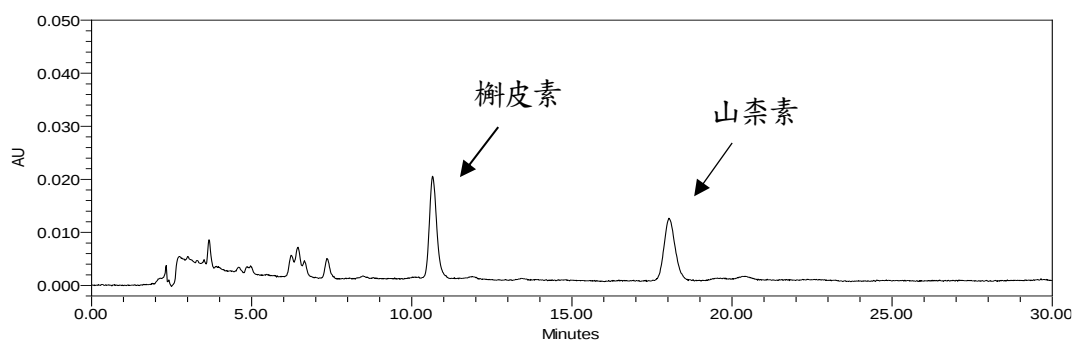
圖一、槲皮素標準品溶液之 HPLC 層析圖



圖二、山柰素標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售金錢草檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 10.85 與 18.03 分鐘處分別顯示金錢草檢品中槲皮素與山柰素波峰(圖三)。槲皮素分離率(R)為 6.07，拖尾因子(T)為 1.12，山柰素分離率(R)為 5.36，拖尾因子(T)為 1.07，均在系統適用性要求內。



圖三、市售金錢草檢品之 HPLC 層析圖

表一、槲皮素與山柰素之分離率與拖尾因子

	槲皮素	山柰素
分離率	6.07	5.36
拖尾因子	1.12	1.07

(三) 最佳萃取條件評估

加鹽酸進行加熱水解反應，以水浴 80 °C 加熱 1 小時比較加熱迴流 1 小時條件，結果顯示置水浴 80 °C 加熱 1 小時為較佳萃取條件，每克藥材重量所得槲皮素與山柰素的波峰面積較大。

表二、不同條件萃取比較

萃取條件	槲皮素 波峰面積	山柰素 波峰面積	最佳萃取
鹽酸，水浴 80 °C 加熱 1 小時	283986	208586	√
鹽酸，加熱迴流 1 小時	230911	179471	

(四) 最佳萃取時間評估

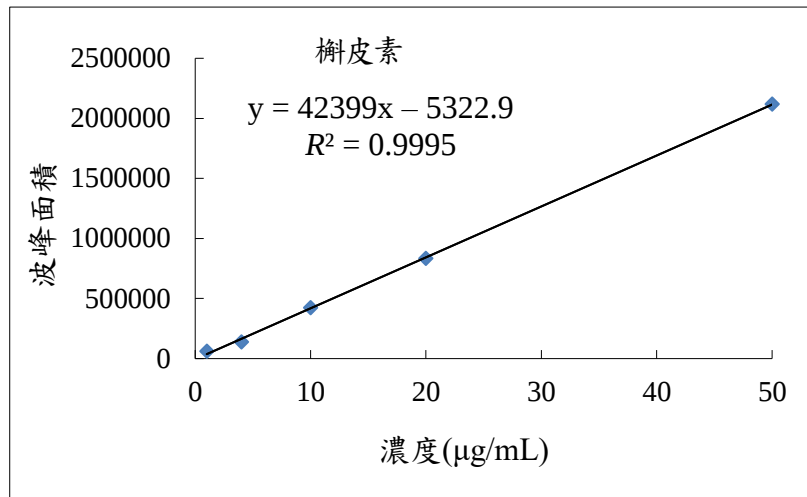
結果顯示加鹽酸以水浴 80 °C 進行加熱水解反應，萃取 1 小時基本上已將槲皮素與山柰素萃取完全，萃取 1 小時是最佳萃取時間。

表三、金錢草檢品萃取時間評估

鹽酸 5 mL，水浴 80 °C 加熱	槲皮素 波峰面積	山柰素 波峰面積
1 小時	283986	208586
2 小時	236336	179216
3 小時	106158	14359

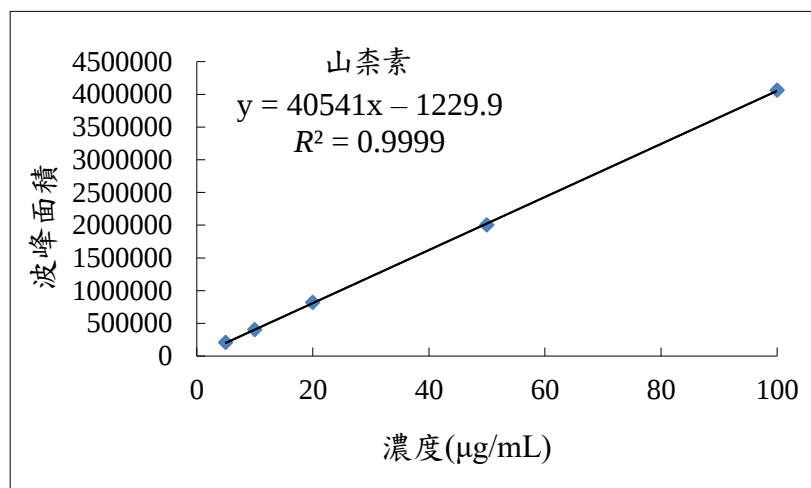
(五) 標準品槲皮素與山柰素檢量線

1. 經不同濃度槲皮素(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 $y = 42399x - 5322.9$ ， $R^2 = 0.9995$ ，顯示濃度在 1.0–50 µg/mL 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、槲皮素之檢量線圖

2. 經不同濃度山柰素 (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 $y = 40541x - 1229.9$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 5.0–100 µg/mL 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、山柰素之檢量線圖

表四、槲皮素與山柰素之檢量線方程式

對照標準品	濃度(µg/mL)	線性回歸方程式	R^2
槲皮素	1.0–50	$y = 42399x - 5322.9$	0.9995
山柰素	5.0–100	$y = 40541x - 1229.9$	0.9999

(六) 精密度試驗

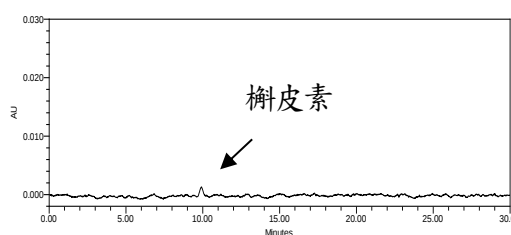
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，槲皮素與山柰素精密度之相對標準差分別為 0.13%與 1.02%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

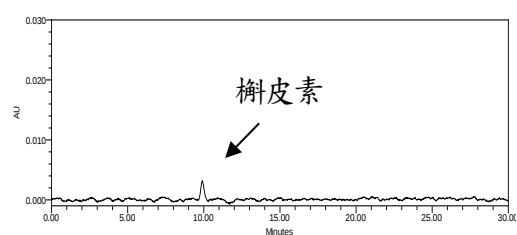
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，槲皮素與山柰素重複性之相對標準差分別為 0.76%與 1.75%，均在系統適用性要求內。槲皮素與山柰素在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準分別為 2.52%與 3.74%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

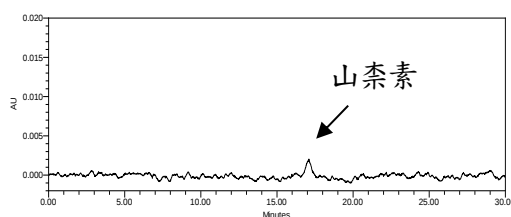
槲皮素偵測極限為 0.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖六)，定量極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖七)。
山柰素偵測極限為 0.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖九)。



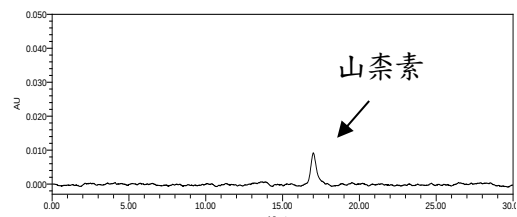
圖六、槲皮素之偵測極限層析圖



圖七、槲皮素之定量極限層析圖



圖八、山柰素之偵測極限層析圖



圖九、山柰素之定量極限層析圖

表五、各項檢驗分析

檢測項目	槲皮素		山柰素	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	4.0 $\mu\text{g/mL}$	0.13	20 $\mu\text{g/mL}$	1.02
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.3)	0.76	檢品溶液(No.3)	1.75
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.3)	2.52	檢品溶液(No.3)	3.74
偵測極限 (n=3)	0.5 $\mu\text{g/mL}$	-	0.5 $\mu\text{g/mL}$	-
定量極限 (n=3)	1.0 $\mu\text{g/mL}$	-	2.0 $\mu\text{g/mL}$	-

(九) 添加回收率試驗

槲皮素平均添加回收率為 93.9%，相對標準偏差為 1.43% (表六)。山柰素平均添加回收率為 98.6%，相對標準偏差為 0.47% (表七)。

表六、槲皮素添加回收率

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	0.5	0.2478	0.25	0.4799	92.86	93.92	1.43
2	0.5	0.2478	0.25	0.4800	92.88		
3	0.5	0.2478	0.25	0.4874	95.83		
4	0.5	0.2478	0.25	0.4849	94.83		
5	0.5	0.2478	0.25	0.4808	93.20		

表七、山柰素添加回收率

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	0.5	0.2428	0.25	0.4899	98.84	98.61	0.47
2	0.5	0.2428	0.25	0.4883	98.20		
3	0.5	0.2428	0.25	0.4894	98.64		
4	0.5	0.2428	0.25	0.4881	98.12		
5	0.5	0.2428	0.25	0.4909	99.24		

(十) 臺灣市售金錢草含量測定

10 批金錢草藥材之含量測定結果(乾燥品)如表八所示，槲皮素的含量為 0.026–0.130%，山柰素的含量為 0.018–0.064%，槲皮素與山柰素的總量為 0.087–0.147%，建議金錢草藥材指標成分槲皮素與山柰素的總量不得少於 0.10%。理論板數按槲皮素波峰計算應不低於 5000 (實際值為 10686)，理論板數按山柰素波峰計算應不低於 5000 (實際值為 12753)。

表八、臺灣市售金錢草檢品之槲皮素與山柰素的含量

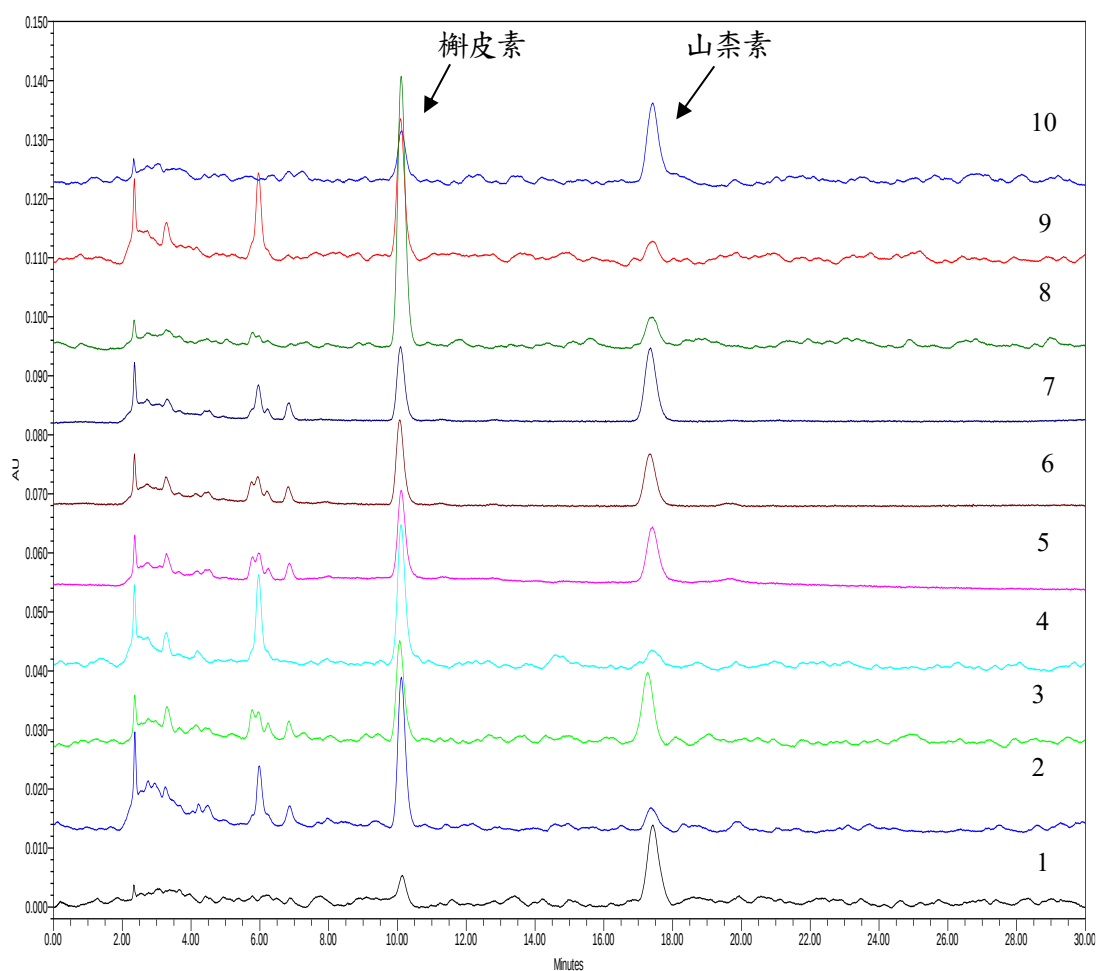
藥材編號(No.)	槲皮素含量(%)	山柰素含量(%)	槲皮素與山柰素總量(%)
1 (NB)	0.026	0.061	0.087
2 (NDA)	0.078	0.024	0.102
3 (NI)	0.053	0.049	0.102
4 (NN)	0.075	0.045	0.120
5 (NR)	0.055	0.046	0.101
6 (NY)	0.051	0.038	0.089
7 (CA)	0.042	0.059	0.101
8 (CAA)	0.130	0.018	0.147
9 (SUB)	0.077	0.024	0.101
10 (SUD)	0.029	0.064	0.093
平均值±S.D.	0.061±0.030	0.043±0.017	0.104±0.018

(十一) 金錢草藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售金錢草檢品溶液各 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 mm x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 360 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：

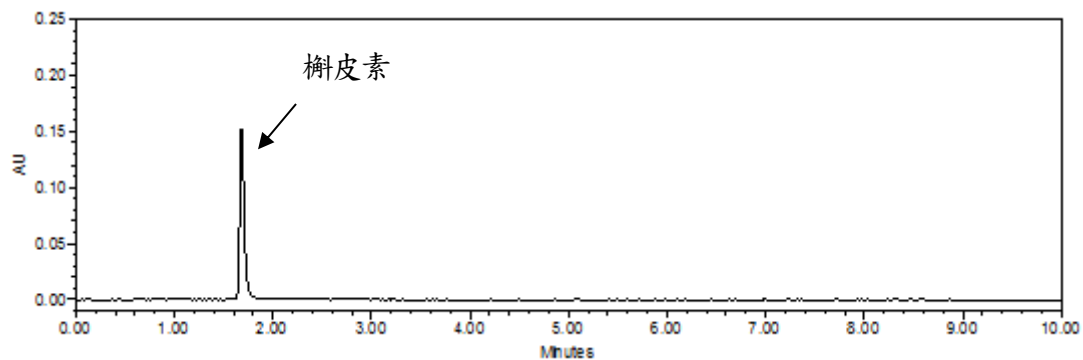
時間(min)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	50	50
30	50	50



圖十、10 批金錢草藥材之 HPLC 指紋圖譜

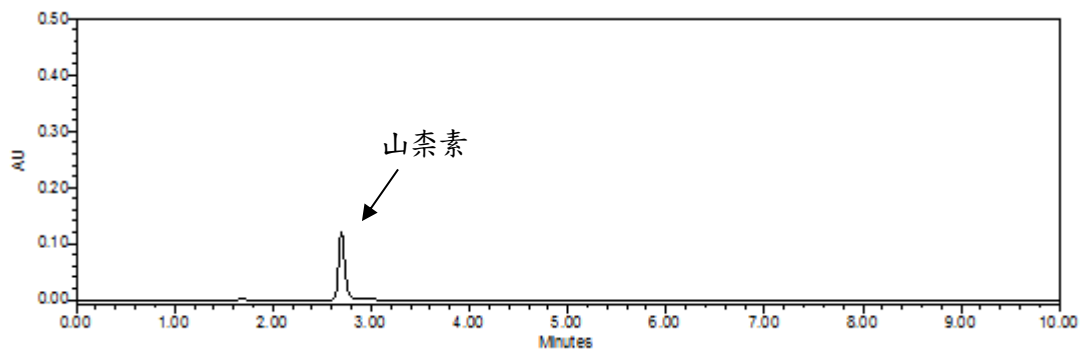
(十二) 標準品槲皮素與山柰素之 UPLC 層析

於滯留時間 1.68 分鐘處顯示槲皮素標準品波峰(圖十一)。



圖十一、槲皮素標準品溶液之 UPLC 層析圖

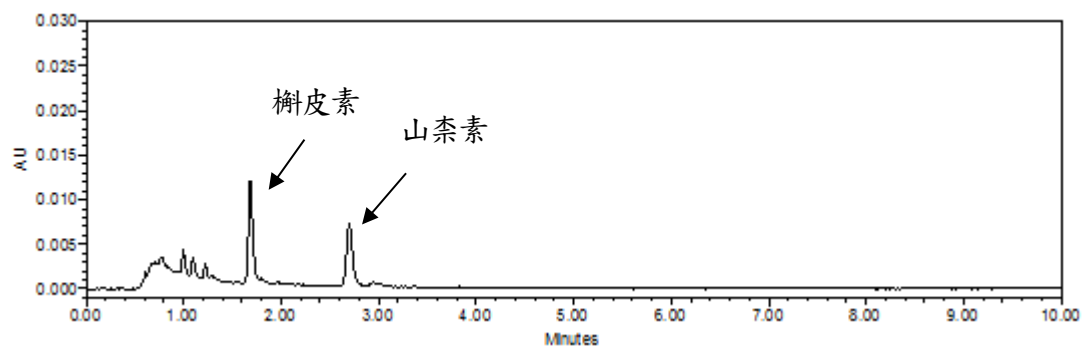
於滯留時間 2.70 分鐘處顯示山柰素標準品波峰 (圖十二)。



圖十二、山柰素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售金錢草檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 1.68 與 2.70 分鐘處分別顯示金錢草檢品中槲皮素與山柰素 (圖十三)。

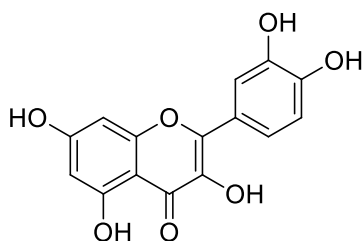


圖十三、市售金錢草檢品之 UPLC 層析圖

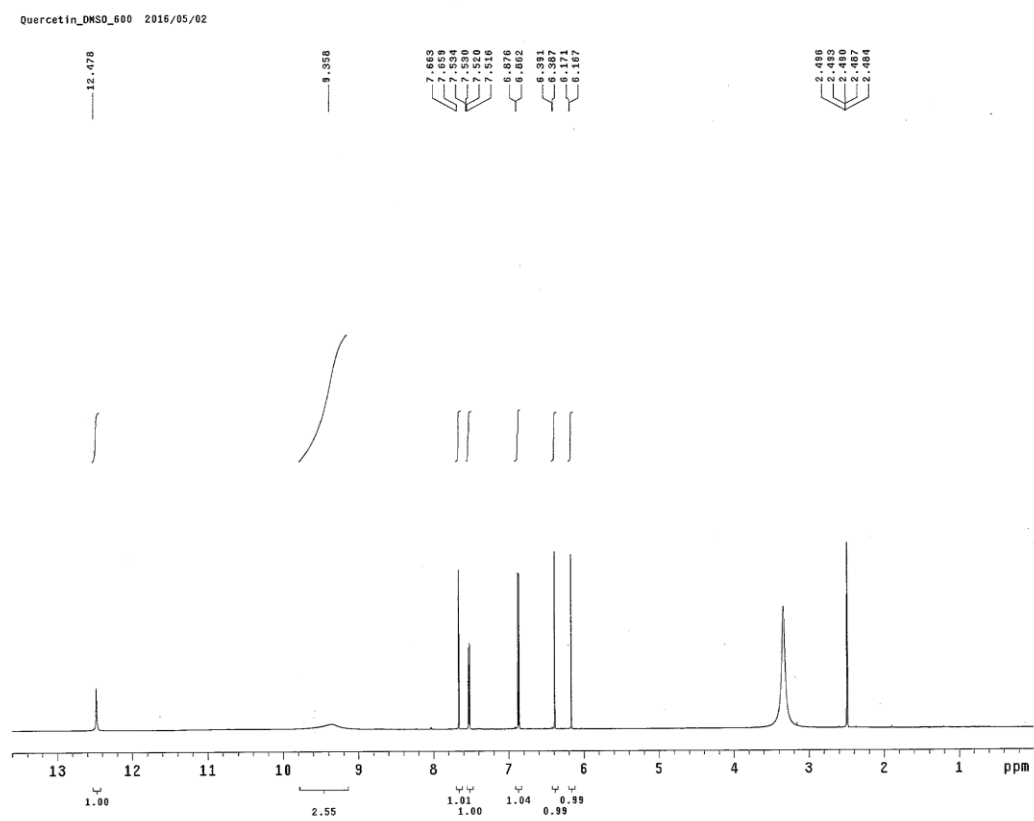
(十四) 槲皮素的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{10}O_7$ ；分子量：302.36；熔點：315–357 °C；黃色粉末。

(十五) 槲皮素的結構



(十六) 槲皮素的 ^1H NMR 圖譜



圖十四、槲皮素的 ^1H NMR 圖譜(DMSO- d_6)

Quercetin_DMSO_600 2016/05/02

Chemical shift (ppm):

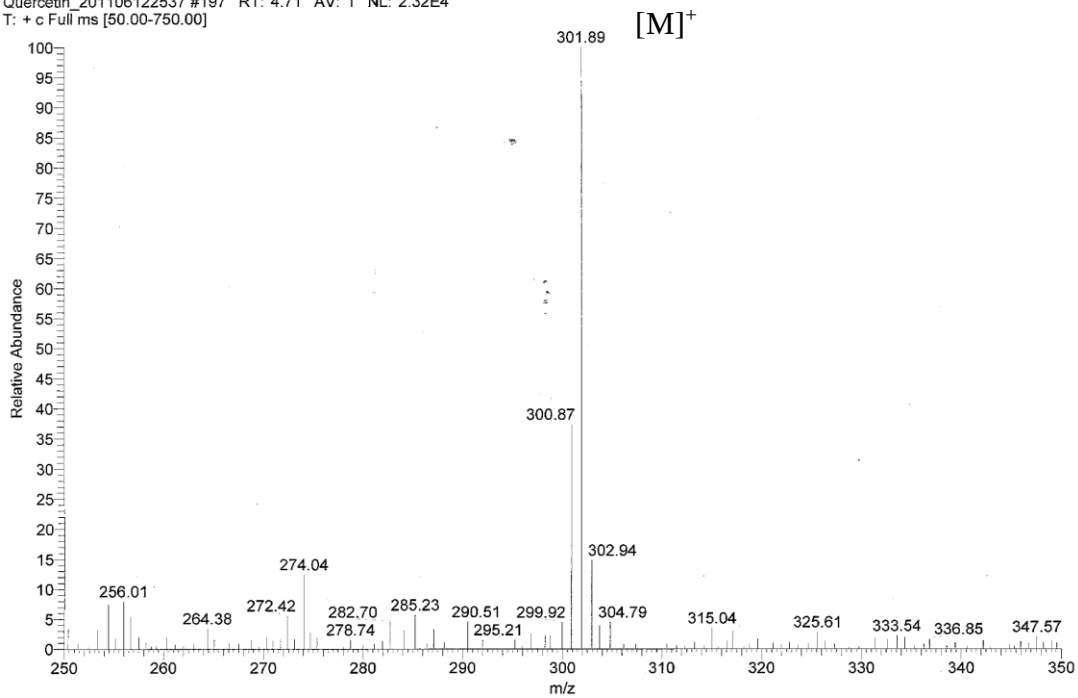
- 175.814
- 163.865
- 160.705
- 156.126
- 147.986
- 147.811
- 145.049
- 135.714
- 121.895
- 119.850
- 115.589
- 115.034
- 102.959
- 99.189
- 93.345
- 39.518
- 39.700
- 39.500
- 39.382
- 39.262
- 39.062

(十八) 槲皮素的 EI-MS 圖譜

F:\Xcalibur\...\Quercetin_201106122537

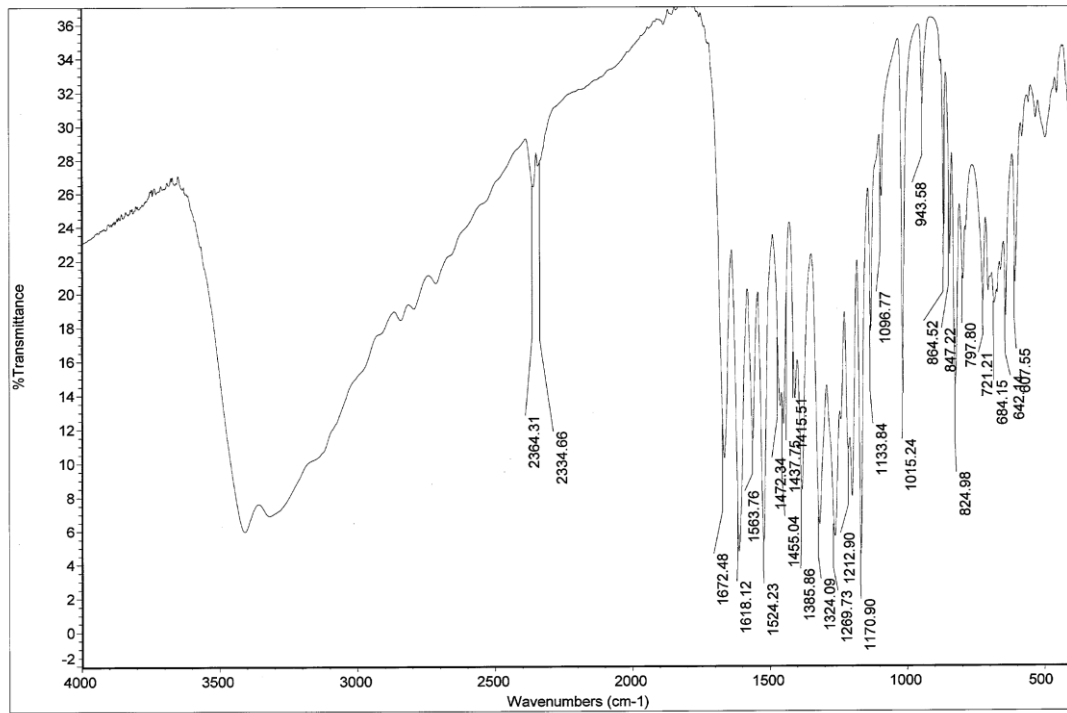
Quercetin_201106122537 #197 RT: 4.71 AV: 1 NL: 2.32E4

T: + c Full ms [50.00-750.00]



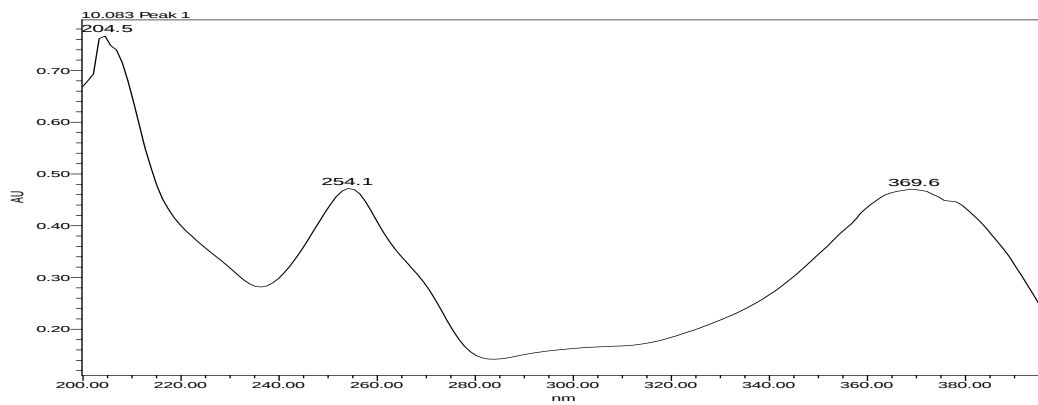
圖十六、槲皮素的 EI-MS 圖譜

(十九) 槲皮素的 FTIR 圖譜



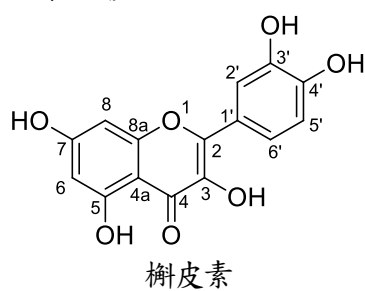
圖十七、槲皮素的 FTIR 圖譜

(二十) 槲皮素的 UV 圖譜



圖十八、槲皮素的 UV 圖譜

(二十一) 槲皮素的氫、碳化學位移



表九、槲皮素氫、碳化學位移(DMSO-*d*₆)^a

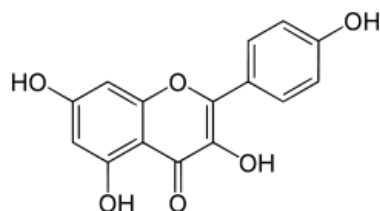
position	δ_{H} (600 MHz)	δ_{C} (150 MHz)
2	-	146.8
3	-	135.7
4	-	175.8
4a	-	103.0
5	-	160.7
6	6.17 (d, 2.4)	98.2
7	-	164.0
8	6.39 (d, 2.4)	93.3
8a	-	156.1
1'	-	121.9
2'	7.66 (d, 2.4)	115.0
3'	-	145.0
4'	-	147.7
5'	6.87 (d, 8.4)	115.6
6'	7.53 (dd, 8.4, 2.4)	120.0
5-OH	12.5 (s)	-

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

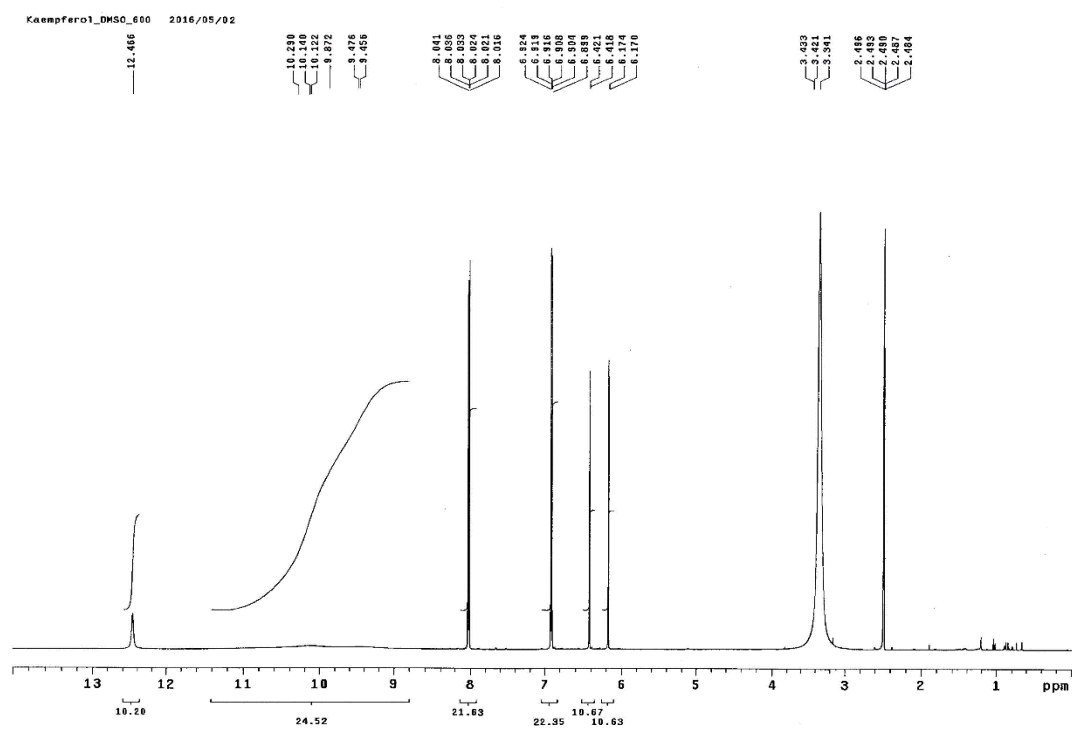
(二十二) 山柰素的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{10}O_6$ ；分子量：286.23；熔點：276–278 °C；黃色粉末。

(二十三) 山柰素的結構

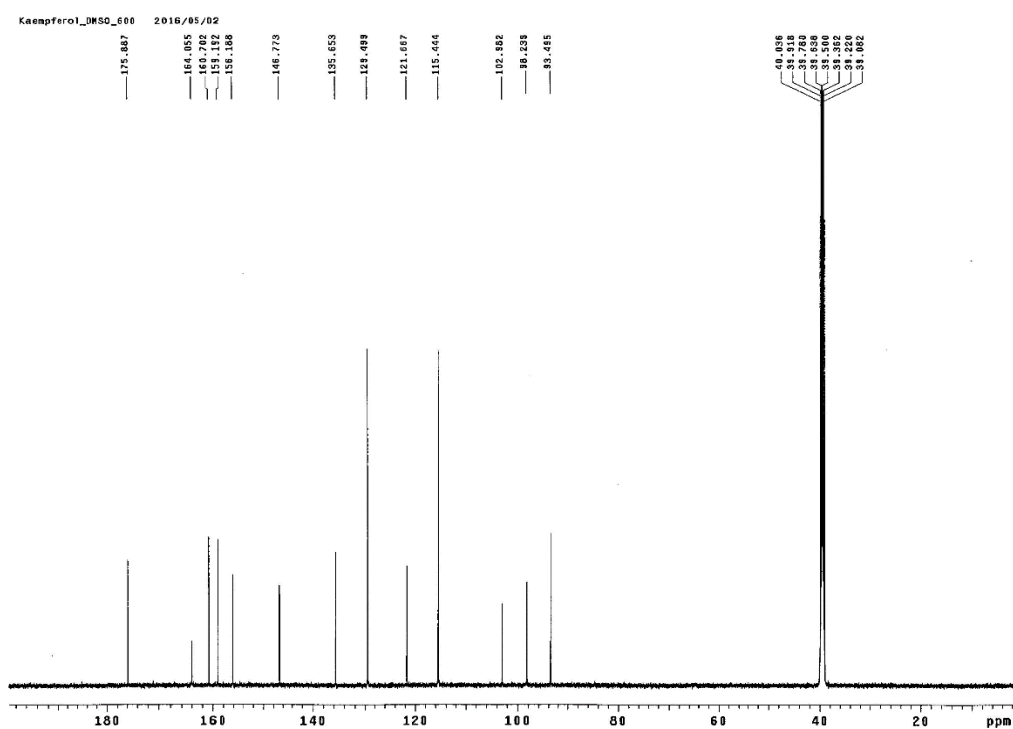


(二十四) 山柰素的 ^1H NMR 圖譜



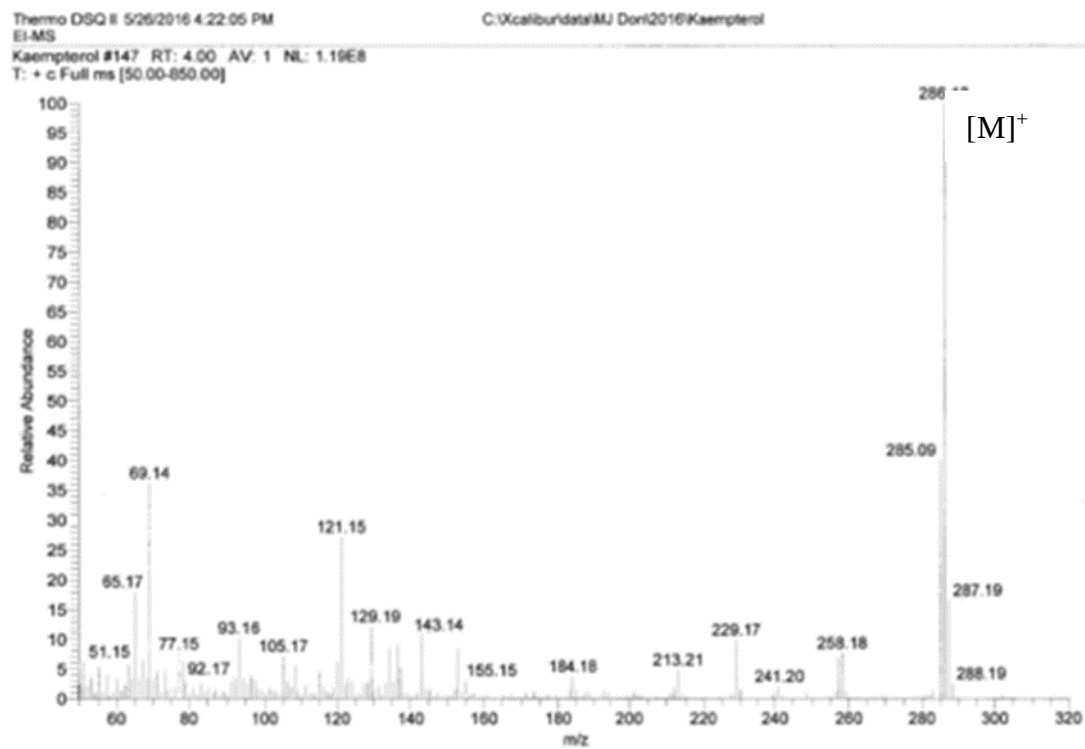
圖十九、山柰素的 ^1H NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(二十五) 山柰素的 ^{13}C NMR 圖譜



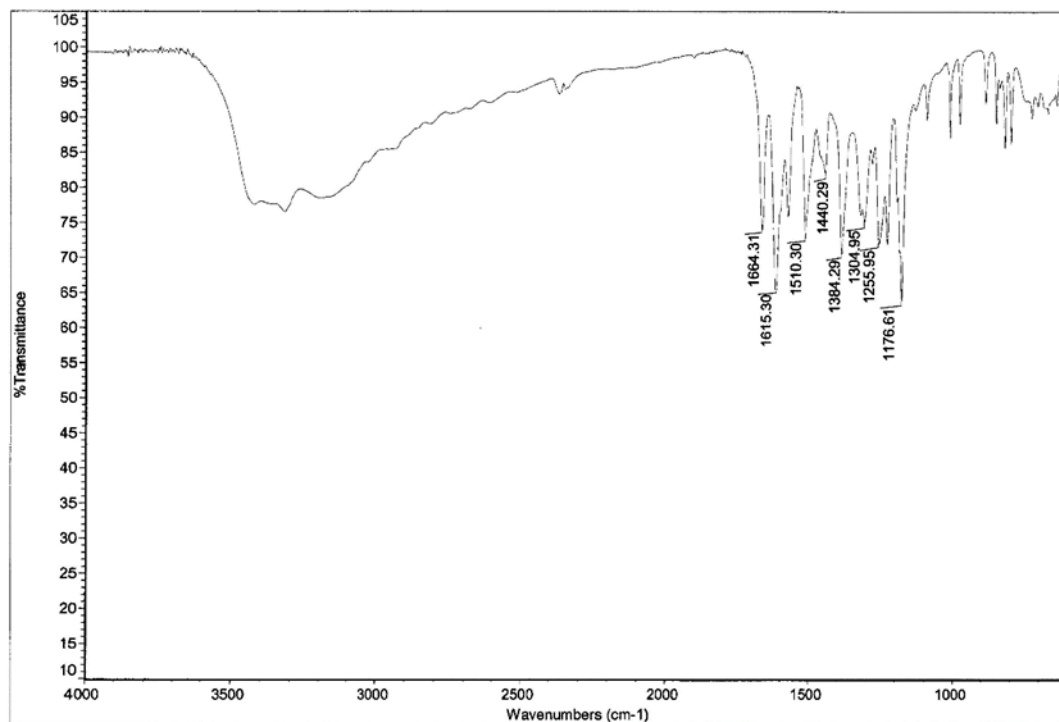
圖二十、山柰素的 ^{13}C NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(二十六) 山柰素的 EI-MS 圖譜



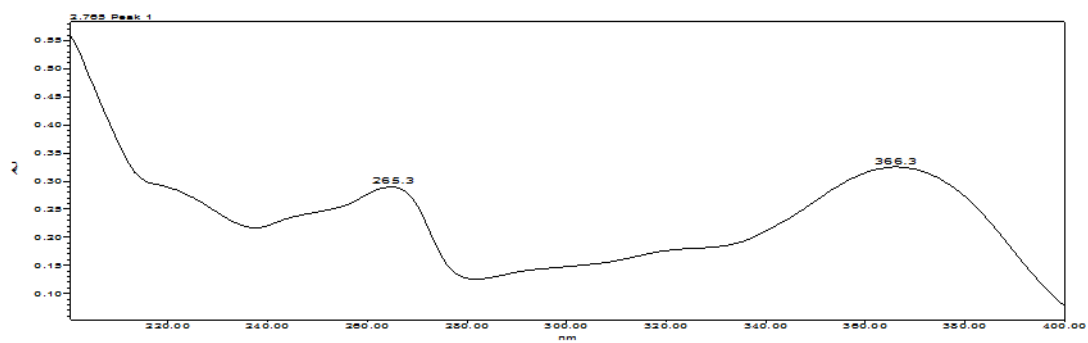
圖二十一、山柰素的 EI-MS 圖譜

(二十七) 山柰素的 FTIR 圖譜



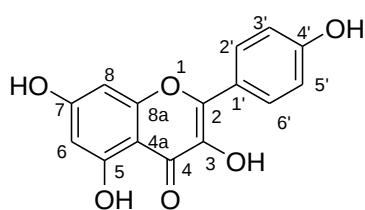
圖二十二、山柰素的 FTIR 圖譜

(二十八) 山柰素的 UV 圖譜



圖二十三、山柰素的 UV 圖譜

(二十九) 山柰素的氫、碳化學位移



山柰素

表十、山柰素氫、碳化學位移(DMSO-*d*₆)^a

position	δ_{H} (600 MHz)	δ_{C} (150 MHz)
2	-	146.8
3	-	135.7
4	-	175.9
4a	-	103.0
5	-	160.7
6	6.17 (d, 2.4)	98.2
7	-	164.1
8	6.42 (d, 2.4)	93.5
8a	-	156.2
1'	-	121.7
2',5'	8.03 (d, 9.0)	129.5
3',6'	6.91 (d, 9.0)	115.4
4'	-	159.2
5-OH	12.5 (s)	-

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

金錢草

生藥名：LYSIMACHIAE HERBA

英文名：Longhairy Antenoron Herb

基 原：本品為報春花科 Primulaceae 植物過路黃 *Lysimachia christinae* Hance 之乾燥全草。

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 2020)

——取本品粉末 1.0 g，加 80% 甲醇 50 mL，加熱迴流 1 小時，待冷卻後過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加水 10 mL 使之溶解，水溶液用乙醚振搖萃取 2 次，每次 10 mL，棄乙醚液，水溶液加稀鹽酸 10 mL，加熱迴流 1 小時，待冷卻後用乙酸乙酯振搖萃取 2 次，每次 20 mL，合併乙酸乙酯液，用水洗滌 3 次，每次 10 mL，將乙酸乙酯液濃縮至乾，殘渣加甲醇 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第五冊)

——取本品粉末 2.0 g，加 80% 乙醇 50 mL，超音波振盪 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 3】(自行開發) ✓

——取本品粉末 0.5 g，加 80% 甲醇 25 mL、鹽酸 1 mL，加熱迴流 1 小時，待冷卻後過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加水 10 mL 使之溶解，用乙酸乙酯振搖萃取 2 次，每次 20 mL，合併乙酸乙酯液，將乙酸乙酯液濃縮至乾，殘渣加甲醇 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 溶 液 取槲皮素(Quercetin)及山柰素(Kaempferol)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】**(修飾臺灣中藥典第三版 2018；修飾中華人民共和國藥典 2020) ✓

——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (10：8：1)

【展開劑 2】(香港中藥材標準第五冊)

——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (10：6：1)

(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 3%三氯化鋁試液($\text{AlCl}_3/\text{EtOH TS}$)噴霧後， 105°C 加熱數分鐘，置於紫外光(365 nm)下檢視。

二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：109/11/10

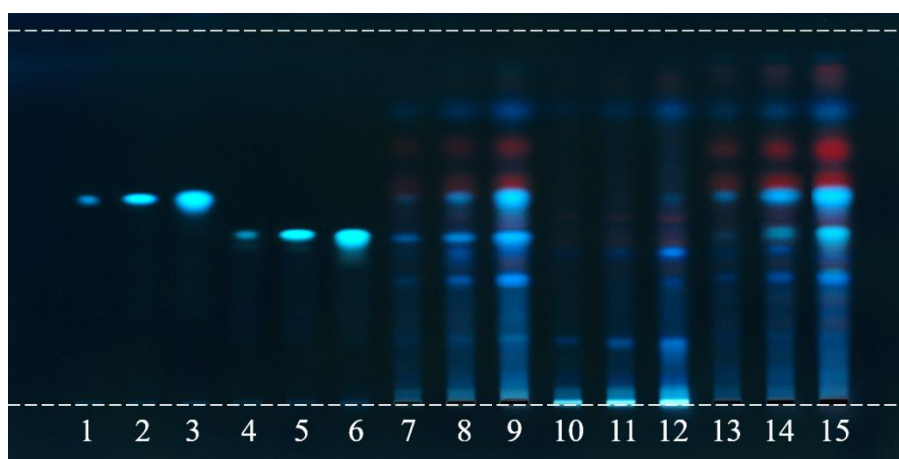
相對溼度(RH)：51%

溫度(RT)：22.3 °C

【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 2020)

——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (10：8：1)

——HPTLC 3%三氧化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出



編號	名稱	點注量
1，2，3	山柰素(0.2 mg/mL)	1，2，5 μ L
4，5，6	槲皮素(0.2 mg/mL)	1，2，5 μ L
7，8，9	檢品溶液 7【萃取方法 1】	1，2，5 μ L
10，11，12	檢品溶液 7【萃取方法 2】	1，2，5 μ L
13，14，15	檢品溶液 7【萃取方法 3】	1，2，5 μ L

建議萃法：三種萃取法中，除【萃取方法 2】無法分離檢測出之外，其餘兩種皆可分離檢出山柰素與槲皮素，其中【萃取方法 1】的萃取步驟較多，花費時間較長，故採用較為簡便的【萃取方法 3】。

建議點注量：山柰素 2 μ L，槲皮素 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：109/11/10

相對溼度(RH)：51%

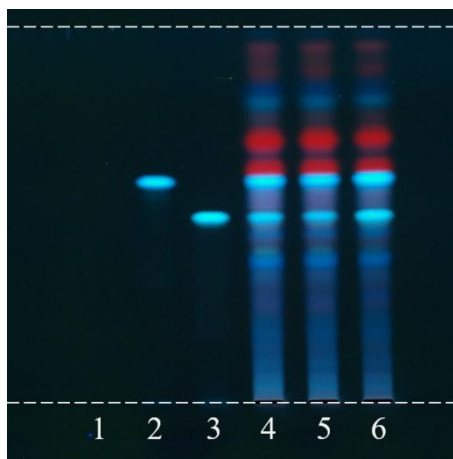
溫度(RT)：22.3 °C

【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 2020)

——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (10：8：1)

【萃取方法 3】 (自行開發)——HPTLC 3%三氧化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)

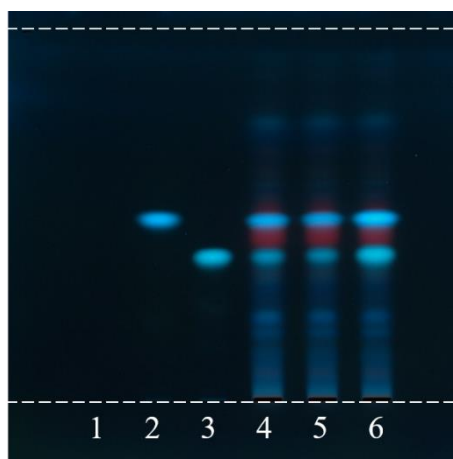
檢出 (山柰素 R_f 值為 0.64、槲皮素 R_f 值為 0.55) ✓



【展開劑 2】 (香港中藥材標準第五冊)——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (10：6：1)

【萃取方法 3】 (自行開發)——HPTLC 3%三氧化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)

檢出 (山柰素 R_f 值為 0.48、槲皮素 R_f 值為 0.39)



1：Blank

4，5：檢品溶液 7

2：山柰素

6：Spike

3：槲皮素

建議溶媒系統：以【萃取方法 3】方式，2 種展開劑展開皆可從檢品溶液中分離與檢出山柰素及槲皮素，而由於分離效果較佳且條帶也較多，故採用【展開劑 1】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：109/11/10

相對溼度(RH)：51%

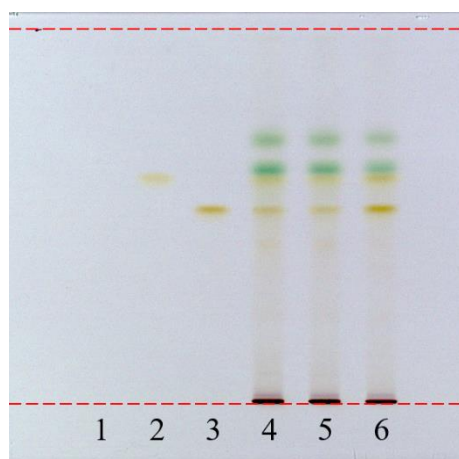
溫度(RT)：22.3 °C

【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 2020)

—甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (10：8：1)

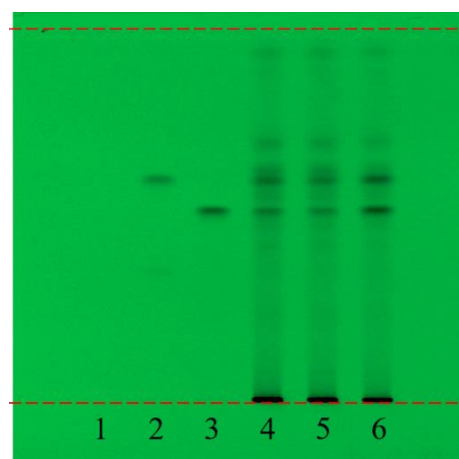
【萃取方法 3】 (自行開發) —HPTLC

可見光檢出



【萃取方法 3】 (自行開發) —HPTLC

紫外光(254 nm)檢出



1：Blank

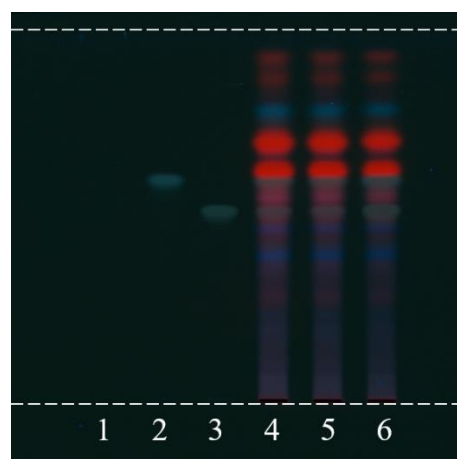
液 5

2：山柰素

3：槲皮素

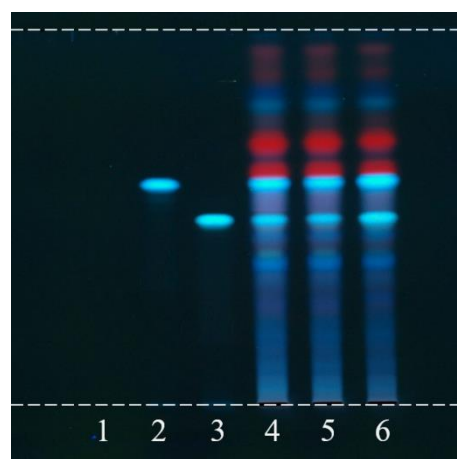
【萃取方法 3】 (自行開發) —HPTLC

紫外光(365 nm)檢出



【萃取方法 3】 (自行開發) —HPTLC

3%三氯化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出✓



4，5：檢品溶

6：Spike

建議觀察方式：以 3%三氯化鋁/乙醇顯色後，於可見光及紫外光(365 nm)檢視下，顯示有較明顯分離之條帶。

五、十批金錢草藥材樣品檢測

實驗日期：109/11/10

相對溼度(RH)：51%

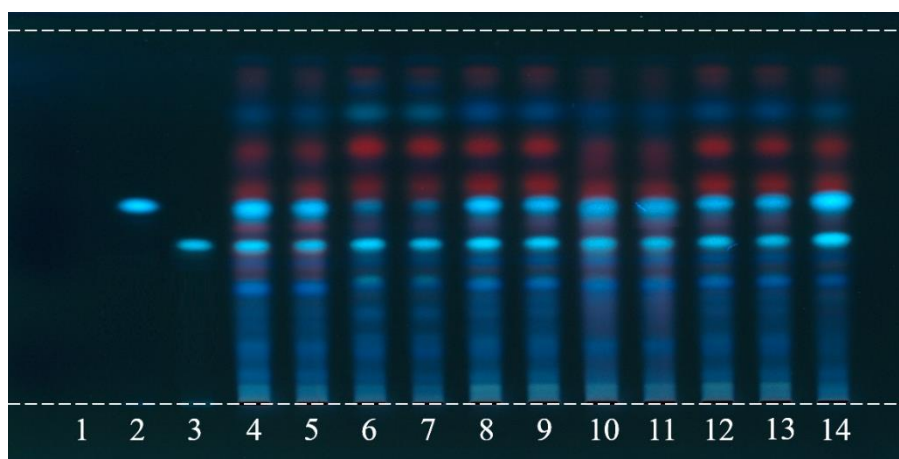
溫度(RT)：22.3 °C

【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 2020）

——甲苯：乙酸乙酯：甲酸（10：8：1）

【萃取方法 3】（自行開發）——HPTLC 3%三氯化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)

檢出



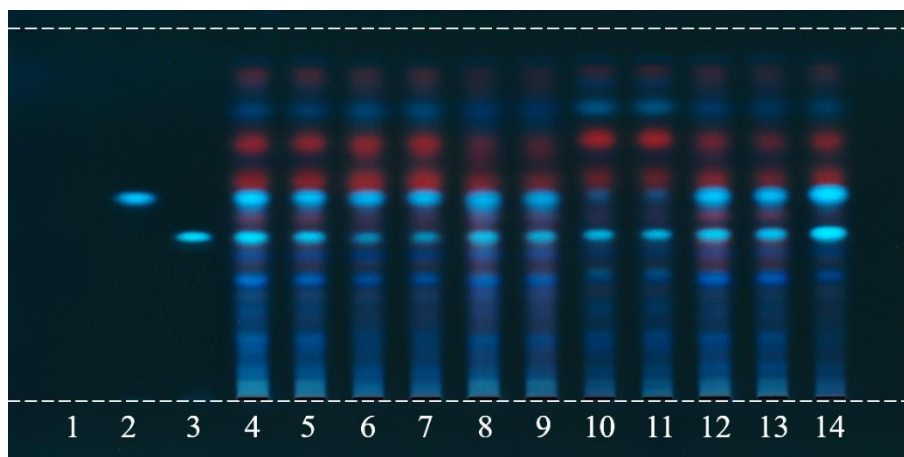
1	Blank
2	山柰素(0.2 mg /mL)
3	槲皮素(0.2 mg /mL)
4，5	檢品溶液 1 (NB)
6，7	檢品溶液 2 (NDA)
8，9	檢品溶液 3 (NI)
10，11	檢品溶液 4 (NN)
12，13	檢品溶液 5 (NR)
14	Spike (檢品溶液 7)

【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 2020）

——甲苯：乙酸乙酯：甲酸（10：8：1）

【萃取方法 3】（自行開發）——HPTLC 3%三氯化鋁/乙醇顯色後紫外光(365 nm)

檢出



1	Blank
2	山柰素(0.2 mg /mL)
3	槲皮素(0.2 mg /mL)
4，5	檢品溶液 6 (NY)
6，7	檢品溶液 7 (CA)
8，9	檢品溶液 8 (CAA)
10，11	檢品溶液 9 (SUB)
12，13	檢品溶液 10 (SUD)
14	Spike (檢品溶液 7)

結論與建議：以【萃取方法 3】及【展開劑 1】方式，顯示分離與檢出山柰素及槲皮素效果較佳，以 3%三氯化鋁/乙醇顯色後，於紫外光(365 nm)下檢視較佳。