

桃仁

(PERSICAE SEMEN)

桃仁 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)..... | 3 |

桃仁(藥材)HPLC

| | |
|------------------|----|
| 一、材料..... | 8 |
| 二、儀器及層析管柱..... | 8 |
| 三、實驗藥品及試劑來源..... | 8 |
| 四、方法..... | 8 |
| 五、結果..... | 12 |

桃仁(藥材)TLC

| | |
|-------------------|----|
| 一、方法..... | 23 |
| 二、萃法選擇及濃度測試..... | 24 |
| 三、溶媒系統選擇..... | 25 |
| 四、觀察方式選擇..... | 29 |
| 五、十批桃仁藥材樣品檢測..... | 30 |

桃仁

(PERSICAE 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桃的乾燥成熟種子。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：桃仁

生藥名：PERSICAE SEMEN

英文名：Peach Kernel

基原：本品為薔薇科 Rosaceae 植物桃 *Prunus persica* (L.) Batsch 之乾燥成熟種子。

採收加工：於夏季果實成熟後採收，去除果肉及果核，取其果仁，曬乾即得。

藥材性狀：本品種子呈扁橢圓形，頂端尖，中部略膨大，基部鈍圓而偏斜，邊緣較薄，長 1.0~2.2 cm，寬 0.8~1.2 cm，厚 2.0~4.0 mm。表面黃棕色或紅棕色，有細小顆粒狀突起。尖端一側有 1 稜線狀種臍，基部有略深色合點，並自該處分散出多數棕色維管束脈紋，形成布滿種皮的縱向凹紋。種皮薄，子葉 2 枚，類白色，肥大，富油質。氣微，味微苦。

生長分佈：落葉喬木，喜日照充足之地，對溫度適應範圍較廣，耐旱、耐寒、忌積水，對土壤要求不嚴、但以透氣且排水良好、土層深厚的酸性沙質土壤為宜。花期 3~4 月，果期 6~7 月。中國各地皆有栽培，藥材主產於中國四川、雲南、陝西、山西、山東、河北等地。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 表皮為 1 列薄壁細胞，常破碎。
2. 表皮散有多角形或類圓形的石細胞，單個或 2~4 個相連，上半部露出，壁較厚，層紋明顯，其下半部嵌在薄壁細胞間，壁較薄，有紋孔。
3. 表皮下方為皺縮的黃色薄壁細胞，細胞界線不清楚。
4. 維管束數個通過種皮。

5. 外胚乳由 1 列頹廢細胞組成，細胞多皺縮。
6. 內胚乳細胞 1 列，方形或長方形。
7. 子葉 2 枚，子葉連接線略呈 U 形或 S 型，易與種皮分離，由薄壁細胞組成，充滿糊粉粒及油滴，另可見細小草酸鈣簇晶。
8. 維管束可見，散佈於子葉中。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末黃白色
2. 細小草酸鈣簇晶存在於子葉細胞中，偏光顯微鏡下呈亮白色。
3. 導管細小且少見，為螺紋導管。
4. 可見大量子葉細胞碎片，內含油滴及糊粉粒，有的含細小的草酸鈣簇晶，偏光顯微鏡下呈亮白色。
5. 種皮細胞黃棕色，細胞界限不明顯，有時與石細胞相連。
6. 內胚乳細胞表面觀呈多角形或類多角形，壁稍厚，常含油滴。
7. 石細胞黃色，側面觀呈長橢圓形、卵圓形或頂端平而呈梯形，寬 60~200 μm ，高 60~180 μm ，上部壁厚 15~30 μm ，無孔溝，層紋明顯，下部壁較薄 5~10 μm ，有孔溝，偏光顯微鏡下多呈亮黃白色。



圖 1 桃仁藥材圖

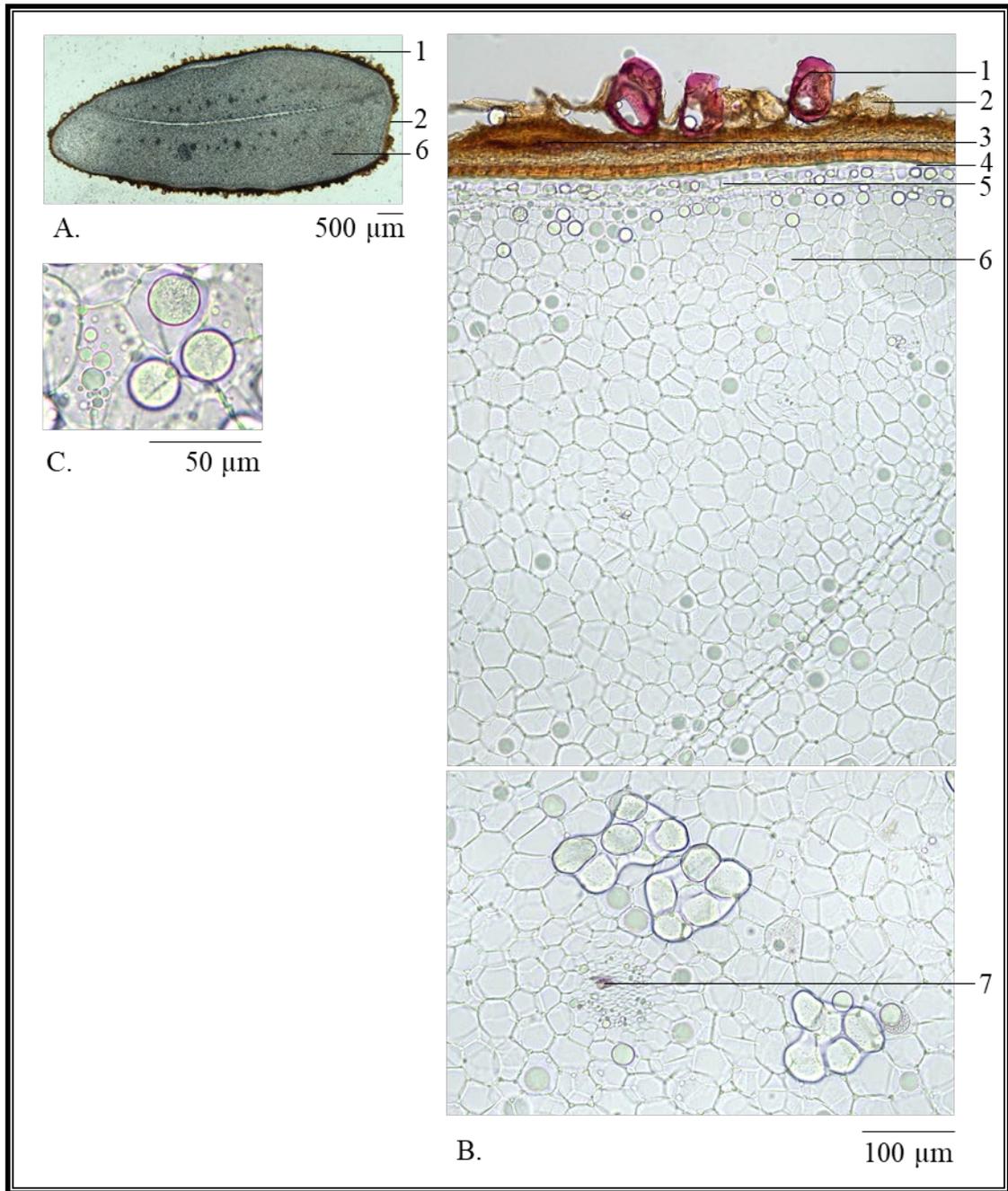


圖 2 桃仁橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.糊粉粒及脂肪油滴

1.石細胞 2.種皮 3.維管束 4.外胚乳 5.內胚乳 6.子葉 7.維管束

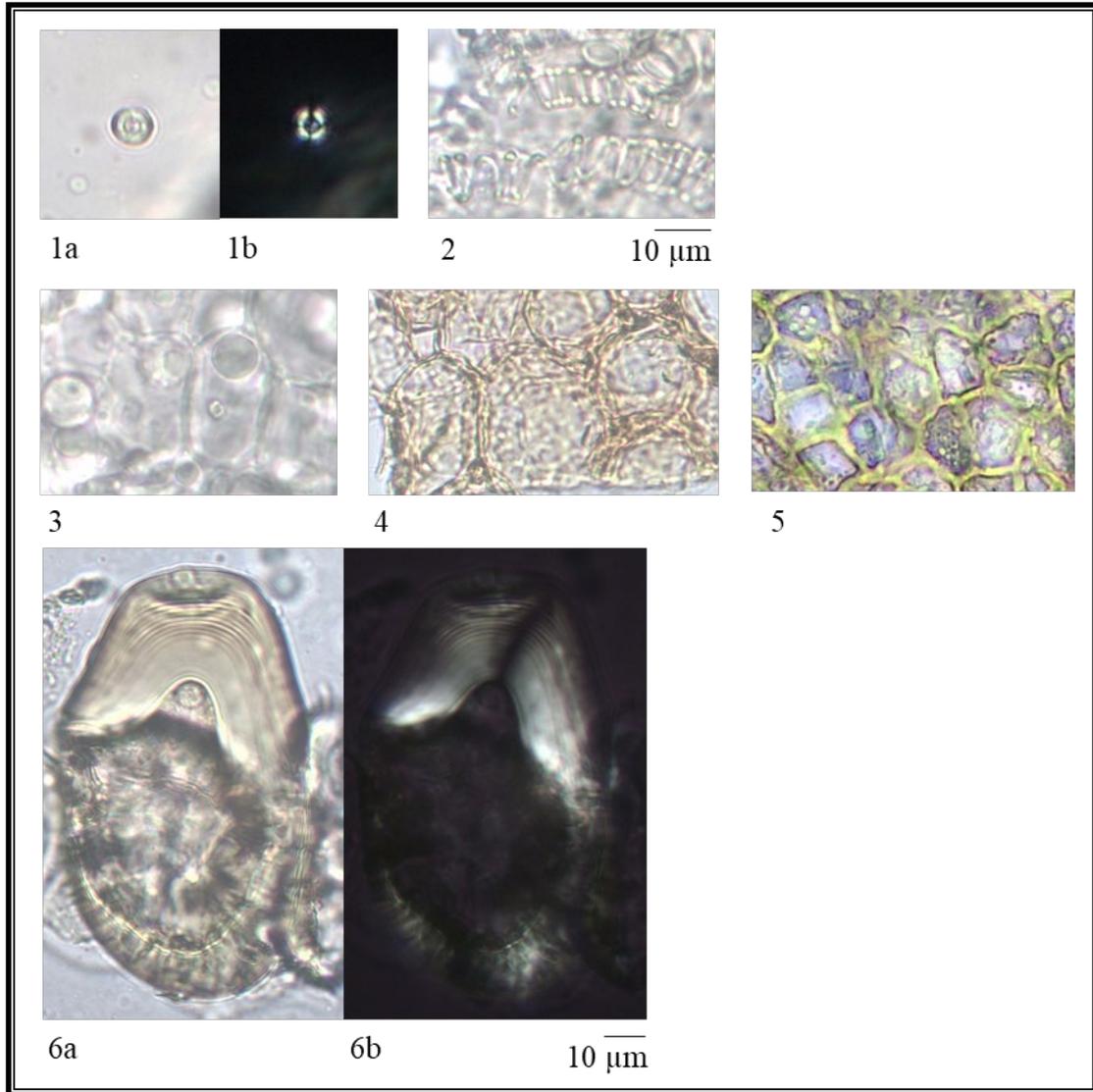


圖 3 桃仁粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 草酸鈣結晶 2. 螺紋導管 3. 子葉細胞含油滴及草酸鈣結晶 4. 種皮細胞

5. 胚乳細胞 6. 石細胞

參考文獻

1. 衛生福利部臺灣中藥典第四版編輯工作小組編纂(2021)。臺灣中藥典第四版。台北市：衛生福利部。242~243 頁。
2. 戴新民(1987)。現代本草中國藥材學下冊。啟業書局。987~988 頁。
3. 肖培根等編輯(2002)。新編中藥志第二卷。北京：化學工業出版社。525~527 頁。
4. 陳士林、林余霖主編(2013)。中藥飲片標準圖鑑。福州：海峽出版發行集團·福建科學技術出版社。505~506 頁。
5. 國家藥典委員會編輯(2020)。中華人民共和國藥典 2020 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。290~291 頁。
6. 趙中振、陳虎彪主編(2016)。中藥顯微鑑定圖典。福建科學技術出版社。380~381 頁。
7. 范崔生主編(1995)。中藥採收鑑別應用全書。江西科學技術出版社。382~383 頁。
8. 徐國鈞、徐珞珊主編(1997)。常用中草藥品種整理和質量研究第二冊。福建科學技術出版社。813~833 頁。

桃仁(PERSICAE SEMEN)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店桃仁藥材共 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)、Quat Pump (G1311A)、DAD (G1315B)、Autosampler (G1329A)、Column Oven H-650 (Chrom Tech, TNC.)；層析管柱 Agilent ZORBAX SB-C₁₈ (250 × 4.6 mm, 5 μm)。

(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 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

乙腈(99.9%)購自於永定科技有限公司；甲醇(99.9%)購自於 Merck。

(二) 標準品

苦杏仁苷(Amygdalin)購自於普思生物科技股份有限公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取條件評估

取本品粉末 3 份，每份準確稱取 0.3 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 75% 甲醇、70% 甲醇、50% 甲醇、各 50 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 4000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液移入 50 mL 之容量瓶中，加溶媒至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得每克重量之標準品苦杏仁苷最大峰面積為最佳桃仁萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.3 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 75% 甲醇 50 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 4000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液移入 50 mL 之容量瓶中，加 75% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，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

準確稱取標準品苦杏仁苷 5.0 mg，加 5 mL 的 HPLC 沖提液(乙腈: 甲醇: 水(5:20:75, v/v))製成每 1 mL 含苦杏仁苷 1000 μg 的標準品儲備溶液，並以 HPLC 沖提液稀釋至 80 μg/mL 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.30 g，置 50 mL 離心管中，加入 75% 甲醇 50 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 4000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液，移入 50 mL 之容量瓶中，加 75% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，即得。

(五) 測定法

分別準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苦杏仁苷的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取苦杏仁苷標準品儲備液適量(1000 μg/mL)，以 HPLC 沖提液稀釋成含苦杏仁苷分別為 500、200、100、80、40、20、10 μg/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) 精密度試驗

以苦杏仁苷為 80 μg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以苦杏仁苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售桃仁粉末，依桃仁檢品溶液製備方法平行製備 5 份桃仁檢品溶液，進樣測定，以苦杏仁苷的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售桃仁粉末，依桃仁檢品溶液製備方法製備桃仁檢品溶液，分別在 0、2、4、8、24 小時進樣測定，以苦杏仁苷的含量為指標，求出相對標準差。

(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 Quantification, 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

取已知苦杏仁苷含量的桃仁藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.15 g，分別加入苦杏仁苷 4.0 mg，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：Agilent ZORBAX SB-C₁₈ (250 × 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 210 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35°C
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

| 時間(min) | 乙腈(%) | 甲醇(%) | 水(%) |
|---------|-------|-------|------|
| 0 | 5 | 20 | 75 |
| 18 | 5 | 20 | 75 |

(十二) 臺灣市售桃仁藥材含量測定

取 10 批市售桃仁藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μ L 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品苦杏仁苷的百分比含量。

(十三) 桃仁檢品之 UPLC 分析條件

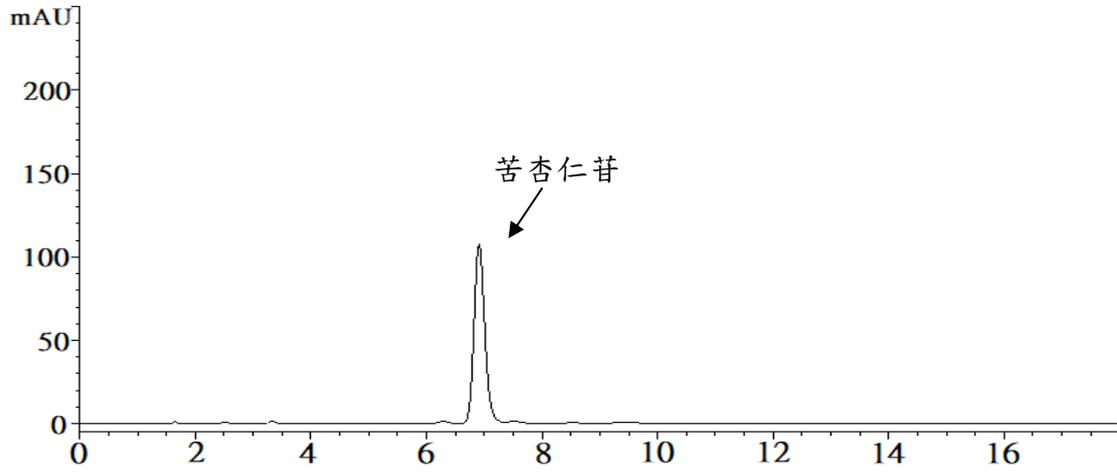
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC®BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 210 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

| 時間(min) | 乙腈(%) | 甲醇(%) | 水(%) |
|---------|-------|-------|------|
| 0 | 5 | 20 | 75 |
| 6 | 5 | 20 | 75 |

五、結果

(一) 標準品苦杏仁苷之 HPLC 層析

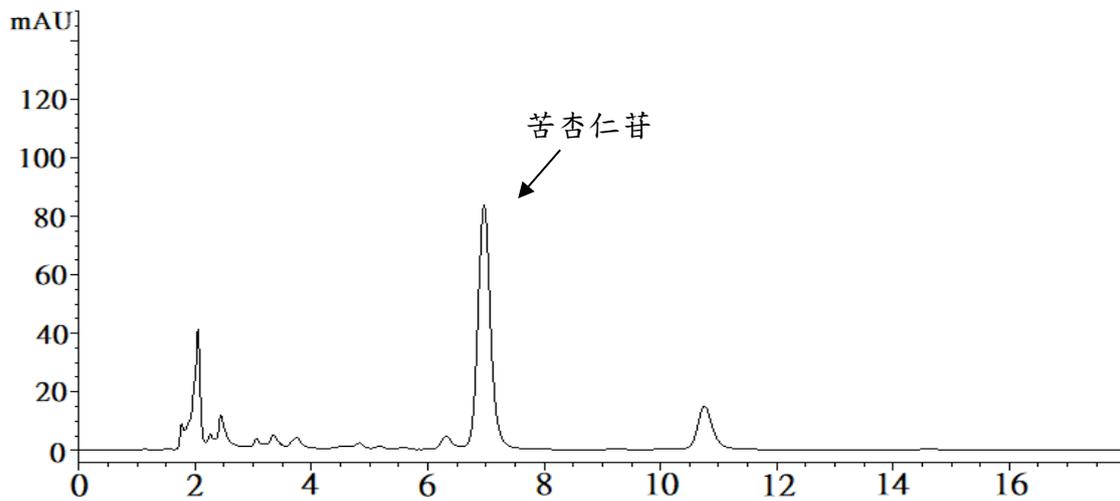
於滯留時間 6.9 分鐘處顯示苦杏仁苷標準品波峰(圖一)。



圖一、苦杏仁苷標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售桃仁檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 6.9 分鐘處顯示桃仁檢品中苦杏仁苷波峰(圖二)。苦杏仁苷分離率(R)為 1.8，拖尾因子(T)為 1.0，均在系統適用性要求內。



圖二、市售桃仁檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取條件評估

以 75% 甲醇溶液為溶媒時，每克藥材重量所得苦杏仁苷的波峰面積最大，顯示 75% 甲醇溶液為最佳萃取溶媒。

表一、不同條件萃取比較

| 溶媒 | 苦杏仁苷波峰面積 | 最佳萃取 |
|--------|----------|------|
| 75% 甲醇 | 1420.2 | √ |
| 70% 甲醇 | 1299.2 | |
| 50% 甲醇 | 325.4 | |

(四) 最佳萃取次數評估

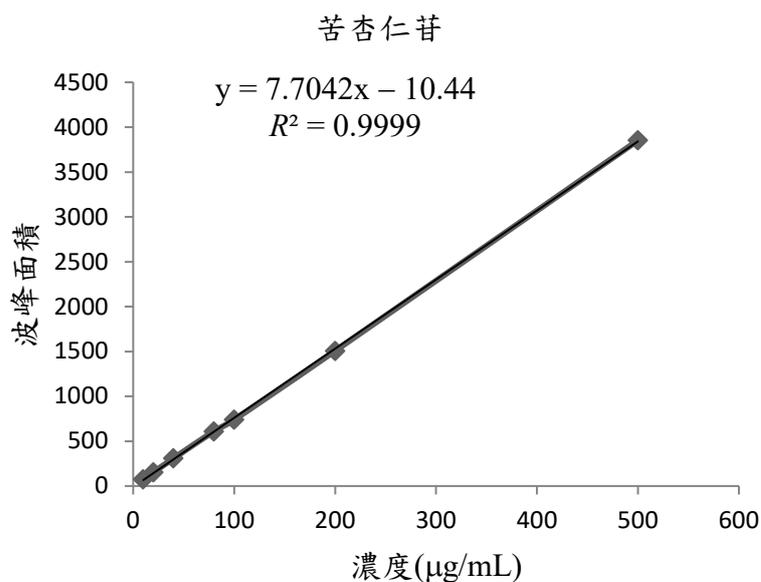
結果顯示萃取 1 次基本上已將苦杏仁苷萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、桃仁檢品萃取次數評估

| 75% 甲醇萃取次數 | 苦杏仁苷波峰面積 |
|------------|----------|
| 第 1 次 | 1426.2 |
| 第 2 次 | N.D |

(五) 標準品苦杏仁苷檢量線

經不同濃度苦杏仁苷(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 $y = 7.7042x - 10.44$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 10–500 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、苦杏仁苷之檢量線圖

表三、苦杏仁苷之檢量線方程式

| 對照標準品 | 濃度(μg/mL) | 線性回歸方程式 | R ² |
|-------|-----------|---------------------|----------------|
| 苦杏仁苷 | 10-500 | y = 7.7042x - 10.44 | 0.9999 |

(六) 精密度試驗

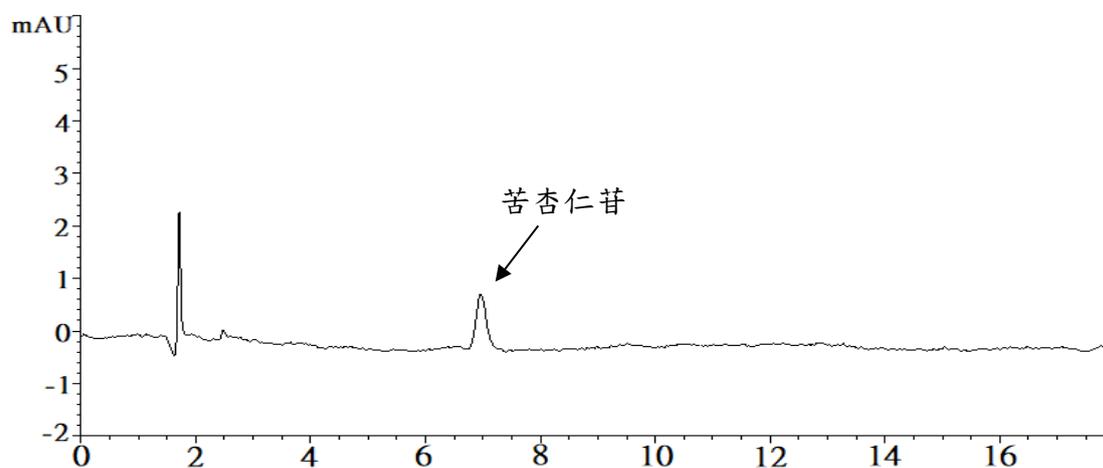
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，苦杏仁苷精密度之相對標準差為 0.91%，在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

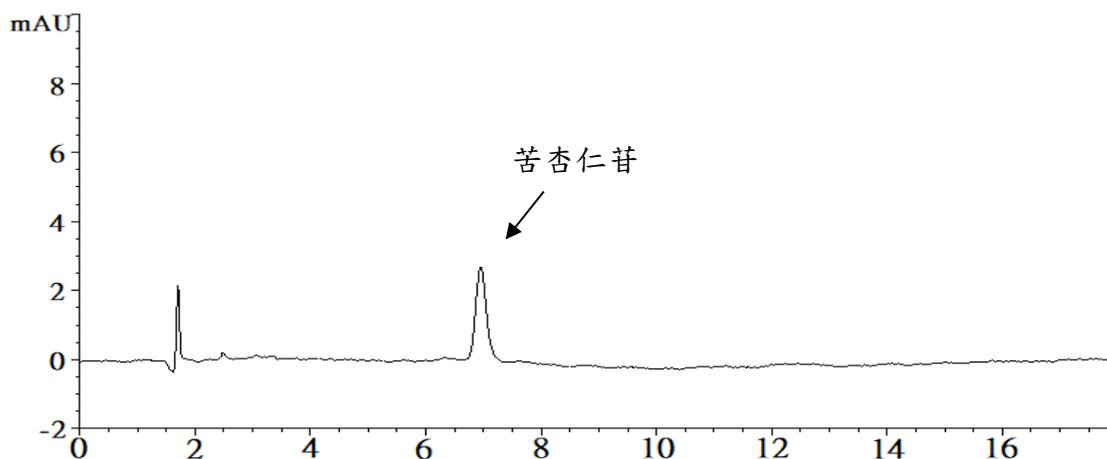
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，苦杏仁苷重複性之相對標準差為 3.69%，在系統適用性要求內。苦杏仁苷在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差為 0.24%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

苦杏仁苷偵測極限為 2.0 μg/mL (圖四)，定量極限為 5.0 μg/mL (圖五)。



圖四、苦杏仁苷之偵測極限層析圖



圖五、苦杏仁苷之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

| 檢測項目 | 苦杏仁苷 | |
|-----------|-------------|------------|
| | 濃度 | R.S.D. (%) |
| 精密度(n=5) | 80 µg/mL | 0.91 |
| 重複性(n=5) | 檢品溶液(No.10) | 3.69 |
| 穩定性(n=5) | 檢品溶液(No.10) | 0.24 |
| 偵測極限(n=1) | 2.0 µg/mL | - |
| 定量極限(n=1) | 5.0 µg/mL | - |

(九) 添加回收率試驗

苦杏仁苷平均添加回收率為 107.5%，相對標準偏差為 3.33% (表五)。

表五、苦杏仁苷添加回收率

| 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 | 0.150 | 4.108 | 4.0 | 8.122 | 100.35 | 107.46 | 3.33 |
| 2 | 0.150 | 4.108 | 4.0 | 8.447 | 108.48 | | |
| 3 | 0.150 | 4.108 | 4.0 | 8.495 | 109.68 | | |
| 4 | 0.150 | 4.108 | 4.0 | 8.489 | 109.53 | | |
| 5 | 0.150 | 4.108 | 4.0 | 8.479 | 109.28 | | |

(十) 臺灣市售桃仁含量測定

10 批桃仁藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，苦杏仁苷的含量為 2.488-3.138%。建議桃仁藥材指標成分苦杏仁苷的總含量不得少於 2.0%。理論板數按苦杏仁苷波峰計算應不低於 3000 (實際值為 5100)。

表六、臺灣市售桃仁檢品之苦杏仁苷的含量

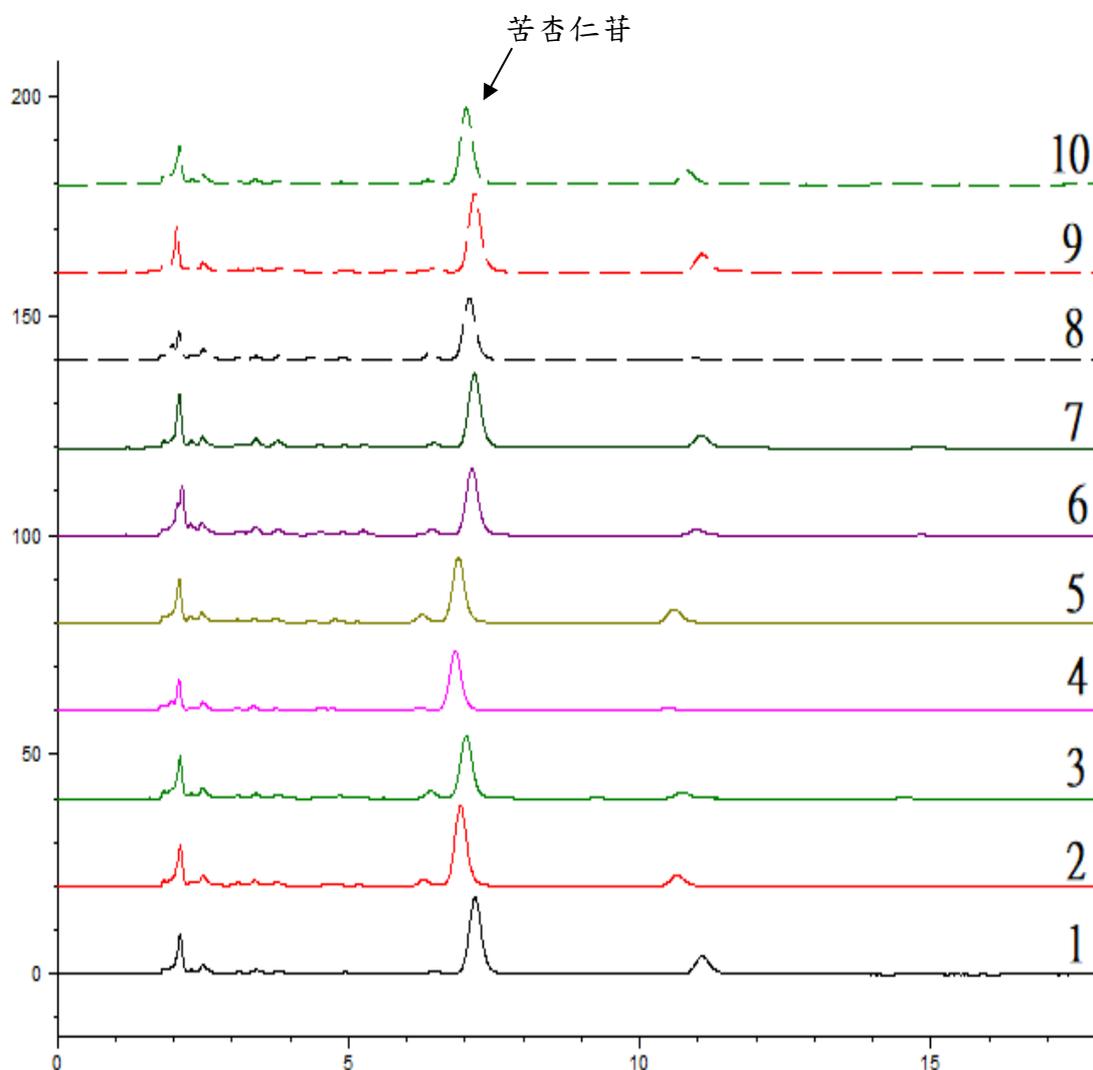
| 藥材編號(No.) | 苦杏仁苷含量(%) |
|------------|-------------|
| 1 (CB) | 3.042 |
| 2 (CH) | 3.108 |
| 3 (NF1-A) | 2.488 |
| 4 (NF1-C) | 2.310 |
| 5 (NP) | 2.522 |
| 6 (NZ) | 2.736 |
| 7 (SA-A) | 2.988 |
| 8 (SGA) | 2.505 |
| 9 (SU-C) | 3.138 |
| 10 (SU1-E) | 2.911 |
| 平均值±S.D. | 2.775±0.285 |

(十一) 桃仁藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售桃仁檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Agilent ZORBAX SB-C₁₈ (250 \times 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 210 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：

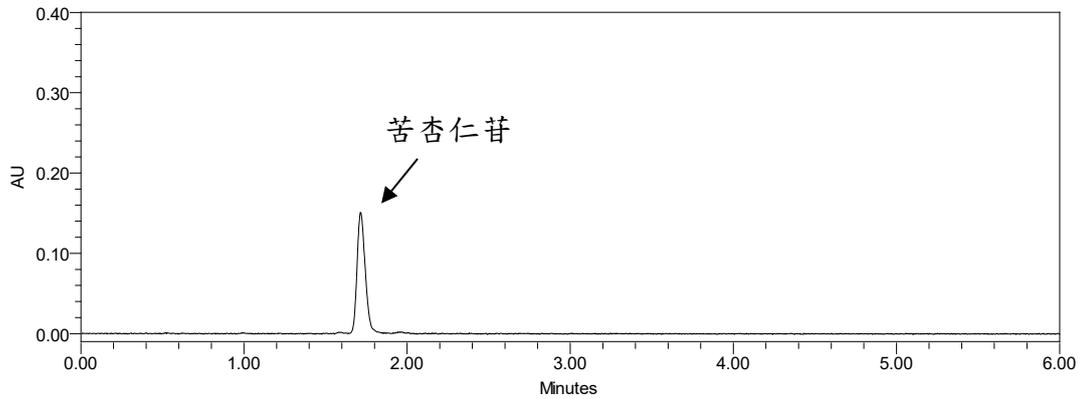
| 時間(min) | 乙腈(%) | 甲醇(%) | 水(%) |
|---------|-------|-------|------|
| 0 | 5 | 20 | 75 |
| 18 | 5 | 20 | 75 |



圖六、10 批桃仁藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品苦杏仁苷之 UPLC 層析

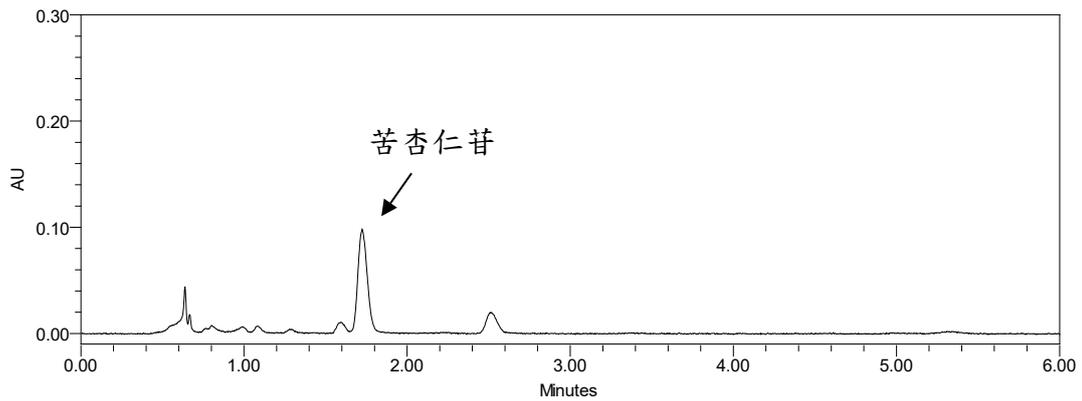
於滯留時間 1.71 分鐘處顯示苦杏仁苷標準品波峰(圖七)。



圖七、苦杏仁苷標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售桃仁檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 1.72 分鐘處顯示桃仁檢品中苦杏仁苷波峰(圖八)。

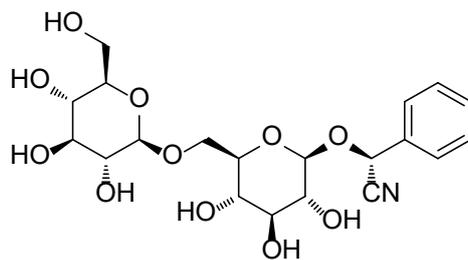


圖八、市售桃仁檢品之 UPLC 層析圖

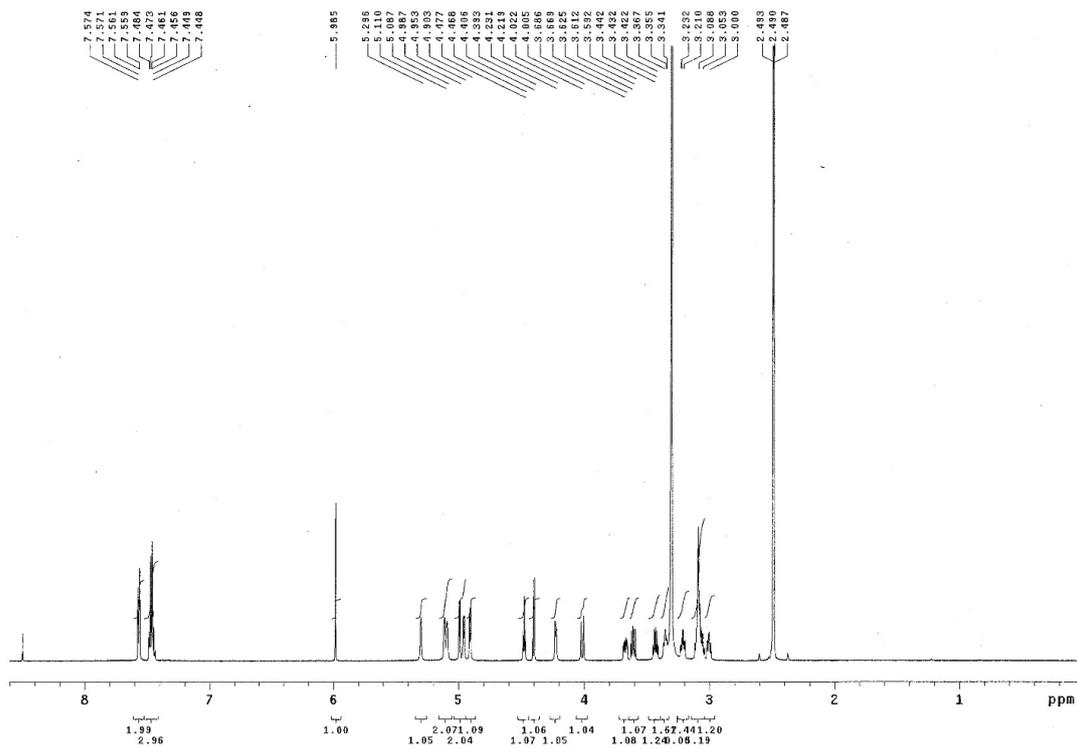
(十四) 苦杏仁苷的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{20}H_{27}NO_{11}$ ；分子量：457.43；熔點：213 °C；白色結晶。

(十五) 苦杏仁苷的結構

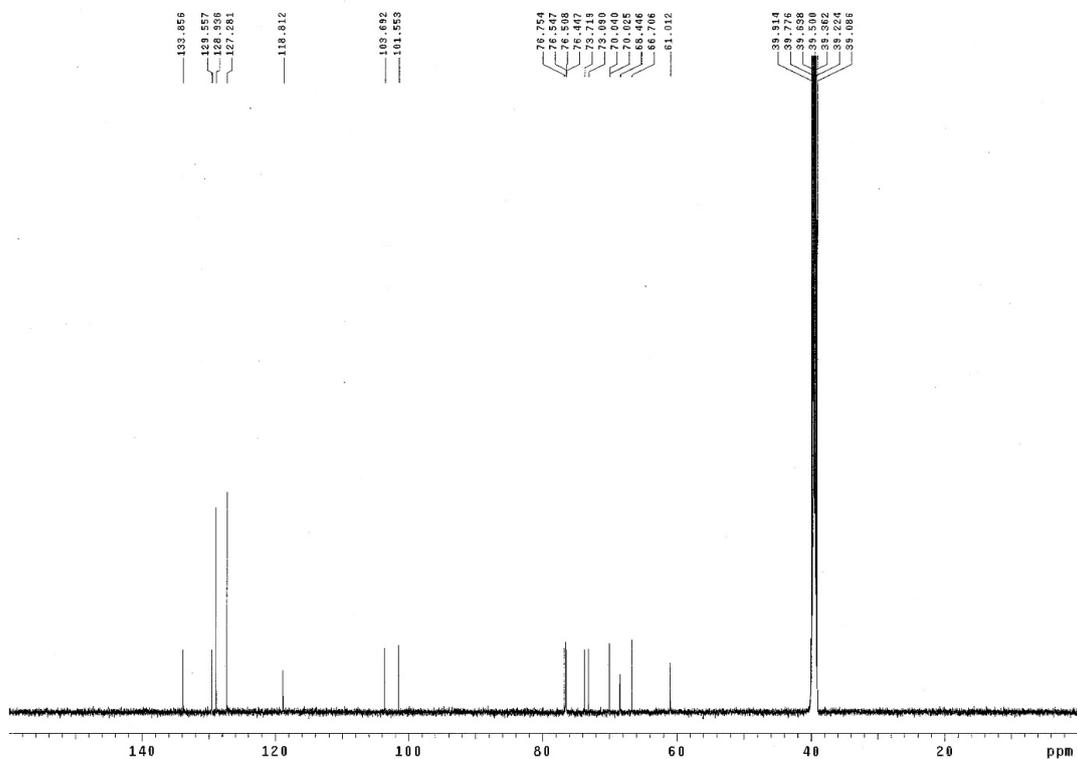


(十六) 苦杏仁苷的 ^1H NMR 圖譜



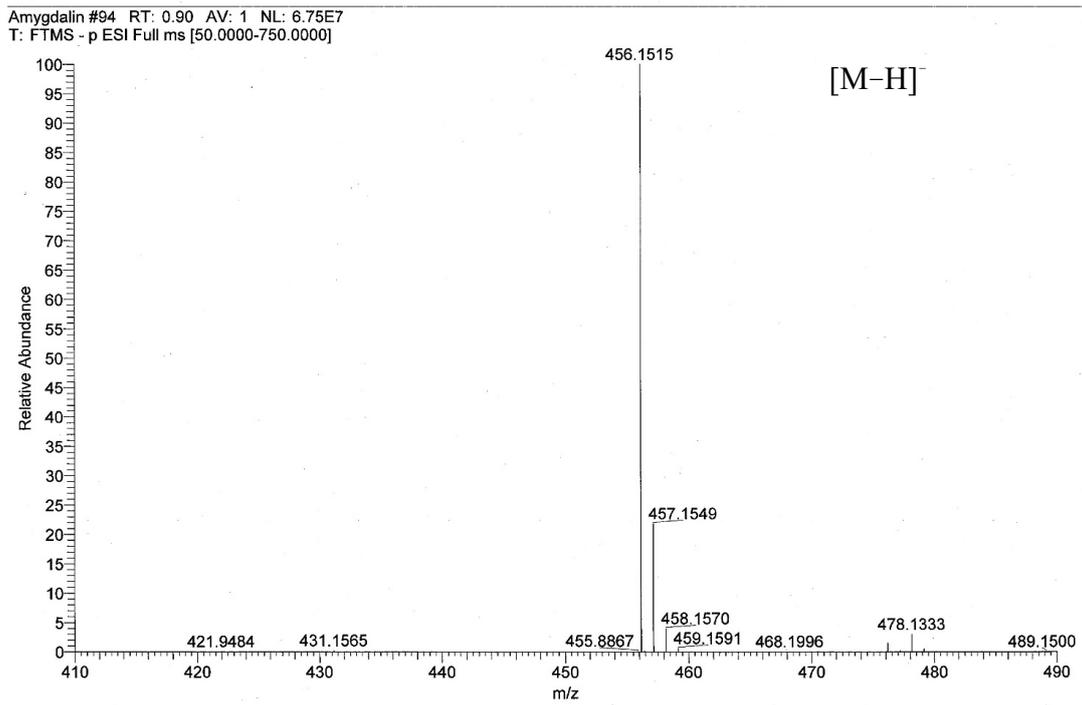
圖九、苦杏仁苷的 ^1H NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(十七) 苦杏仁苷的 ^{13}C NMR 圖譜



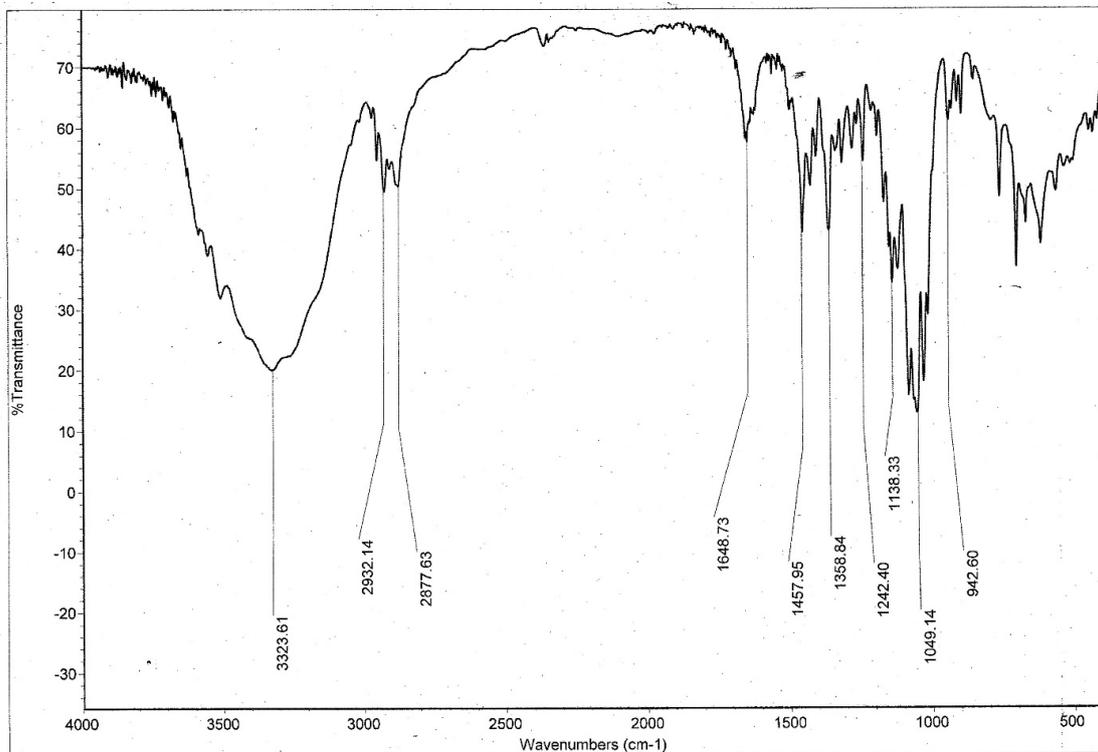
圖十、苦杏仁苷的 ^{13}C NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(十八) 苦杏仁苷的 ESI-MS 圖譜



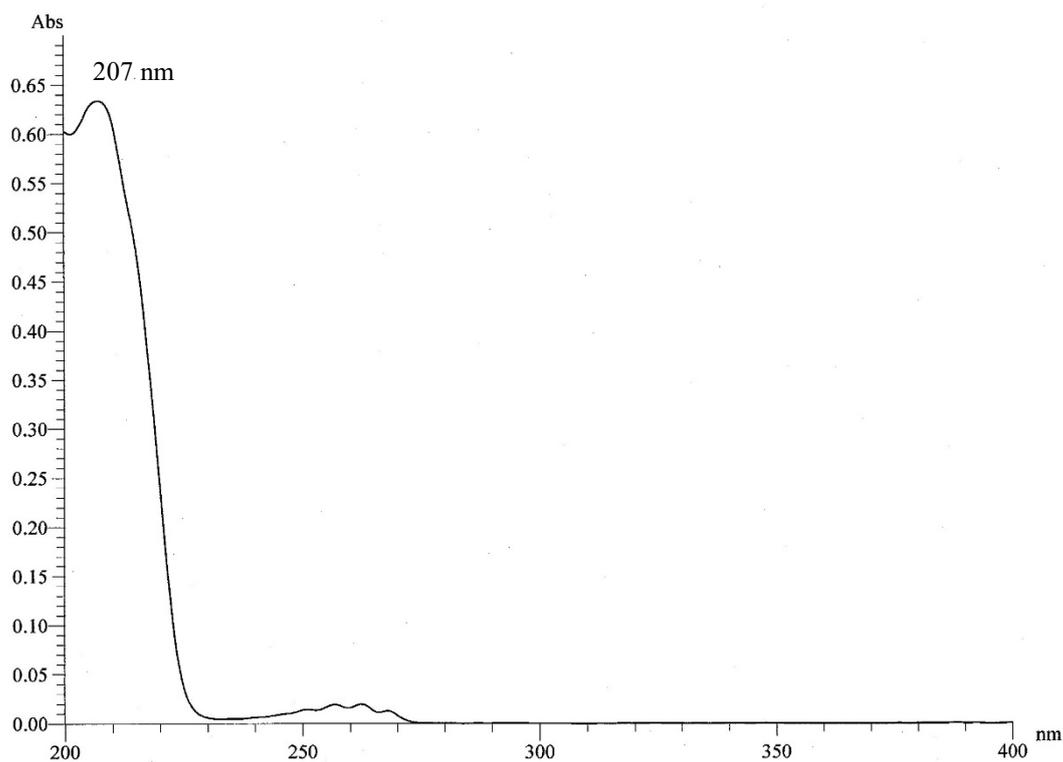
圖十一、苦杏仁苷的 ESI-MS 圖譜

(十九) 苦杏仁苷的 FTIR 圖譜



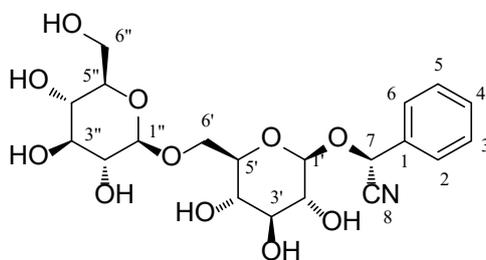
圖十二、苦杏仁苷的 FTIR 圖譜

(二十) 苦杏仁苷的 UV 圖譜



圖十三、苦杏仁苷的 UV 圖譜

(二十一) 苦杏仁苷的氫、碳化學位移



苦杏仁苷

表七、苦杏仁苷氫、碳化學位移(DMSO- d_6)

| position | δ_{H} (600 MHz) ^a | δ_{C} (150 MHz) |
|----------|--|-------------------------------|
| 1 | - | 133.9 |
| 2 | 7.57 (dd, 7.5, 1.2) | 127.3 |
| 3 | 7.45–7.49 (m) | 128.9 |
| 4 | 7.44–7.45 (m) | 129.6 |
| 5 | 7.45–7.49 (m) | 128.9 |
| 6 | 7.57 (dd, 7.5, 1.2) | 127.3 |
| 7 | 5.99 (s) | 66.7 |

| | | |
|--------|--|-------|
| 8 | - | 118.8 |
| 1' | 4.23 (d, 7.2) | 101.6 |
| 2' | 3.09–3.11 (m) | 73.1 |
| 3' | 3.09–3.11 (m) | 76.5 |
| 4' | 3.09–3.11 (m) | 70.0 |
| 5' | 3.34–3.37 (m) | 76.5 |
| 6' | 3.61 (dd, 12.0, 7.8), 4.01 (dd, 12, 1.8) | 68.4 |
| 1" | 4.40 (d, 7.8) | 103.7 |
| 2" | 2.99–3.02 (m) | 73.7 |
| 3" | 3.20–3.23 (m) | 76.4 |
| 4" | 3.06–3.08 (m) | 70.0 |
| 5" | 3.10–3.12 (m) | 76.8 |
| 6" | 3.41–3.45 (m), 3.66–3.69 (m) | 61.0 |
| 2'-OH | 5.30 (d, 3.6) | |
| 3'-OH | 5.11 (br s) | |
| 4'-OH | 5.09 (d, 4.8) | |
| 2''-OH | 4.99 (d, 4.2) | |
| 3''-OH | 4.96 (d, 4.8) | |
| 4''-OH | 4.91 (d, 4.8) | |
| 6''-OH | 4.48 (t, 6.0) | |

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

桃仁

生藥名：PERSICAE SEMEN

英文名：Peach Kernel

基 原：本品為薔薇科 Rosaceae 植物桃 *Prunus persica* (L.) Batsch 或山桃 *Prunus davidiana* (Carrière) Franch. 之乾燥成熟種子。

一、方法

- (一) 檢品溶液 **【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》✓**
—取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，水鍋上加熱迴流 10 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 2】《中華人民共和國藥典 2020》
—取本品粉末 2.0 g，加石油醚(60~90 °C) 50 mL，加熱迴流 1 小時，棄去石油醚液，藥渣再用石油醚 25 mL 洗滌，棄去石油醚液，藥渣揮乾，加甲醇 30 mL，加熱迴流 1 小時，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 3】《香港中藥材標準第五冊》
—取本品粉末 1.0 g，加石油醚(60~90 °C) 25 mL，超音波振盪 1 小時，棄去石油醚液，藥渣再用石油醚 10 mL 洗滌，棄去石油醚液，藥渣揮乾，加甲醇 10 mL，超音波振盪 1 小時，過濾，取濾液作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取苦杏仁苷(Amygdain)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 2.0 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】《臺灣中藥典第四版 2021》**
—乙酸乙酯：甲醇：水 (7：3：1)
【展開劑 2】修飾《中華人民共和國藥典 2020》
—二氯甲烷：乙酸乙酯：甲醇：水 (15：40：22：10)，
5~10 °C 放置 12 小時下層溶液。
【展開劑 3】《香港中藥材標準第五冊》
—乙酸乙酯：甲醇：水 (40：15：6)
【展開劑 4】(自行開發)✓
—乙酸乙酯：甲醇：水 (9：2：1)
- (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 以 10% 硫酸/乙醇試液(H₂SO₄/EtOH TS)噴霧後，105 °C 加熱至條帶顯色清晰，於可見光及主波長 365 nm 之紫外燈照射下檢視之。

二、萃法選擇及濃度測試

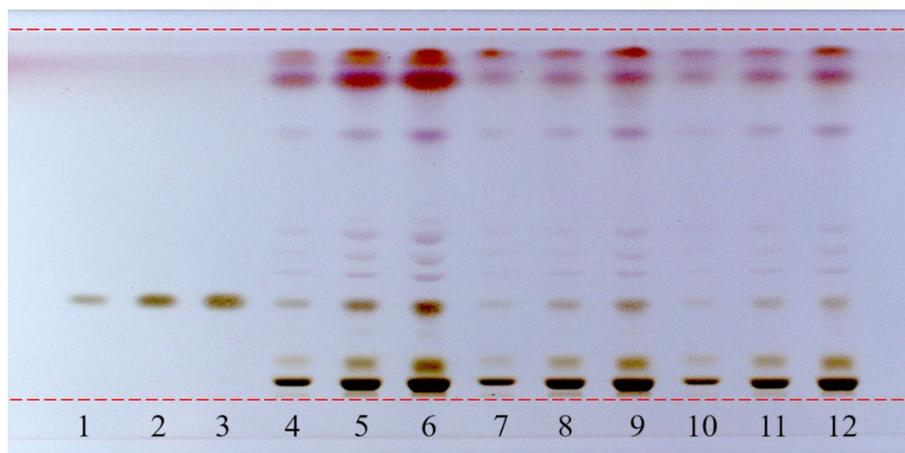
實驗日期：110/08/02

相對溼度(RH)：65%

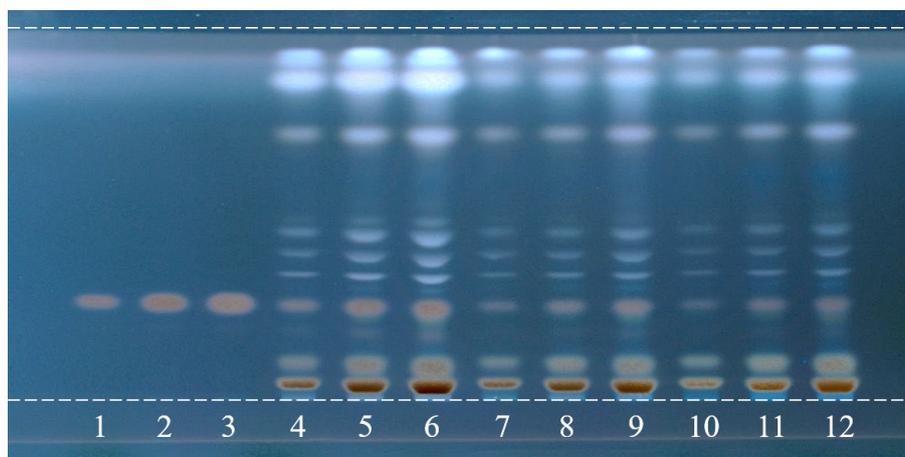
溫度(RT)：23.5 °C

【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：甲醇：水 (9：2：1)

——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後可見光檢出



——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出



| 編號 | 名稱 | 點注量 |
|------------|-----------------|------------|
| 1, 2, 3 | 苦杏仁苷(2.0 mg/mL) | 2, 5, 8 μL |
| 4, 5, 6 | 檢品溶液 4【萃取方法 1】 | 2, 5, 8 μL |
| 7, 8, 9 | 檢品溶液 4【萃取方法 2】 | 2, 5, 8 μL |
| 10, 11, 12 | 檢品溶液 4【萃取方法 3】 | 2, 5, 8 μL |

建議萃法：3 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出苦杏仁苷，因濃度適中，方法簡便快速，故維持臺灣中藥典【萃取方法 1】。

建議點注量：苦杏仁苷 5 μL，檢品溶液【萃取方法 1】 5 μL。

三、溶媒系統選擇

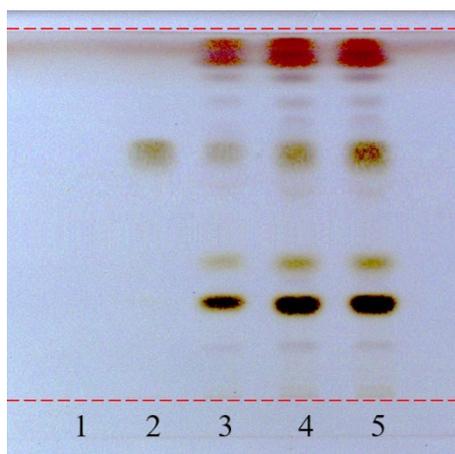
實驗日期：110/08/02

相對溼度(RH)：65%

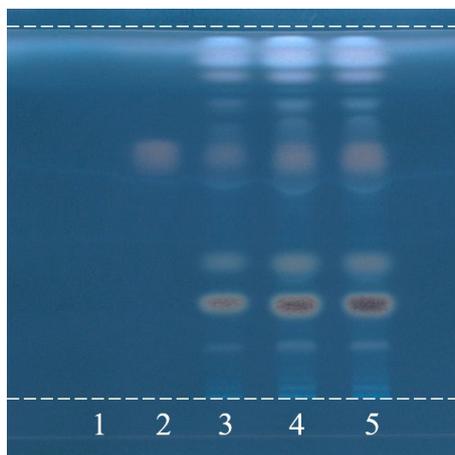
溫度(RT)：23.5 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——乙酸乙酯：甲醇：水 (7：3：1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色
後可見光檢出(苦杏仁苷 R_f 值為 0.70)

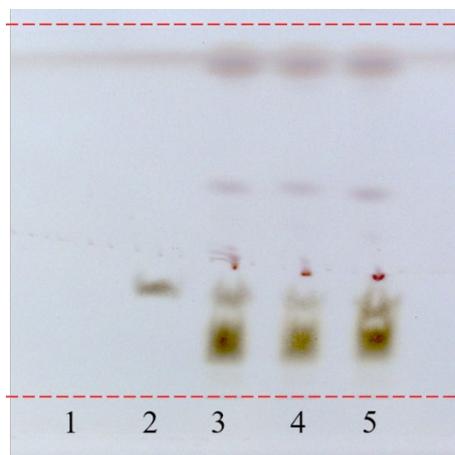


【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色
後紫外光(365 nm)檢出(苦杏仁苷 R_f 值為 0.70)

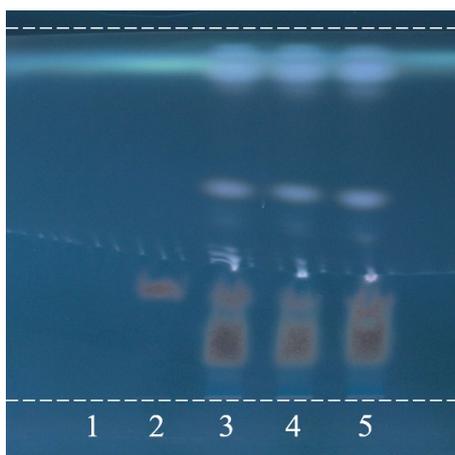


【展開劑 2】修飾《中華人民共和國藥典 2020》——二氯甲烷：乙酸乙酯：甲醇：水 (15：40：22：10)，5~10 °C 放置 12 小時下層溶液。

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後可見光檢出(苦杏仁苷 R_f 值為 0.28)

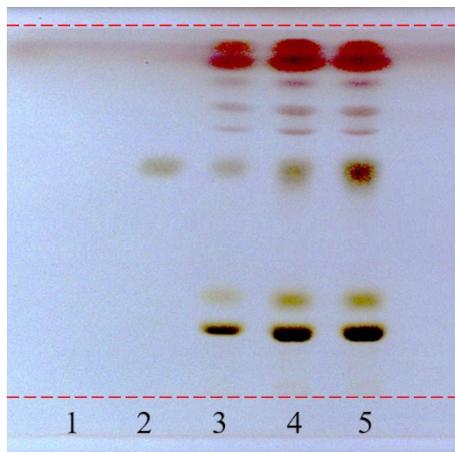


【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(苦杏仁苷 R_f 值為 0.28)

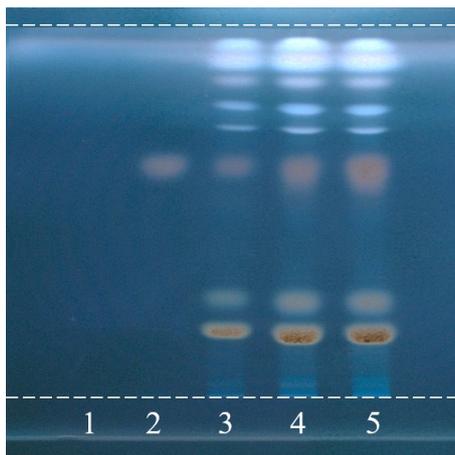


【展開劑 3】《香港中藥材標準第五冊》——乙酸乙酯：甲醇：水 (40：15：6)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後可見光檢出(苦杏仁苷 R_f 值為 0.65)

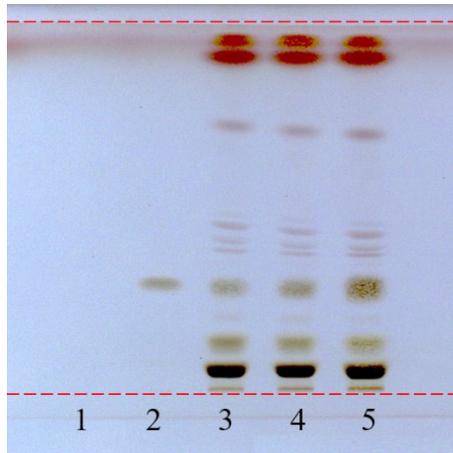


【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(苦杏仁苷 R_f 值為 0.65)

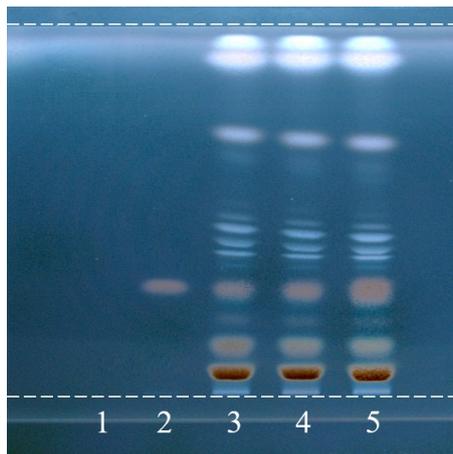


【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：甲醇：水 (9：2：1) ✓

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後可見光檢出(苦杏仁苷 R_f 值為 0.32)



【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(苦杏仁苷 R_f 值為 0.32)



- 1：Blank
- 2：苦杏仁苷
- 3，4：檢品溶液 4
- 5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式，四種展開劑皆可從檢品溶液中分離與檢出苦杏仁苷，因 R_f 值適中，且分離佳無拖尾，故採用自行開發之【展開劑 4】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：110/08/02

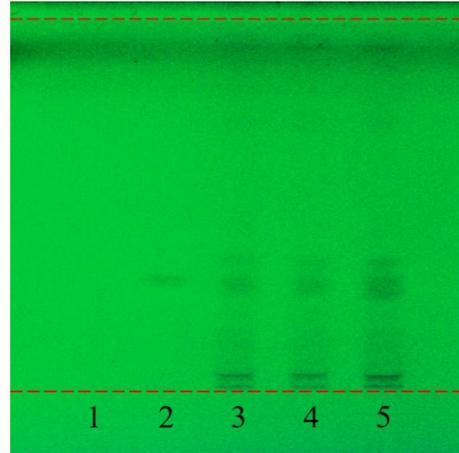
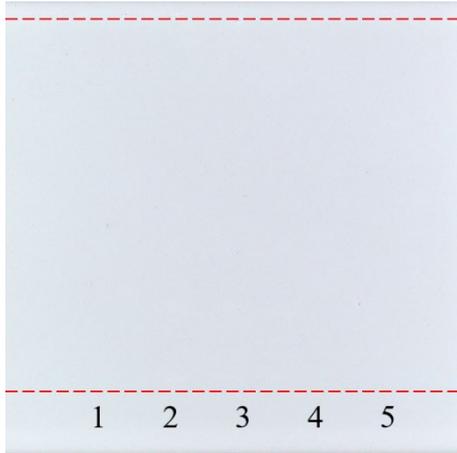
相對溼度(RH)：65%

溫度(RT)：23.5 °C

【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：甲醇：水 (9：2：1)

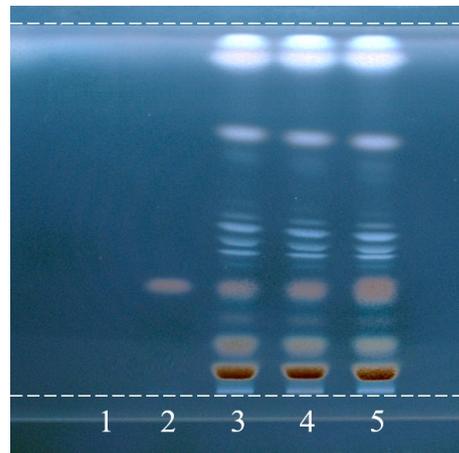
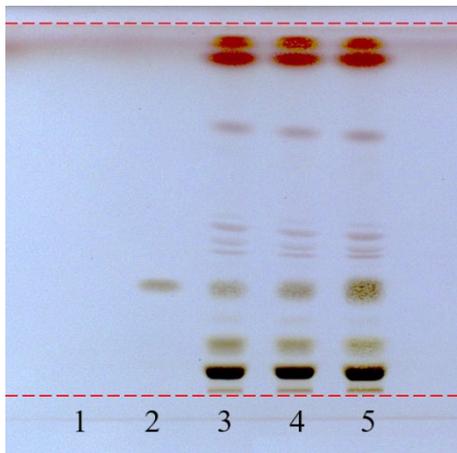
【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》—HPTLC 可見光檢出

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》—HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後可見光檢出 ✓

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》—HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出 ✓



1：Blank

2：苦杏仁苷

3，4：檢品溶液 4

5：Spike

建議觀察方式：以 10%硫酸/乙醇試液顯色後於可見光及紫外光(365 nm)檢視下，皆有較明顯分離之條帶。

五、十批桃仁藥材樣品檢測

實驗日期：110/08/02

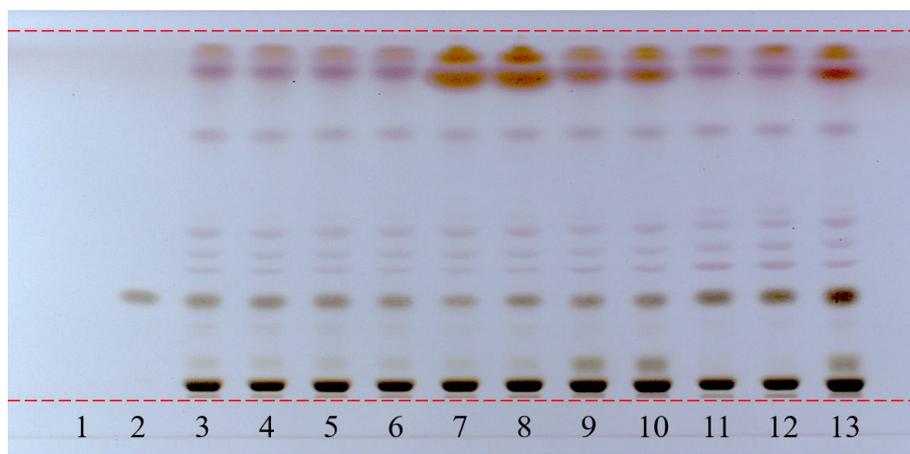
相對溼度(RH)：65%

溫度(RT)：23.5 °C

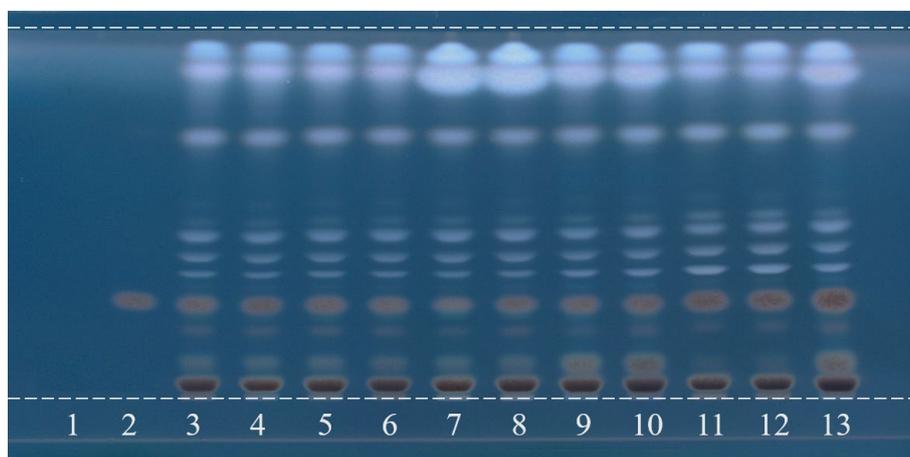
【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：甲醇：水 (9：2：1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色

(1) 10%硫酸/乙醇試液顯色可見光檢出



(2) 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出

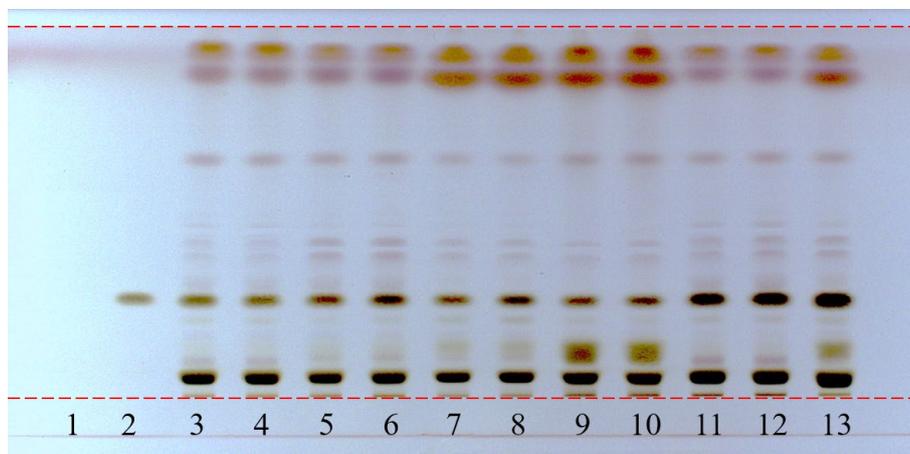


| | | | |
|------|-----------------|--------|----------------|
| 1 | Blank | 7, 8 | 檢品溶液 3 (NP) |
| 2 | 苦杏仁苷(2.0 mg/mL) | 9, 10 | 檢品溶液 4 (NZ) |
| 3, 4 | 檢品溶液 1 (NF1A) | 11, 12 | 檢品溶液 5 (CB) |
| 5, 6 | 檢品溶液 2 (NF1C) | 13 | Spike (檢品溶液 4) |

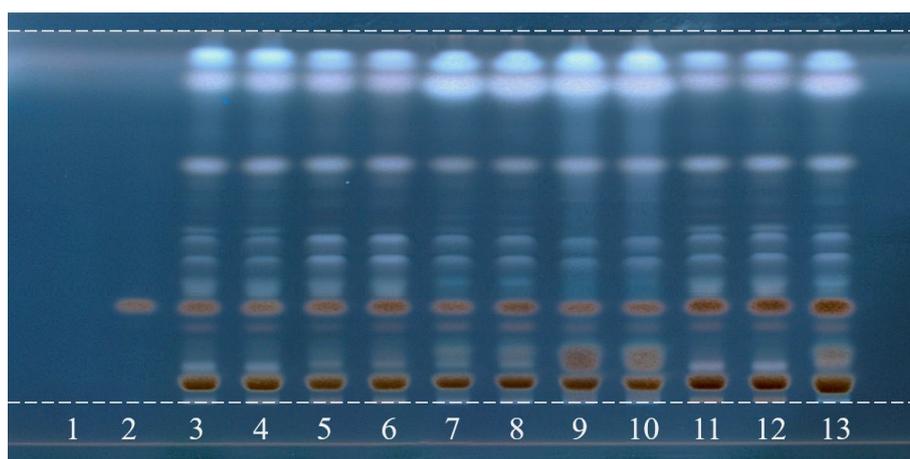
【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：甲醇：水 (9：2：1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色

(1) 10%硫酸/乙醇試液顯色可見光檢出



(2) 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出



| | | | |
|------|-----------------|--------|----------------|
| 1 | Blank | 7, 8 | 檢品溶液 8 (SGA) |
| 2 | 苦杏仁苷(2.0 mg/mL) | 9, 10 | 檢品溶液 9 (SUC) |
| 3, 4 | 檢品溶液 6 (CH) | 11, 12 | 檢品溶液 10 (SUE) |
| 5, 6 | 檢品溶液 7 (SA) | 13 | Spike (檢品溶液 4) |

結論與建議：以【萃取方法 1】及【展開劑 4】方式，顯示分離與檢出苦杏仁苷效果較佳，以 10%硫酸/乙醇試液顯色，於可見光及紫外光(365 nm)下檢視較佳。