

側柏葉

(PLATYCLADI CACUMEN)

側柏葉 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).....	2

側柏葉 HPLC

一、材料.....	6
三、實驗藥品及試劑來源.....	6
四、方法.....	6
五、結果.....	10

側柏葉 TLC

一、方法.....	36
二、萃法選擇及濃度測試.....	37
三、溶媒系統選擇.....	38
四、觀察方式選擇.....	39
五、十批樣品檢測.....	40

側柏葉

(PLATYCLADI CACUMEN)

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側柏葉的乾燥枝梢及葉。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：側柏葉

生藥名：PLATYCLADI CACUMEN

英文名：Chinese Arborvitae Twig

基原：柏科 Cupressaceae 植物側柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的乾燥枝梢及葉。

採收加工：多在夏、秋兩季採收，陰乾。

藥材性狀：本藥材為側柏的乾燥枝梢及葉。莖枝類圓形，紅棕色，多有分枝，小枝扁平且長短不一。葉細小呈鱗片狀，交互對生，密集貼伏於枝上，表面為深綠色或黃綠色，背腹向葉兩面露出部分為斜方形，葉片中央具腺槽。質地鬆脆，易折斷。氣清香，味苦澀、微辛。

生長分佈：常綠喬木，高達 20 m。花期 3~4 月，果期 10~11 月。生於濕潤肥沃地，石灰岩石地也有生長。野生或栽培。除青海、新疆外，中國各地皆有栽培。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 表皮細胞小，1 列，呈類方形，壁厚，角質層含有眾多細小草酸鈣結晶，氣孔凹陷。
2. 內側有 1~2 列下皮纖維間斷排列，壁甚厚，木化或稍木化。
3. 皮層薄壁細胞大，形狀不規則，具圓形樹脂道。
4. 維管束呈環狀排列，兩側為輸導組織，呈翅狀延長。
5. 韌皮部薄壁細胞不規則形，散有纖維呈圓形，單個環狀排成數輪。
6. 木質部細胞多角形，管胞和纖維徑向排列整齊。
7. 中央髓部小呈紡錘形或十字形，射線明顯。
8. 葉脈維管束並立型，其外側有一類圓形樹脂道。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末淡綠色。

2. 葉上表皮細胞長方形，壁略厚，含眾多細小草酸鈣結晶。草酸鈣結晶在偏光顯微鏡下呈多彩狀。
3. 下表皮細胞類方形，壁厚，氣孔甚多，凹陷型，不定式或環式。
4. 導管主要為螺旋紋導管、有緣紋孔及單紋導管，直徑 5~13 μm 。
5. 薄壁細胞含油滴。
6. 韌皮纖維細長，直徑約 9~18 μm ，呈紡錘形，長碎斷，多單個散在。偏光顯微鏡下呈亮白色。

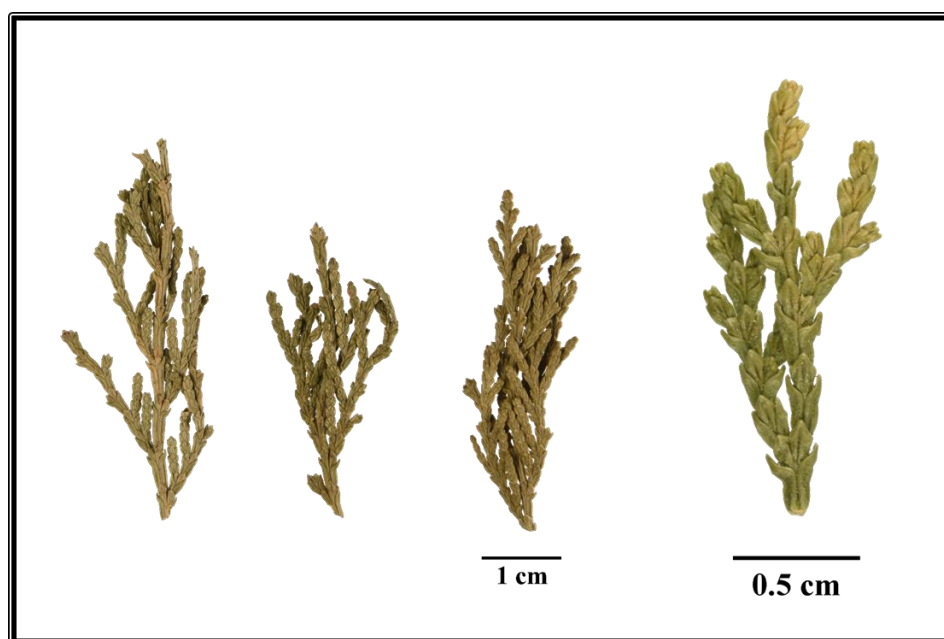


圖 1 側柏葉藥材圖

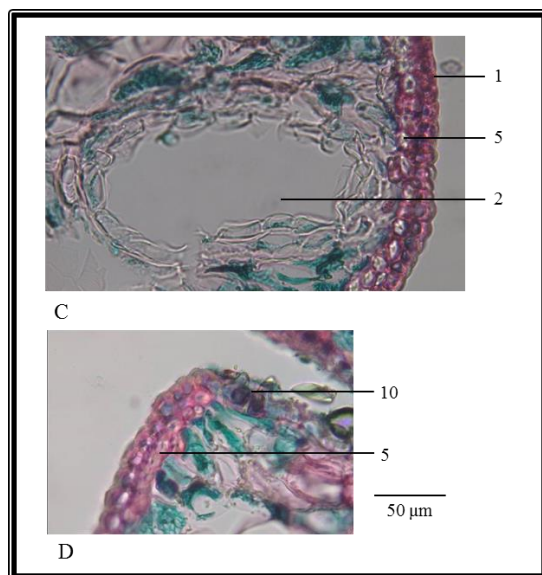
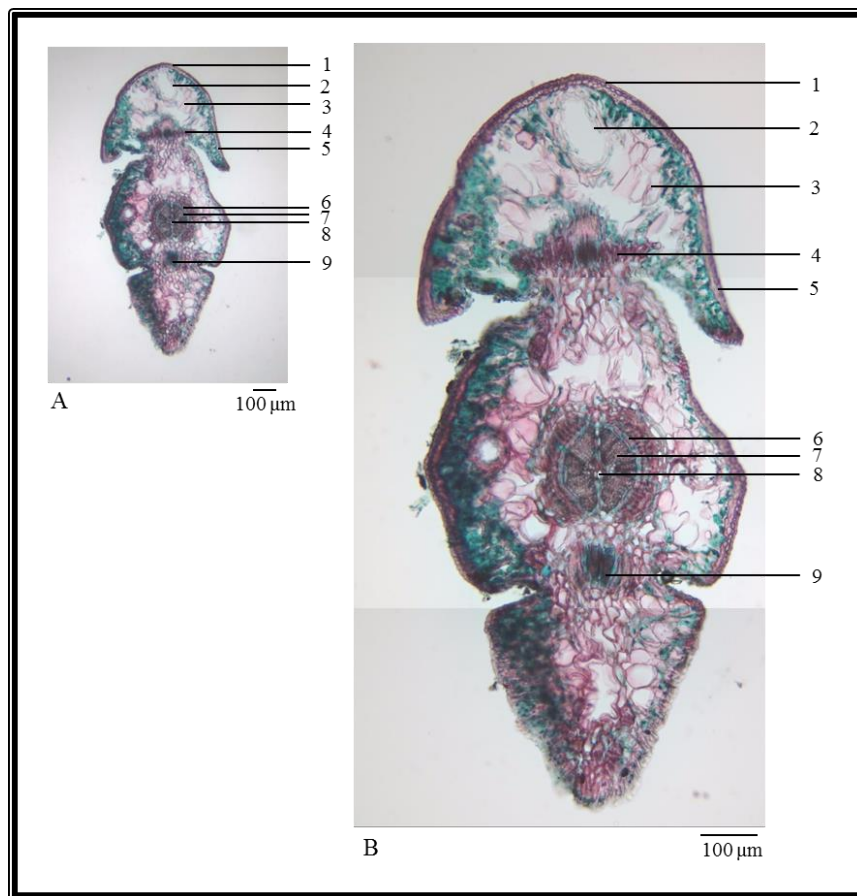


圖 2 側柏葉橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.橫切面放大圖 C.樹脂道 D.氣孔

1.表皮 2.樹脂道 3.皮層 4.輸導組織 5.下皮纖維 6.韌皮部 7.木質部
8.髓 9.鱗葉維管束 10.氣孔

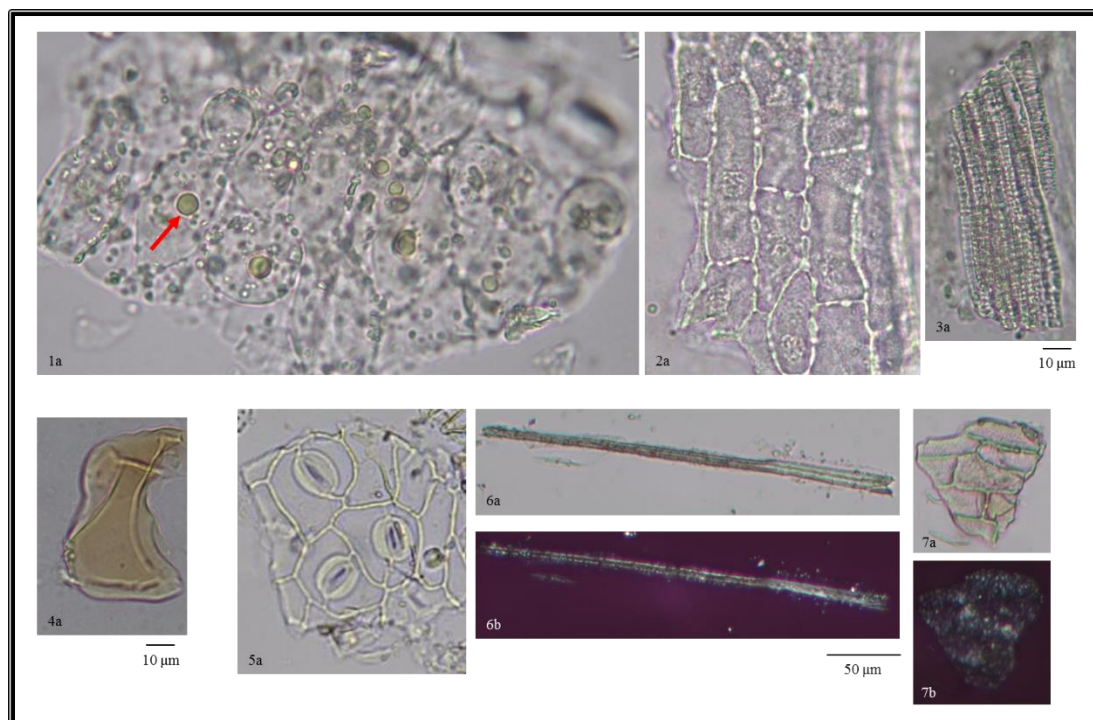


圖 3 側柏葉粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 薄壁細胞與油滴 (→方向為油滴)
2. 上表皮細胞
3. 導管
4. 樹脂道碎片
5. 下表皮細胞與氣孔
6. 韌皮纖維
7. 草酸鈣結晶

側柏葉(Platycladi Cacumen)

一、材料

購自於台灣各地中藥店側柏葉藥材共 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 Kinetex XB-C18 Column (150 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；乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich Co.；乙醇(95%)購自於國韶實業有限公司；磷酸(85%+)購自於 Merck。

(二) 標準品

標準品槲皮苷(Quercitrin)購自於廣翊有限公司，純度 98%以上；穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)自行分離並確定其結構，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒開發

取本品粉末六份，每份精確稱定 0.5 g，置 50 mL 離心管中，精確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇、50%乙醇各 20 mL，漩渦震盪 30 秒，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 4000 x g)，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槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)最大波峰面積為最佳側柏葉萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

取本品粉末約 0.5 g (過第 20 號篩網)，精確稱定，置 50 mL 離心管中，精確加入 75%甲醇 25 mL，漩渦震盪 30 秒，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 4000 x g)。取上清液轉移至 50 mL 定量瓶中，加入 75%甲醇定容刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE

0.45 μm)，取濾液，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

取標準品槲皮苷(Quercitrin)精確稱定 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含槲皮苷(Quercitrin) 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 30 $\mu\text{g/mL}$ 製成對照標準品溶液；另取標準品穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)精確稱定 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含穗花杉雙黃酮(Amentoflavone) 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.5 g，精確稱定，置 50 mL 離心管中，精確加入 75% 甲醇 25 mL，漩渦震盪 30 秒，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 $\times g$)，取得上清液，殘渣部分重複提取一次，合併濾液，至 50 mL 之定量瓶中，加 75% 甲醇定容至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。

(五) 測定法

分別精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槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的含量，即得。

(六) 檢量線

精確吸取槲皮苷(Quercitrin)標準品儲備溶液適量(1000 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋製成含槲皮苷(Quercitrin)分別為 250、100、50、30、10、5.0、2.5 $\mu\text{g/mL}$ 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 。

精確吸取穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)標準品儲備溶液適量(1000 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋製成含穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)分別為 50、25、10、5.0、2.5、2.0、1.75 $\mu\text{g/mL}$ 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) 精確度試驗

以槲皮苷(Quercitrin)濃度為 30 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣五針，以槲皮苷(Quercitrin)的波峰面積為指標，求出相對標準差。以穗花杉

雙黃酮(Amentoflavone) 濃度為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣五針，以穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 再現性與穩定性試驗

1. 再現性：取同一批市售側柏葉粉末，依側柏葉檢品溶液製備方法平行製備五份側柏葉檢品溶液，進樣測定，以槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售側柏葉粉末，依側柏葉檢品溶液製備方法製備側柏葉檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)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

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；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

取已知槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)含量的側柏葉藥材粉末約 0.25 g，精確稱定五份，分別加入 1 mL 的槲皮苷(Quercitrin)溶液(850 $\mu\text{g/mL}$)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)溶液(150 $\mu\text{g/mL}$)，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：Kinetex XB-C18 Column (150 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 330 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%磷酸(v/v, %)
0	5	95
20	50	50
30	100	0
35	100	0

(十二) 臺灣市售側柏葉含量測定

取 10 批市售側柏葉藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μ L 連續三針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的百分含量。

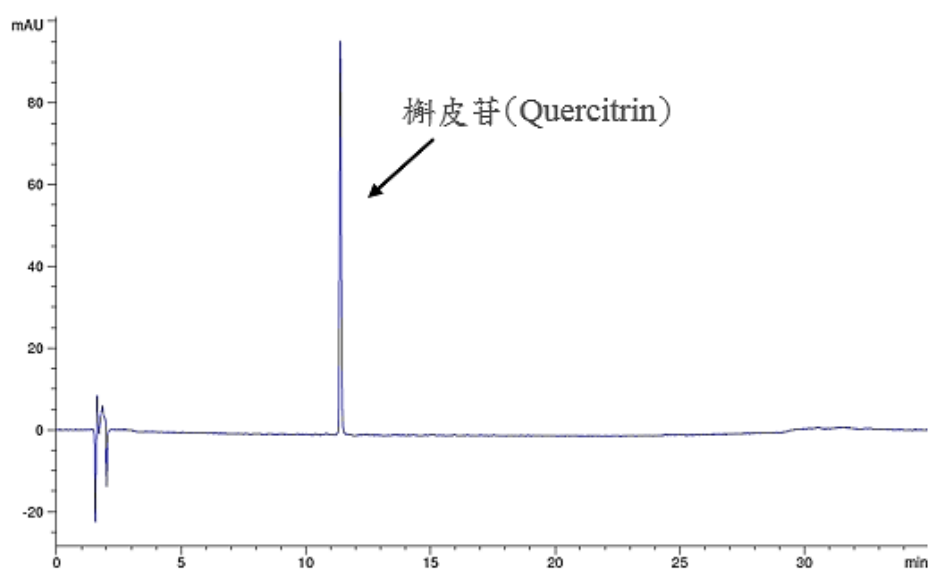
(十三) 側柏葉檢品之 UPLC 層析條件

1. 層析管：Waters Acquity UPLC BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：UV 330 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1.0 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	5	95
8	50	50
11	100	0

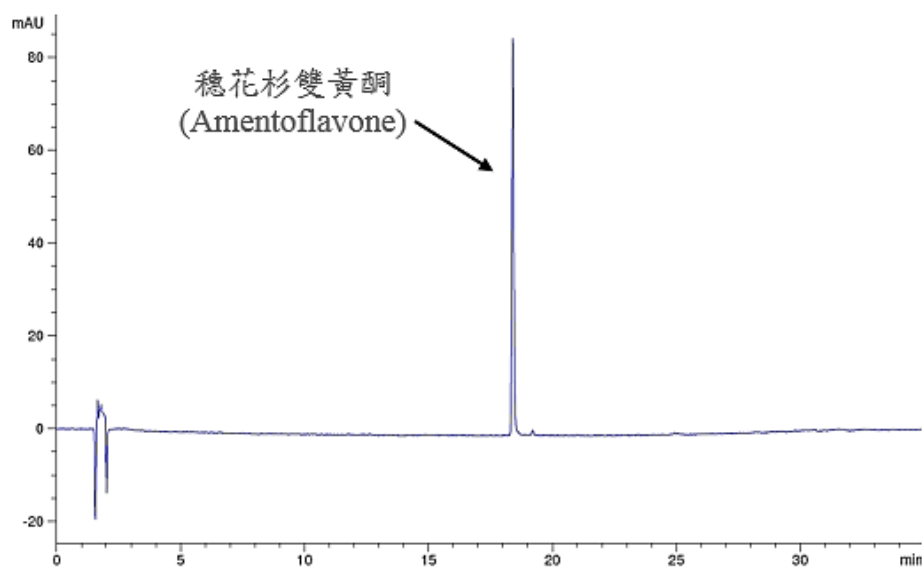
五、結果

(一) 標準品槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)之 HPLC 層析
於滯留時間 11.4 分鐘處顯示槲皮苷(Quercitrin)標準品的波峰(圖一)。



圖一、槲皮苷(Quercitrin)標準品溶液之 HPLC 層析圖

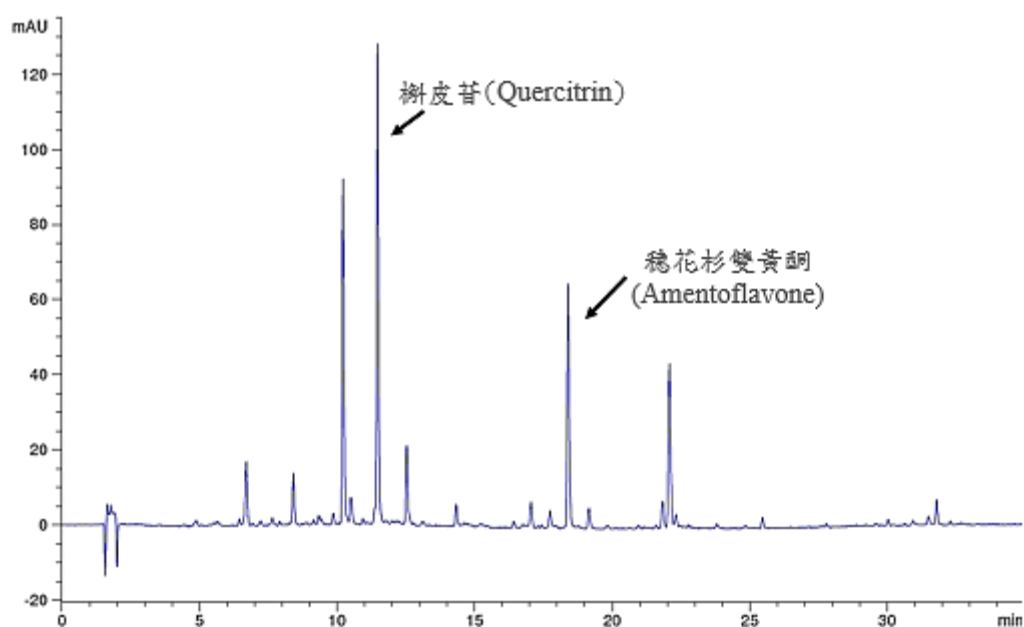
於滯留時間 18.4 分鐘處顯示穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)標準品的波峰(圖二)。



圖二、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售側柏葉檢品之 HPLC 層析

側柏葉檢品中，於滯留時間 11.4 分鐘處顯示槲皮苷(Quercitrin) 標準品的波峰，分離率為 $R = 10.753$ ，托尾因子為 $T = 1.141$ ；另於滯留時間 18.4 分鐘處顯示穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)標準品的波峰，分離率為 $R = 9.201$ ，托尾因子為 $T = 1.181$ ，皆在系統適用性要求內。(圖三)



圖三、市售側柏葉檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒開發

以 50% 甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得槲皮苷(Quercitrin)的波峰面積最大；以 50% 乙醇為溶媒時，每克藥材重量所得穗花杉雙黃酮(Amentoflavone) 的波峰面積最大。但使用 50% 甲醇或 50% 乙醇為溶媒時，易出現小顆粒混濁溶液，因此選擇 75% 甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	波峰面積		最佳萃取
	槲皮苷 (Quercitrin)	穗花杉雙黃酮 (Amentoflavone)	
甲醇	507.3	278.0	
75% 甲醇	1838.0	771.9	√
50% 甲醇	2274.8	561.6	
95% 乙醇	134.4	91.2	
75% 乙醇	1153.0	581.2	
50% 乙醇	1951.1	841.0	

(四) 最佳萃取次數評估

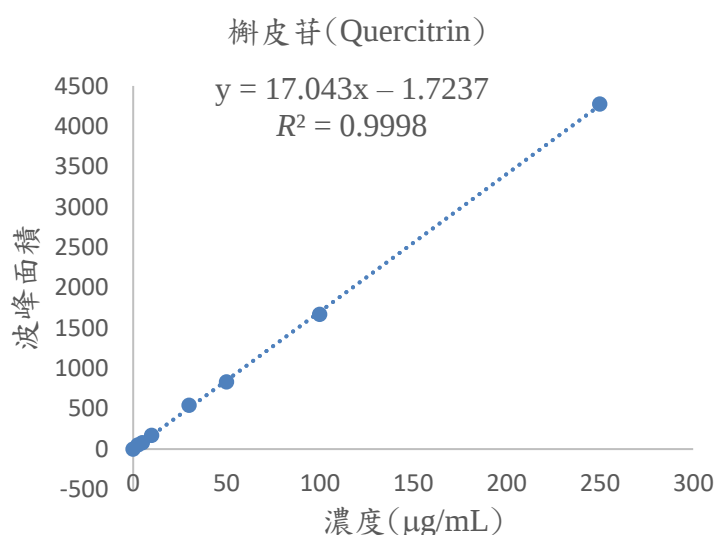
結果顯示萃取兩次基本上已將槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)萃取完全(>98%)。

表二、側柏葉檢品萃取次數評估

75%甲醇 萃取次數	槲皮苷(Quercitrin) 波峰面積	穗花杉雙黃酮(Amentoflavone) 波峰面積
第一次	1042.0	620.8
第二次	72.4	85.1
第三次	7.2	1.6

(五) 標準品槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)檢量線

經不同濃度槲皮苷(Quercitrin) (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 $y = 17.034x - 1.7237$ ， $R^2 = 0.9998$ ，顯示濃度在 2.5–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。

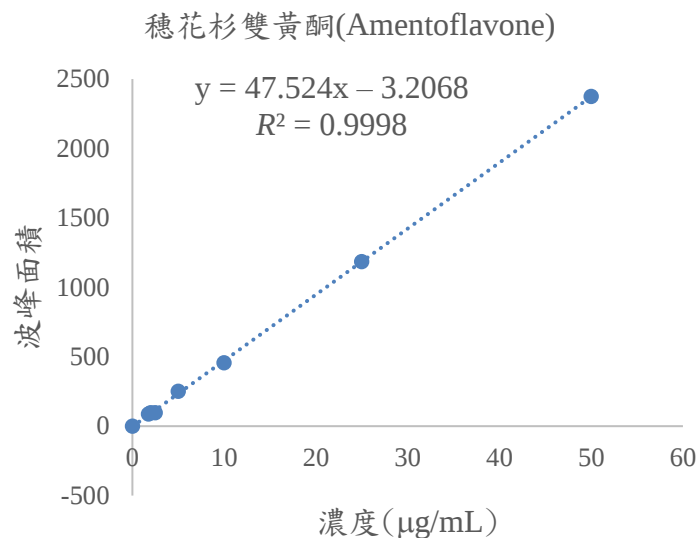


圖四、槲皮苷(Quercitrin)之檢量線圖

表三、槲皮苷(Quercitrin)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
槲皮苷(Quercitrin)	2.5–250	$y = 17.034x - 1.7237$	0.9998

經不同濃度穗花杉雙黃酮(Amentoflavone) (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 $y = 47.524x - 3.2068$ ， $R^2 = 0.9998$ ，顯示濃度在 1.75–50 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)之檢量線圖

表四、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)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
穗花杉雙黃酮 (Amentoflavone)	1.75–50	$y = 47.524x - 3.2068$	0.9998

(六) 再現性與精確度試驗

實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精確度良好，槲皮苷(Quercitrin)精確度之相對標準差為 0.70%，再現性之相對標準差為 0.98%，均在系統適用性要求內。

實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精確度良好，穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)精確度之相對標準差為 1.15%，再現性之相對標準差為 2.24%，均在系統適用性要求內。

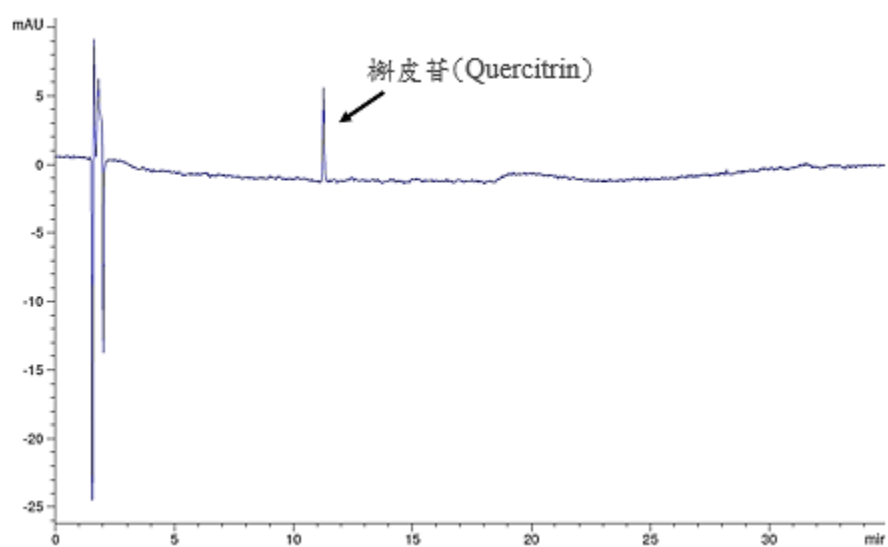
(七) 穩定性試驗

由結果可以得知槲皮苷(Quercitrin)在 24 小時內穩定性，相對標準差為 0.78%，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。

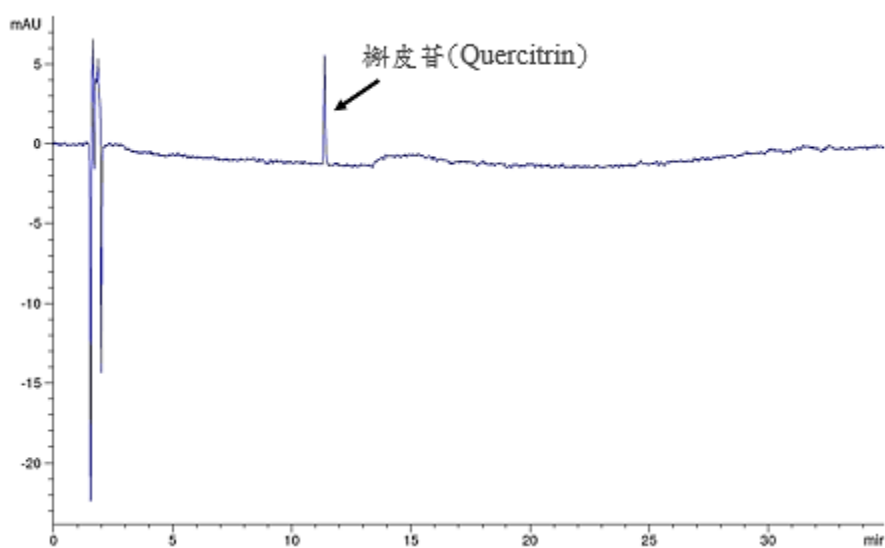
由結果可以得知穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)在 24 小時內穩定性，相對標準差為 2.80%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

槲皮苷(Quercitrin)偵測極限(limit of detection, LOD)為 1.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖六)，定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 1.75 $\mu\text{g/mL}$ (圖七)。

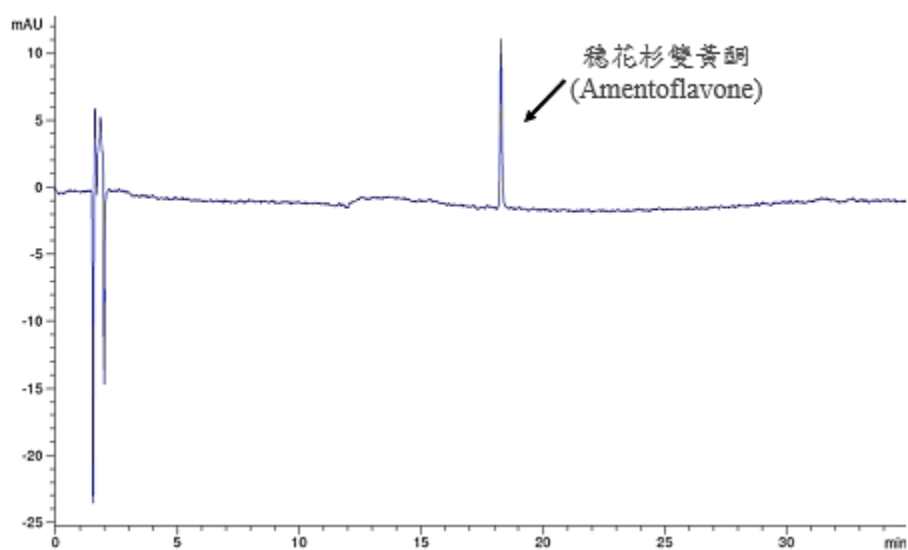


圖六、槲皮苷(Quercitrin)之 LOD 層析圖

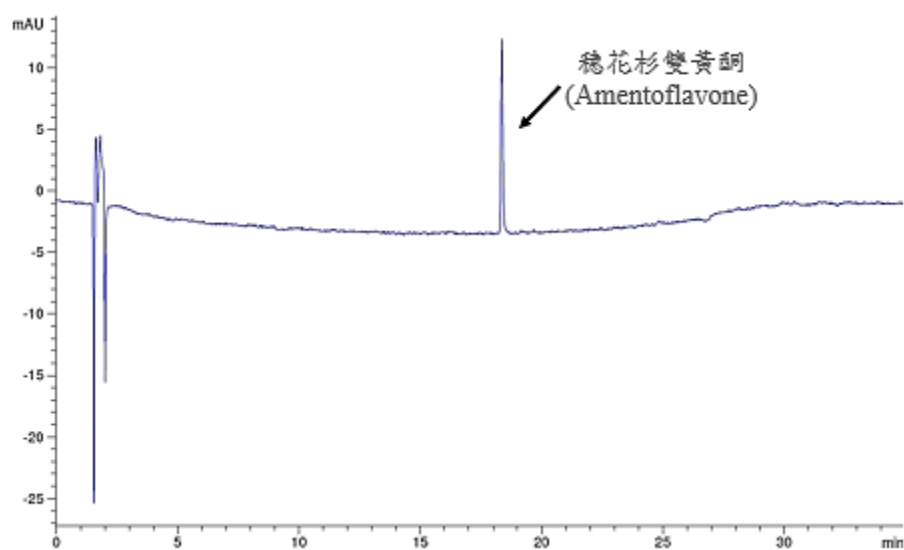


圖七、槲皮苷(Quercitrin)之 LOQ 層析圖

穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)偵測極限(limit of detection, LOD)為 1.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 1.75 $\mu\text{g/mL}$ (圖九)。



圖八、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)之 LOD 層析圖



圖九、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)之 LOQ 層析圖

表五、各項檢驗分析

檢測項目	槲皮苷(Quercitrin)		穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精確度 (n=5)	30 µg/mL	0.70	5.0 µg/mL	1.15
再現性 (n=5)	檢品溶液(No.7)	0.98	檢品溶液(No.7)	2.24
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.7)	0.78	檢品溶液(No.7)	2.80
偵測極限 (n=1)	1.5 µg/mL	-	1.5 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	1.75 µg/mL	-	1.75 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

添加槲皮苷(Quercitrin)平均回收率 101.2%，相對標準偏差 1.76%。

表六、槲皮苷(Quercitrin)添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 7)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.256	0.87	0.85	1.75	103.9	101.2	1.76
2	0.254	0.86	0.85	1.70	98.9		
3	0.259	0.88	0.85	1.74	101.1		
4	0.253	0.86	0.85	1.72	101.2		
5	0.252	0.86	0.85	1.71	100.8		

添加穗花杉雙黃酮(Amentoflavone) 平均回收率 102.5%，相對標準偏差 2.98%。

表七、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 7)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.256	0.15	0.15	0.30	99.3	102.5	2.98
2	0.254	0.15	0.15	0.30	101.0		
3	0.259	0.16	0.15	0.31	104.8		
4	0.253	0.15	0.15	0.31	106.6		
5	0.252	0.15	0.15	0.30	101.0		

(十) 台灣市售側柏葉含量測定

10 批側柏葉藥材之含量測定結果(乾燥品)如表八所示，槲皮苷(Quercitrin)含量為 0.29%–0.46%。穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)含量為 0.06%–0.07%。建議側柏葉藥材指標成分槲皮苷(Quercitrin)的含量不得少於 0.20%。建議理論板數按槲皮苷(Quercitrin)波峰計算應不低於 10000 (實際值為 177541)。建議側柏葉藥材指標成分穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的含量不得少於 0.05%。建議理論板數按穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)波峰計算應不低於 10000 (實際值為 331939)。

表八、台灣市售側柏葉檢品之槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)含量

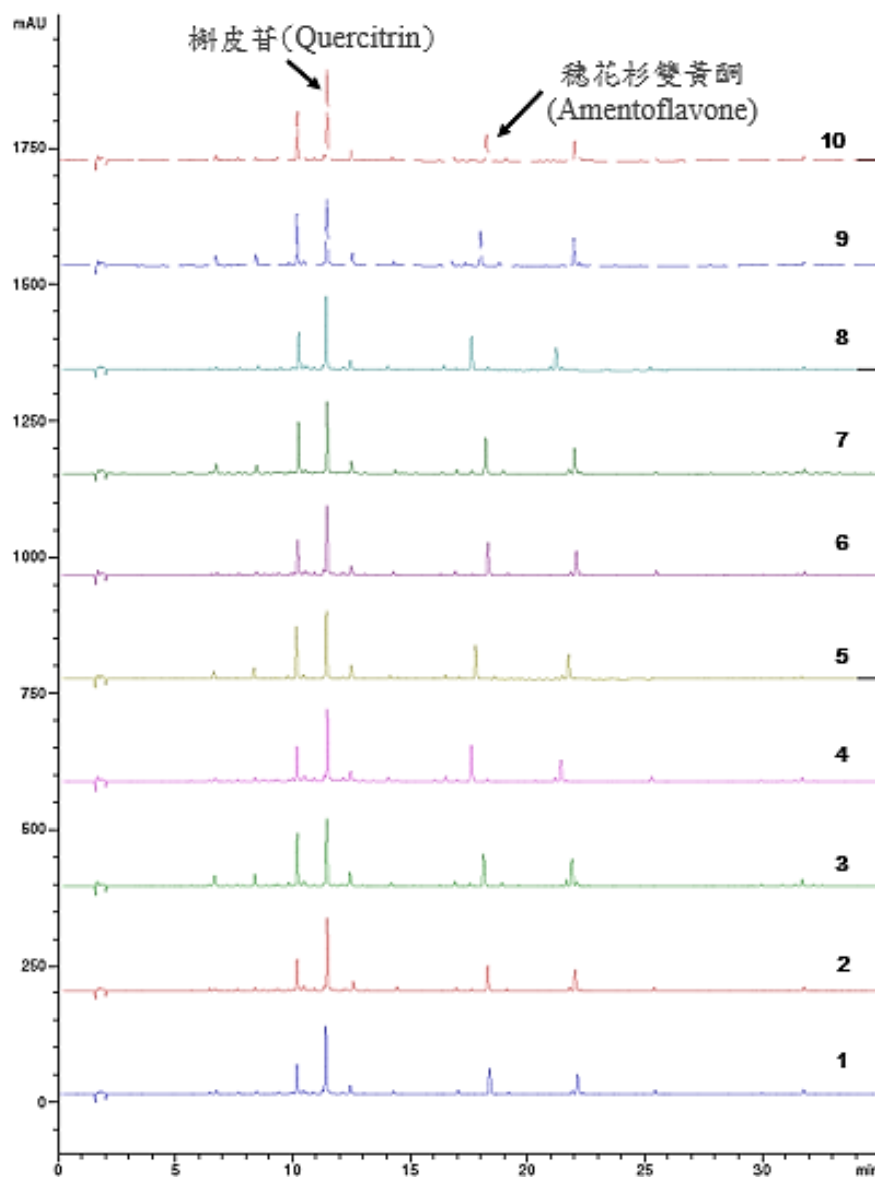
中藥店編號 (No.)	槲皮苷(Quercitrin) 含量(%)	穗花杉雙黃酮(Amentoflavone) 含量(%)
1 (SE)	0.31	0.06
2 (SJ)	0.29	0.06
3 (NN)	0.33	0.06
4 (CA-1)	0.35	0.07
5 (SC)	0.33	0.07
6 (NC)	0.33	0.07
7 (SU)	0.34	0.07
8 (NR)	0.34	0.07
9 (NF)	0.34	0.07
10 (ND)	0.46	0.06

(十一) 市售側柏葉藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取十批市售側柏葉檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Kinetex XB-C18 Column (150 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 330 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：

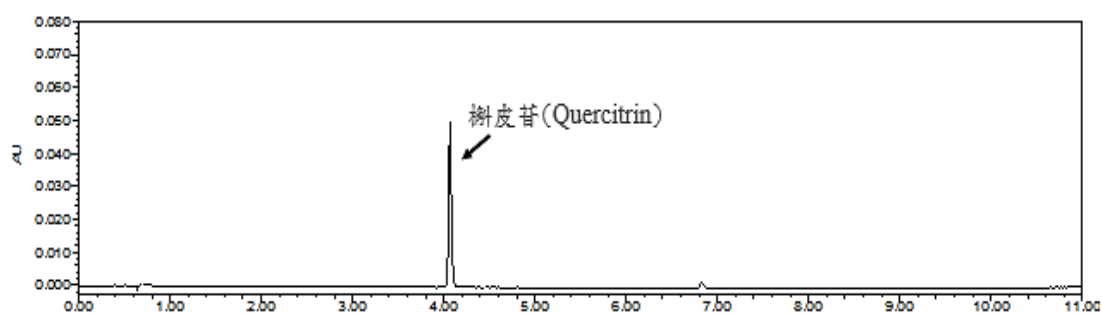
時間(min)	乙腈(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	5	95
15	50	50
30	100	0
35	100	0



圖十、10 批側柏葉藥材之 HPLC 指紋圖譜

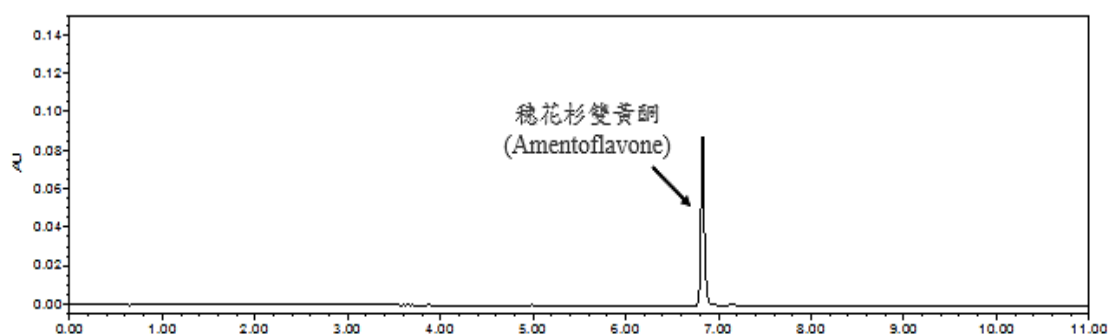
(十二) 標準品槲皮苷(Quercitrin)及穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)之 UPLC 層析

於滯留時間 4.1 分鐘處顯示槲皮苷(Quercitrin)標準品的波峰(圖十一)。



圖十一、槲皮苷(Quercitrin)標準品溶液之 UPLC 層析圖

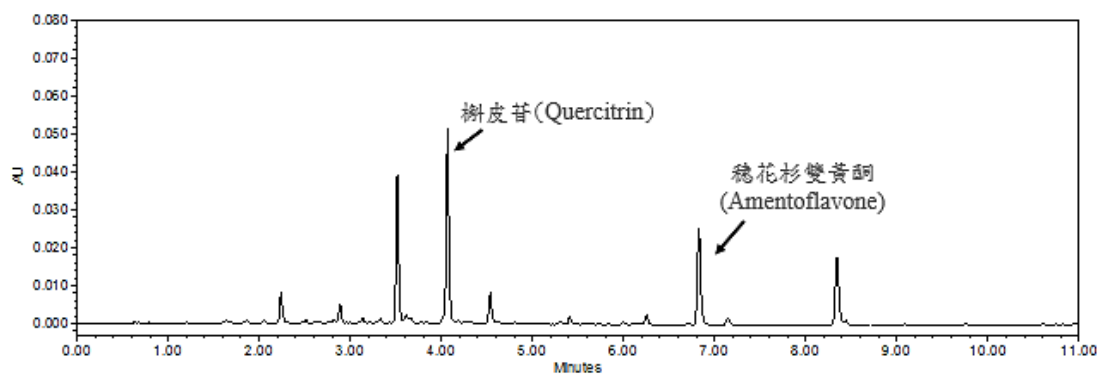
於滯留時間 6.8 分鐘處顯示穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)標準品的波峰(圖十二)。



圖十二、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售側柏葉檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 4.1 分鐘顯示側柏葉檢品中槲皮苷(Quercitrin)的波峰，且於滯留時間 6.8 分鐘顯示側柏葉檢品中穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的波峰(圖十三)。

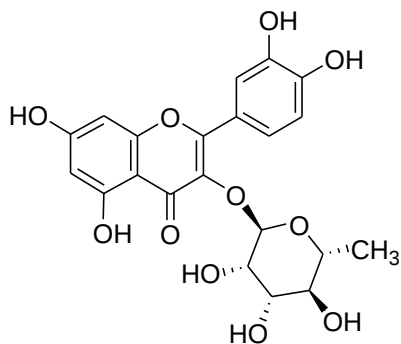


圖十三、市售側柏葉檢品之 UPLC 層析圖

(十四) 槲皮苷(Quercitrin)的分子式與分子量

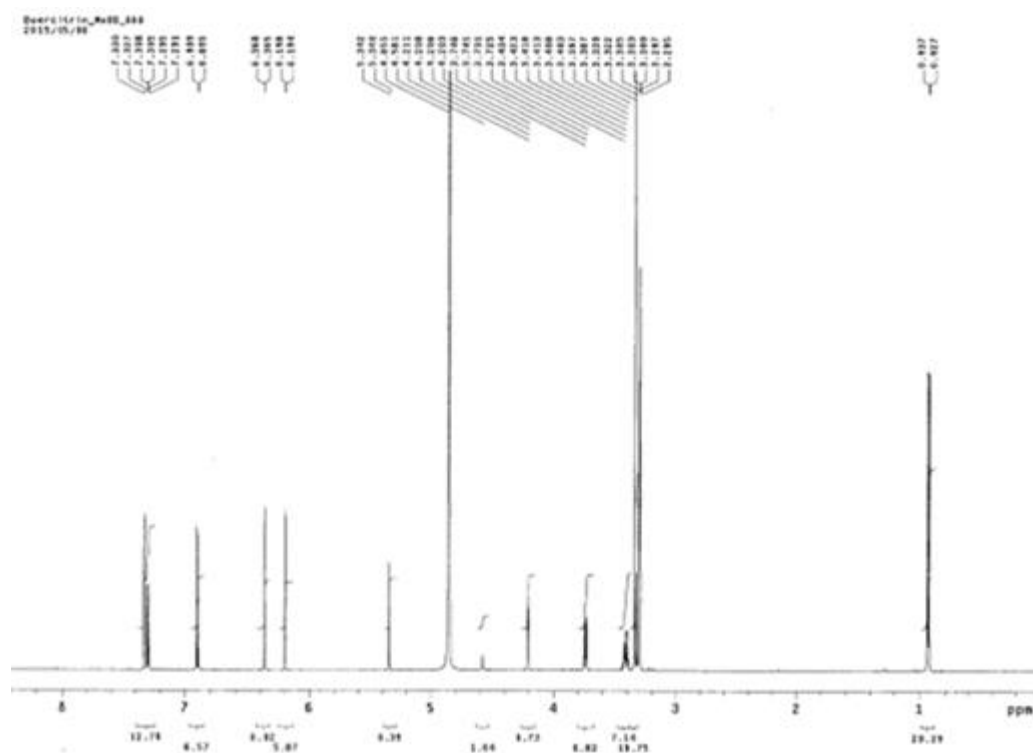
分子式： $C_{21}H_{20}O_{11}$ ；Mol. Wt.：448.4；mp：190–191 °C；黃色固體。

(十五) 槲皮苷(Quercitrin)的結構



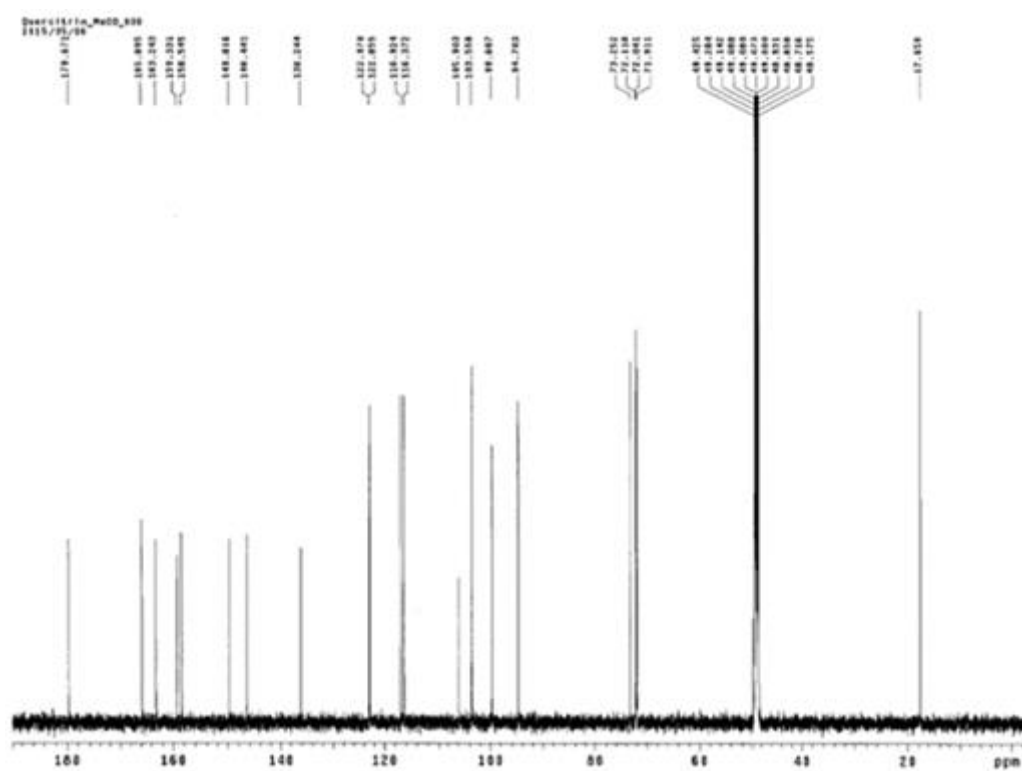
圖十四、槲皮苷(Quercitrin)

(十六) 槲皮苷(Quercitrin)的 ^1H NMR 圖譜



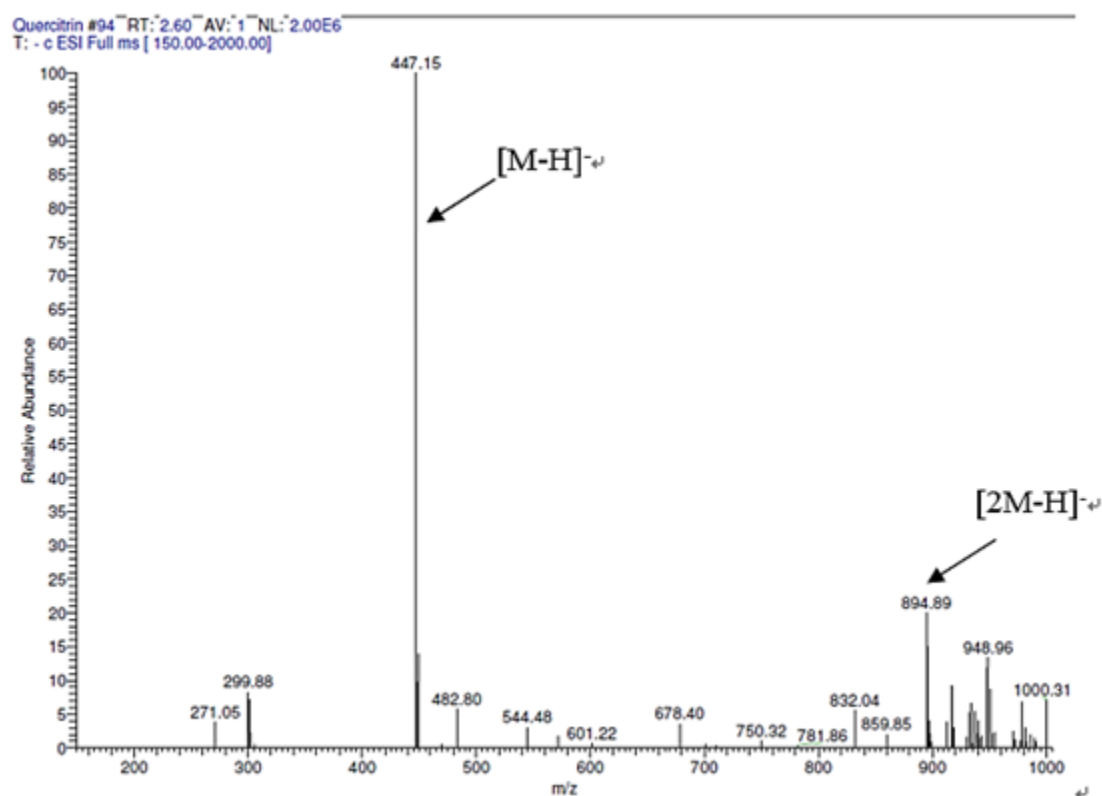
圖十五、槲皮苷(Quercitrin)的 ^1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七) 槲皮苷(Quercitrin)的 ^{13}C NMR 圖譜



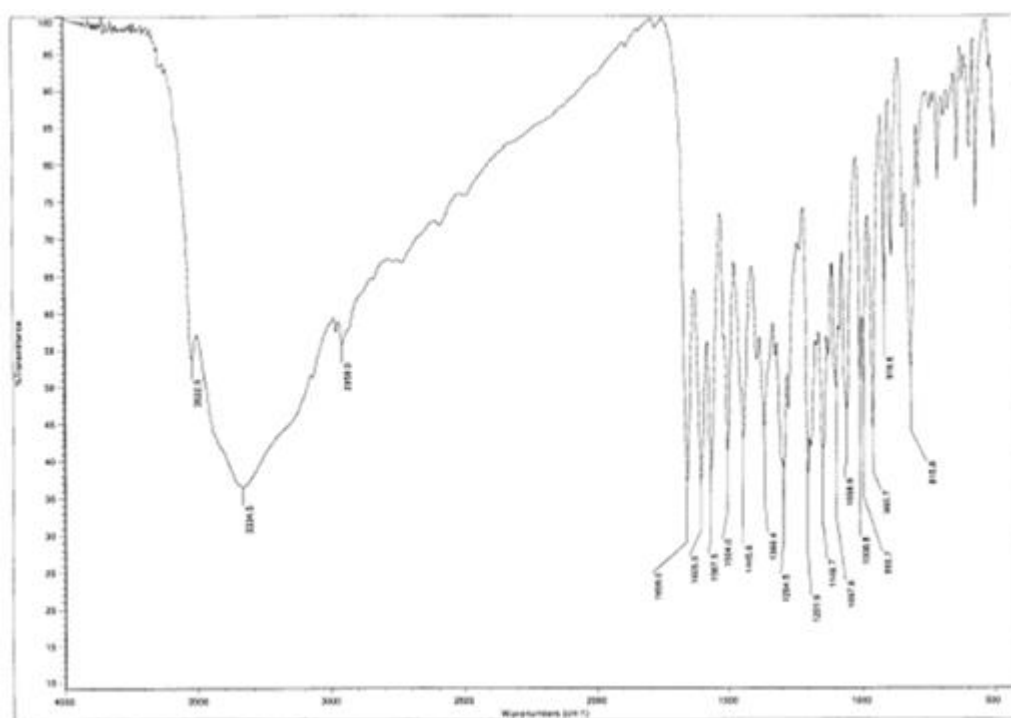
圖十六、槲皮苷(Quercitrin)的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 槲皮苷(Quercitrin)的 ESI-MS 圖譜



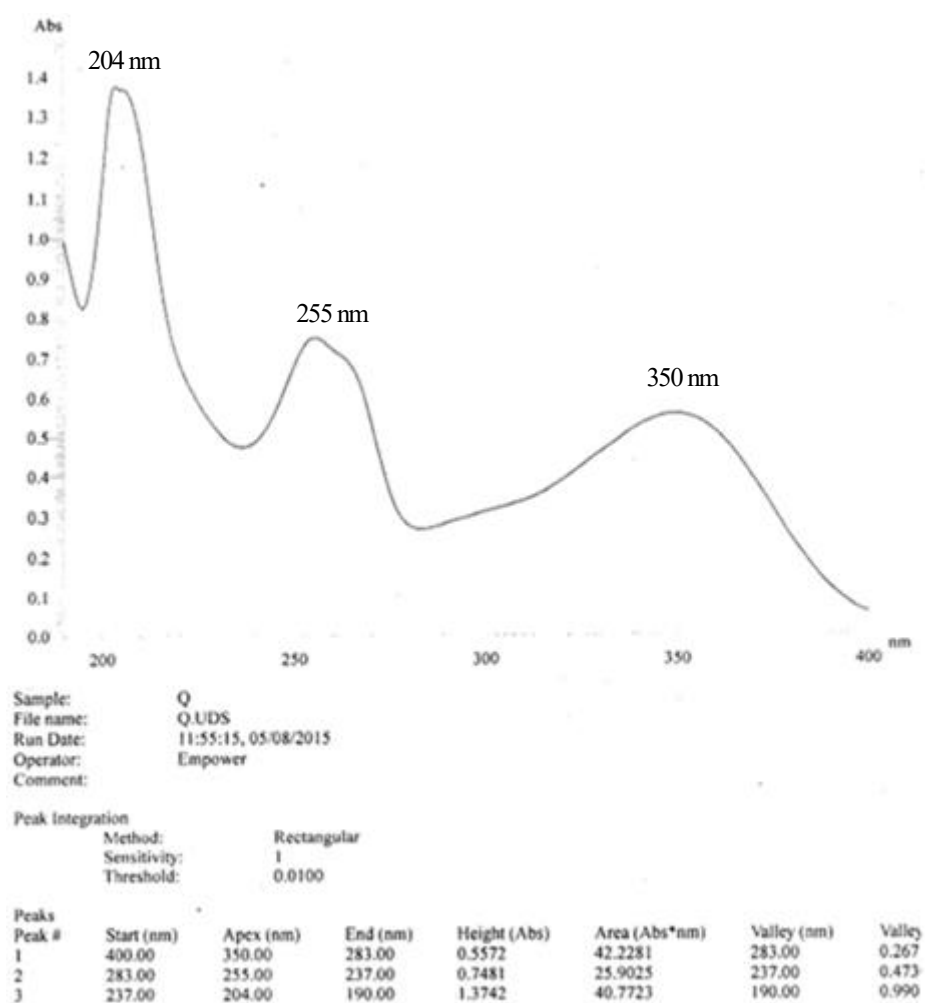
圖十七、槲皮苷(Quercitrin)的 ESI-MS 圖譜

(十九) 槲皮苷(Quercitrin)的 FTIR 圖譜



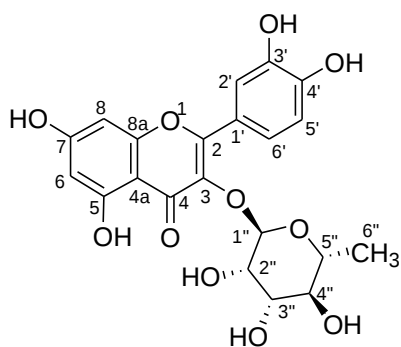
圖十八、槲皮苷(Quercitrin)的 FTIR 圖譜

(二十) 槲皮苷(Quercitrin)的 UV 圖譜



圖十九、槲皮苷(Quercitrin)的 UV 圖譜

(二十一) 槲皮苷(Quercitrin)的氫、碳化學位移



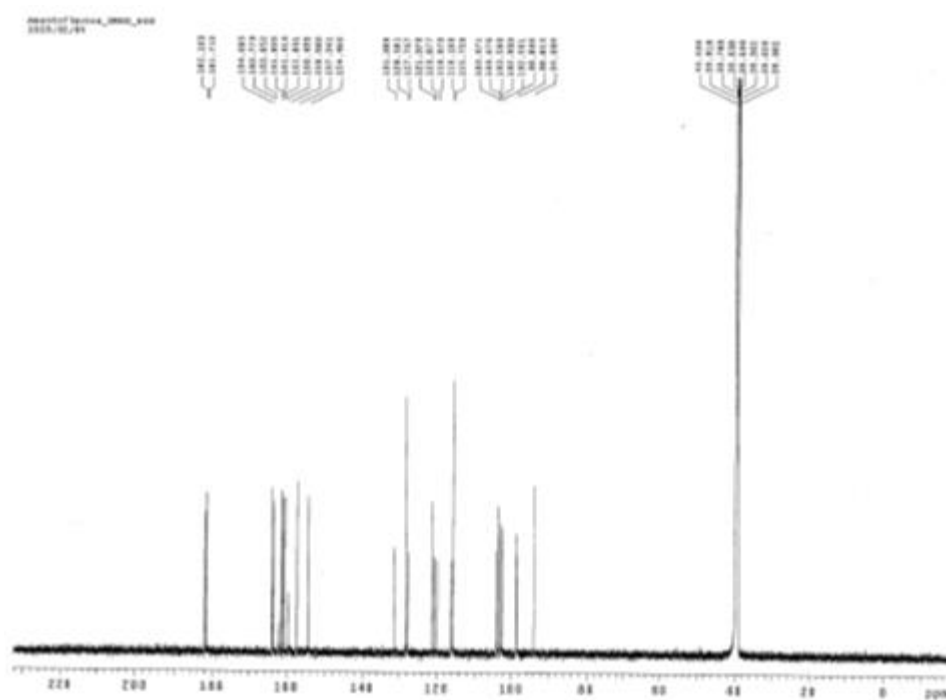
槲皮苷(Quercitrin)

表十、槲皮苷(Quercitrin)的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	159.3
3	-	136.2
4	-	179.7
4a	-	105.9
5	-	163.2
6	6.20 (d, 1.8)	99.8
7	-	165.9
8	6.37 (d, 1.8)	94.7
8a	-	158.5
1'	-	123.0
2'	7.33 (d, 1.8)	116.9
3'	-	146.9
4'	-	149.8
5'	6.90 (d, 8.4)	116.4
6'	7.30 (dd, 8.4, 1.8)	122.9
1''	5.34 (d, 1.2)	103.6
2''	4.21 (dd, 3.0, 1.2)	71.9
3''	3.74 (dd, 9.0, 3.0)	72.0*
4''	3.32–3.34 (m)	73.3
5''	3.39–3.43 (m)	72.1*
6''	0.93 (d, 6.0)	17.7

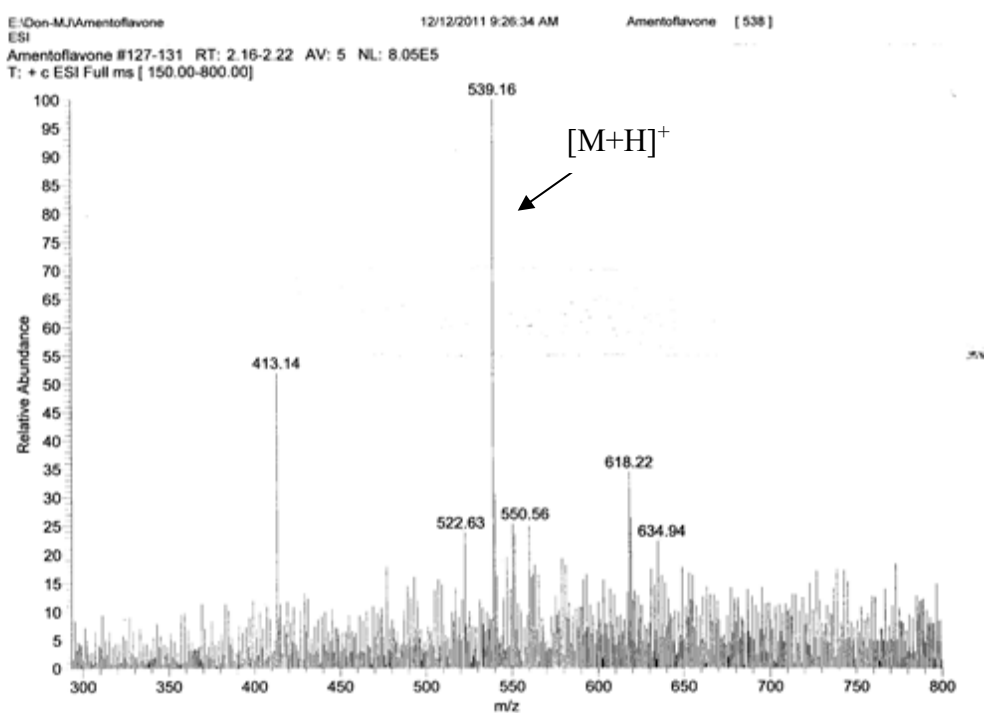
^a(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm. *interchangeable

(二十五) 穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的 ^{13}C NMR 圖譜



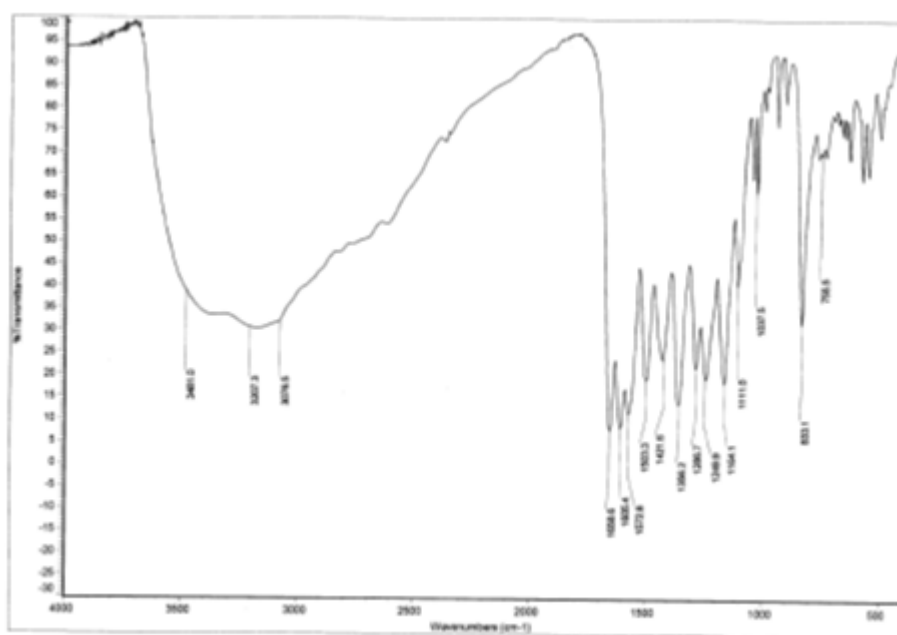
圖二十二、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)之 ^{13}C NMR 圖譜($\text{DMSO}-d_6$)

(二十六) 穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的 ESI-MS 圖譜



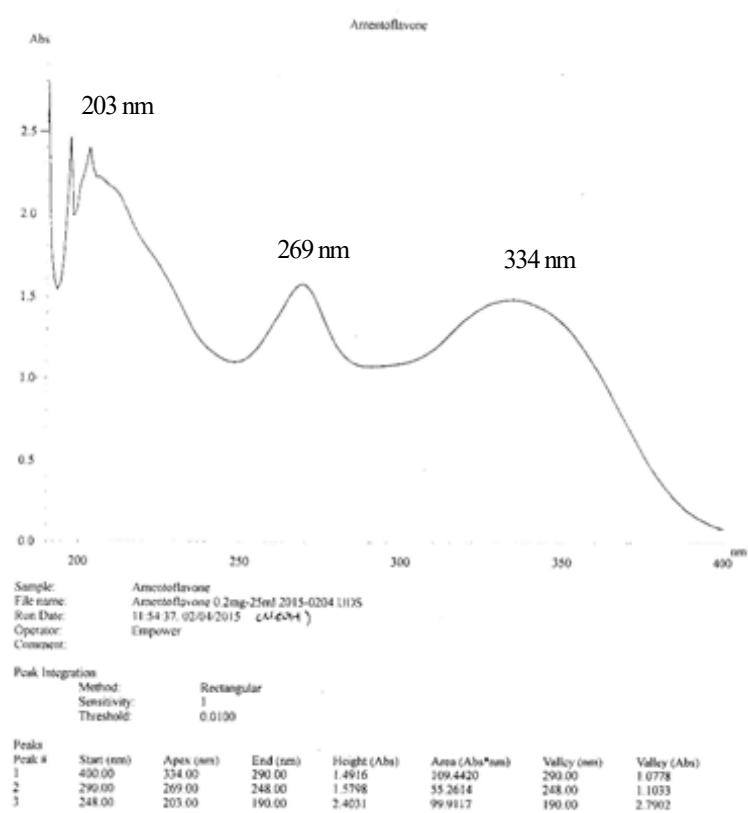
圖二十三、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)之 ESI-MS 圖譜

(二十七) 穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的 FTIR 圖譜



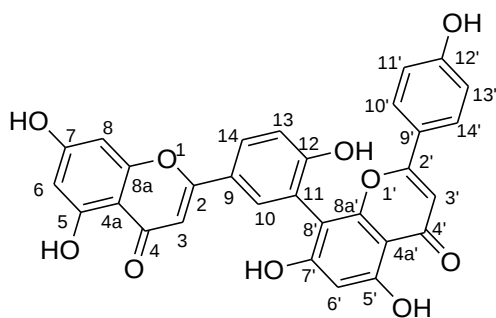
圖二十四、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)之 FTIR 圖譜

(二十八) 穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的 UV 圖譜



圖二十五、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)之 UV 圖譜

(二十九) 穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的氫、碳化學位移



Amentoflavone

表十一、穗花杉雙黃酮(Amentoflavone)的氫、碳化學位移(DMSO-*d*₆)^a

δ_{H}	δ_{C}	δ_{H} (600 MHz)	δ_{C}
2	-	2	-
6	6	6	6
3	3	3	3
·	·	·	·
8	8	8	8
3	6.83 (s)	3	6.79

	0	'	(s)	0
	2			2
	.			.
	9			6
4	-		4	-
	8	'		8
	1			2
	.			.
	7			1
4	-		4	-
a	0	a'		0
	3			3

		•		•
		7		6
5	-		5	-
		6	,	6
		1		0
		•		•
		4		5
6	6.18 (d,		6	6.39
	1.8)	8	,	(s)
		•		•
		8		6
7	-		7	-

	6	,	6
	4		2
	.		.
	1		0
8	6.45 (d,	8	-
1.8)	9	,	0
	4		4
	.		.
	0		0
8	-	8	-
a	5	a'	5
	7		4

		.	.
		3	5
9	-	9	-
		2	'
		0	1
		.	.
		9	4
1	7.99 (d,	1	7.56
0	2.4)	3	0' (d,
		1	8.4)
		.	.
		4	2

1	-	1	6.70	
1		2	1' (d,	1
		0	8.4)	5
		.		.
		0		7
1	-	1	-	
2		5	2'	6
		9		1
		.		.
		9		0
1	7.13 (d,	1	6.70	
3	9.6)	1	3' (d,	1

		6		8.4)	5
		.			.
		2			7
1	8.00		1	7.56	
4	(dd, 9.6, 2.4)	2	4'	(d,	2
		7		8.4)	8
		.			.
		8			2
5	13.0 (s)		5	13.1	-
-OH			'-OH	(s)	
7	10.8 (s)		7	-	-
-OH			'-OH		

1	-	1	10.2	-
2-		2'-	(s)	
OH		OH		

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

側柏葉

生藥名：PLATYCLADI CACUMEN

英文名：Chinese Arborvitae Twig

基 原：柏科 Cupressaceae 植物側柏 *Platycladus orientalis* (L.) Franco 的乾燥枝梢及葉。

一、方法

- (一) 檢 品 溶 液 【萃取方法 1】(臺灣中藥典第二版 2013)
——取本品粉末 0.5 g，加乙醇 5 mL，超音波處理 1 小時，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加乙醇 2 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 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波處理 30 分鐘，待冷後過濾，定容至 10 mL，作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取槲皮苷(Quercitrin)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 0.1 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】(修飾臺灣中藥典第二版 2013)
——二氯甲烷：乙醇 (9：1)
【展開劑 2】(香港中藥材標準第五冊) ✓
——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)
- (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。

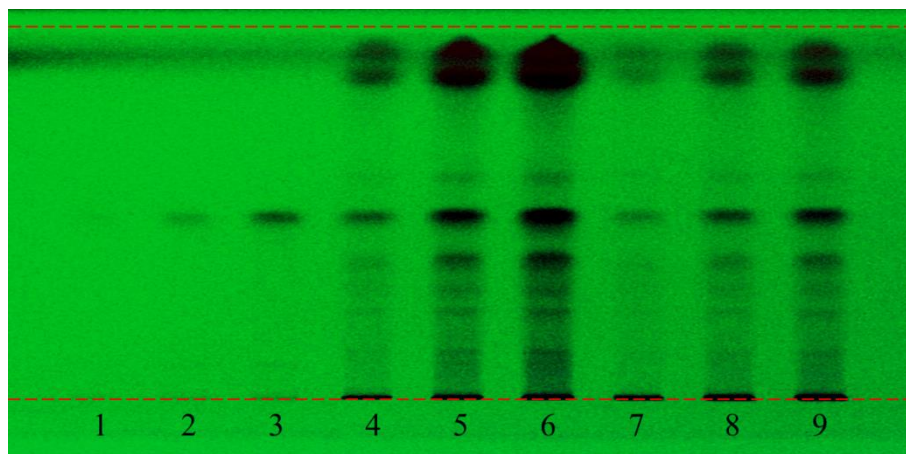
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：106/03/29

相對溼度(RH)：42%

溫度(RT)：25 °C

【展開劑 2】(香港中藥材標準第五冊)——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	槲皮苷(Quercitrin) (0.1 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	檢品溶液 8 【萃取方法 1】	2, 5, 8 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 8 【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標準品槲皮苷，而由於製備方法較簡便快速，故選擇【萃取方法 2】。

建議點注量：槲皮苷(Quercitrin)標準品溶液 5 μ L，檢品溶液【萃取方法 2】5 μ L。

三、溶媒系統選擇

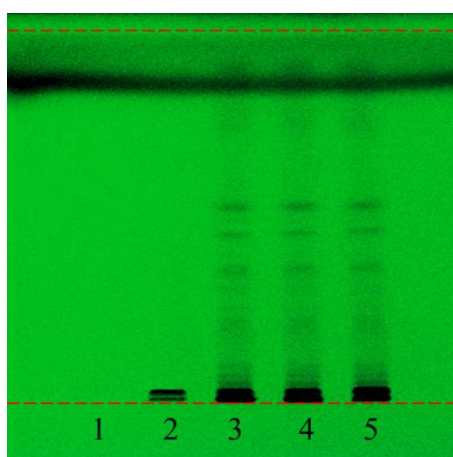
實驗日期：106/03/29

相對溼度(RH)：42%

溫度(RT)：25 °C

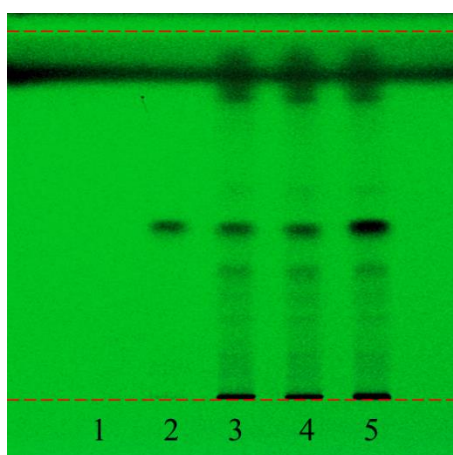
【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第二版 2013)——二氯甲烷：乙醇 (9：1)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第五冊)——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(槲皮苷 R_f 值為 0.02； R_f 值 < 0.3)



【展開劑 2】 (香港中藥材標準第五冊)——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第五冊)——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(槲皮苷 R_f 值為 0.46)



1：Blank

2：槲皮苷(Quercitrin)

3，4：檢品溶液 8

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 2】方式，唯【展開劑 2】展開可從檢品溶液中分離與檢出槲皮苷，故採用香港中藥材標準第五冊之【展開劑 2】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：106/03/29

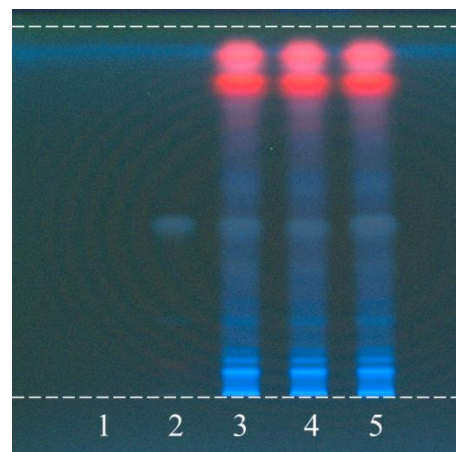
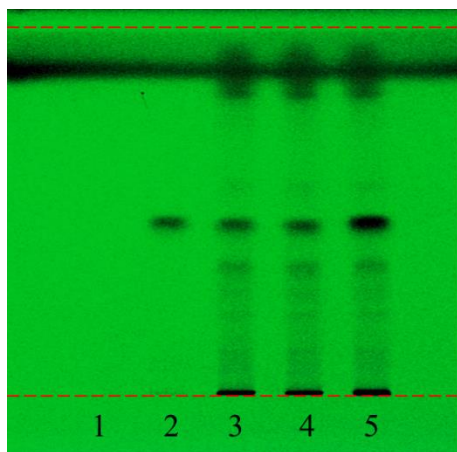
相對溼度(RH)：42%

溫度(RT)：25 °C

【展開劑 2】(香港中藥材標準第五冊)——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第五冊)——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出✓

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第五冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1：Blank

2：槲皮苷(Quercitrin)

3，4：檢品溶液 8

5：Spike

建議觀察方式：於紫外光(254 nm)下顯示出較紫外光(365 nm)有明顯之槲皮苷(Quercitrin)標準品斑點。

五、十批樣品檢測

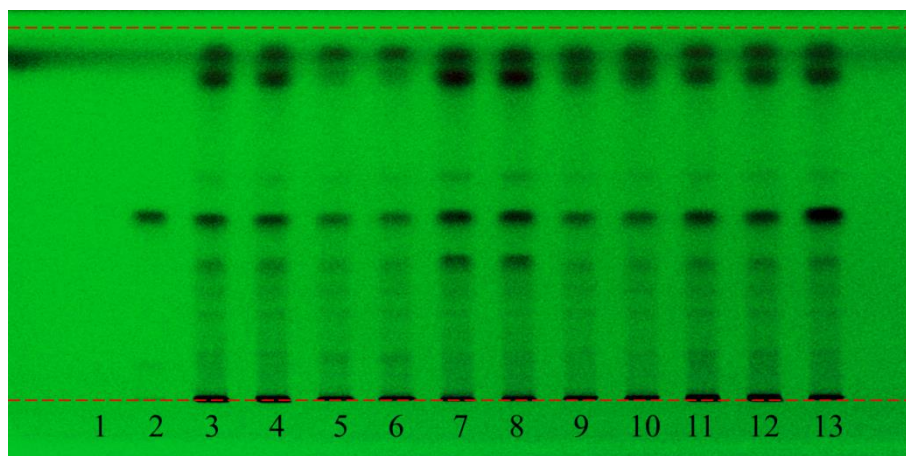
實驗日期：106/03/30

相對溼度(RH)：47%

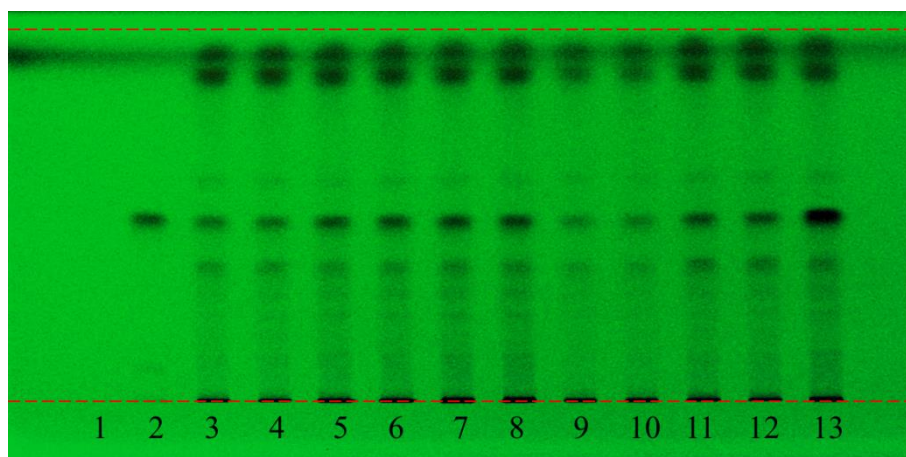
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 2】(香港中藥材標準第五冊)——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第五冊)——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



1	Blank
2	槲皮苷(Quercitrin) (0.1 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NC)
5 , 6	檢品溶液 2 (ND)
7 , 8	檢品溶液 3 (NF)
9 , 10	檢品溶液 4 (NI)
11 , 12	檢品溶液 5 (NJ)
13	Spike (檢品溶液 8)



1	Blank
2	槲皮苷(Quercitrin) (0.1 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 6 (NN)
5 , 6	檢品溶液 7 (NR)
7 , 8	檢品溶液 8 (CA-1)
9 , 10	檢品溶液 9 (SC)
11 , 12	檢品溶液 10 (SU)
13	Spike (檢品溶液 8)

結論與建議：以香港中藥材標準第五冊之【萃取方法 2】方式，並以香港中藥材標準第五冊之【展開劑 2】分離與檢出槲皮苷(Quercitrin)較佳，於紫外光(254 nm)下檢視較佳。