



市售梔子藥材中 geniposide 含量測定及其炮製之研究

劉芳淑 林隆達 溫國慶

第三組

摘要

利用高效液相層析法(HPLC)，以去羥梔子苷(geniposide)為標準物質，於層析管： μ -Bondapak C₁₈ (3.9mm I.D. x 30 cm)，移動相：乙腈：水=15:85，檢測器 UV 238nm，0.1 AUFS，流速：0.6ml/min 之條件下進行含量分析。結果市售30件梔子藥材之去羥梔子苷含量，山梔子：3.34~7.45%，水梔子：2.95~6.83%，且本實驗回收率均高達97.8%以上。同時，梔子藥材經炒黃、炒焦、炒炭、薑製及鹽製等方法炮製後，其去羥梔子苷之含量，除炒製者稍微增加而炭製者減少較明顯外，其餘均無顯著差別。

關鍵詞：Gardenia Fructus, geniposide, HPLC

前言

梔子(Gardenia Fructus)原名梔子，為Gardenia jasminoides ELLIS 及其變種之乾燥果實，原載於神農本草經，列為中品¹，為常用之一種中藥。市售品分山梔子及水梔子。自古以來，梔子在漢方製劑中常被用作利膽、止血、消炎及解熱鎮痛等，而梔子之主成分包括去羥梔子苷(Geniposide)，梔子苷(Gardenoside)及藏紅花素(Crocin)²等，其中去羥梔子苷一向被認為具有緩和的瀉下作用及促進膽汁分泌的作用。為了解市售藥材的品質，乃於76年9月至77年5月間，自台北市中藥房價購30件山梔子及水梔子藥材，共計30件，以去羥梔子苷為標準物質，利用高效液相層析法³(HPLC)進行含量測定，所得方法與結果將作為梔子品質評價及未來相關檢驗方法之參考。又由於藥材經不同炮製法⁴後，其用途各有不同，如水梔子生用涼血，瀉濕熱；炒梔子，緩

和寒性，治血熱；炭梔子，止血，用於吐血、便血等。因此，本實驗同時探討梔子經炒製、焦製、炭製、薑製及鹽製等不同炮製後，其中去羥梔子苷之含量變化情形。

材料與方法

一、標準品及試藥：

(一)對照用標準品：Geniposide (HPLC級)，日本半井公司。

(二)溶媒：甲醇、乙腈(均為LC級)

二、檢體

本實驗使用之樣品包括山梔子包括山梔子19件，水梔子11件，均於76年9月至77年5月間陸續購自台北市中藥房。

三、實驗步驟：

(一)對照標準品溶液配製及標準曲線製作：

精確稱取去羥梔子苷適當量，溶於甲醇，調配成25、50、75及100 μ g/ml四種濃度之對照標準品溶液，同時以濾膜(0.45 μ m)過濾後，取

此液10 μ l 分別依序注入液相層析儀中測定各3次，以其波峯面積平均值為縱座標，濃度為橫座標，繪成標準曲線。

(二)檢液之配製與測定：

精確稱取檢體之粗粉0.1g，置於250ml 圓底燒瓶中，加150ml 甲醇，並加少許沸石，於水浴上還流30分鐘，冷後過濾，殘渣以甲醇充分洗滌，合併濾液及洗液，於50°C下減壓濃縮至乾，再以甲醇溶解洗出濃縮物，移入100ml 容量瓶中，以甲醇定容至全量，取此溶液5 μ l 經過濾膜(孔徑約0.45 μ m)過濾後，供作檢液。取此液10 μ l 注入液相層析儀中各3次，就3次注射所得波峯面積平均值與標準曲線對照，計算其去羥梔子苷含量。

(三)梔子之炮製與含量測定

取已知去羥梔子苷含量之檢體，置入鋁鍋於電爐上加熱，以下列方式⁴處理：

1. 炒黃：165 \pm 5°C炒10分鐘。
2. 炒焦：180 \pm 5°C炒25分鐘。
3. 炒炭：200 \pm 5°C炒35分鐘。
4. 薑汁炒：180 \pm 5°C以5% W/V 之薑汁噴炒20分鐘。
5. 鹽水炒：180 \pm 5°C以5% W/V 之鹽水噴炒20分鐘。

精確稱取以上經炒黃、炒焦、炒炭、炒薑及炒鹽等方法炮製後取相當於生梔子0.1g 之檢體，同三、(二)檢液之配製與測定操作，測定其去羥梔子苷之含量。

(四)水分含量測定⁵：

精確稱取各梔子檢體粉末約10g，置於已知重量之秤量瓶中，於100°C乾燥5小時後，移入乾燥器內冷卻至室溫，精確稱重後，繼續反覆乾燥，直到恆重。

(五)回收率之測定：

取一檢體之粗粉，各精確稱取0.1g，分別置於5支250ml 圓底燒瓶中，再分別加入對照標準品 Geniposide 0.2, 0.4, 0.6及0.8mg(另一支則作空白試驗用)及150ml 甲醇後... (以下如三、(二)檢液之配製與測定操作)，求其回收率。

(六)高效液相層析條件：

液相層析儀：Waters 6000A

層析管： μ -Bondapak C₁₈ (3.9mm I.D. x30

cm)

檢測器：Waters 450 UV detector (238nm)

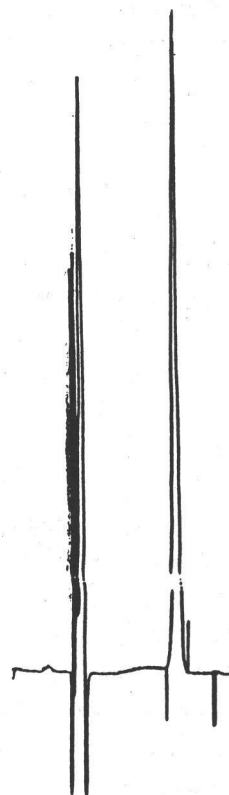
移動相：Acetonitrile : H₂O =15:85 (v/v)

流速：0.6ml/min

結果與討論

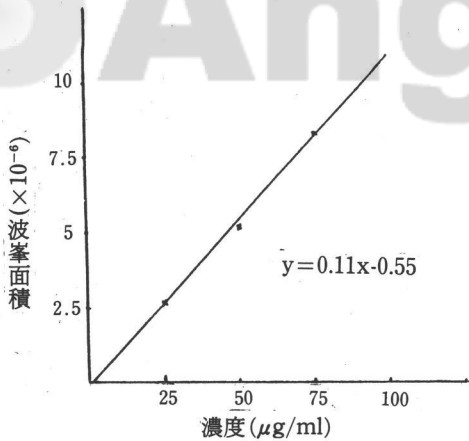
一、以 Geniposide 為對照標準品，製備各種標準溶液，利用本實驗之層析條件定量分析，得到良好之分離效果(如圖一、三)，其滯留時間約為11.8分鐘。由圖二顯示標準曲線呈現良好之線性關係，其迴歸方程式 $y = 0.11X - 0.55$ 。

二、由於 geniposide 屬於中高極性化合物，因此，實驗中，試著分別以極性較高之甲醇、水、移動相(乙腈：水=15:85)及50%甲醇



圖一 geniposide之標準曲線

市售梔子藥材中geniposide含量測定及其炮製之研究

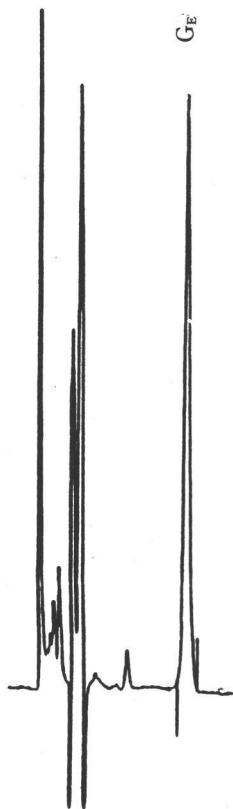


圖二 geniposide標準品溶液高效液相層析圖

四種溶媒系分別抽取梔子藥材之 geniposide，以抽出量最大的為100%計算，比較四種溶媒之抽出量，結果如表一，以甲醇及水抽取率最佳。為顧及實驗過程處理操作之簡便，且其添加回收率（如表二）均高達97.8%以上。因此，本實驗三十件梔子藥材，均以甲醇為抽取溶媒。另外，geniposide之抽出量，在水溶上加熱30分鐘後即達穩定，因此，本實驗之抽取時間定為30分鐘。

三、三十件市售山梔子及水梔子之 geniposide 含量（如表三），山梔子：3.34~7.45%，水梔子：2.95~6.83%，其最高量與最低量相差約2.5倍，此結果與早川氏³等之研究報告所示 geniposide 含量範圍3.94~7.52%之結果大致相近。同時，由表三觀之，山梔子與水梔子之 geniposide 含量，並未有顯著差異。由於方劑一般均使用山梔子而不採用水梔子，是否與水梔子中之藏紅花素 (Crocine) 較山梔子高有關，以致於只常用來當作著色劑使用，尚待進一步的探討。

四、梔子藥材經炮製後，其 geniposide 含量（如表四），除炒梔子稍微增加外，其餘均減少，其中炭梔子之含量減少較為顯著，約



圖三 梔子藥材檢品溶液之溶液高效液相層析圖

表一 不同溶媒之geniposide抽取率

溶 媒	抽取率(%)
H ₂ O	100
MeOH	100
70% MeOH	99.1
CH ₃ CN : H ₂ O (15:85)	96.9

表二 梔子藥材添加geniposide之回收率測定結果

檢體取量 (mg)	加geniposide量 (mg)	geniposide含量 測定結果 (mg)	回收率 (%)
100.00	-	7.450	-
100.00	0.20	7.648	99.0
100.00	0.40	7.841	97.8
100.00	0.60	8.051	100.2
100.00	0.80	8.237	98.4

藥物食品檢驗局調查研究年報(Ann. Rept. NLFD)

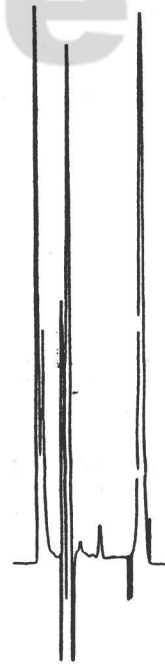
表三 市售梔子藥材之geniposide含量

檢體名稱	編號	水分含量 (%)	Geniposide含量 (%)
山 梔 子	1	5.9	4.17 (4.43)
	2	7.1	4.27 (4.60)
	3	6.4	4.39 (4.69)
	4	6.7	4.55 (4.88)
	5	7.3	4.57 (4.93)
	6	7.4	4.73 (5.11)
	7	6.8	3.78 (4.06)
	8	5.1	4.92 (5.18)
	9	7.2	4.93 (5.31)
	10	6.9	4.99 (5.36)
	11	7.0	4.99 (5.37)
	12	6.5	5.10 (5.45)
	13	5.7	3.15 (3.34)
	14	4.9	5.47 (6.04)
	15	7.6	5.68 (6.09)
	16	6.8	5.83 (6.26)
	17	6.6	5.91 (6.33)
	18	6.2	6.20 (6.61)
	19	7.3	6.91 (7.45)
水 梔 子	20	5.4	2.79 (2.95)
	21	6.4	3.98 (4.25)
	22	6.8	4.23 (4.54)
	23	6.6	4.78 (5.12)
	24	7.1	5.01 (5.39)
	25	5.8	5.09 (5.40)
	26	7.4	5.12 (5.53)
	27	7.3	5.32 (5.74)
	28	6.7	5.87 (6.29)
	29	6.3	6.03 (6.43)
	30	6.0	6.32 (6.83)

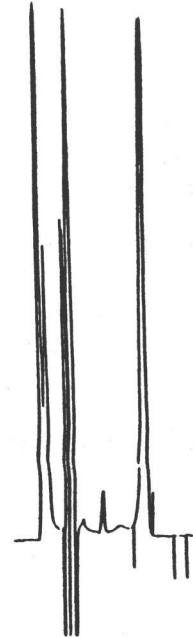
註：表中()所列百分率係以乾燥物計算之百分率

表四 梔子炮製品中Geniposide之含量

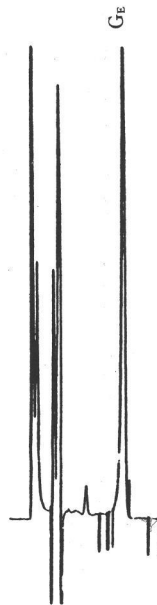
檢體名稱	處理方式	含水量 (%)	Geniposide含量 (%)
山 梔 子	市 售 品	7.3	7.45
	炒 製	6.2	7.62
	焦 製	5.4	7.00
	炭 製	5.2	5.91
	薑 製	6.9	7.38
	鹽 製	6.8	7.20
水 梔 子	市 售 品	6.0	6.83
	炒 製	5.7	6.89
	焦 製	5.3	6.29
	炭 製	5.0	5.10
	薑 製	5.7	6.80
	鹽 製	5.8	6.71



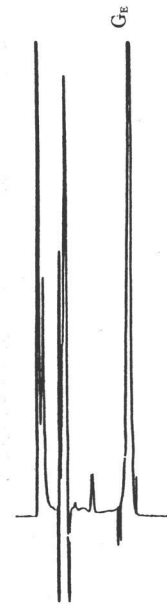
圖四 炒梔子藥材檢品溶液高效液相層析圖



圖五 焦梔子藥材檢品溶液高效液相層析圖



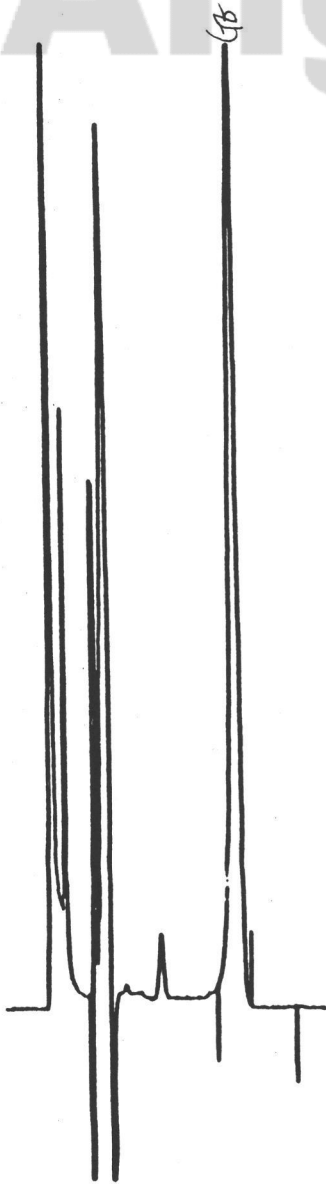
圖六 炭梔子藥材檢品溶液高效液相層析圖



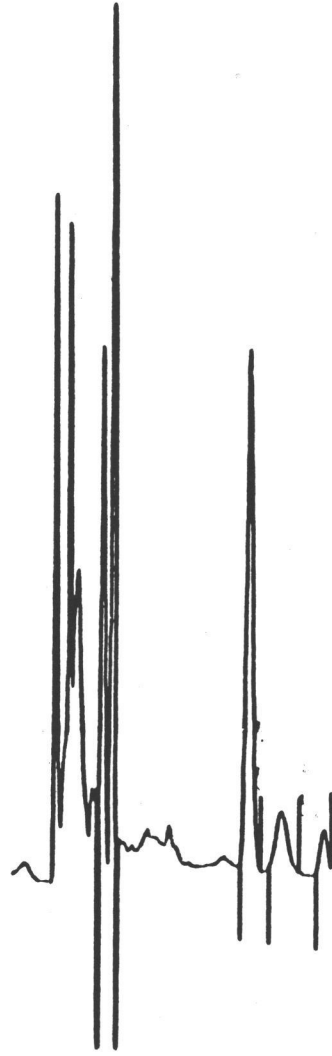
圖七 薑梔子藥材檢品溶液高效液相層析圖

市售梔子藥材中geniposide含量測定及其炮製之研究

Angle



圖八 鹽梔子藥材檢品溶液高效液相層析圖



圖九 含梔子製劑檢品溶液高效液相層析圖

20~25%。而由炮製後本實驗條件之層析圖譜(如圖四、五、六、七、八)觀之，似無任何明顯之差異。然據古書記載，梔子經不同炮製處理後各有其不同之藥效與用法，似有待進一步探討其他成分之變化。

(五)以本實驗之結果，除可作為梔子藥材之品質評估與檢驗方法之參考外，同時，將上述方法應用於含梔子製劑—溫清飲(當歸3g，地

黃3g，芍藥3g，川芎3g，黃芩1.5g，山梔子1.5g，黃連1.5g，黃柏1.5g)中，同樣得到良好的分離效果(如圖九)，這將列為下一階段探討含梔子之中藥製劑中成分含量測定之參考。

參考文獻

1. 簡明藥材學：新醫藥出版社，P82.
2. 中藥大辭典：新文豐出版公司，P1747.

3. 早川順子，野田直希，山田貞二，藥學雜誌，105(10):996-1000, 1985.
4. 顏焜熒：常用中藥之炮製，南天書局，P101.
5. 中華藥典編修委員會，1980，中華藥典第三版。

QUANTITATIVE ANALYSIS OF GENIPOSIDE CONTENT IN GARDENIA FRUCTUS AND PROCESSING GARDENIA FRUCTUS CRUDE DRUG BY HPLC

LIU FANG-SU LIN LONG-DAR AND GUO-CHING WEN

DIVISION OF PHARMACOGNOSY

ABSTRACT

Determination of Geniposide content in Gardenia Fructus Crude drug by High performance liquid Chromatography [column: μ -Bondapak C₁₈ (3.9 mm I.D. x30 cm), Eluent:water:acetonitrile (85:15), Detector: UV 238 nm, 0.1 AUFS, Flow rate: 0.6 ml/min]. The geniposide content in Garde-

nia Fructus crude drug are 2.95-7.45%.

Gardenia Fructus processed by Carbonized, saute, salt-saute and zinger-saute, the geniposide content is no obvious difference between untreated and processed Gardenia Fructus except Carbonized.