

桂醇甘露(TAD-P20)分析

財團法人生物技術開發中心
藥物平台技術研究所

壹、桂醇甘露 HPLC 分析

一、目的：檢測樣品中肉桂醛和香豆素的含量

二、實驗藥品：

1. Methanol (Lot I6443307 225 , Merck)
2. Trifluoroacetic acid (Lot A0322844 , Acros)
3. Acetonitrile (Lot I677860 311 , Merck)
4. Trans-Cinnamaldehyde (Lot MKBR6550V Aldrich)
5. Coumarin (Lot SLBF4096V Sigma)

三、儀器：

1. HPLC Spectrs-physics , Model P2000 , Autosample AS1000 , UV 2000 , SN 4000
2. Column : Thermo BDS Hypersil C18 (250×4.6 mm) , 5 μm

四、測定之分析條件：

1. Mobile phase: Acetonitrile and 0.1% TFA in H₂O
2. Detector : 254 nm
3. Inject volume : 10 μL.
4. Flow rate : 1.0 ml/min
5. Column Oven : 25°C

五、方法：

1. 操作程序

(1) 肉桂醛標準品儲備溶液：取約 100 μL 之肉桂醛標準品置於 10 mL 的容量瓶中，加入 Wash Solution 稀釋到 10 mL，混合均勻後，再取 200 μL 之稀釋液置於 20 mL 的容量瓶中，加入 Wash Solution 再稀釋到 20 mL，此溶液為 0.0099%。

(2) 肉桂醛標準曲線：

STD-1：取標準品儲備溶液 1 mL，置於 10 mL 的容量瓶中，加入 Wash Solution 到 10 mL，混合均勻，此溶液為 0.00099%。

STD-2：取標準品儲備溶液 2 mL，置於 10 mL 的容量瓶中，加入 Wash Solution 到 10 mL，混合均勻，此溶液為 0.00198%。

STD-3：取標準品儲備溶液 3 mL，置於 10 mL 的容量瓶中，加入 Wash Solution 到 10 mL，混合均勻，此溶液為 0.00297%。

STD-4：取標準品儲備溶液 4 mL，置於 10 mL 的容量瓶中，加入 Wash Solution 到 10 mL，混合均勻，此溶液為 0.00396%。

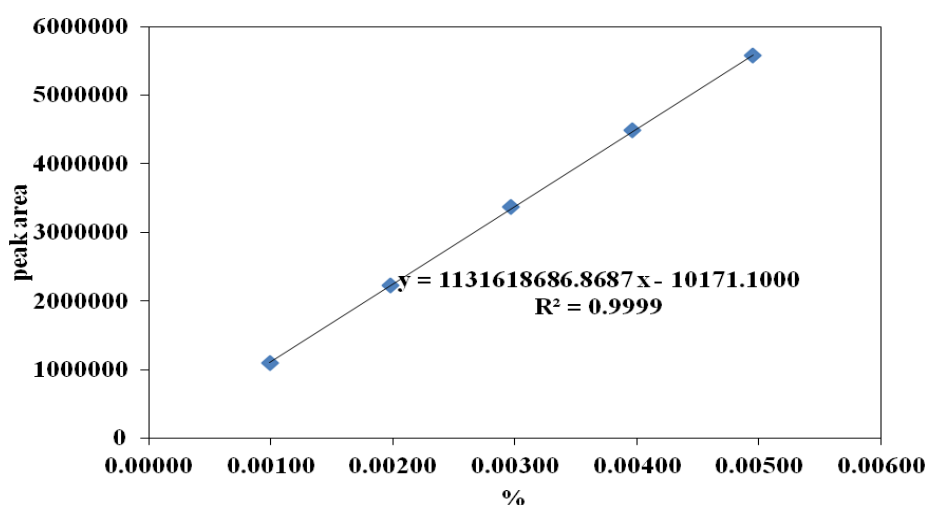
STD-5：取標準品儲備溶液 5 mL，置於 10 mL 的容量瓶中，加入 Wash Solution 到 10 mL，混合均勻，此溶液為 0.00495%。

(3) 取 TAD-P20 樣品溶液 1 mL，置於 100 mL 的容量瓶中，加入 Wash Solution 到 100 mL，混合均勻。

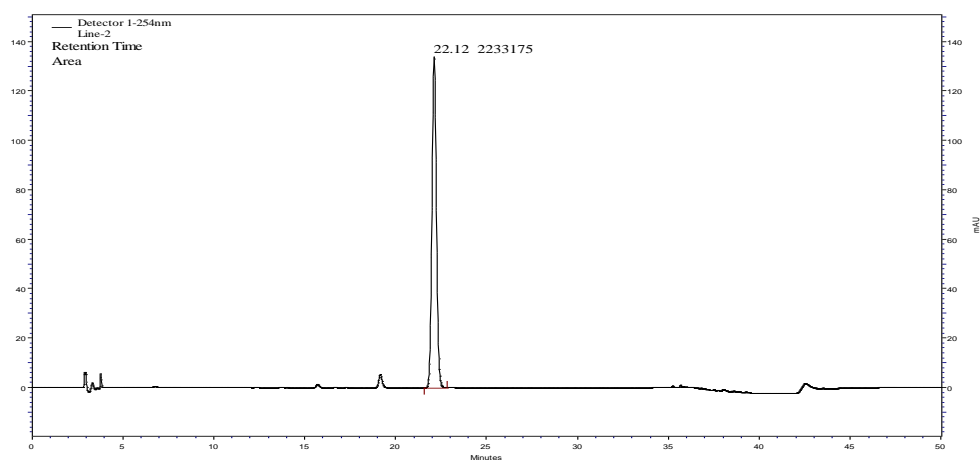
六、HPLC 結果：

1. HPLC 校正取線合格標準 $R^2 > 0.99$

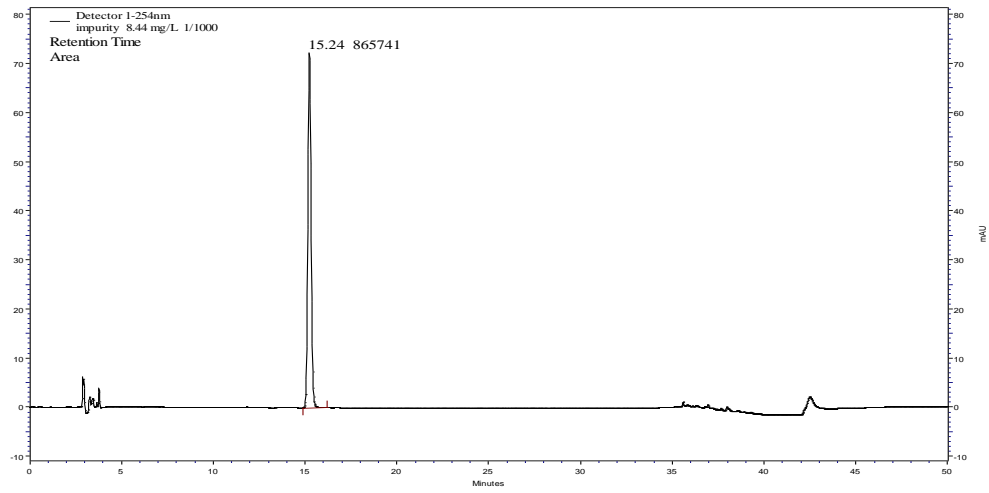
%	peak area		AV
0.00099	1098690	1106240	1102465
0.00198	2217477	2233175	2225326
0.00297	3339270	3392289	3365780
0.00396	4472165	4501719	4486942
0.00495	5580010	5566329	5573170



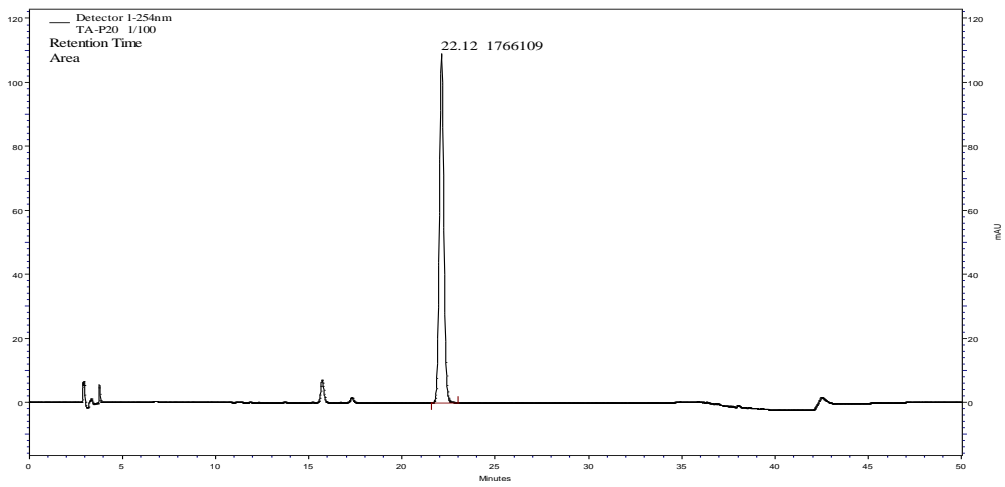
2. Cinnamaldehyde (肉桂醛) 標準品之圖譜



3. Coumarin (香豆素) 標準品之圖譜



4. 樣品 TAD-P20 之圖譜



5. 含量數據分析

➤ 桂醇甘露產品中肉桂醛相對位置含量為 0.1566%。

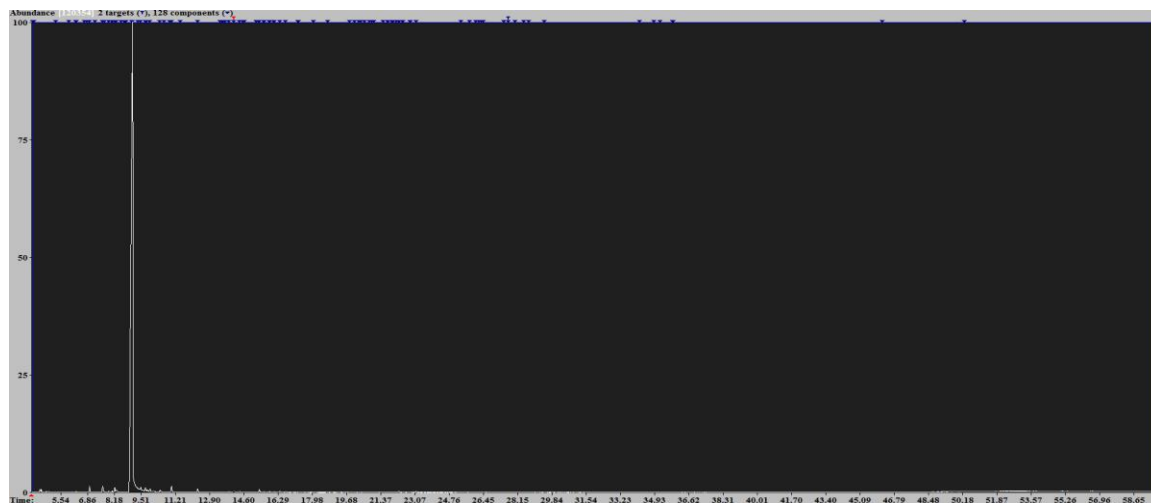
	TAD-P20
Dilution	100
peak area	1757536
	1766109
AV	1761823
%	0.1566

➤ 桂醇甘露產品中香豆素相對位置含量為 0.088006 mg/ml。

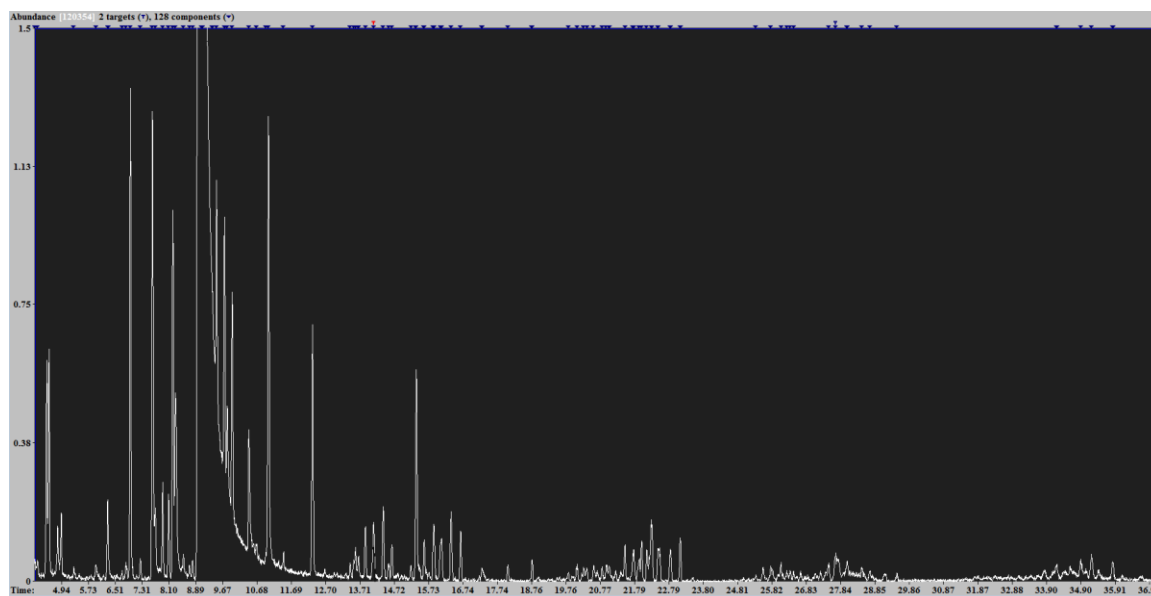
貳、桂醇甘露 GC-MS 分析

桂醇甘露以 dichloromethane 進行雙液項萃取，有機層去水後直接以 GC-MS 分析。

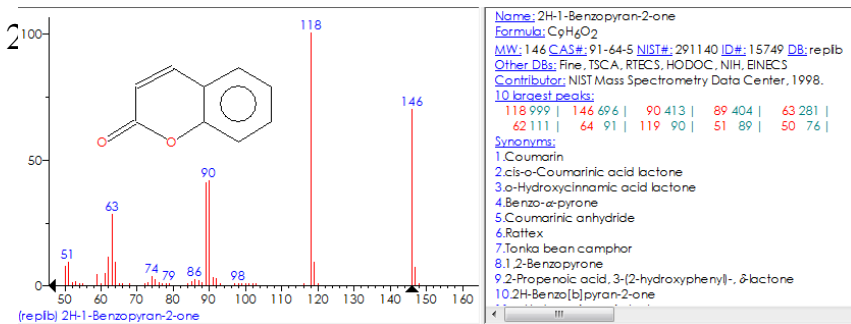
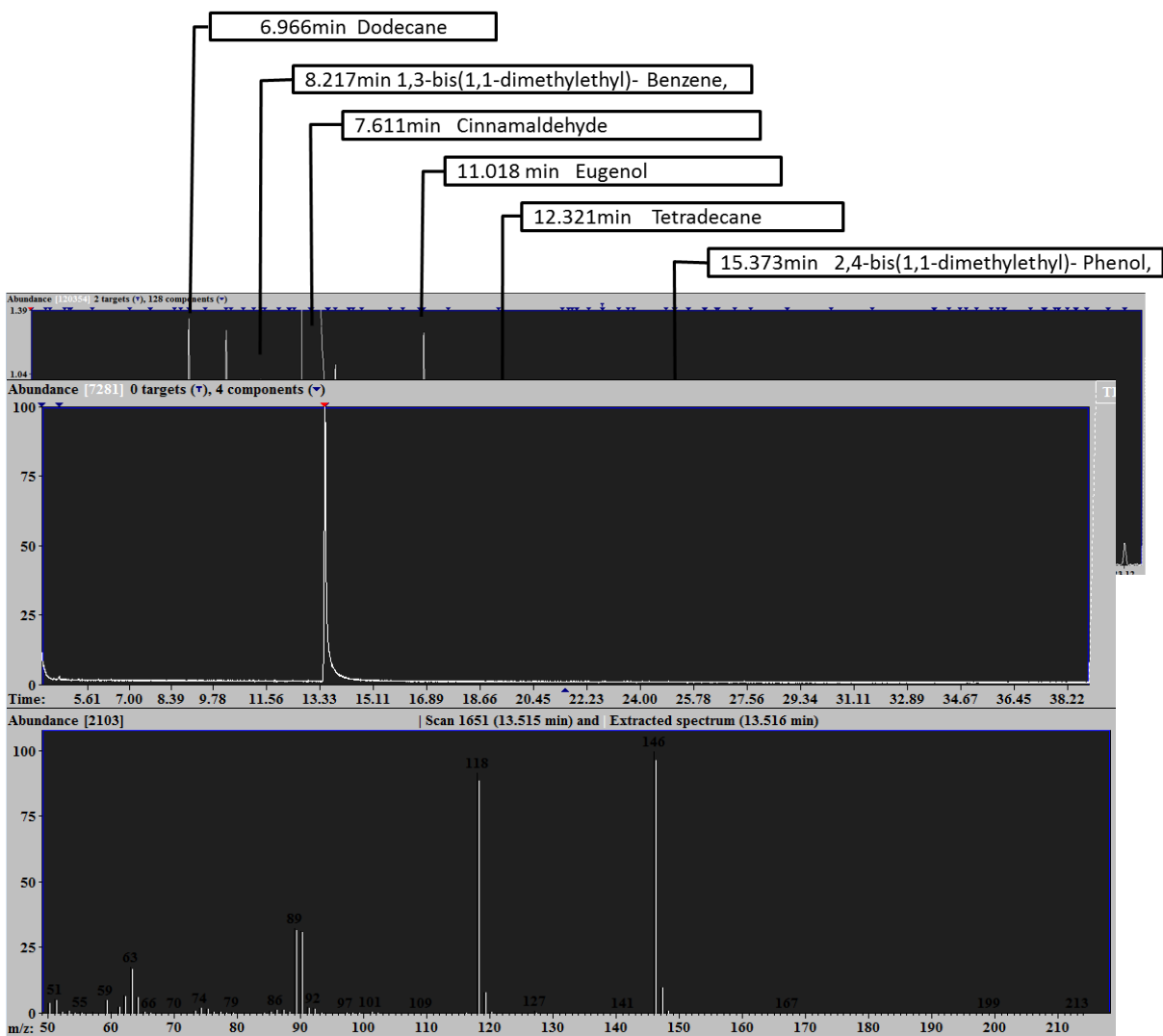
圖一、桂醇甘露 GC-MS TIC profile



圖二、局部放大

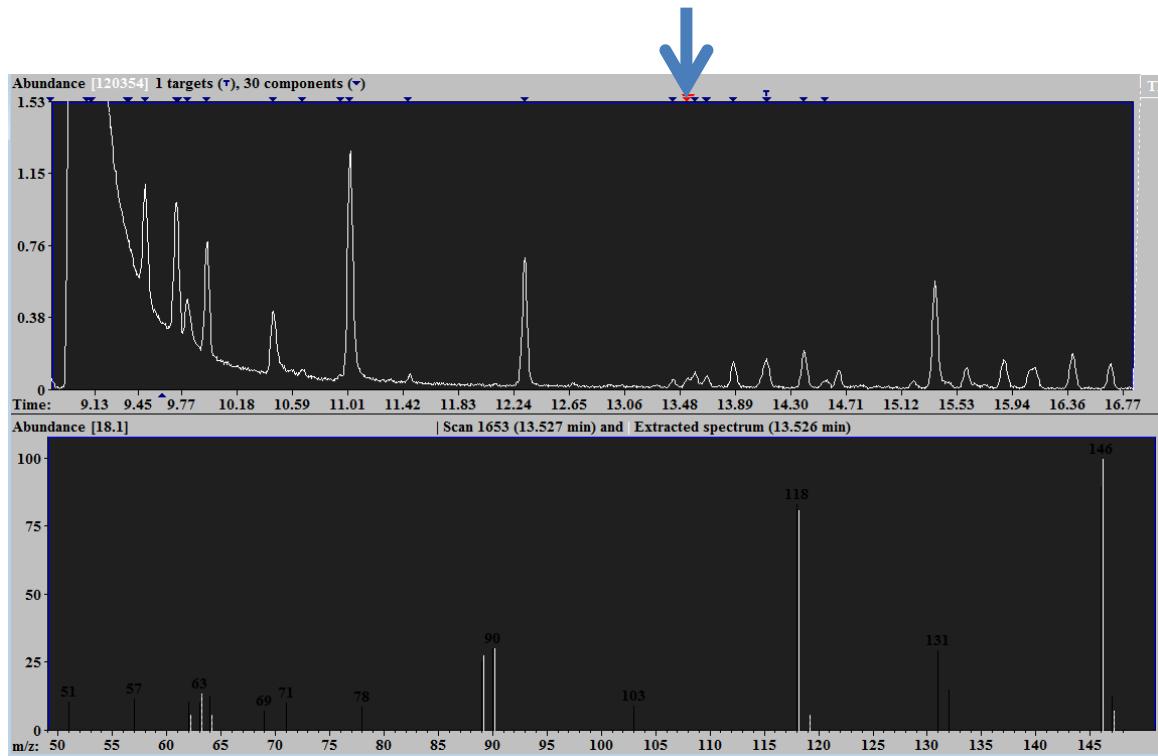


圖三、Peak assignments



波峰，顯示上述

圖五、桂醇甘露 GC-MS TIC profile 之 coumarin 圖譜(大箭頭)



參、結果與討論

1. 桂醇甘露經 GC-MS TIC 分析並與肉桂醛(cinnamaldehyde)標準品比對確認主要成分為肉桂醛(7.611min)，其含量經 HPLC 計算的結果為 0.1566%。
2. 桂醇甘露經 GC-MS TIC 分析並與香豆素(coumarin)標準品比對，含量非常低，HPLC 所顯示的波峰應該是其他物質。