

南葶藶子

(DESCURAINIAE SEMEN)

南葶藶子 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

南葶藶子 HPLC

一、材料.....	6
二、儀器及層析管柱.....	6
三、實驗藥品及試劑來源.....	6
四、方法.....	6
五、結果.....	10

南葶藶子 TLC

一、方法.....	23
二、萃取選擇及濃度測試.....	24
三、溶媒系統選擇.....	25
四、觀察方式選擇.....	27
五、十批樣品檢測.....	28

南葶藶子

(DESCURAINIAE SEMEN)

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南葶藶子的乾燥成熟種子。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：南葶藶子

生藥名：DESCURAINIAE SEMEN

英文名：Tansymustard Seed

基原：十字花科 *Cruiferae* 植物播娘蒿 *Descurainia sophia* (L.) Webb. ex Prantl. 的乾燥成熟種子。

採收加工：夏季果實成熟時採收植株，曬乾，搓出種子，除去雜質。

藥材性狀：本藥材為播娘蒿的乾燥成熟種子。種子呈長橢圓形略扁，長 0.8~1.0 mm，寬約 0.5~0.8 mm；表面棕色或紅棕色，微有光澤，一端鈍圓，另一端微凹或較平截，中央凹入，凹陷處具類白色種臍，種子表面具有細密的網紋及 2 條縱列的淺槽。氣微，味微辛，遇水略帶黏性。

生長分佈：一年或二年生草本植物，高 20~80 cm，全株呈灰白色。花果期 6~9 月。山坡、田野和路旁。喜溫暖、濕潤、陽光充足的環境。主產於江蘇、安徽、浙江、河南、四川、甘肅等地。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 種皮外表皮細胞由 1 列黏液細胞組成，黏液細胞外壁的黏液層較薄。
2. 內壁增厚，有纖維素沉積形成徑向延伸的纖維素柱，長 8~28 μm ，頂端鈍圓、偏斜或平截，周圍可見黏液質紋理。
3. 種皮內表皮由 1 列類方形細胞組成，側壁和內壁增厚，強木化。
4. 胚乳細胞 1 列，扁平，內含澱粉粒。
5. 種子的主要部分為子葉 2 片與胚根組成。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末黃棕色。
2. 種皮外表皮細胞由 1 列黏液細胞組成，無色至淡黃色，略呈長方形，內壁增厚，向外延伸成纖維束柱，頂端平截，外圍可見黏液質紋理。
3. 種皮內表皮細胞 1 列，側壁增厚，呈長方多角形，直徑 10~42 μm ，壁

厚 2~10 μm ，胞腔類圓形至多角形。

4. 子葉細胞呈不規則多角形。
5. 胚乳細胞無色，表面觀多角形，壁微增厚，含澱粉粒和油滴。

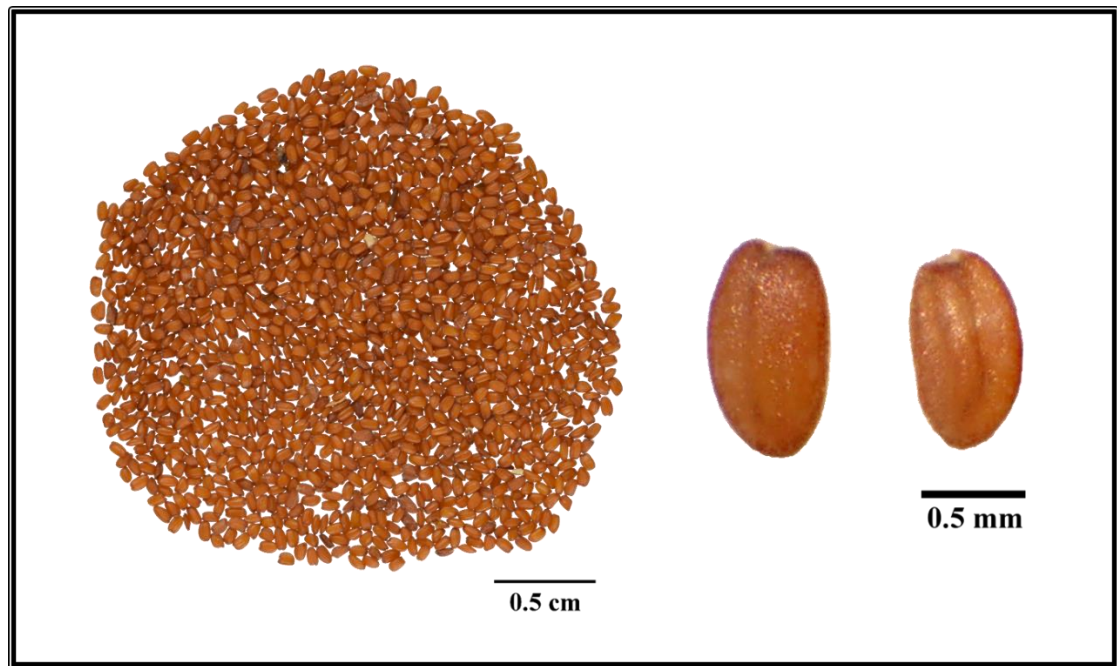


圖 1 南葶藶子藥材圖

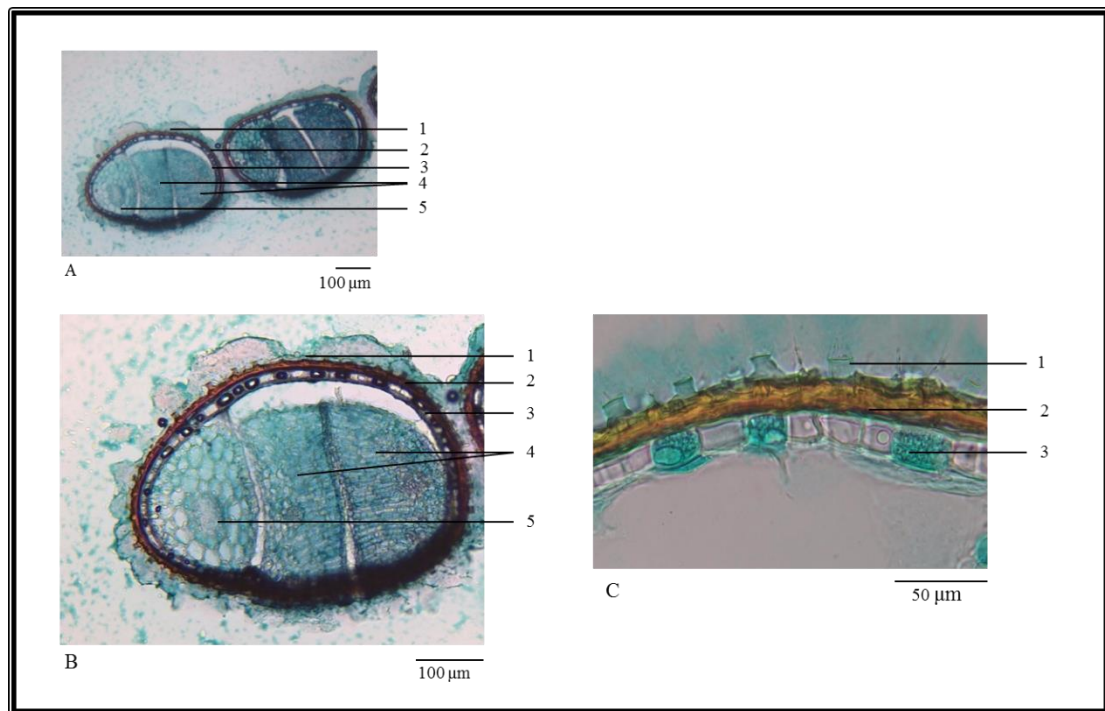


圖 2 南葶蘆子橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.橫切面放大圖

1.種皮表皮 2.柵狀細胞 3.內胚乳 4.子葉 5.胚根

C.種皮放大圖

1.纖維素柱 2.柵狀細胞 3.內胚乳

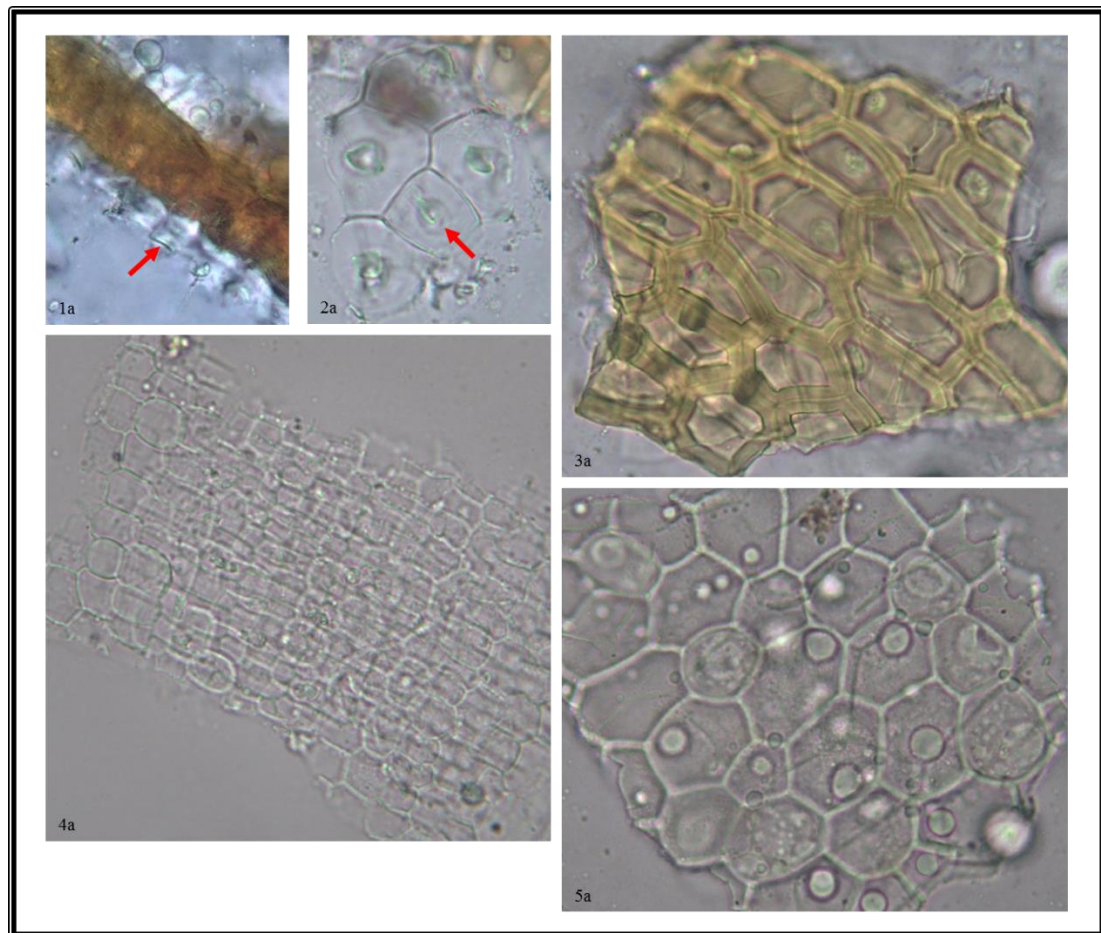


圖 3 南苜蓿子粉末顯微特徵圖

a.光學顯微鏡下特徵 b.偏光顯微鏡下特徵

1.種皮細胞(側面觀) 2.種皮外表皮細胞 3.種皮內表皮細胞

4.子葉細胞 5.胚乳細胞

(→方向為纖維素柱)

南葶藶子(Descurainiae Semen)

一、材料

購自於台灣各地中藥店南葶藶子藥材共 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 Cosmosil 5C18-AR 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；乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich Co.，乙醇(95%)購自於景明化工股份有限公司；醋酸購自於 Merck。

(二) 標準品

標準品槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)購自於昇漢，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 三角錐形瓶中，精確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇和 50%乙醇各 25 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，以 No. 2 濾紙過濾，取得濾液搖勻再過濾(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)，以所測得每克藥材之標準品槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)最大波峰面積為最佳南葶藶子萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

取本品粉末約 0.5 g，精確稱定，置 50 mL 三角錐形瓶中，精確加入 50%甲醇 25 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，以 No. 2 濾紙過濾，濾液加 50%甲醇定容至 25 mL，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 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

取標準品槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)精確稱定 1.0 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside) 100 μ g/mL 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 μ 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 錐形瓶中，精確加入 50% 甲醇 25 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，以 No. 2 濾紙過濾，殘渣部分重複提取一次，合併濾液，濃縮至少量，至 25 mL 之定量瓶中，加 50% 甲醇定容至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μ m)，取濾液，即得。

(五) 測定法

分別精確吸取標準品溶液、檢品溶液各 10 μ L 注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的含量，即得。

(六) 檢量線

精確吸取槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)標準品儲備溶液適量(100 μ g/mL)，以甲醇稀釋製成含槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)分別為 50、20、10、5.0 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μ L 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

以槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)濃度為 20 μ g/mL 之對照標準品溶液連續進樣五針，以槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)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：取同一批市售南葶蘆子粉末，依南葶蘆子檢品溶液製備方法

平行製備五份南葶藶子檢品溶液，進樣測定，以槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的含量(%)為指標，求出相對標準差。

2. 穩定性：取同一批市售南葶藶子粉末，依南葶藶子檢品溶液製備方法製備南葶藶子檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)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

取已知槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)含量的南葶藶子藥材粉末約 0.5 g，精確稱定五份，分別加入 1 mL 的槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside) 溶液 (400 $\mu\text{g/mL}$)，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：Cosmosil 5C18-AR Column (250 x 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 254 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35 $^{\circ}\text{C}$
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.1%醋酸(v/v, %)
0	11	89
20	11	89

(十二) 臺灣市售南葶藶子含量測定

取十批市售南葶藶子藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μL 連續三針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的百分含量。

(十三) 南葶藶子檢品之 UPLC 層析條件

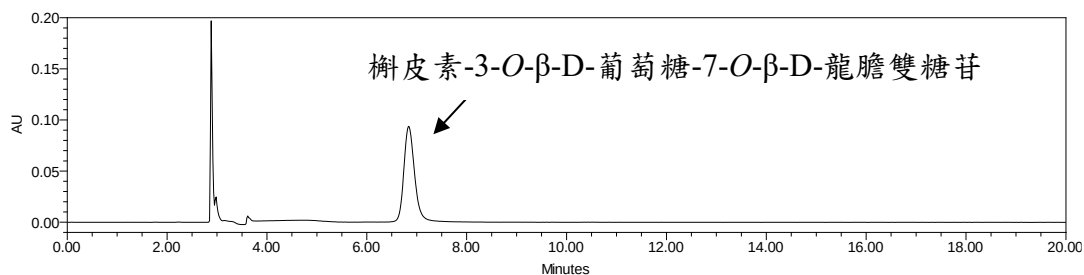
1. 層析管：Waters Acquity UPLC BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 254 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 $^{\circ}\text{C}$
5. 注入量：1.0 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.1%醋酸(v/v, %)
0	8	92
10	8	92

五、結果

(一) 標準品槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)之 HPLC 層析

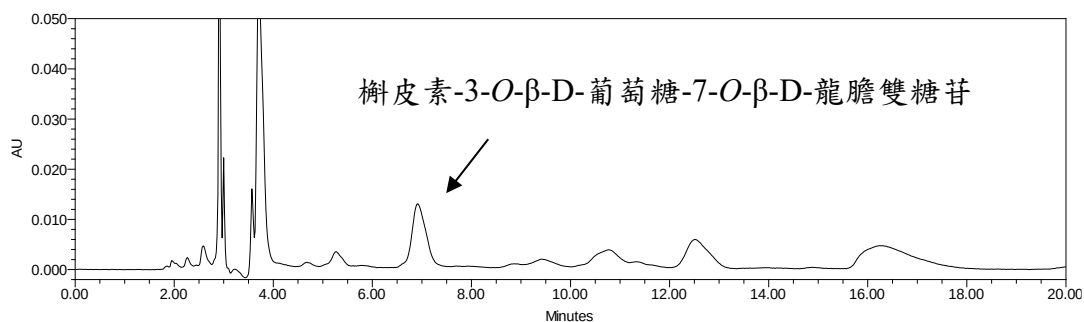
於滯留時間 6.38 分鐘處顯示槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)標準品的波峰(圖一)。



圖一、槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售南葶蘆子檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 6.19 分鐘顯示南葶蘆子檢品中槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的波峰(圖二)。分離率為 $R > 1.61$ ，托尾因子為 $T = 1.11$ ，均在系統適用性要求內。



圖二、市售南葶蘆子檢品之 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素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的波峰面積最大，顯示 50% 甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	槲皮素-3- <i>O</i> - β -D-葡萄糖-7- <i>O</i> - β -D-龍膽雙糖苷 (Quercetin-3- <i>O</i> - β -D-glucopyranosyl-7- <i>O</i> - β -D-gentiobioside)波峰面積	最佳萃取
甲醇	95942	
75% 甲醇	180023	
50% 甲醇	210374	√
乙醇	129935	
75% 乙醇	99429	
50% 乙醇	119596	

(四) 最佳萃取次數評估

結果顯示萃取兩次基本上已將槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷 (Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside) 萃取完全 (>98%)

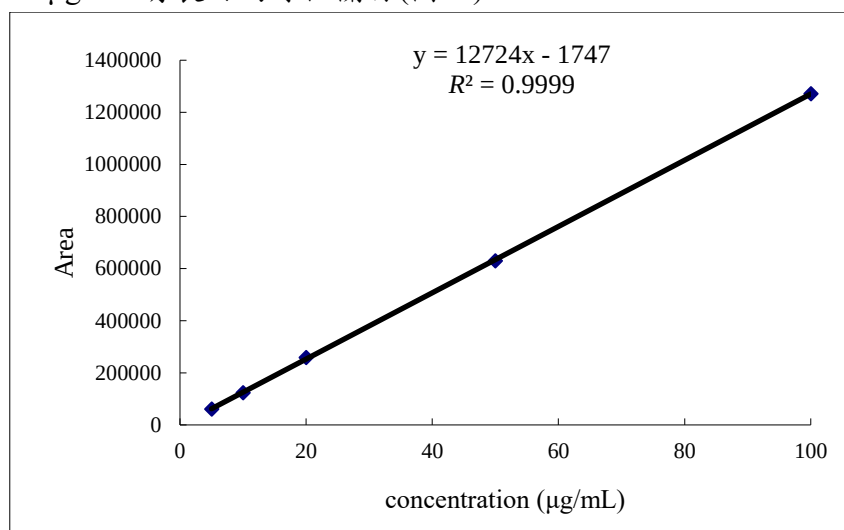
表二、南葶蘆子檢品萃取次數評估

50% 甲醇 萃取 次數	槲皮素-3- <i>O</i> - β -D-葡萄糖-7- <i>O</i> - β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3- <i>O</i> - β -D-glucopyranosyl-7- <i>O</i> - β -D-gentiobioside) 波峰面積
第一次	165860
第二次	35923
第三次	3855
第四次	N.D.

(五) 標準品槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)檢量線

經不同濃度槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-

O-β-D-glucopyranosyl-7-O-β-D-gentiobioside) (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 $y = 12724x - 1747$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 5.0–100 µg/mL 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-O-β-D-glucopyranosyl-7-O-β-D-gentiobioside)之檢量線圖

表三、槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-O-β-D-glucopyranosyl-7-O-β-D-gentiobioside)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-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-O-β-D-glucopyranosyl-7-O-β-D-gentiobioside)	5.0–100	$y = 12724x - 1747$	0.9999

(六) 再現性與精確度試驗

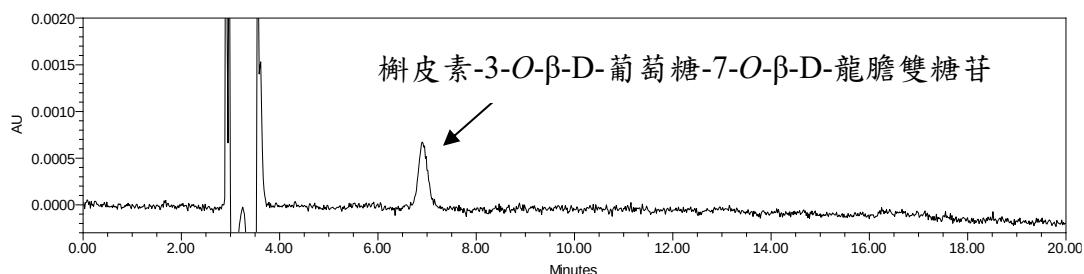
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精確度良好，槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-O-β-D-glucopyranosyl-7-O-β-D-gentiobioside)精確度之相對標準差為 0.83%，再現性之相對標準差為 2.06%，均在系統適用性要求內。

(七) 穩定性試驗

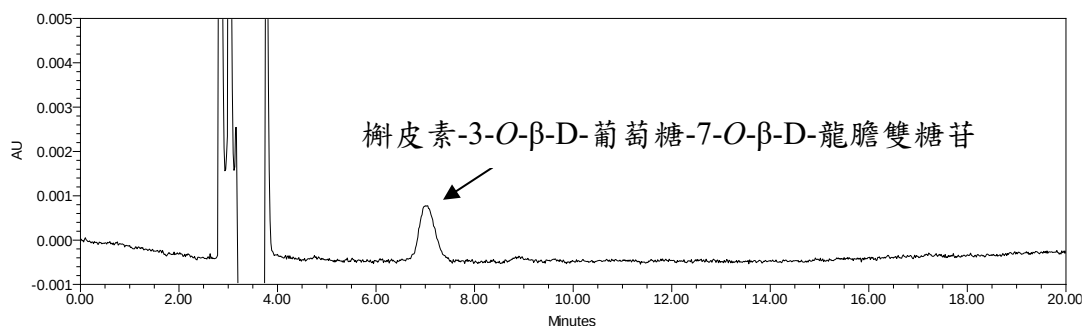
由結果可以得知槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖-7-O-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-O-β-D-glucopyranosyl-7-O-β-D-gentiobioside)在 24 小時內穩定性，相對標準差為 0.90%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)偵測極限(limit of detection, LOD)為 0.2 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 2.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)之 LOD 層析圖



圖五、槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)之 LOQ 層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	槲皮素-3- <i>O</i> - β -D-葡萄糖-7- <i>O</i> - β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3- <i>O</i> - β -D-glucopyranosyl-7- <i>O</i> - β -D-gentiobioside)	
	濃度	R.S.D
精確度 (n=5)	20 $\mu\text{g/mL}$	0.8
再現性 (n=5)	檢品溶液(No.1)	2.0
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.1)	0.9
偵測極限 (n=1)	0.2 $\mu\text{g/mL}$	-
定量極限 (n=1)	2.5 $\mu\text{g/mL}$	-

(九) 添加回收率試驗

添加槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)平均回收率 96.8%，相對標準偏差 0.61%。

表五、槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 1)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.5063	0.391	0.4	0.778	96.75	96.75	0.61
2	0.5100	0.391	0.4	0.782	97.75		
3	0.5041	0.391	0.4	0.777	96.50		
4	0.5026	0.391	0.4	0.776	96.25		
5	0.5022	0.391	0.4	0.777	96.5		

(十) 台灣市售南葶藶子含量測定

10 批南葶藶子藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)含量為 0.051%–0.117%。建議南葶藶子藥材指標成分槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的含量不得少於 0.075%。理論板數按槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷波峰計算應不低於 3000 (實際值為 5000)。

表六、台灣市售南葶藶子檢品之槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)含量

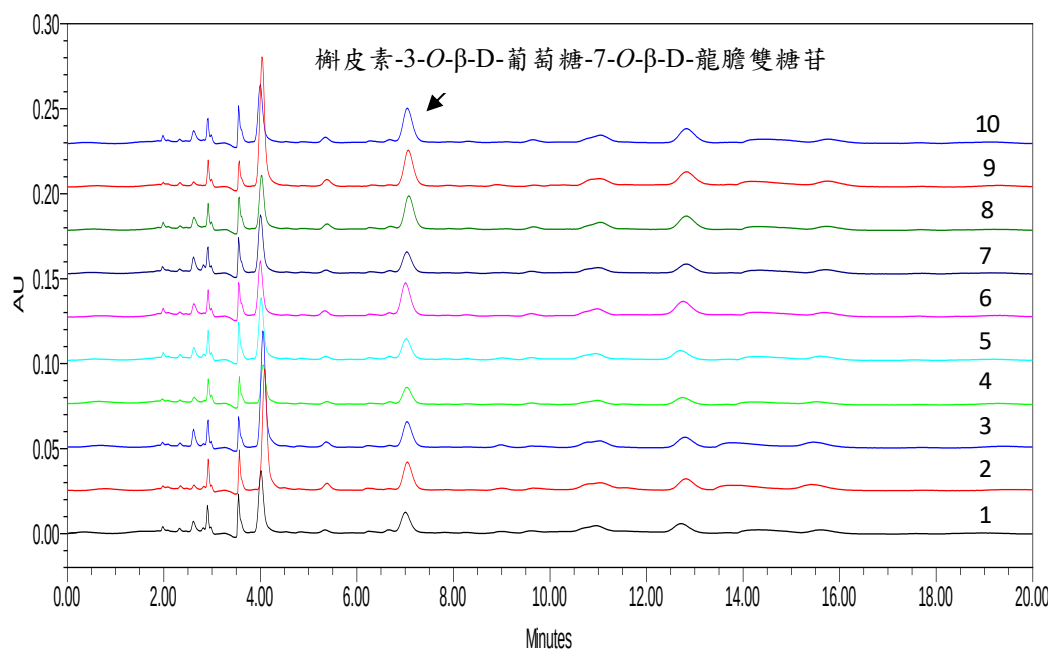
中藥材編號(No.)	槲皮素-3- <i>O</i> - β -D-葡萄糖-7- <i>O</i> - β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3- <i>O</i> - β -D-glucopyranosyl-7- <i>O</i> - β -D-gentiobioside) 含量(%)
1 (NF)	0.088
2 (NJ)	0.078
3 (NN)	0.051
4 (NR)	0.083
5 (CG)	0.082
6 (SC)	0.062
7 (SE)	0.062
8 (SJ)	0.103
9 (SA)	0.117
10 (SR)	0.108

(十一) 市售南葶藶子藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取十批市售南葶藶子檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Cosmosil 5C18-AR Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 254 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：

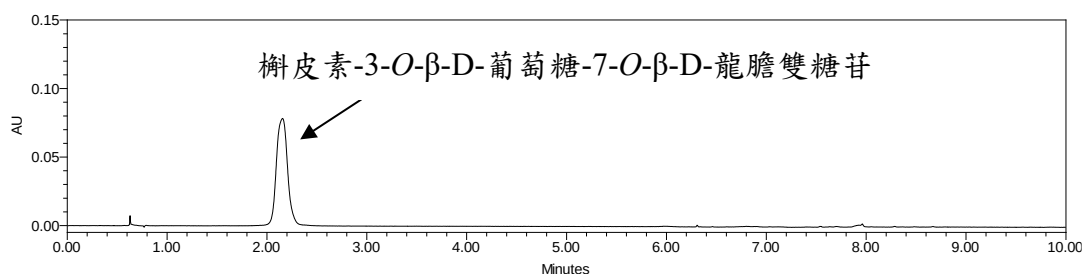
時間(min)	乙腈(%)	0.1%醋酸(v/v, %)
0	11	89
20	11	89



圖六、10 批南葶藶子藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)之 UPLC 層析

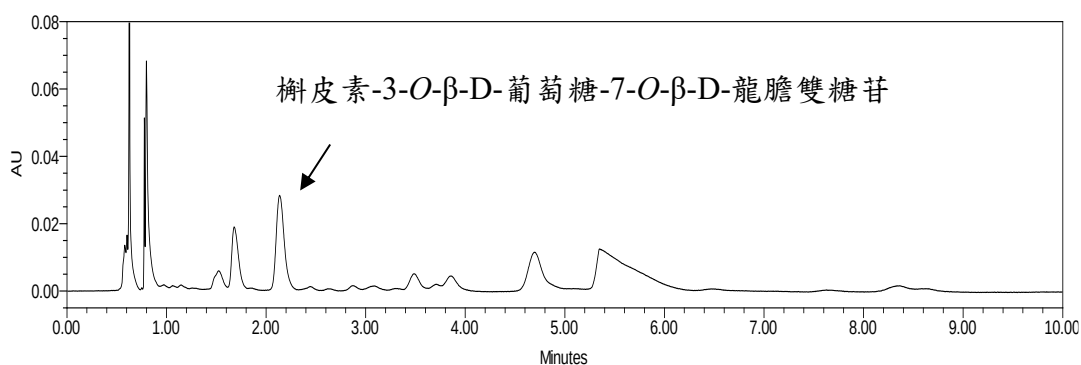
於滯留時間 2.15 分鐘處顯示槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)標準品的波峰(圖七)。



圖七、槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售南葶蘆子檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.13 分鐘顯示南葶蘆子檢品中槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的波峰(圖八)。

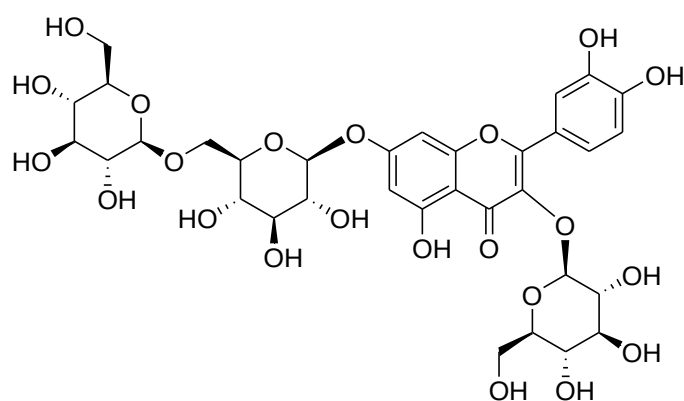


圖八、市售南葶蘆子檢品之 UPLC 層析圖

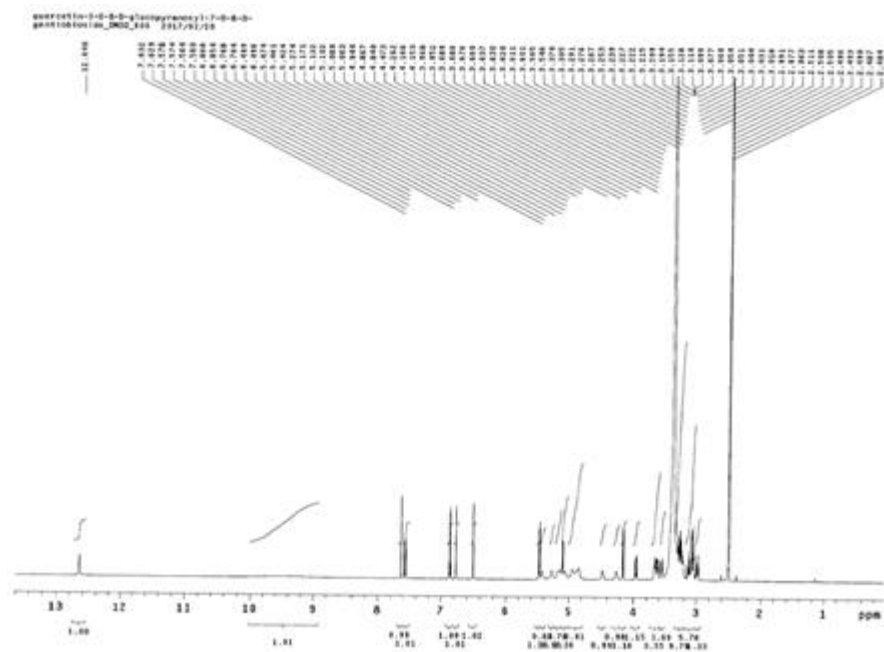
(十四) 槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*-β-D-glucopyranosyl-7-*O*-β-D-gentiobioside)的分子式與分子量

分子式：C₃₃H₄₀O₂₂；Mol. Wt.：788.66；mp：198–200 °C；黃色固體。

(十五) 槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*-β-D-glucopyranosyl-7-*O*-β-D-gentiobioside)的結構

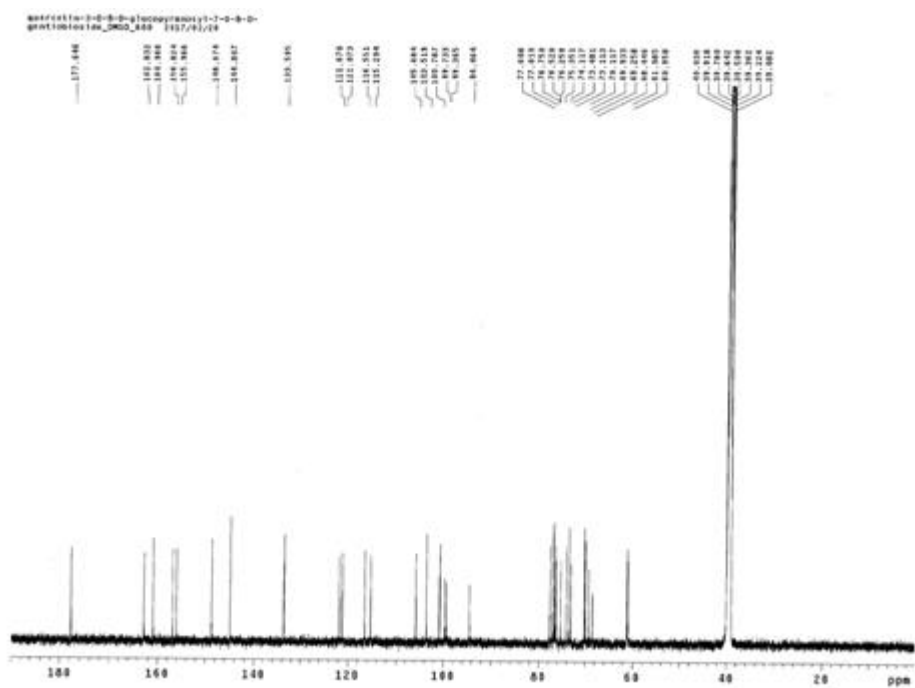


(十六) 槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*-β-D-glucopyranosyl-7-*O*-β-D-gentiobioside)的 ^1H NMR 圖譜



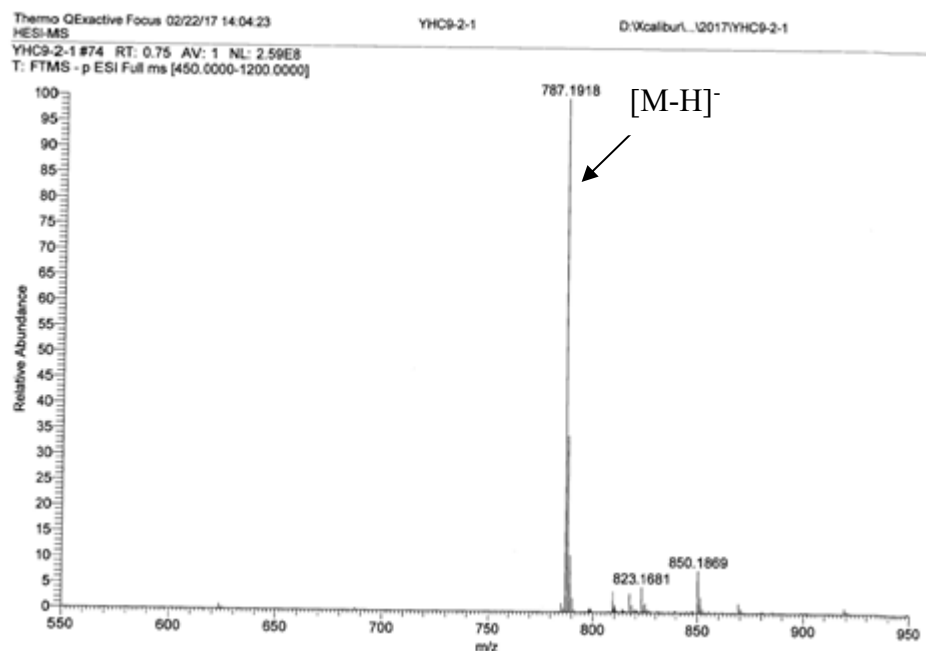
圖九、槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*-β-D-glucopyranosyl-7-*O*-β-D-gentiobioside)的 ^1H NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(十七) 槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*-β-D-glucopyranosyl-7-*O*-β-D-gentiobioside)的 ^{13}C NMR 圖譜



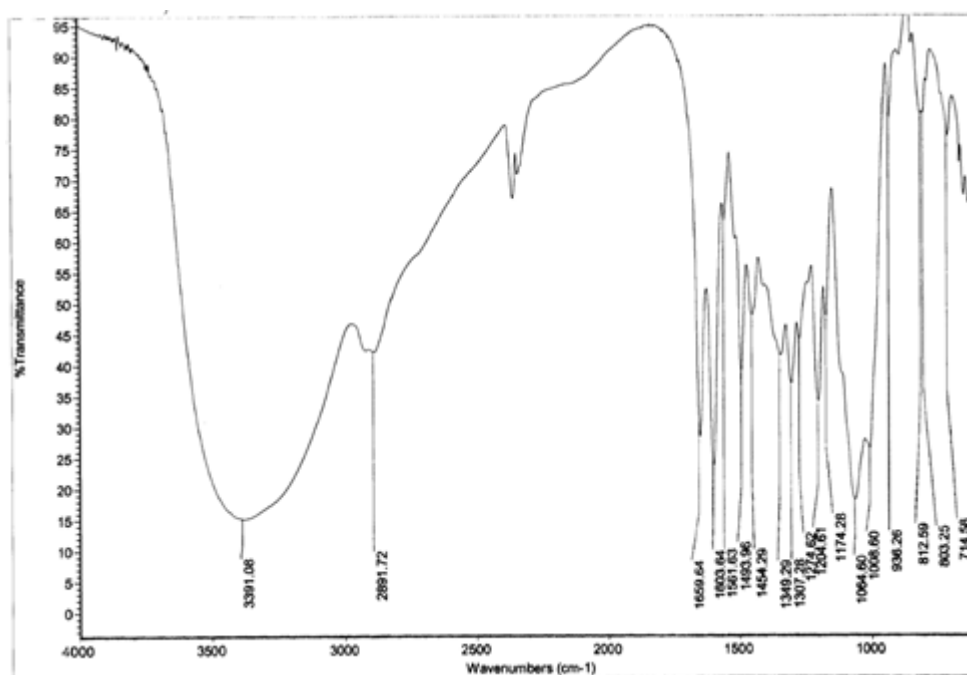
圖十、槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*-β-D-glucopyranosyl-7-*O*-β-D-gentiobioside)的 ^{13}C NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(十八) 槲皮素-3-O- β -D-葡萄糖-7-O- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-O- β -D-glucopyranosyl-7-O- β -D-gentiobioside)的 ESI-MS 圖譜



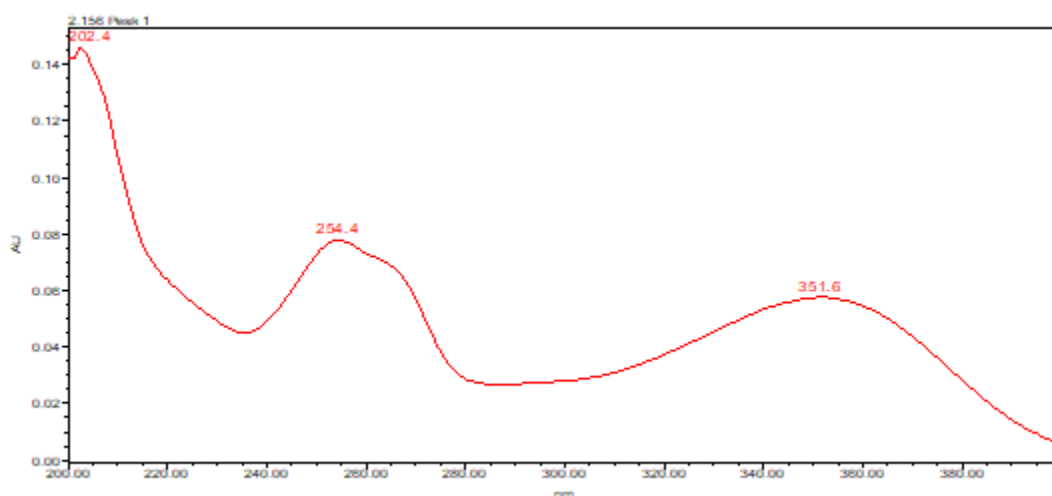
圖十一、槲皮素-3-O- β -D-葡萄糖-7-O- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-O- β -D-glucopyranosyl-7-O- β -D-gentiobioside)的 ESI-MS 圖譜

(十九) 槲皮素-3-O- β -D-葡萄糖-7-O- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-O- β -D-glucopyranosyl-7-O- β -D-gentiobioside)的 FTIR 圖譜



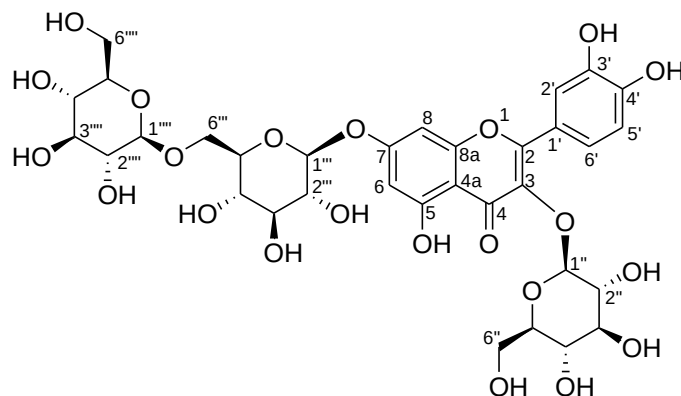
圖十二、槲皮素-3-O- β -D-葡萄糖-7-O- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-O- β -D-glucopyranosyl-7-O- β -D-gentiobioside)的 FTIR 圖譜

(二十) 槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的 UV 圖譜



圖十三、槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的 UV 圖譜

(二十一) 槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的氫、碳化學位移



槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)

表七、槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucopyranosyl-7-*O*- β -D-gentiobioside)的氫、碳化學位移(DMSO- d_6)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	156.8
3	-	133.6
4	-	177.6

4a	-	105.7
5	-	161.0
6	6.50 (d, 1.8)	99.4
7	-	162.8
8	6.77 (d, 7.8)	94.5
8a	-	156.0
1'	-	121.1
2'	7.63 (d, 1.8)	116.6
3'	-	144.8
4'	-	148.7
5'	6.86 (d, 9.0)	115.3
6'	7.57 (dd, 9.0, 1.8)	121.7
3-Glu		
1''	5.47 (d, 7.8)	100.8
2''	3.19–3.30 (m)	73.1 [#]
3''	3.02–3.08 (m)	77.0 [#]
4''	3.19–3.30 (m)	69.3 [#]
5''	3.66–3.69 (m)	75.4 [#]
6''	3.56 (d, 11.4), 3.29–3.32 (m)	61.0*
7-Glu-Glu		
1'''	5.10 (d, 7.8)	99.7
2'''	3.19–3.30 (m)	74.1 [#]
3'''	3.02–3.08 (m)	77.6 [#]
4'''	3.02–3.08 (m)	69.9 [#]
5'''	3.19–3.30 (m)	76.3 [#]
6'''	3.61 (t, 6.0), 3.96 (d, 9.6)	68.4
1''''	4.16 (d, 7.8)	103.5
2''''	2.98 (t, 8.4)	73.5
3''''	3.11 (t, 8.4)	76.8
4''''	3.02–3.08 (m)	70.1 [#]
5''''	3.19–3.30 (m)	76.5 [#]
6''''	3.39–3.41 (m), 3.64–3.66 (m)	61.1*

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

南葶藶子

生藥名：DESCURAINIAE SEMEN

英文名：Tansymustard Seed

基 原：十字花科 Cruciferae 植物播娘蒿 *Descurainia sophia* (L.) Webb. ex Prantl. 的乾燥成熟種子。

一、方法

(一) 檢 品 溶 液 **【萃取方法 1】(中華人民共和國藥典 2015)**

——取本品粉末 1.0 g，加 70% 甲醇 20 mL，加熱迴流 1 小時，待冷卻後過濾，取濾液作為檢品溶液。

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第六冊) ✓

——取本品粉末 1.0 g，加 70% 甲醇 10 mL，超音波處理 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。

【萃取方法 3】(自行開發)

——取本品粉末 1.0 g，加 甲醇 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 槲 皮 素 -3-*O*-β-D- 葡 萄 糖 -7-*O*-β-D- 龍 膽 雙 糖 苷 (Quercetin-3-*O*-β-D-glucose-7-*O*-β-D-gentiobioside) 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】(中華人民共和國藥典 2015)**

——乙酸乙酯：甲醇：水 (7：2：1)

【展開劑 2】(香港中藥材標準第六冊)

——正丁醇：水：甲酸 (6：3：2)

【展開劑 3】(自行開發) ✓

——乙酸乙酯：甲酸：水 (3：1：1)

(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 365 nm 之紫外燈照射下檢視。

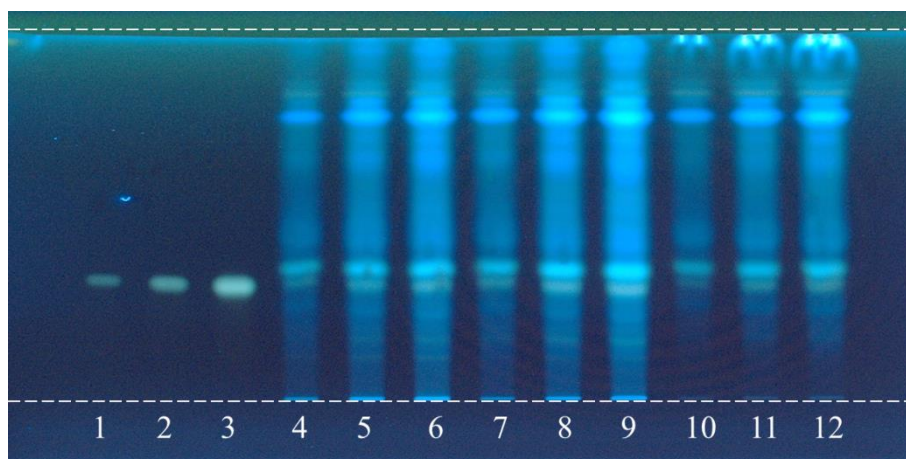
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：106/02/23

相對溼度(RH)：46%

溫度(RT)：25 °C

【展開劑3】 (自行開發)——乙酸乙酯：甲酸：水 (3：1：1)



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	槲皮素-3- <i>O</i> - β -D-葡萄糖-7- <i>O</i> - β -D-龍膽雙糖苷 (Quercetin-3- <i>O</i> - β -D-glucose-7- <i>O</i> - β -D-gentiobioside) (0.1 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	檢品溶液 7 【萃取方法 1】	2, 5, 8 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 7 【萃取方法 2】	2, 5, 8 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 7 【萃取方法 3】	2, 5, 8 μ L

建議萃法：3種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出標準品槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷，而由於製備方法較簡便快速，且條帶顯示較多，故選擇【萃取方法 2】。

建議點注量：槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucose-7-*O*- β -D-gentiobioside)標準品溶液 1 μ L，檢品溶液【萃取方法 2】2 μ L。

三、溶媒系統選擇

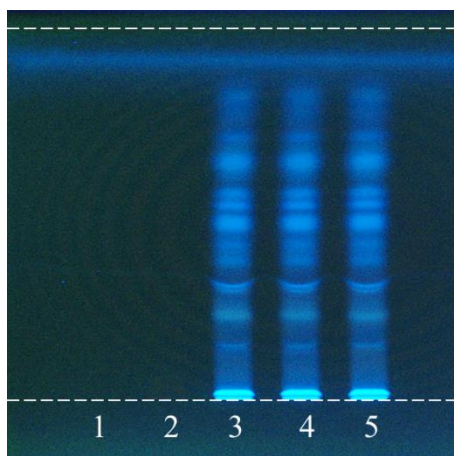
實驗日期：106/02/23

相對溼度(RH)：46%

溫度(RT)：25 °C

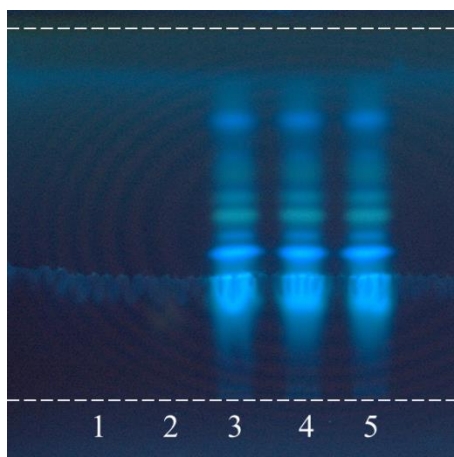
【展開劑 1】 (中華人民共和國藥典 2015)——乙酸乙酯：甲醇：水 (7：2：1)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第六冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷無明顯檢出)



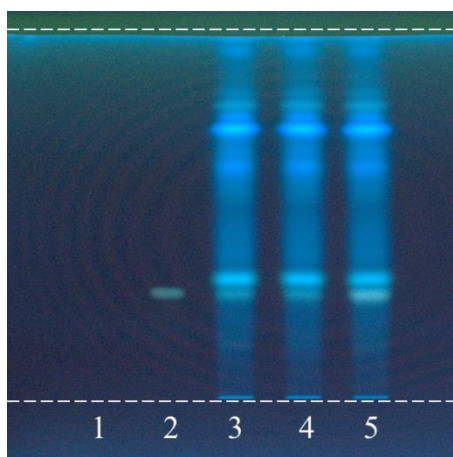
【展開劑 2】 (香港中藥材標準第六冊)——正丁醇：水：甲酸 (6：3：2)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第六冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷無明顯檢出)



【展開劑 3】 (自行開發)——乙酸乙酯：甲酸：水 (3：1：1)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第六冊) —— HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷 R_f 值為 0.29)



1：Blank

2：槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*-β-D-glucose-7-*O*-β-D-gentiobioside)

3，4：檢品溶液 7

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 2】方式，唯【展開劑 3】展開可從檢品溶液中分離與檢出槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷，故採用自行開發之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：106/02/23

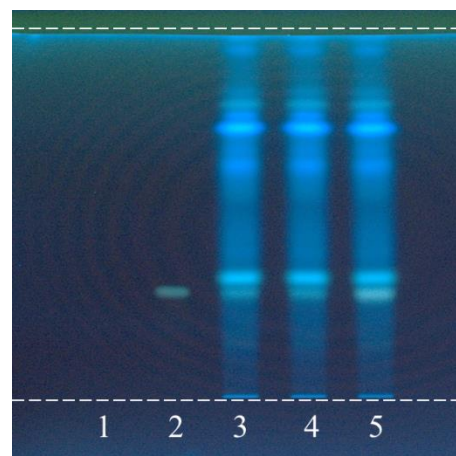
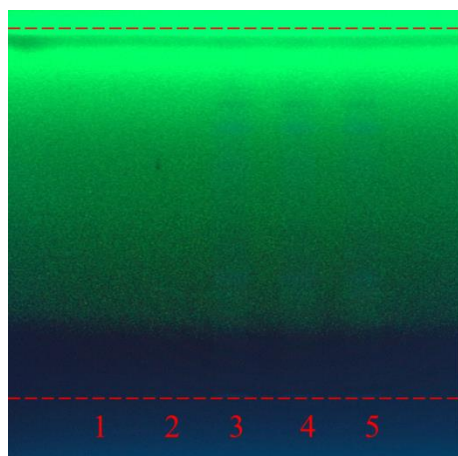
相對溼度(RH)：46%

溫度(RT)：25 °C

【展開劑 3】 (自行開發)——乙酸乙酯：甲酸：水 (3：1：1)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第六冊) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第六冊) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出✓



1：Blank

2：槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucose-7-*O*- β -D-gentiobioside)

3，4：檢品溶液 7

5：Spike

建議觀察方式：於紫外光(365 nm)下顯示出較紫外光(254 nm)有明顯之槲皮素-3-*O*- β -D-葡萄糖-7-*O*- β -D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*- β -D-glucose-7-*O*- β -D-gentiobioside)標準品斑點。

五、十批樣品檢測

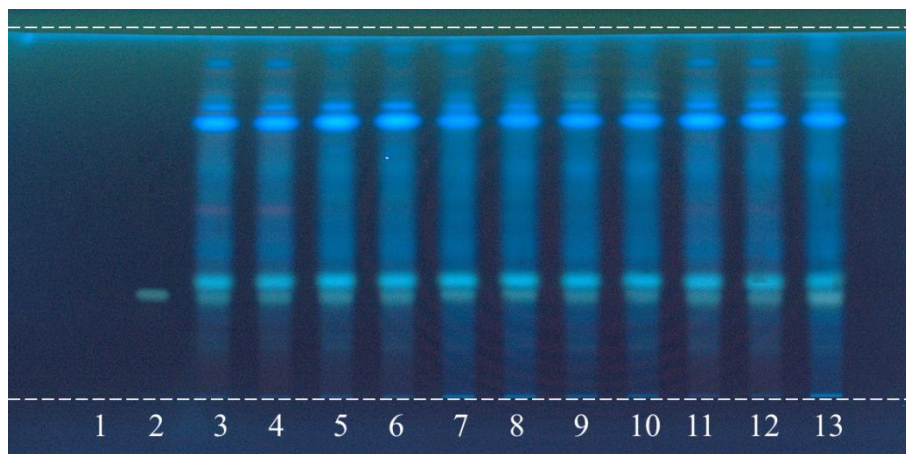
實驗日期：106/03/01

相對溼度(RH)：51%

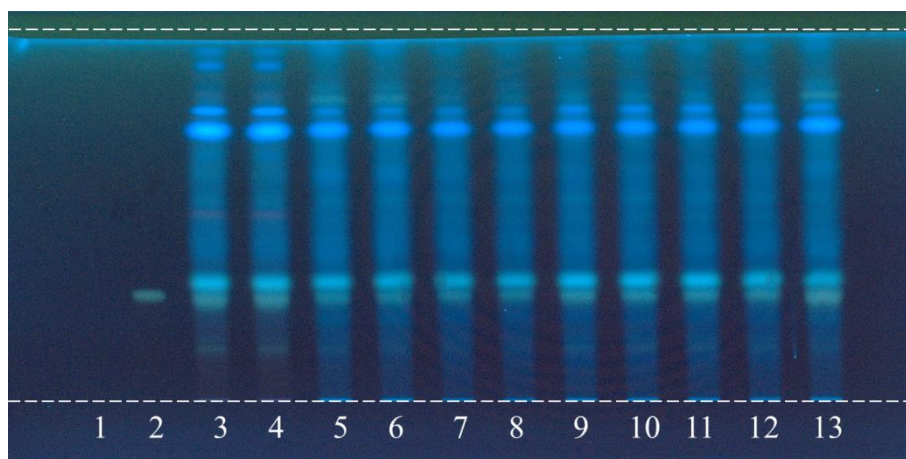
溫度(RT)：22 °C

【展開劑 3】 (自行開發)——乙酸乙酯：甲酸：水 (3：1：1)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第六冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	槲皮素-3- <i>O</i> -β-D-葡萄糖-7- <i>O</i> -β-D-龍膽雙糖苷 (Quercetin-3- <i>O</i> -β-D-glucose-7- <i>O</i> -β-D-gentiobioside) (0.1 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NF)
5 , 6	檢品溶液 2 (NJ)
7 , 8	檢品溶液 3 (NN)
9 , 10	檢品溶液 4 (NR)
11 , 12	檢品溶液 5 (CG)
13	Spike (檢品溶液 7)



1	Blank
2	槲皮素-3- <i>O</i> -β-D-葡萄糖-7- <i>O</i> -β-D-龍膽雙糖苷 (Quercetin-3- <i>O</i> -β-D-glucose-7- <i>O</i> -β-D-gentiobioside) (0.1 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 6 (SA)
5, 6	檢品溶液 7 (SC)
7, 8	檢品溶液 8 (SE)
9, 10	檢品溶液 9 (SJ)
11, 12	檢品溶液 10 (SR)
13	Spike (檢品溶液 7)

結論與建議：以香港中藥材標準第六冊之【萃取方法 2】方式，並以自行開發之【展開劑 3】分離與檢出槲皮素-3-*O*-β-D-葡萄糖-7-*O*-β-D-龍膽雙糖苷(Quercetin-3-*O*-β-D-glucose-7-*O*-β-D-gentiobioside)較佳，於紫外光(365 nm)下檢視較佳。