

# 桂枝

## (CINNAMOMI RAMULUS)

|                   |    |
|-------------------|----|
| 桂枝 MI .....       | 2  |
| 一、形態 .....        | 2  |
| 二、顯微 .....        | 2  |
| 桂枝 HPLC .....     | 3  |
| 一、材料 .....        | 3  |
| 二、儀器及層析管柱 .....   | 3  |
| 三、實驗藥品及試劑來源 ..... | 3  |
| 四、方法 .....        | 3  |
| 五、結果 .....        | 7  |
| 桂枝 TLC .....      | 19 |
| 一、方法 .....        | 19 |
| 二、萃取選擇及濃度測試 ..... | 20 |
| 三、溶媒系統選擇 .....    | 21 |
| 四、觀察方式選擇 .....    | 23 |
| 五、十家樣品檢測 .....    | 24 |

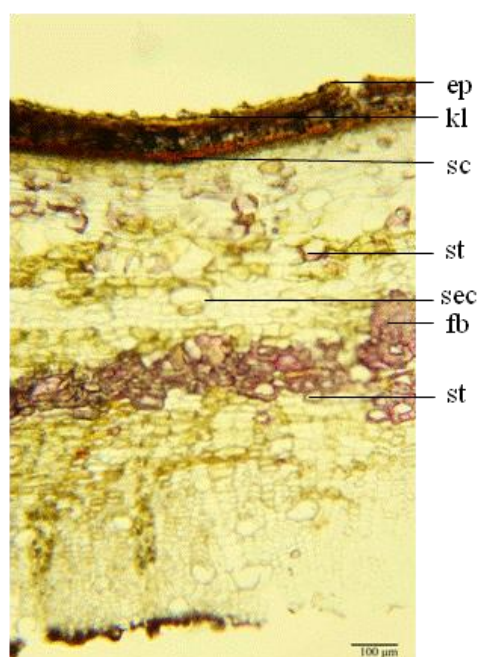
## 桂枝 MI

### 一、形態:

本品為樟科 Lauraceae 植物肉桂 *Cinnamomun cassia* Presl.的嫩枝，去除葉後切片段的乾燥枝塊。本品呈長圓柱形，大小不均一，表面紅棕色，有細皺紋及瘤狀的隆起枝痕，皮孔點狀。切片厚約 1.2~1.5mm 質硬而脆，易折斷。有特異香味，味甜，微辛。

### 二、顯微

本品橫切面，最外層木栓細胞數列，木化。皮層可見石細胞及分泌細胞散在。中柱鞘部位有大量石細胞斷續不規則排列。韌皮纖維單個或數個成束稀疏散列。薄壁細胞含有大量澱粉粒。



#### 略字解

|         |          |
|---------|----------|
| ep:表皮   | st:石細胞   |
| kl:栓皮層  | sec:分泌細胞 |
| sc:厚壁細胞 | fb:纖維    |

## 桂枝 (Cinnamomi Ramulus)

### 一、材料

購自於北中南各地中藥店桂枝藥材共 10 家。

### 二、儀器及層析管柱

#### (一) HPLC 儀器及層析管柱

Agilent 1100 series, 包含 Degasser (G1379A)、Quat Pump (G1311A)、DAD (G1315B)、Autosampler (G1329A)、Column Oven H-650 (Chrom Tech, TNC.) ; 層析管柱 Cosmosil 5C18-AR-II (250 × 4.6 mm, 5 μm)。

#### (二) UPLC 儀器及層析管柱

Waters Acquith Ultra Performance LC, 包含 Binary Solvent Manager、Sample Manager、PDA Detector; 層析管柱 Waters Acquity UPLC BEH C18 (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)。

### 三、實驗藥品及試劑來源

#### (一) 試劑

甲醇(99.9%)購自於 Spectrum Chemical MFG. CORP.; 乙腈(99.9%)購自於 Merck。

#### (二) 標準品

標準品桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)及內標準品(IS) 4-Hydroxy-3-methoxycinnamaldehyde 皆購自 SIGMA-ALDRICH CO., 純度在 98% 以上。

### 四、方法

#### (一) 溶劑配製

水：乙腈(68：32 至 0：100)之混液。

#### (二) 對照標準品溶液

取標準品桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)精確稱定 20.0 mg, 加甲醇定體積至 25 mL 製成每 1 mL 含桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde) 800 μg 的標準品儲備溶液。

取標準品香豆素(Coumarin)精確稱定 5.0 mg, 加甲醇定體積至 25 mL 製成每 1 mL 含香豆素(Coumarin) 200 μg 的標準品儲備溶液。

取內標準品 4-Hydroxy-3-methoxycinnamaldehyde 精確稱定 25.0 mg, 加甲醇定體積至 25 mL 製成每 1 mL 含 4-Hydroxy-3-methoxycinnamaldehyde 1000 μg 的內標準品(IS)儲備溶液。

### (三) 檢品溶液

取本品粉末約 1.0 g，精確稱定，置 125 mL 三角錐形瓶中，加入甲醇 50 mL，超音波震盪處理(功率 200 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，以 No.1 濾紙過濾至 50 mL 之定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, 0.45  $\mu\text{m}$ )，取濾液 4 mL 加入 1 mL 之內標準品(IS)以甲醇定量至 10 mL，即得。

### (四) 測定法

分別精確吸取標準品溶液、檢品溶液 10  $\mu\text{L}$ ，注入液相層析儀，測定，用標準曲線計算溶液中桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的含量，即得。

### (五) 檢量線

精確吸取桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)標準品儲備溶液各 500, 1000, 2000, 4000, 8000  $\mu\text{L}$ ，分別加入 1000  $\mu\text{L}$  之 4-Hydroxy-3-methoxycinnamaldehyde 內標準品儲備溶液(IS)，以 70% 甲醇溶液定體積至 10 mL 配製成含桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)分別為 640、320、160、80、40  $\mu\text{g/mL}$  的標準品溶液。以上溶液各取 10  $\mu\text{L}$  分別注入液相層析儀進行定量分析。

精確吸取香豆素(Coumarin)標準品儲備溶液各 500, 1000, 2000, 4000, 8000  $\mu\text{L}$ ，分別加入 1000  $\mu\text{L}$  之 4-Hydroxy-3-methoxycinnamaldehyde 內標準品儲備溶液(IS)，以 70% 甲醇溶液定體積至 10 mL 配製成含香豆素(Coumarin)分別為 160、80、40、20、10  $\mu\text{g/mL}$  的標準品溶液。以上溶液各取 10  $\mu\text{L}$  分別注入液相層析儀進行定量分析。

### (六) 精密度試驗

以桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)濃度為 160  $\mu\text{g/mL}$  之標準品儲備液連續進樣五針，以桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)波峰面積為指標，求出相對標準差。

以香豆素(Coumarin)濃度為 160  $\mu\text{g/mL}$  之標準品儲備液連續進樣五針，以香豆素(Coumarin)波峰面積為指標，求出相對標準差。

### (七) 再現性與穩定性試驗

1. 再現性：取同一家市售桂枝粉末，依桂枝檢品溶液製備方法平行製備五份桂枝檢品溶液，進樣測定，以桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一家市售桂枝粉末，依桂枝檢品溶液製備方法製備桂枝檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的含量為指標，求出相對標準

差。

(八) 同日間與異日間試驗

取 640、320、160、80、40  $\mu\text{g/mL}$  之桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)標準品溶液與 160、80、40、20、10  $\mu\text{g/mL}$  之香豆素(Coumarin)標準品溶液進行同日間測試(intra-day test；在 24 小時內每個濃度重複注射三次)與異日間測試(inter-day test；7 天內注射三次，每次間隔 24 小時以上，每個濃度重複注射三次)，求其相對標準差(R.S.D.，%)以評估液相層析儀分析條件之穩定性及再現性。

(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

取本品粉末約 1.0 g，精確秤定三份，分別加入 10.0、20.0、40.0 mg 的桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與 2.5、5.0、10.0 mg 的香豆素(Coumarin)，並按檢品溶液製備方法製備，每次取 10  $\mu\text{L}$  注入液相層析儀，每個檢測品進行三重複。

(十一) HPLC 分析條件

1. 層析管：Cosmosil 5C18-AR-II (250  $\times$  4.6 mm, 5  $\mu\text{m}$ )
2. 檢測波長：UV 290 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：31.5  $^{\circ}\text{C}$
5. 注入量：10  $\mu\text{L}$
6. 移動相：

| 時間(min) | 乙腈 (%，v/v) | H <sub>2</sub> O (%，v/v) |
|---------|------------|--------------------------|
| 0       | 32         | 68                       |
| 30      | 32         | 68                       |
| 35      | 100        | 0                        |
| 40      | 100        | 0                        |

(十二) 臺灣市售桂枝含量測定

取十家市售桂枝檢品溶液各 10  $\mu\text{L}$  注入液相層析儀，每個檢測品各三重複，所得平均峰面積依公式計算樣品桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素

(Coumarin)的百分含量。

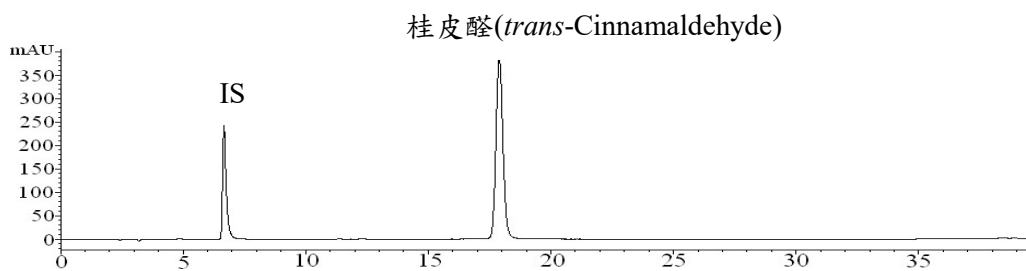
(十三) UPLC 分析條件

1. 層析管：Waters Acquity UPLC BEH C18 (100 x 2.1 mm, 1.7  $\mu$ m)
2. 檢測波長：290 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35  $^{\circ}$ C
5. 注入量：1  $\mu$ L
6. 移動相：

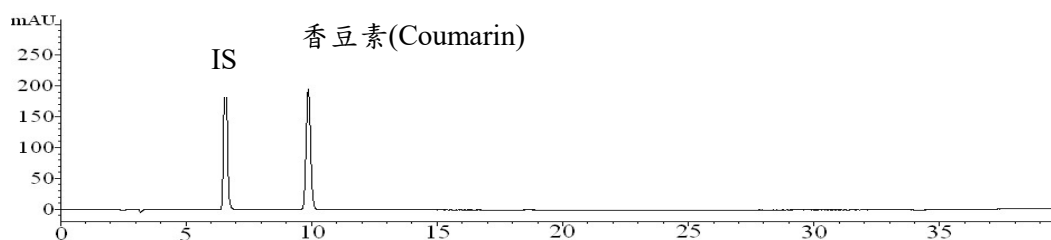
| 時間(min) | 乙腈(%, v/v) | H <sub>2</sub> O(%, v/v) |
|---------|------------|--------------------------|
| 0       | 32         | 68                       |
| 6       | 32         | 68                       |
| 7       | 100        | 0                        |
| 9       | 100        | 0                        |

## 五、結果

(一) 標準品桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)之 HPLC 層析  
於滯留時間 17.8 分鐘處顯示桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)標準品波峰，6.5 分鐘處顯示 4-Hydroxy-3-methoxycinnamaldehyde 內標準品(IS)波峰(圖一)，9.8 分鐘處顯示香豆素(Coumarin)標準品波峰(圖二)。



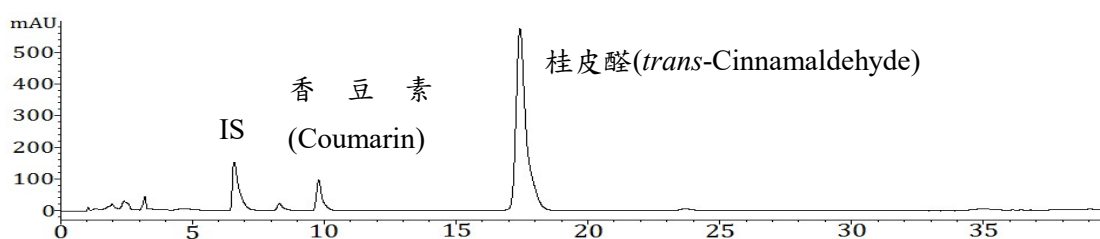
圖一、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)標準品溶液之 HPLC 層析圖



圖二、香豆素(Coumarin)標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售桂枝檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 17.8 分鐘處顯示桂枝檢品中桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)波峰，9.9 分鐘處顯示香豆素(Coumarin)波峰。

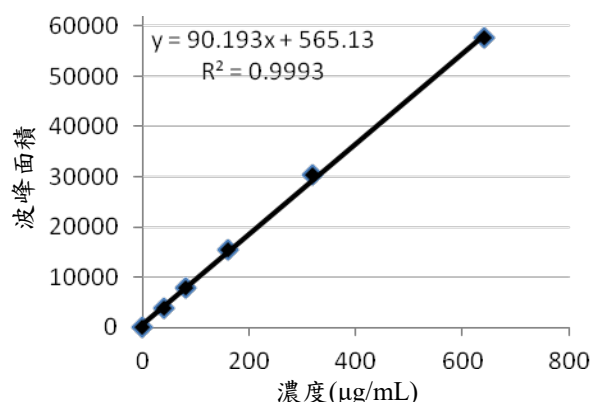


圖三、市售桂枝檢品之 HPLC 層析圖

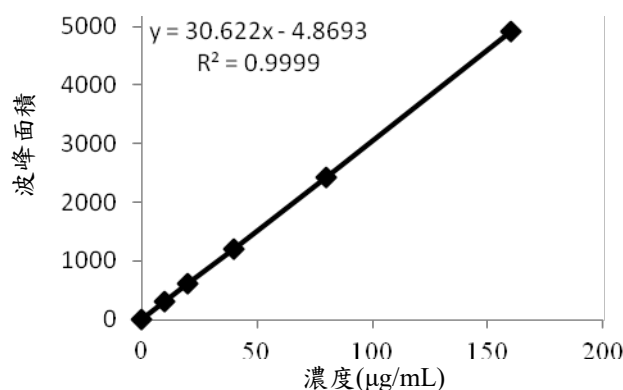
(三) 標準品桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)檢量線

經不同濃度桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)(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  $y = 90.193x + 565.13$ ， $R^2 = 0.9993$ ，顯示濃度在 40.0~640.0  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖四)。不同濃度香豆素(Coumarin)(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  $y = 30.622x -$

4.8693,  $R^2 = 0.9999$ , 顯示濃度在 10.0~160.0  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖五)。



圖四、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)之檢量線圖



圖五、香豆素(Coumarin)之檢量線圖

表一、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)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                | $R^2$  |
|------------------------------------|------------------------|------------------------|--------|
| 桂皮醛( <i>trans</i> -Cinnamaldehyde) | 40.0~640.0             | $Y = 90.193x + 565.13$ | 0.9993 |
| 香豆素(Coumarin)                      | 10.0~160.0             | $Y = 30.622x - 4.8693$ | 0.9999 |

#### (四) 再現性與精密度試驗

實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的再現性良好，桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin) 精密度之相對標準差分別為 0.10% 與 0.00%，再現性之相對標準差分別為 0.82% 與 0.22%，均在可接受的範圍以內。

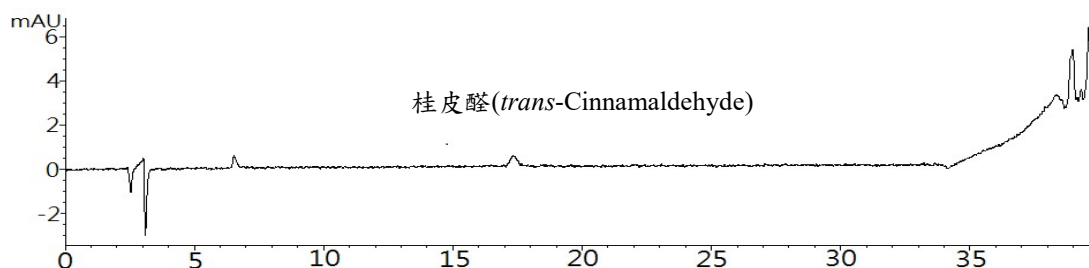
#### (五) 穩定性試驗

由結果可以得知，桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)在 24 小時內穩定，相對標準差分別為 0.49% 與 0.67%，變化差異小，若所有

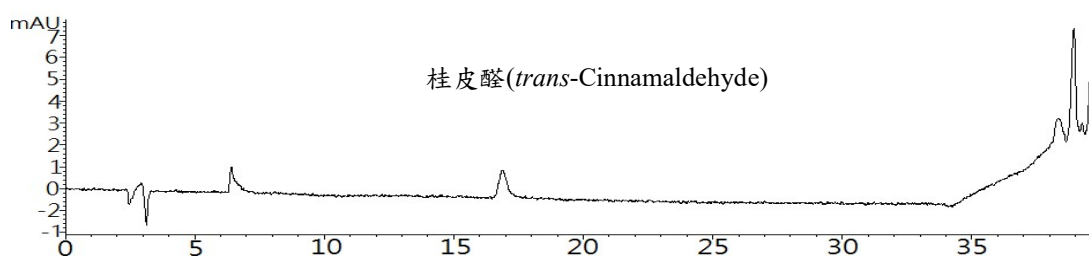
樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

#### (六) 偵測極限與定量極限試驗

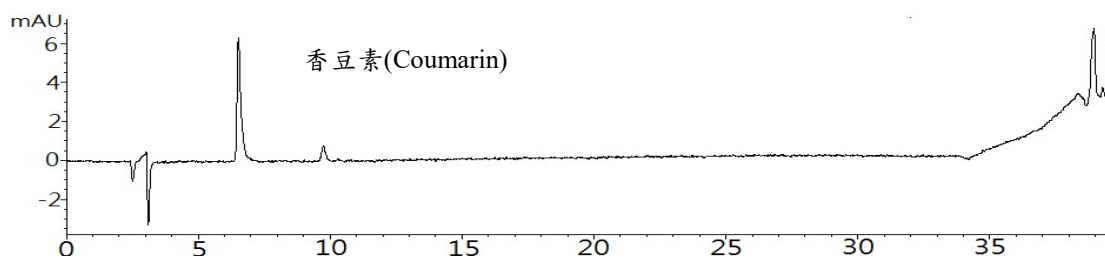
桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)偵測極限(Limit of Detection, LOD)為 0.2  $\mu\text{g/mL}$  (圖六)，定量極限(Limit of Quantitation, LOQ)為 0.6  $\mu\text{g/mL}$  (圖七)。香豆素(Coumarin)偵測極限(Limit of Detection, LOD)為 0.5  $\mu\text{g/mL}$  (圖八)，定量極限(Limit of Quantitation, LOQ)為 1.0  $\mu\text{g/mL}$  (圖九)。



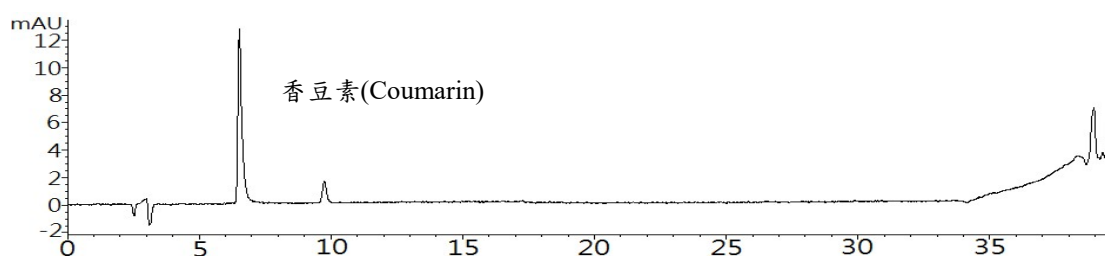
圖六、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)之 LOD 層析圖



圖七、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)之 LOQ 層析圖



圖八、香豆素(Coumarin)之 LOD 層析圖



圖九、香豆素(Coumarin)之 LOQ 層析圖

表二、各項檢驗分析

| 檢測項目       | 桂皮醛<br>( <i>trans</i> -Cinnamaldehyde) |            | 香豆素(Coumarin) |            |
|------------|----------------------------------------|------------|---------------|------------|
|            | 濃度                                     | R.S.D. (%) | 濃度            | R.S.D. (%) |
| 精密度 (n=3)  | 160 µg/mL                              | 0.10       | 160 µg/mL     | 0.00       |
| 再現性 (n=5)  | 檢品溶液 (No.2)                            | 0.82       | 檢品溶液 (No.2)   | 0.22       |
| 穩定性 (n=5)  | 檢品溶液 (No.2)                            | 0.49       | 檢品溶液 (No.2)   | 0.67       |
| 偵測極限 (n=1) | 0.2 µg/mL                              | -          | 0.5 µg/mL     | -          |
| 定量極限 (n=1) | 0.6 µg/mL                              | -          | 1.0 µg/mL     | -          |

## (七) 日間與異日間試驗

由結果可以得知，桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)在檢量線之範圍濃度內同日間的相對標準偏差(R.S.D.，%)分別為 0.04~0.44%與 0.02~0.12%，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；異日間的相對標準偏差分別為 0.11~0.34%與 0.24~0.52%。

表三、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)同日間與異日間試驗

| 對照標準品                                  | 濃度<br>(µg/mL) | 同日間 (n=3)<br>mean ± RSD | 異日間 (n = 3)<br>mean ± RSD |
|----------------------------------------|---------------|-------------------------|---------------------------|
| 桂皮醛<br>( <i>trans</i> -Cinnamaldehyde) | 40.0          | 41.41 ± 0.16            | 37.29 ± 0.20              |
|                                        | 80.0          | 79.97 ± 0.19            | 79.60 ± 0.24              |
|                                        | 160.0         | 166.02 ± 0.10           | 166.26 ± 0.14             |
|                                        | 320.0         | 329.53 ± 0.04           | 330.67 ± 0.34             |
|                                        | 640.0         | 636.19 ± 0.44           | 633.27 ± 0.11             |
| 香豆素<br>(Coumarin)                      | 10.0          | 10.15 ± 0.10            | 10.21 ± 0.52              |
|                                        | 20.0          | 20.14 ± 0.08            | 20.15 ± 0.45              |
|                                        | 40.0          | 39.70 ± 0.12            | 39.59 ± 0.24              |
|                                        | 80.0          | 78.90 ± 0.06            | 79.03 ± 0.51              |
|                                        | 160.0         | 161.17 ± 0.02           | 161.05 ± 0.39             |

(八) 回收率試驗

桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)平均回收率 98.06%與 107.59%，相對標準偏差 3.69%與 3.16%。

表四、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)添加回收率試驗

| 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  | 1.000   | 17.949  | 10.0    | 27.976  | 100.27 | 98.06    | 3.69      |
| 2  | 1.000   | 17.949  | 20.0    | 36.541  | 92.96  |          |           |
| 3  | 1.000   | 17.949  | 40.0    | 58.327  | 100.95 |          |           |

表五、香豆素(Coumarin)添加回收率試驗

| 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  | 1.000   | 7.032   | 2.5     | 9.765   | 109.32 | 107.59   | 3.16      |
| 2  | 1.000   | 7.032   | 5.0     | 12.429  | 107.94 |          |           |
| 3  | 1.000   | 7.032   | 10.0    | 17.582  | 105.50 |          |           |

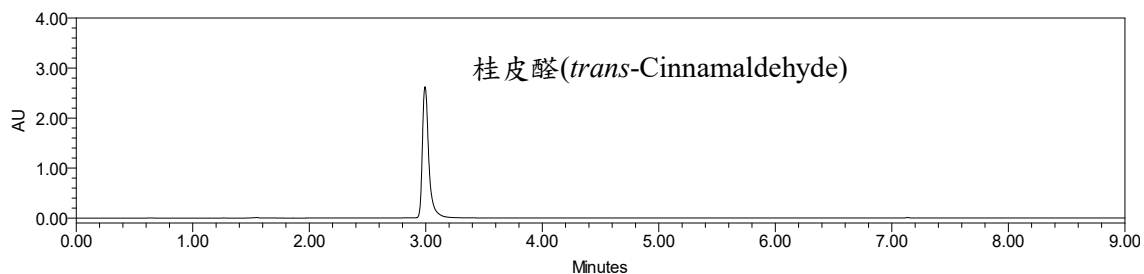
(九) 臺灣市售桂心中桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)含量測定

10 家桂枝藥材之含量測定結果(乾燥品)，藥材中桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)的含量為 1.59—2.77%，香豆素(Coumarin) 的含量為 0.10—0.60%。

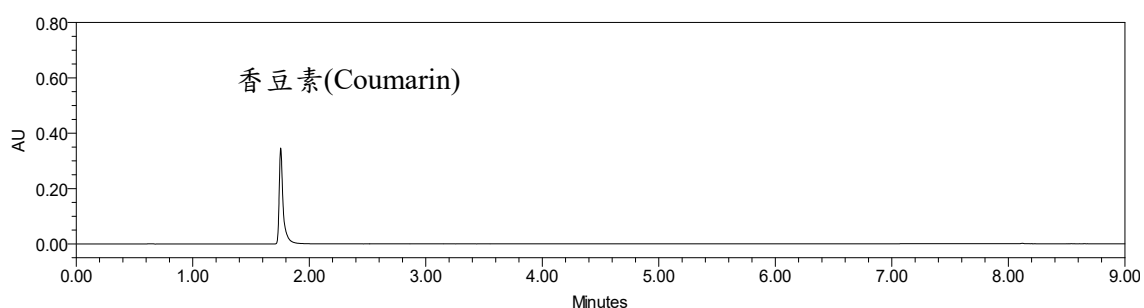
表六、臺灣市售桂枝檢品之桂皮醛與香豆素含量

| 中藥店編號(No.) | 桂皮醛( <i>trans</i> -Cinnamaldehyde)含量(%) | 香豆素(Coumarin)含量(%) |
|------------|-----------------------------------------|--------------------|
| 1          | 2.221                                   | 0.461              |
| 2          | 2.053                                   | 0.589              |
| 3          | 1.589                                   | 0.104              |
| 4          | 2.062                                   | 0.499              |
| 5          | 2.226                                   | 0.597              |
| 6          | 1.767                                   | 0.474              |
| 7          | 1.829                                   | 0.462              |
| 8          | 1.973                                   | 0.484              |
| 9          | 2.395                                   | 0.134              |
| 10         | 2.767                                   | 0.129              |

(十) 標準品桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)之 UPLC 層析  
結果如圖十與圖十一所示桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的滯留時間分別為 2.99 分鐘與 1.76 分鐘。

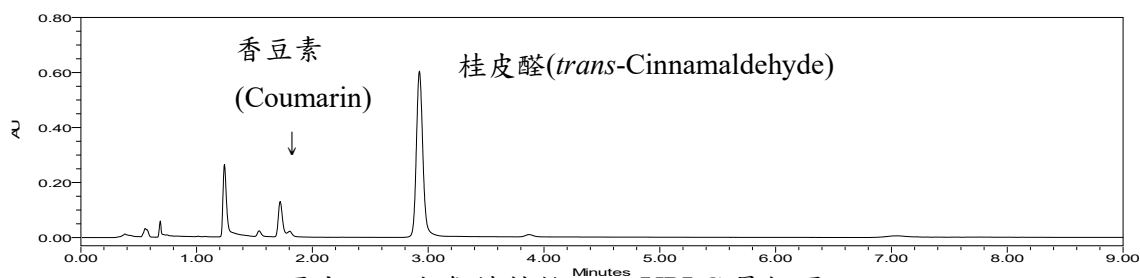


圖十、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)標準品溶液之 UPLC 層析圖



圖十一、香豆素(Coumarin)標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十一) 市售桂枝檢品之 UPLC 層析



圖十二、市售桂枝檢品之 UPLC 層析圖

(十二) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的分子式、分子量與熔點

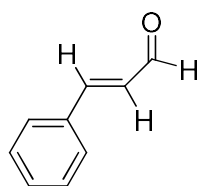
(1) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)

分子式： $C_9H_8O$       Mol. Wt.: 132.16      油狀

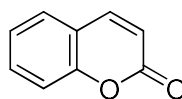
(2) 香豆素(Coumarin)

分子式： $C_9H_6O_2$       Mol. Wt.: 146.15      mp: 71°C

(十三) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的結構



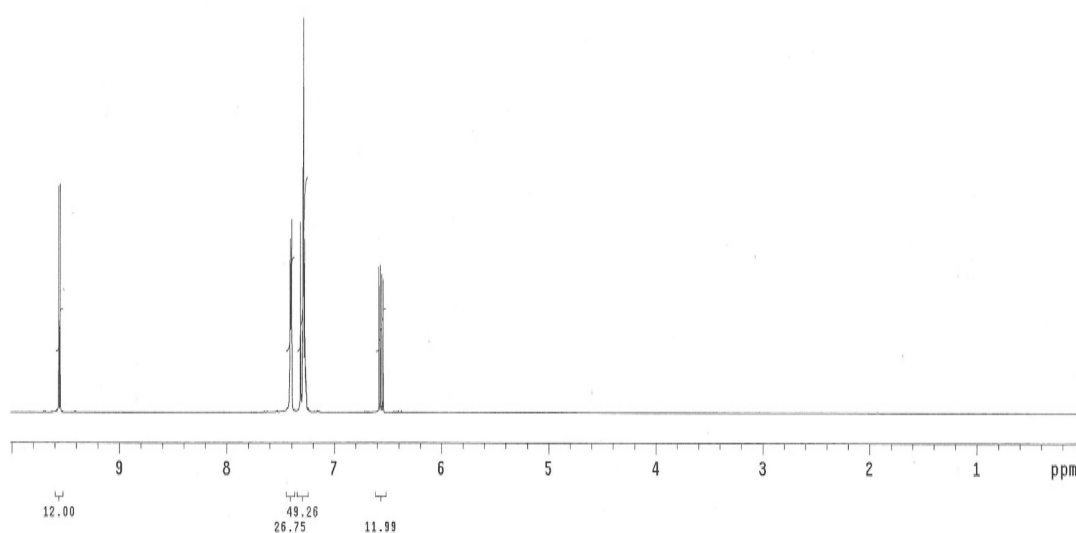
桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)



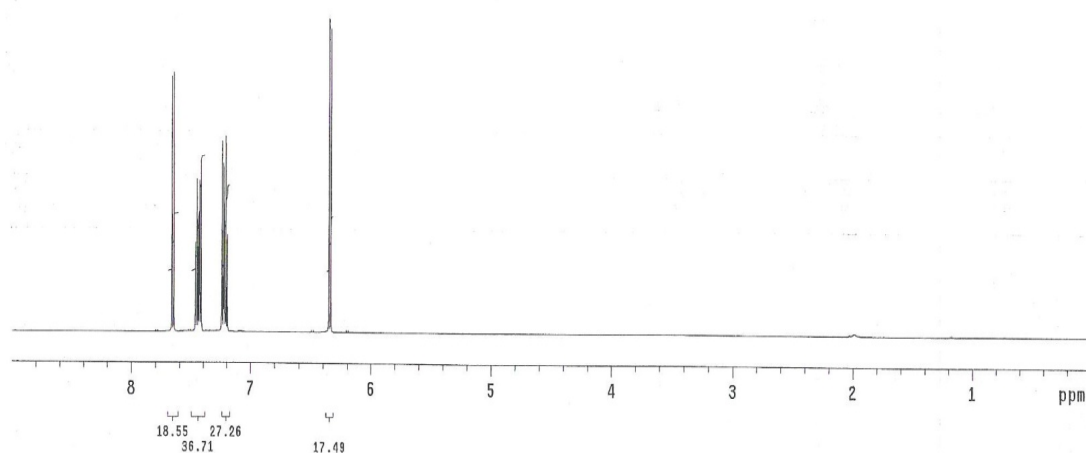
香豆素(Coumarin)

圖十三、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的結構

(十四) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的  $^1\text{H}$  NMR 圖譜

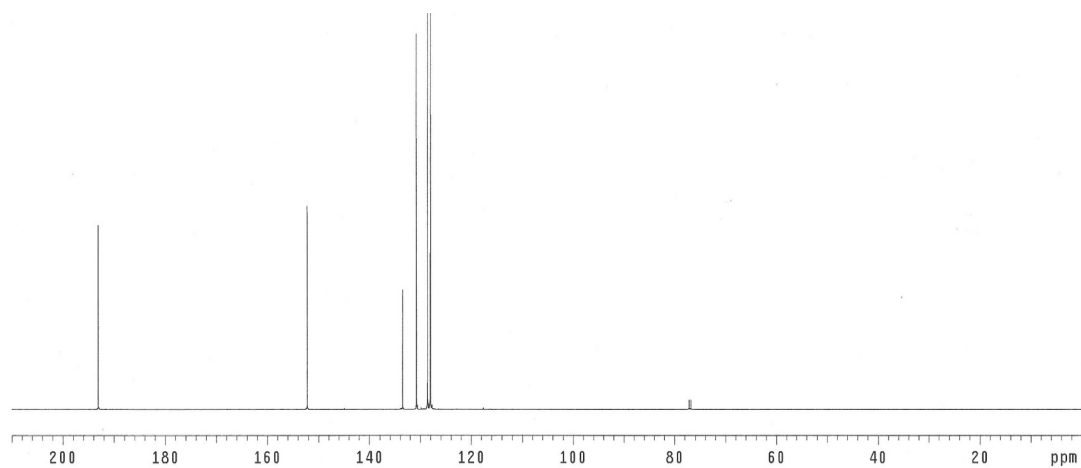


圖十四、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)的  $^1\text{H}$  NMR 圖譜

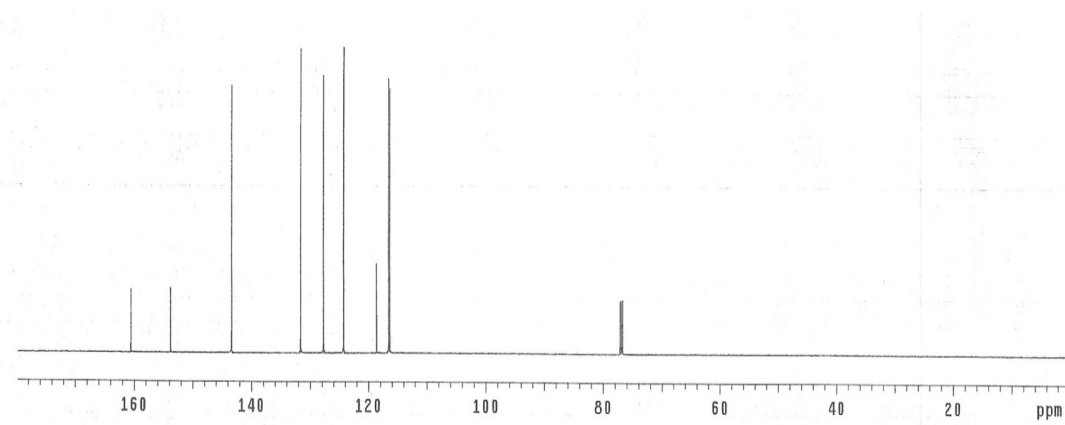


圖十五、香豆素(Coumarin)的  $^1\text{H}$  NMR 圖譜

(十五) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜

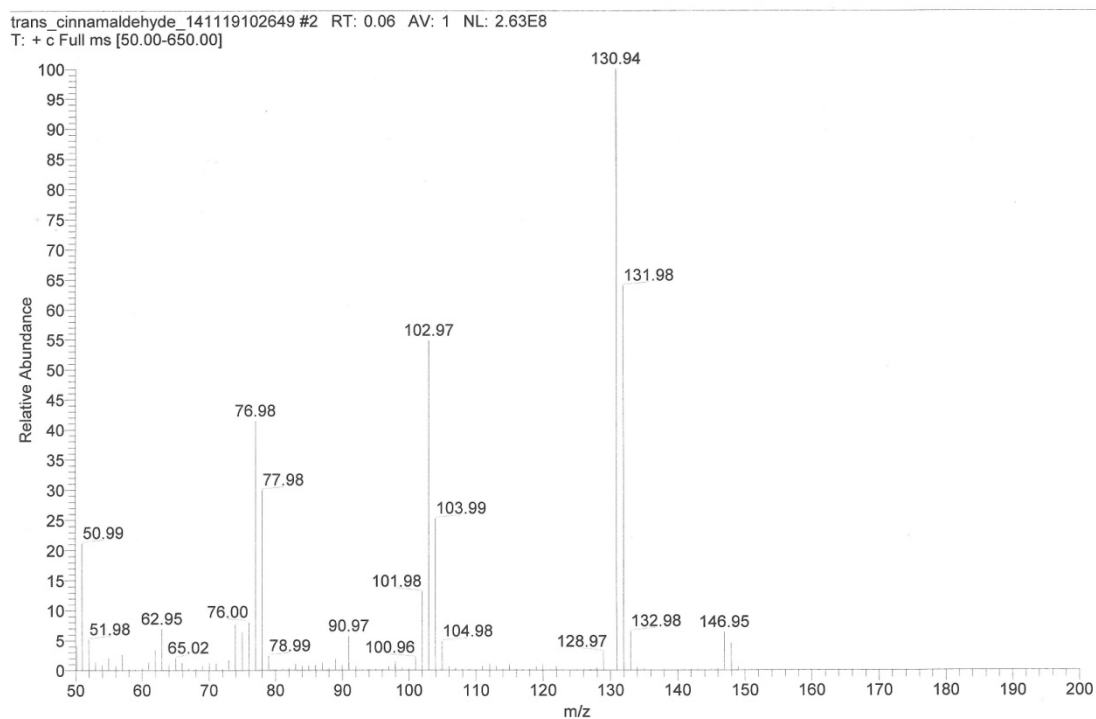


圖十六、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜

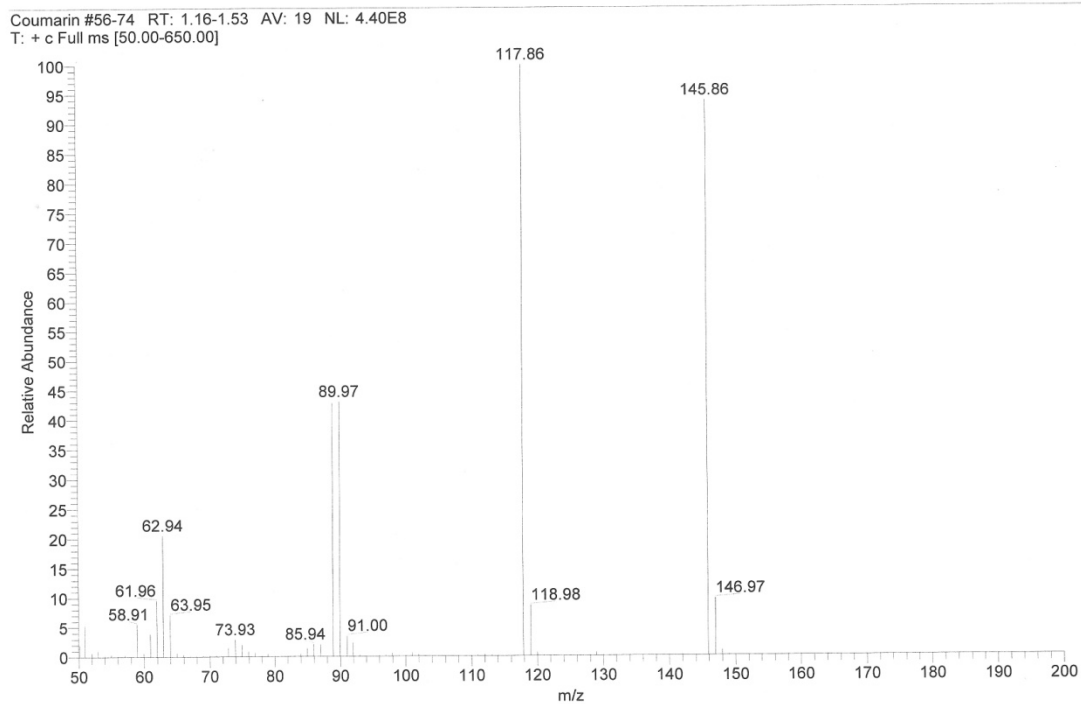


圖十七、香豆素(Coumarin)的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜

(十六) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的 EI-MS 圖譜

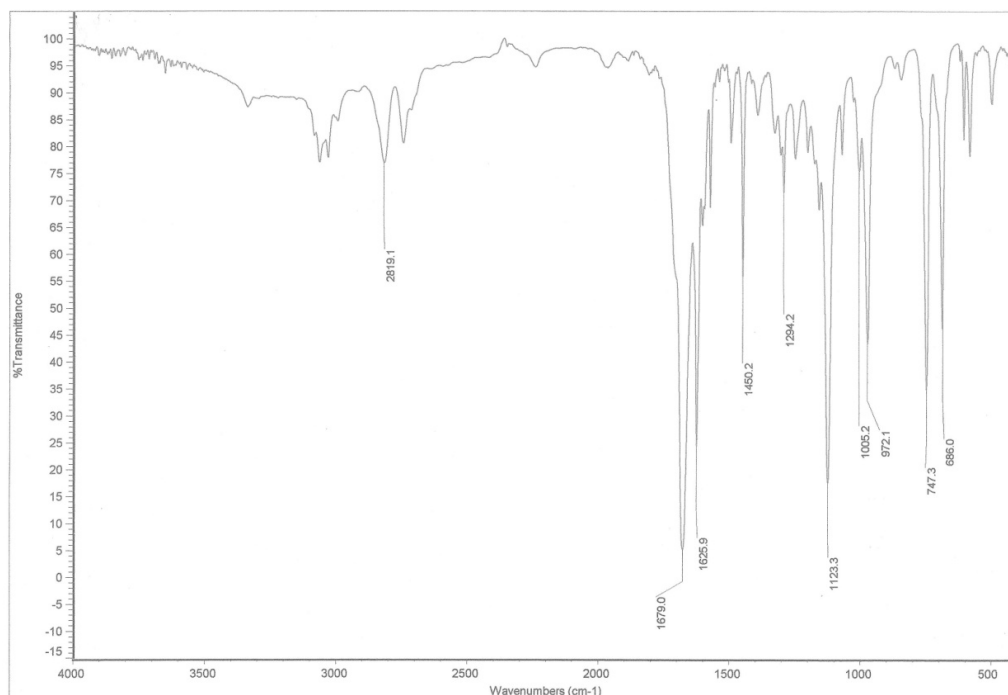


圖十八、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)的 EI-MS 圖譜

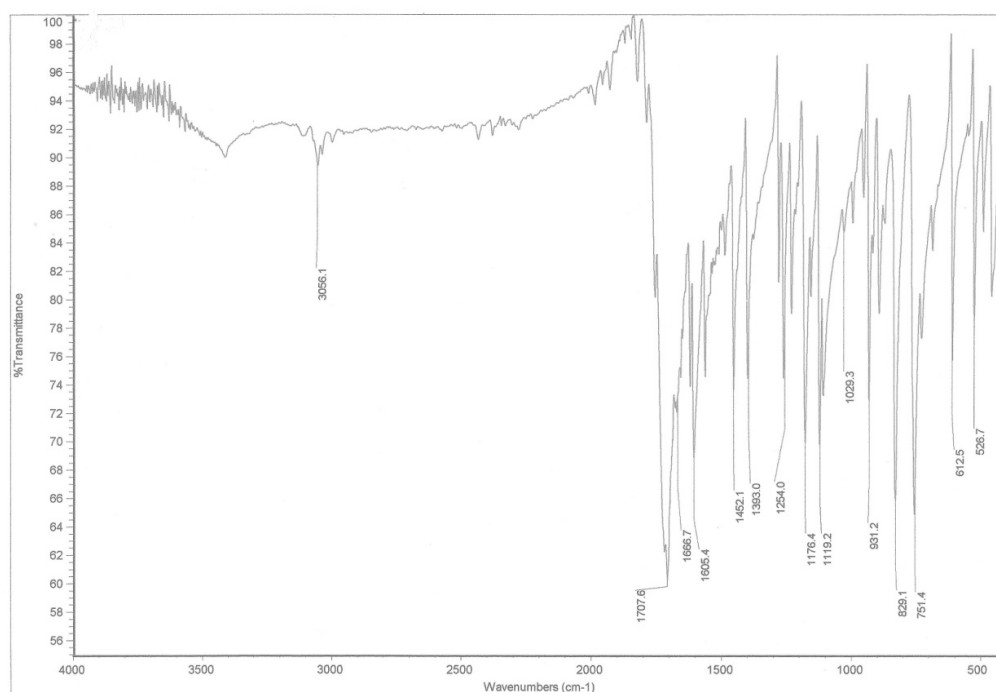


圖十九、香豆素(Coumarin)的 EI-MS 圖譜

(十七) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的 FTIR 圖譜

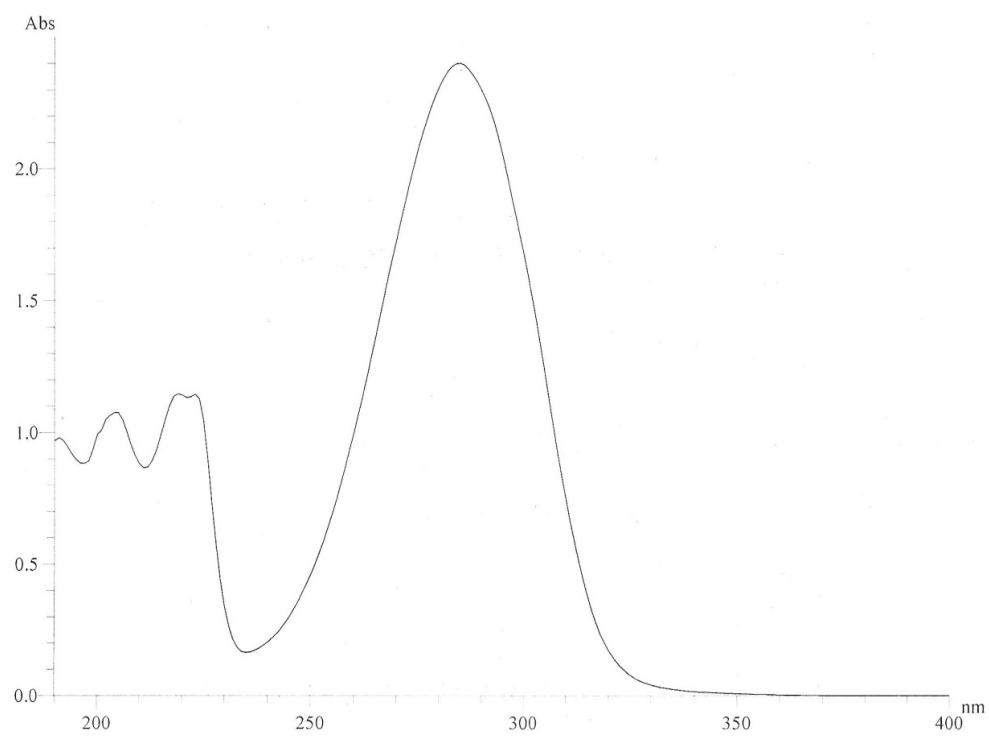


圖二十、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)的 FTIR 圖譜

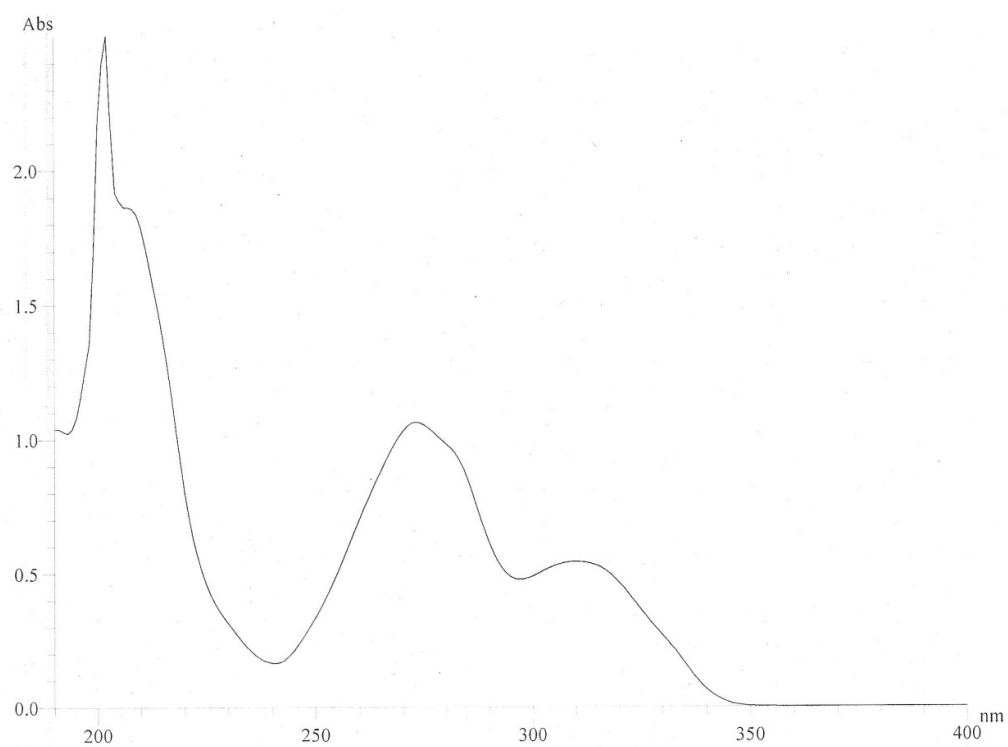


圖二十一、香豆素(Coumarin)的 FTIR 圖譜

(十八) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的 UV 圖譜



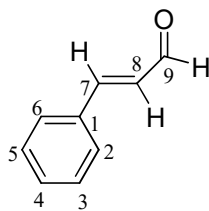
圖二十二、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)的 UV 圖譜



圖二十三、香豆素(Coumarin)的 UV 圖譜

(十九) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)與香豆素(Coumarin)的氫、碳化學位移

(1) 桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)

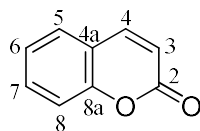


表七、桂皮醛(*trans*-Cinnamaldehyde)的氫、碳化學位移(CDCl<sub>3</sub>)<sup>a</sup>

| position | $\delta_H$ (500 MHz) | $\delta_C$ (125 MHz) |
|----------|----------------------|----------------------|
| 1        |                      | 134.0                |
| 2        | 7.54 (m)             | 128.5                |
| 3        | 7.42 (m)             | 129.1                |
| 4        | 7.42 (m)             | 131.2                |
| 5        | 7.42 (m)             | 129.1                |
| 6        | 7.54 (m)             | 128.5                |
| 7        | 7.46 (d, 16.0)       | 152.8                |
| 8        | 6.70 (d, 8.0, 16.0)  | 128.5                |
| 9        | 9.68 (d, 8.0)        | 193.7                |

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

(2) 香豆素(Coumarin)



表八、香豆素(Coumarin)的氫、碳化學位移(CDCl<sub>3</sub>)<sup>a</sup>

| position | $\delta_H$ (600 MHz) | $\delta_C$ (150 MHz) |
|----------|----------------------|----------------------|
| 2        |                      | 160.8                |
| 3        | 6.40 (d, 9.6 )       | 116.7                |
| 4        | 7.69 (d, 9.6)        | 143.4                |
| 4a       |                      | 118.8                |
| 5        | 7.46 (dd, 1.8, 7.8)  | 127.8                |
| 6        | 7.26 (m)             | 124.4                |
| 7        | 7.51 (m)             | 131.8                |
| 8        | 6.70 (br d, 8.4)     | 116.9                |
| 8a       |                      | 154.0                |

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

## 桂枝

中文名：桂枝

生藥拉丁名：CINNAMOMI RAMULUS

英文名：Cassia Twig

基 原：本品為樟科 Lauraceae 植物肉桂 *Cinnamomum cassia* Presl 之乾燥嫩枝。

### 一、方法

#### (一) 檢 品 溶 液 【萃取方法 1】(台灣中藥典第二版) ✓

——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波振盪三十分鐘，過濾，以甲醇定容至 10 mL，作為檢品溶液。

#### 【萃取方法 2】(中華人民共和國藥典 2010)

——取本品粉末 0.5g，加乙醇 10 mL，密塞，浸泡 20 分鐘，振搖，過濾，取濾液作為檢品溶液。

#### 【萃取方法 3】(中華人民共和國藥典 2010)

——取本品粉末 2g，加乙醚 10 mL，浸泡 30 分鐘，振搖，過濾，濾液揮乾，殘渣加三氯甲烷 1 mL 使溶解，作為檢品溶液。

#### 【萃取方法 4】(香港中藥材標準第五冊)

——取本品粉末 1.0 g，加 10 mL 95%乙醇，超音波震盪 45 分鐘，過濾，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 取桂皮醛(Cinnamaldehyde)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 1 mg 的溶液，作為對照標準品溶液。

(三) 薄 層 板 HPTLC silica gel 60 F<sub>254</sub>，10 cm × 10 cm、20 cm × 10 cm

(四) 展 開 劑 【展開劑 1】(台灣中藥典第二版) ✓

——正己烷：丙酮 (4：1)

#### 【展開劑 2】(中華人民共和國藥典 2010)

——石油醚 (60-80℃)：乙酸乙酯 (17：3)

#### 【展開劑 3】(香港中藥材標準第五冊)

——石油醚 (60-80℃)：乙酸乙酯：甲酸 (4：1：0.1)

(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 於紫外光(254 nm)下檢視

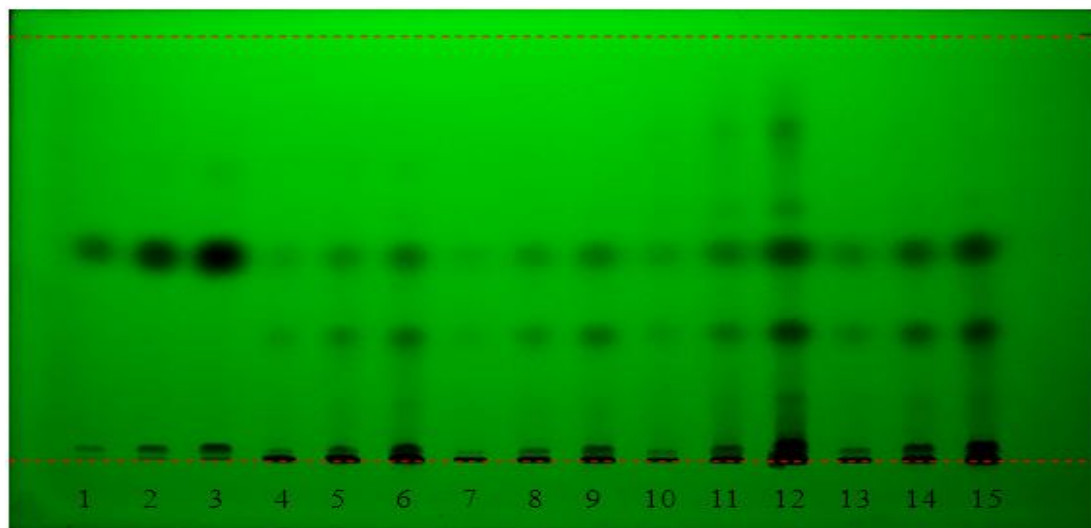
## 二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：104/12/04

相對溼度(RH)：35%

溫度(RT)：26 °C

【展開劑 1】(台灣中藥典第二版)——正己烷：丙酮 (4：1)



| 編號       | 名稱                           | 含量             |
|----------|------------------------------|----------------|
| 1，2，3    | 桂皮醛(Cinnamaldehyde)(1 mg/mL) | 2，5，10 $\mu$ L |
| 4，5，6    | NF Sample 【萃取方法 1】           | 2，5，10 $\mu$ L |
| 7，8，9    | NF Sample 【萃取方法 2】           | 2，5，10 $\mu$ L |
| 10，11，12 | NF Sample 【萃取方法 3】           | 2，5，10 $\mu$ L |
| 13，14，15 | NF Sample 【萃取方法 4】           | 2，5，10 $\mu$ L |

建議萃法：【萃取方法 1】

建議點注量：桂皮醛(Cinnamaldehyde)標準品溶液 5  $\mu$ L，【萃取方法 1】 10  $\mu$ L

### 三、溶媒系統選擇

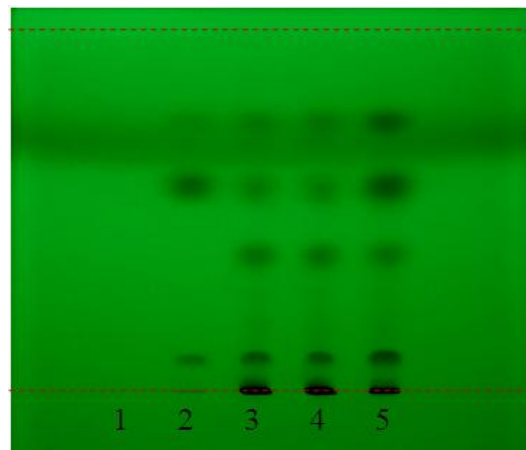
實驗日期：104/12/04

相對溼度(RH)：35%

溫度(RT)：26 °C

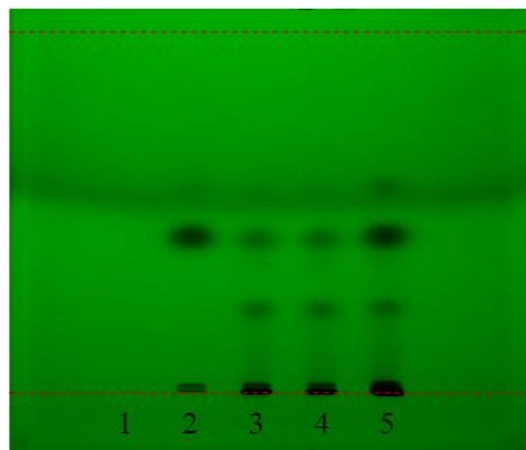
【展開劑 1】(台灣中藥典第二版)——正己烷：丙酮 (4：1)

【萃取方法 1】(台灣中藥典第二版)——TLC 紫外光(254 nm)檢出



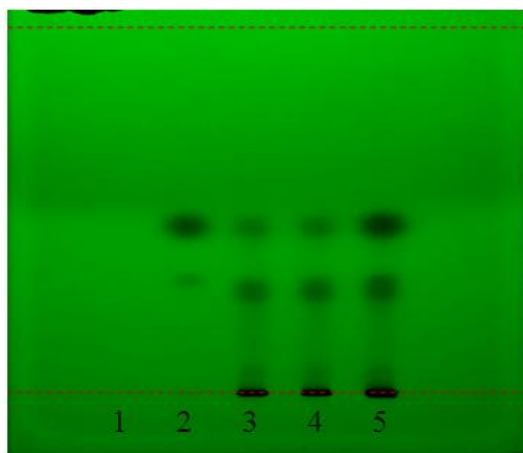
【展開劑 2】(中華人民共和國藥典 2010)——石油醚(60-80 °C)：乙酸乙酯 (17：3)

【萃取方法 1】(台灣中藥典第二版)——TLC 紫外光(254 nm)檢出



【展開劑 3】(香港中藥材標準第六冊)——石油醚 (60-80°C)：乙酸乙酯：甲酸 (4：1：0.1)

【萃取方法 4】(自行開發)——TLC 紫外光(254 nm)檢出



1：Blank

2：桂皮醛(Cinnamaldehyde)

3，4：NF Sample

5：Spike (NF Sample)

以台灣中藥典第二版萃取方式，採用台灣中藥典第二版之溶媒系統【展開劑 1】展開，其結果與其他三種展開劑比較：斑點較多且容易配製。

#### 四、觀察方式選擇

實驗日期：104/12/04

相對溼度(RH)：35%

溫度(RT)：26 °C

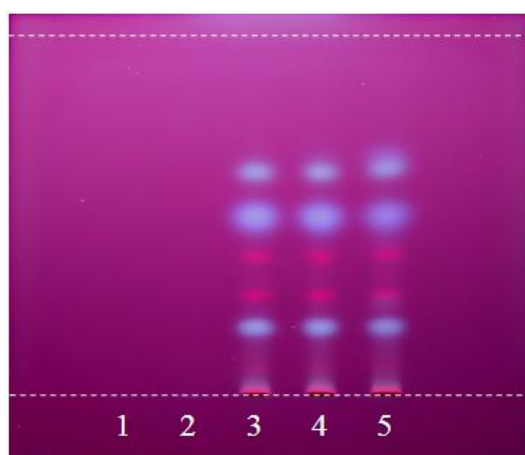
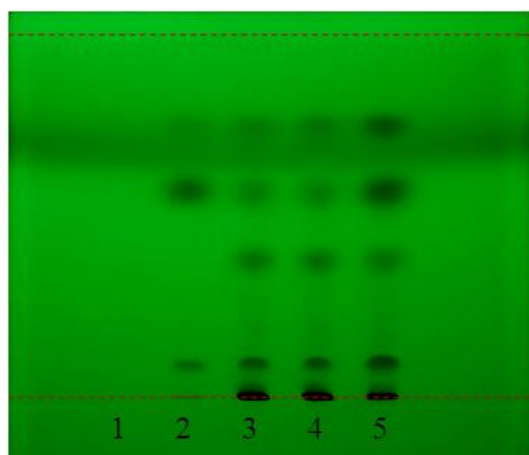
【展開劑 1】(台灣中藥典第二版)——正己烷：丙酮 (4：1)

【萃取方法 1】(台灣中藥典第二版)

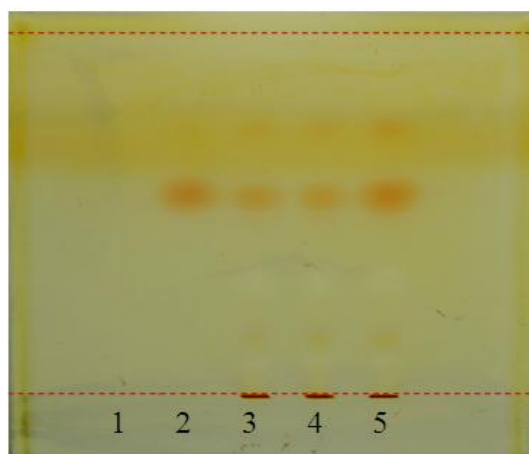
【萃取方法 1】(台灣中藥典第二版)

——TLC 紫外光(254 nm)檢出

——TLC 紫外光(365 nm)檢出



【萃取方法 1】(台灣中藥典第二版)——TLC 二硝基苯肼乙醇試液/可見光檢出



1：Blank

2：桂皮醛(Cinnamaldehyde)

3，4：NF Sample

5：Spike (NF Sample)

以【展開劑 1】(台灣中藥典第二版)——正己烷：丙酮(4：1)展開下，在紫外光(254 nm)下有一明顯成分斑點。經二硝基苯肼乙醇試液呈色後在可見光下檢出，比較未呈色斑點較不清楚，因此在紫外光(254 nm)下檢出即可。

五、十家樣品檢測：

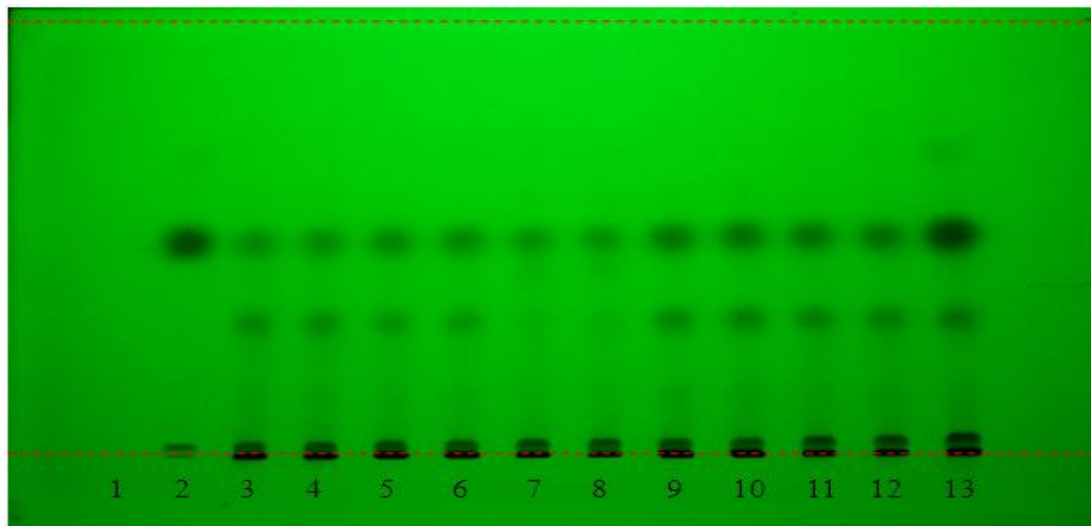
實驗日期：104/12/07

相對溼度(RH)：39%

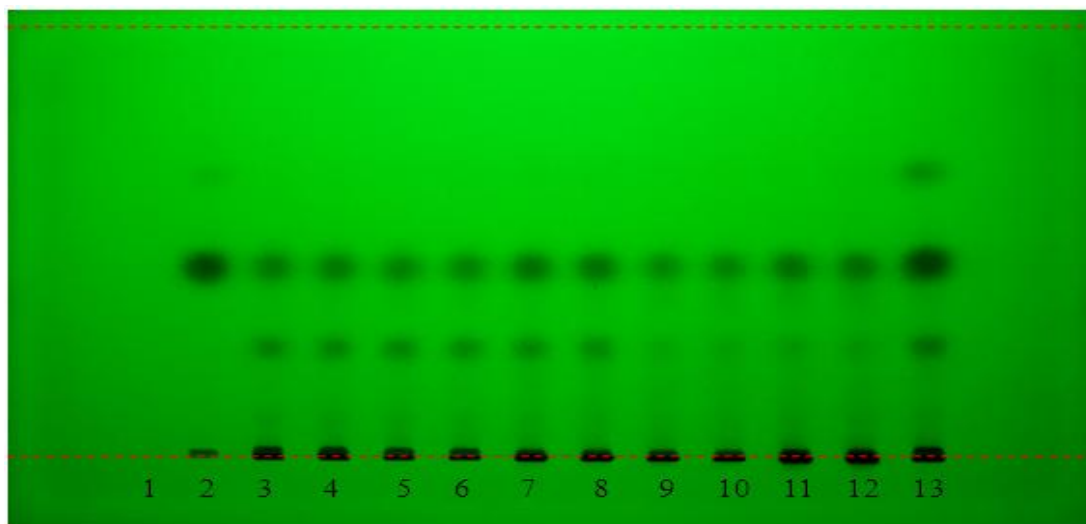
溫度(RT)：28 °C

【展開劑 1】(台灣中藥典第二版)——正己烷：丙酮 (4：1)

【萃取方法 1】(台灣中藥典第二版)——TLC 紫外光(254 nm)檢出



|         |                              |
|---------|------------------------------|
| 1       | Blank                        |
| 2       | 桂皮醛(Cinnamaldehyde)(1 mg/mL) |
| 3 , 4   | NF Sample                    |
| 5 , 6   | NJ Sample                    |
| 7 , 8   | NM Sample                    |
| 9 , 10  | NR Sample                    |
| 11 , 12 | CE Sample                    |
| 13      | Spike (NF Sample)            |



|            |                              |
|------------|------------------------------|
| 1          | Blank                        |
| 2          | 桂皮醛(Cinnamaldehyde)(1 mg/mL) |
| 3 , 4      | SC Sample                    |
| 5 , 6      | SE Sample                    |
| 7 , 8      | SH Sample                    |
| 9 ,<br>10  | SJ Sample                    |
| 11 ,<br>12 | SL Sample                    |
| 13         | Spike (NF Sample)            |