

# 川烏

## (ACONITI RADIX)

|                       |    |
|-----------------------|----|
| 川烏 MI .....           | 2  |
| 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  |
| 川烏 HPLC .....         | 7  |
| 一、材料.....             | 7  |
| 二、儀器及層析管柱.....        | 7  |
| 三、實驗藥品及試劑來源.....      | 7  |
| 四、方法.....             | 7  |
| 五、結果.....             | 11 |
| 川烏 TLC .....          | 35 |
| 一、方法.....             | 35 |
| 二、萃取選擇及濃度測試.....      | 37 |
| 三、溶媒系統選擇.....         | 38 |
| 四、觀察方式選擇.....         | 40 |
| 五、十批川烏藥材樣品檢測.....     | 41 |

# 川烏 MI

## 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烏頭的乾燥主根。

## 二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：川烏

生藥名：ACONITI RADIX

英文名：Common Monkshood Mother Root

基原：本品為毛茛科 Ranunculaceae 植物烏頭 *Aconitum carmichaelii* Debeaux 之乾燥主根（母根）。

採收加工：於 6 月下旬至 8 月上旬採挖，除去子根、鬚根及泥沙，曬乾。

藥材性狀：本品塊根呈長圓錐形，部分稍彎曲，長 2.0~4.5 cm，直徑 0.8~3.5 cm。表面灰棕色，有細縱皺，周圍有錐形瘤起的小支根，並有割去子根後的痕跡。質堅硬，斷面灰白色，粉性。氣微，味帶辛辣而麻舌。

飲片性狀：本品為不規則或長短不一的三角形厚片，表面灰褐色或黃褐色，有灰棕色形成層環紋。體輕、質脆、斷面有光澤。氣微，微帶有麻舌感。

生長分佈：多年生草本，莖直立，高約 50~120 cm，喜溫暖濕潤環境，喜光照、耐寒、忌積水，以腐植質壤土及砂質壤土為佳，主產於四川，湖北、河南、陝西等地亦有栽培。花期 6~7 月，果期 7~8 月。

## 三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 外側為 1~2 列後生皮層，為棕色木栓化細胞。
2. 皮層薄壁組織窄，為數層切向延長的薄壁組織。
3. 內皮層明顯成環。
4. 韌皮部散有篩管群。
5. 形成層成環，細胞類多角形。
6. 木質部導管多列，呈徑向或略呈 V 形排列。
7. 髓部明顯。薄壁細胞充滿澱粉粒。

## 四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末灰黃色。
2. 澱粉粒極多，單粒球形、長圓形或腎形，臍點狀、裂縫狀或人字狀，

直徑 10~20  $\mu\text{m}$ ；複粒由 2~15 分粒組成。偏光顯微鏡下成黑十字。

3. 後生皮層細胞表面觀類長方形或長多角形，垂周壁稍厚，有的橫向壁細波狀彎曲，有的壁呈瘤狀增厚突入細胞腔內。
4. 導管多為網紋導管及有緣孔紋導管直徑 20~50  $\mu\text{m}$ ，有的導管分子粗短拐曲或縱橫連接，有緣孔紋較密。



圖 1A 川烏藥材圖



圖 1B 川烏飲片藥材圖

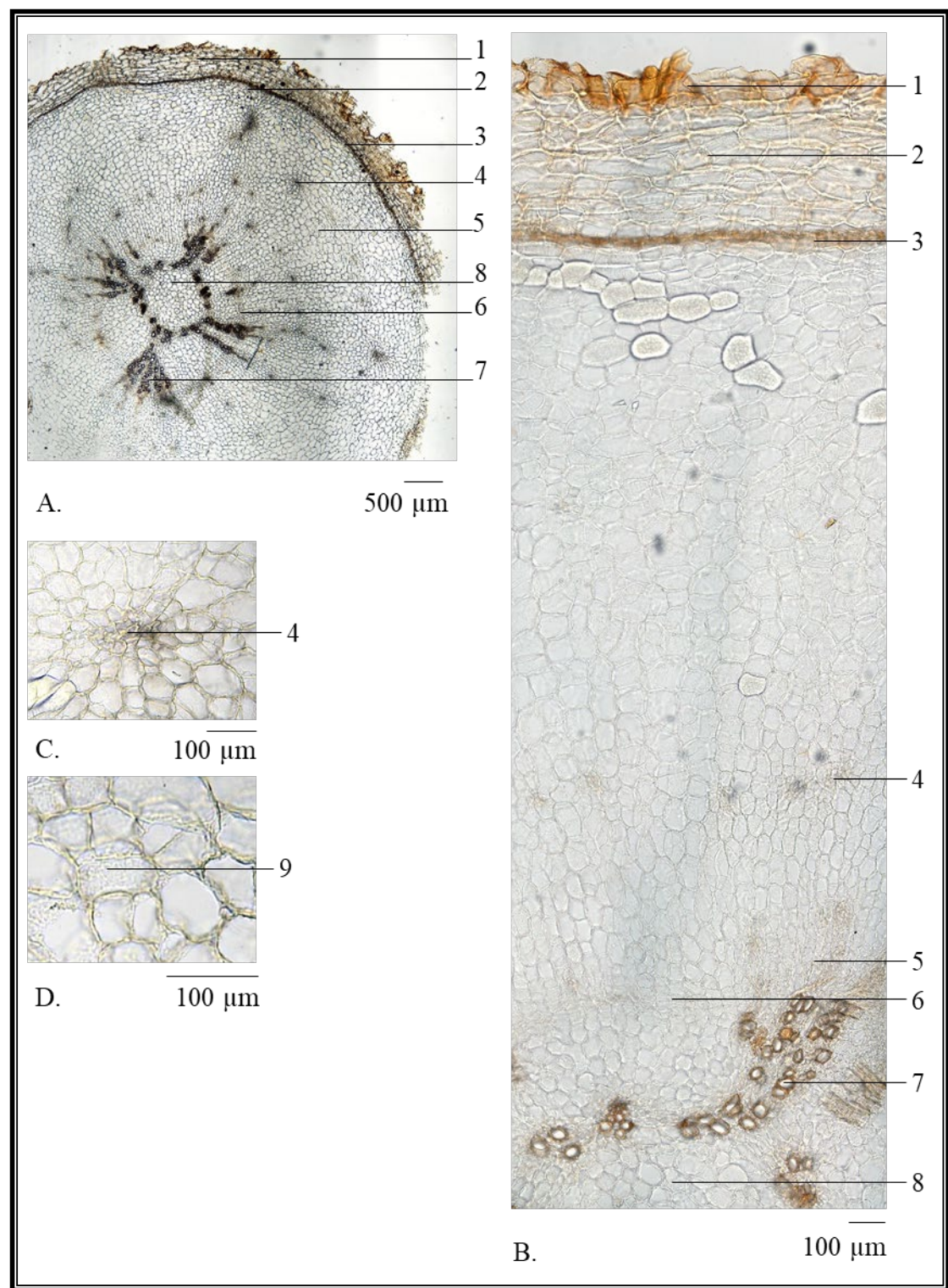


圖 2 川烏根橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.篩管群 D.薄壁細胞富含澱粉粒

1.後生皮層 2.皮層 3.內皮層 4.篩管 5.韌皮部 6.形成層 7.木質部 8.髓  
9.糊化澱粉粒

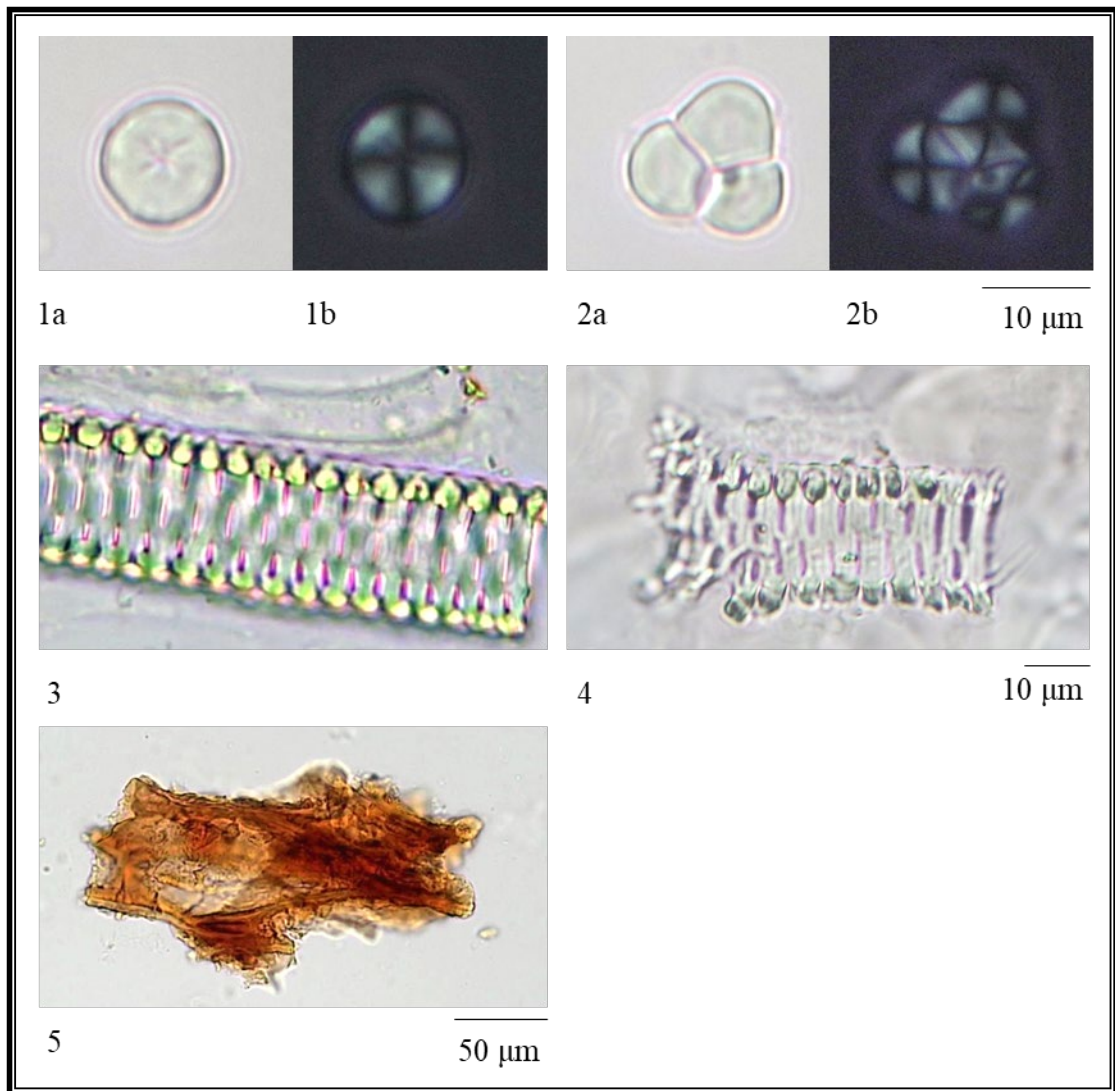


圖 3 川烏粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 澱粉粒(單粒) 2. 澱粉粒(複粒) 3. 孔紋導管 4. 網紋導管 5. 後生皮層細胞

#### 參考文獻

1. 衛生福利部臺灣中藥典第四版編輯工作小組(2021)。臺灣中藥典第四版。台北市：衛生福利部。36 頁。
2. 張永勳、何玉玲(主編)(2019)。彩色常用中藥材鑑別圖鑑。臺北市：衛生福利部，12 頁。
3. 張永勳、何玉玲(主編)(2009)。中藥彩色圖鑑。臺北市：衛生署中醫藥委員會。18 頁。
4. 張永勳、何玉玲(主編)(2015)。臺灣市售易混淆中藥鑑別圖鑑。臺北市：衛生福利部，17~20 頁。
5. 戴新民(1987)。現代本草中國藥材學上冊。啟業書局。534~538 頁。
6. 戴新民(1978)。中藥栽培法。啟業書局。202~203 頁。
7. 中華人民共和國香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部(2015)。香港中藥材標準第七冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。39~51 頁。
8. 肖培根等(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。539~541 頁。
9. 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。64~65 頁。
10. 國家藥典委員會(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。40~41 頁。
11. 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。36~37 頁。
12. 李家實(主編)(1993)。中藥鑑定學。貴州科技出版社。42~44 頁。
13. 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。34~35 頁。
14. 樓之岑、秦波(主編)(1995)。常用中藥材品種整理和質量研究第二冊。北京大學醫學出版社。142~189 頁。
15. 陳代賢、郭秋月(主編)(2017)。中藥真偽質量快速影像檢定(下冊)。北京人民衛生出版社。41~52 頁。

# 川烏 HPLC

## 一、材料

購自於臺灣各地中藥店川烏藥材共 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 2998、Photodiode Array Detector; 層析管柱 Agilent ZORBAX Extend C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)。

### (二) UPLC 儀器及層析管柱

Agilent 1290 series, 包含 Degasser (G1330B)、Quat Pump (G4220A)、DAD (G4212A)、Autosampler (G4226A)、Column Oven (G1316C.); 層析管柱 Agilent poroshell 120 EC-C18 Column (100 × 3.0 mm, 2.7 μm)。

## 三、實驗藥品及試劑來源

### (一) 試劑

乙腈(99.9%)購自於友和貿易股份有限公司；乙酸購自於 Merck；氨試液(25%)購自於 Merck。

### (二) 標準品

標準品新烏頭鹼(Mesaconitine)、烏頭鹼(Aconitine)與次烏頭鹼(Hypaconitine)購自於普思生物科技股份有限公司，純度皆 98%以上。

## 四、方法

### (一) 萃取條件

取本品粉末(過第 20 號篩網)準確稱取 2.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 25%氨試液 3 mL 和異丙醇：乙酸乙酯(1：1)混合溶液 45 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液移入 50 mL 容量瓶中，加異丙醇：乙酸乙酯(1：1)混合溶液至刻度，在 40 °C 以下減壓濃縮至乾，加 0.01% 鹽酸甲醇溶液溶解，移入 5 mL 容量瓶中，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，取濾液即得。

### (二) 萃取次數

由於萃取條件步驟複雜，只做 1 次川烏藥材萃取，步驟同萃取條件。

### (三) 對照標準品溶液

1. 準確稱取標準品新烏頭鹼 10 mg，加 10 mL 的 0.01% 鹽酸甲醇溶液製成每 1 mL 含新烏頭鹼 1000 μg 的標準品儲備溶液，並以 0.01% 鹽酸甲醇溶液稀釋至 50 μg/mL 製成對照標準品溶液。

2. 準確稱取標準品烏頭鹼 7.2 mg，加 10 mL 的 0.01% 鹽酸甲醇溶液製成每 1 mL 含烏頭鹼 720  $\mu\text{g}$  的標準品儲備溶液，並以 0.01% 鹽酸甲醇溶液稀釋至 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  製成對照標準品溶液。
3. 準確稱取標準品次烏頭鹼 6.0 mg，加 10 mL 的 0.01% 鹽酸甲醇溶液製成每 1 mL 含次烏頭鹼 600  $\mu\text{g}$  的標準品儲備溶液，並以 0.01% 鹽酸甲醇溶液稀釋至 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  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)準確稱取 2.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 25% 氨試液 3 mL 和異丙醇：乙酸乙酯(1：1)混合溶液 45 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000  $\times g$ )，以 No.1 濾紙過濾，取濾液移入 50 mL 容量瓶中，加異丙醇：乙酸乙酯(1：1)混合溶液至刻度，在 40  $^{\circ}\text{C}$  以下減壓濃縮至乾，加 0.01% 鹽酸甲醇溶液溶解，移入 5 mL 容量瓶中，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22  $\mu\text{m}$ )，取濾液即得。

#### (五) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10  $\mu\text{L}$ ，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼的含量，即得。

#### (六) 檢量線

1. 準確吸取新烏頭鹼標準品儲備液適量(1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )，以 0.01% 鹽酸甲醇溶液稀釋成含新烏頭鹼分別為 250、100、50、25、10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的標準品溶液。以上溶液各取 10  $\mu\text{L}$  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  $R^2$ 。
2. 準確吸取烏頭鹼標準品儲備液適量(720  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )，以 0.01% 鹽酸甲醇溶液稀釋成含烏頭鹼分別為 360、180、100、50、25、10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的標準品溶液。以上溶液各取 10  $\mu\text{L}$  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  $R^2$ 。
3. 準確吸取次烏頭鹼標準品儲備液適量(600  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )，以 0.01% 鹽酸甲醇溶液稀釋成含次烏頭鹼分別為 300、150、100、50、25、10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的標準品溶液。以上溶液各取 10  $\mu\text{L}$  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) 精密度試驗

1. 以新烏頭鹼濃度為 50  $\mu\text{g/mL}$  之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以新烏頭鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。
2. 以烏頭鹼濃度為 50  $\mu\text{g/mL}$  之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以烏頭鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。
3. 以次烏頭鹼濃度為 50  $\mu\text{g/mL}$  之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以次烏頭鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。

#### (八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售川烏藥材粉末，依川烏藥材檢品溶液製備方法平行製備 5 份川烏藥材檢品溶液，進樣測定，以新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售川烏藥材粉末，依川烏藥材檢品溶液製備方法製備川烏藥材檢品溶液，分別在 0、2、4、8、24 小時進樣測定，以新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼的含量為指標，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

1. 取已知新烏頭鹼含量的川烏藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 1.0 g，分別加入新烏頭鹼 0.2 mg，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知烏頭鹼含量的川烏粉末 5 份，每份準確稱取約 1.0 g，分別加入加入 1 mL 的烏頭鹼溶液(50  $\mu\text{g/mL}$ )，並按檢品溶液製備方法操作測定。
3. 取已知次烏頭鹼含量的川烏藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 1.0 g，分別加入次烏頭鹼 0.4 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 Extend C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 235 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

| 時間(min) | 乙腈(%) | 0.2%乙酸(含 25%氨試液)(v/v, %) |
|---------|-------|--------------------------|
| 0       | 24    | 76                       |
| 5       | 31    | 69                       |
| 20      | 45    | 55                       |
| 40      | 78    | 22                       |
| 50      | 100   | 0                        |

\*取 2 mL 乙酸配成 1000 mL 乙酸水溶液再加入 10 mL 氨試液(25%) (pH 值約 10.02)。

(十二) 臺灣市售川烏藥材含量測定

取 10 批市售川烏藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μL 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼的百分比含量。

(十三) 川烏檢品之 UPLC 分析條件

1. 層析管：Agilent Poroshell 120 EC-C18 Column (100 x 3.0 mm, 2.7 μm)
2. 檢測波長：UV 235 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：

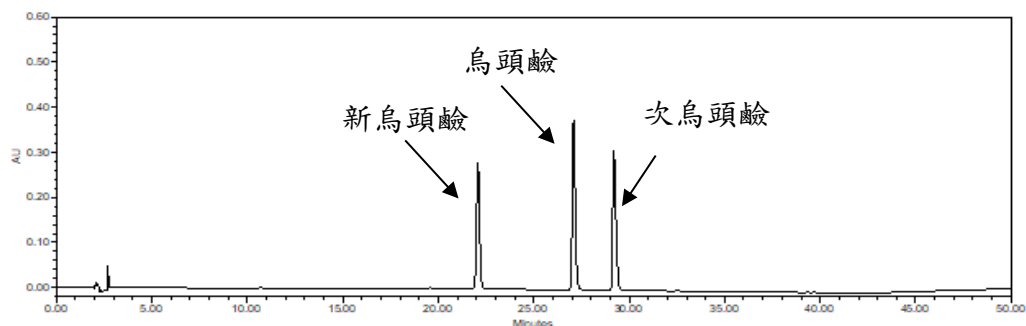
| 時間(min) | 乙腈(%) | 0.2%乙酸(含 25%氨試液)(v/v, %) |
|---------|-------|--------------------------|
| 0       | 24    | 76                       |
| 1       | 31    | 69                       |
| 6       | 45    | 55                       |
| 12      | 78    | 22                       |
| 15      | 100   | 0                        |

\*取 2 mL 乙酸配成 1000 mL 乙酸水溶液再加入 10 mL 氨試液(25%) (pH 值約 10.02)。

## 五、結果

### (一) 標準品新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼之 HPLC 層析

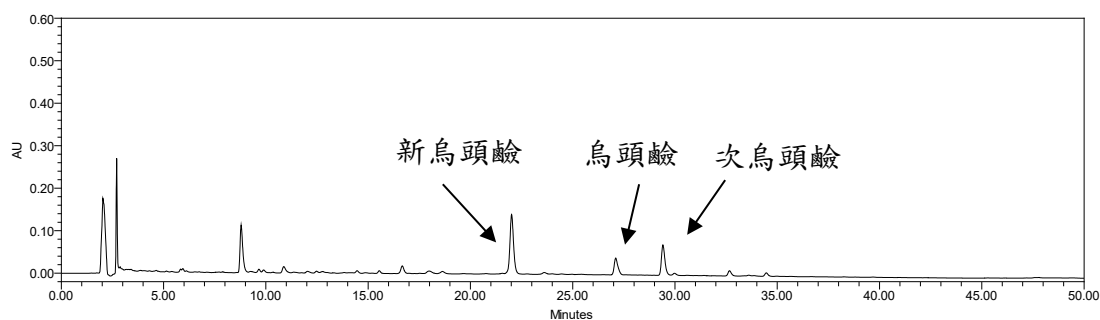
於滯留時間 22.1、27.1 與 29.2 分鐘處分別顯示新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼標準品波峰(圖一)。



圖一、新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼標準品溶液之 HPLC 層析圖

### (二) 市售川烏藥材檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 22.0、27.1 與 29.4 分鐘處分別顯示川烏藥材檢品中新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼波峰(圖二)。新烏頭鹼分離率( $R$ )為 3.28，拖尾因子( $T$ )為 1.10；烏頭鹼分離率( $R$ )為 1.62，拖尾因子( $T$ )為 1.20；次烏頭鹼分離率( $R$ )為 7.01，拖尾因子( $T$ )為 1.19。



圖二、市售川烏藥材檢品之 HPLC 層析圖

表一、新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼之分離率與拖尾因子

|      | 新烏頭鹼 | 烏頭鹼  | 次烏頭鹼 |
|------|------|------|------|
| 分離率  | 3.28 | 1.62 | 7.01 |
| 拖尾因子 | 1.10 | 1.20 | 1.19 |

### (三) 萃取條件

結果顯示以 25% 氨試液 3 mL 和 異丙醇：乙酸乙酯(1：1) 混合溶液為溶媒時所測得之新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼的波峰面積為佳。

表二、萃取條件

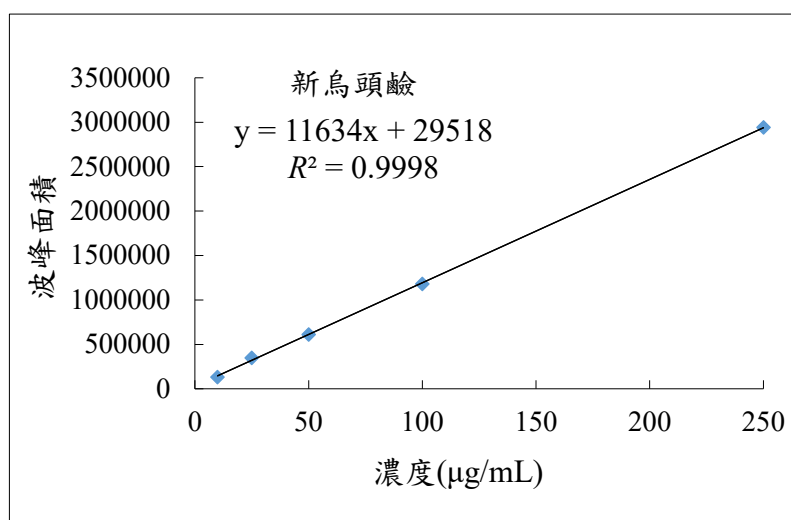
| 溶媒                                    | 新烏頭鹼<br>波峰面積 | 烏頭鹼<br>波峰面積 | 次烏頭鹼<br>波峰面積 |
|---------------------------------------|--------------|-------------|--------------|
| 25% 氨試液 3 mL 和 異丙醇：<br>乙酸乙酯(1：1) 混合溶液 | 249150       | 96511       | 824484       |

### (四) 萃取次數

由於萃取條件步驟複雜，只做 1 次川烏藥材萃取，結果同表二。

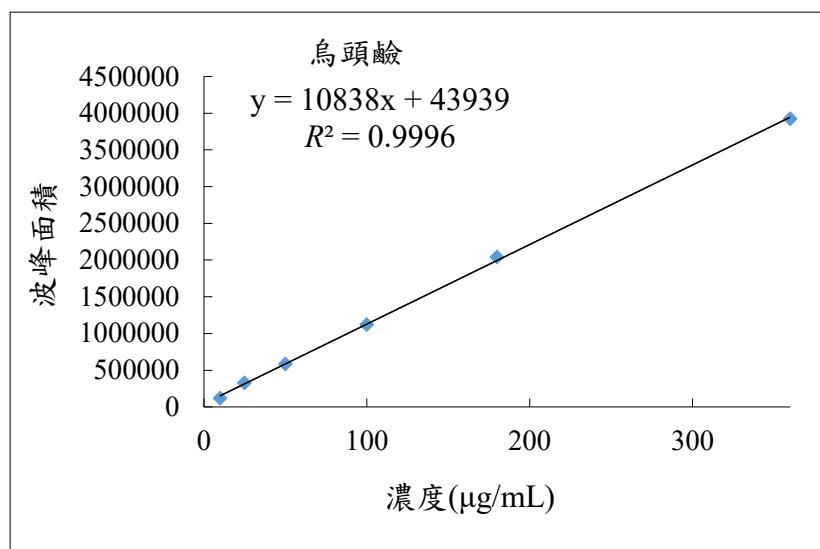
### (五) 標準品新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼檢量線

1. 經不同濃度新烏頭鹼(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  $y = 11634x + 29518$ ， $R^2 = 0.9998$ ，顯示濃度在 10–250  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖三)。



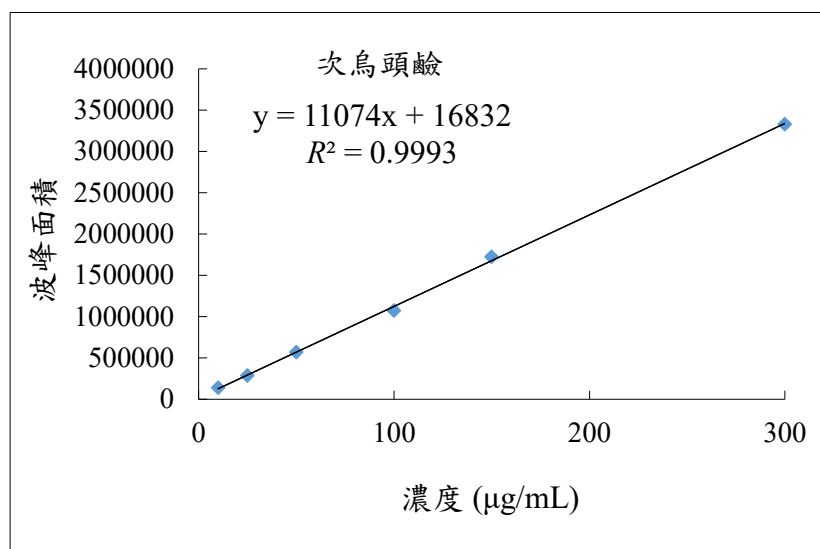
圖三、新烏頭鹼之檢量線圖

2. 經不同濃度烏頭鹼(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  $y = 10838x + 43939$ ， $R^2 = 0.9996$ ，顯示濃度在 10–360  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖四)。



圖四、烏頭鹼之檢量線圖

3. 經不同濃度次烏頭鹼(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  $y = 11074x + 16832$ ， $R^2 = 0.9993$ ，顯示濃度在 10–300  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖五)。



圖五、次烏頭鹼之檢量線圖

表三、新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼之檢量線方程式

| 對照標準品 | 濃度( $\mu\text{g/mL}$ ) | 線性回歸方程式              | $R^2$  |
|-------|------------------------|----------------------|--------|
| 新烏頭鹼  | 10–250                 | $y = 11634x + 29518$ | 0.9998 |
| 烏頭鹼   | 10–360                 | $y = 10838x + 43939$ | 0.9996 |
| 次烏頭鹼  | 10–300                 | $y = 11074x + 16832$ | 0.9993 |

#### (六) 精密度試驗

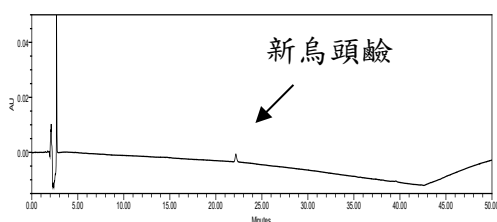
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼精密度之相對標準差分別為 0.24%、0.87%與 0.16%，均在系統適用性要求內。

#### (七) 重複性與穩定性試驗

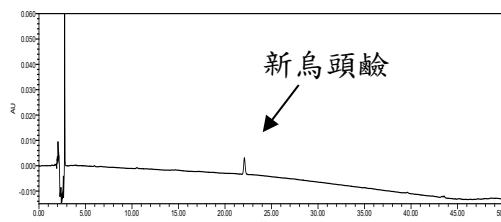
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼重複性之相對標準差分別為 1.76%、3.31%與 1.47%，均在系統適用性要求內。新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差分別為 1.26%、3.11%與 1.32%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

#### (八) 偵測極限與定量極限試驗

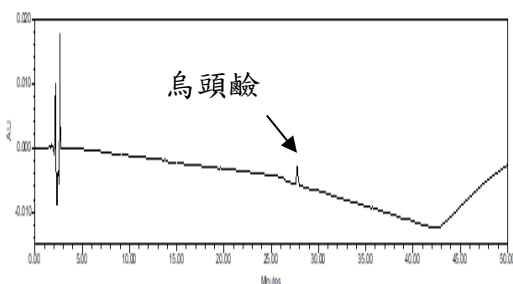
新烏頭鹼偵測極限為  $0.2 \mu\text{g/mL}$  (圖六)，定量極限為  $1.0 \mu\text{g/mL}$  (圖七)。烏頭鹼偵測極限為  $0.2 \mu\text{g/mL}$  (圖八)，定量極限為  $0.5 \mu\text{g/mL}$  (圖九)次烏頭鹼偵測極限為  $0.5 \mu\text{g/mL}$  (圖十)，定量極限為  $2.0 \mu\text{g/mL}$  (圖十一)。



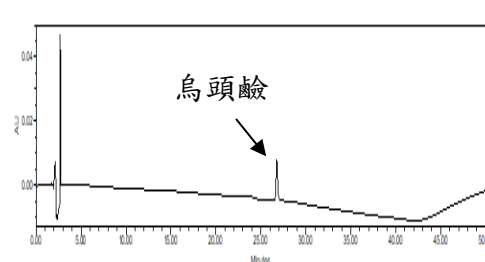
圖六、新烏頭鹼之偵測極限層析圖



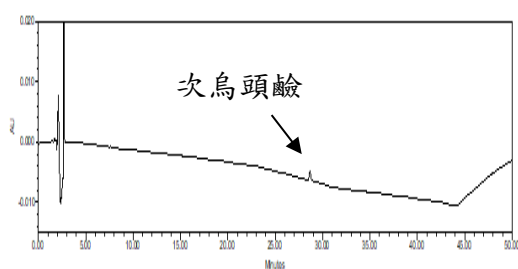
圖七、新烏頭鹼之定量極限層析圖



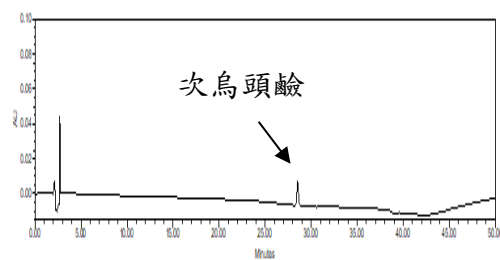
圖八、烏頭鹼之偵測極限層析圖



圖九、烏頭鹼之定量極限層析圖



圖十、次烏頭鹼之偵測極限層析圖



圖十一、次烏頭鹼之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

| 檢測項目       | 新烏頭鹼       |            | 烏頭鹼        |            |
|------------|------------|------------|------------|------------|
|            | 濃度         | R.S.D. (%) | 濃度         | R.S.D. (%) |
| 精密度 (n=5)  | 50 µg/mL   | 0.24       | 50 µg/mL   | 0.87       |
| 重複性 (n=5)  | 檢品溶液(No.6) | 1.76       | 檢品溶液(No.6) | 3.31       |
| 穩定性 (n=5)  | 檢品溶液(No.6) | 1.26       | 檢品溶液(No.6) | 3.11       |
| 偵測極限 (n=1) | 0.2 µg/mL  | -          | 0.2 µg/mL  | -          |
| 定量極限 (n=1) | 1.0 µg/mL  | -          | 0.5 µg/mL  | -          |
| 檢測項目       | 次烏頭鹼       |            |            |            |
|            | 濃度         | R.S.D. (%) |            |            |
| 精密度 (n=5)  | 50 µg/mL   | 0.16       |            |            |
| 重複性 (n=5)  | 檢品溶液(No.6) | 1.47       |            |            |
| 穩定性 (n=5)  | 檢品溶液(No.6) | 1.32       |            |            |
| 偵測極限 (n=1) | 0.5 µg/mL  | -          |            |            |
| 定量極限 (n=1) | 2.0 µg/mL  | -          |            |            |

(九) 添加回收率試驗

新烏頭鹼平均添加回收率為 94.7%，相對標準偏差為 2.40% (表五)。烏頭鹼平均添加回收率為 93.1%，相對標準偏差為 2.13% (表六)。次烏頭鹼平均添加回收率為 91.7%，相對標準偏差為 1.69% (表七)。

表五、新烏頭鹼添加回收率

| 編號 | 藥材稱重<br>(g) | 含有量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 測得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收<br>率(%) | R.S.D.<br>(%) |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|---------------|
| 1  | 1.02        | 0.1389      | 0.2         | 0.3258      | 93.43      | 94.69        | 2.40          |
| 2  | 1.02        | 0.1389      | 0.2         | 0.3236      | 92.34      |              |               |
| 3  | 1.02        | 0.1389      | 0.2         | 0.3299      | 92.50      |              |               |
| 4  | 1.02        | 0.1389      | 0.2         | 0.3269      | 93.98      |              |               |
| 5  | 1.02        | 0.1389      | 0.2         | 0.3353      | 98.22      |              |               |

表六、烏頭鹼添加回收率試驗

| 編號 | 藥材稱重<br>(g) | 含有量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 測得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收<br>率(%) | R.S.D.<br>(%) |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|---------------|
| 1  | 1.02        | 0.0625      | 0.05        | 0.1082      | 91.49      | 93.14        | 2.13          |
| 2  | 1.02        | 0.0625      | 0.05        | 0.1107      | 96.39      |              |               |
| 3  | 1.02        | 0.0625      | 0.05        | 0.1084      | 91.76      |              |               |
| 4  | 1.02        | 0.0625      | 0.05        | 0.1088      | 92.54      |              |               |
| 5  | 1.02        | 0.0625      | 0.05        | 0.1093      | 93.54      |              |               |

表七、次烏頭鹼添加回收率

| 編號 | 藥材稱重<br>(g) | 含有量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 測得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收<br>率(%) | R.S.D.<br>(%) |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|---------------|
| 1  | 1.02        | 0.4679      | 0.4         | 0.8421      | 93.56      | 91.72        | 1.69          |
| 2  | 1.02        | 0.4679      | 0.4         | 0.8273      | 89.84      |              |               |
| 3  | 1.02        | 0.4679      | 0.4         | 0.8376      | 92.42      |              |               |
| 4  | 1.02        | 0.4679      | 0.4         | 0.8295      | 90.41      |              |               |
| 5  | 1.02        | 0.4679      | 0.4         | 0.8375      | 92.40      |              |               |

(十) 臺灣市售川烏含量測定

10 批川烏藥材之含量測定結果(乾燥品)如表八所示，新烏頭鹼的含量為 0.005–0.024%，烏頭鹼的含量為 0.001–0.009%，次烏頭鹼的含量為 0.018–0.039%，新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼的總含量為 0.024–0.065%。建議川烏藥材指標成分新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼的總含量在 0.05–0.17%之間。理論板數按新烏頭鹼波峰計算應不低於 5000 (實際值為 77907)，烏頭鹼波峰計算應不低於 5000 (實際值為 110513)，次烏頭鹼波峰計算應不低於 5000 (實際值為 147771)。

表八、臺灣市售川烏藥材檢品之新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼的含量

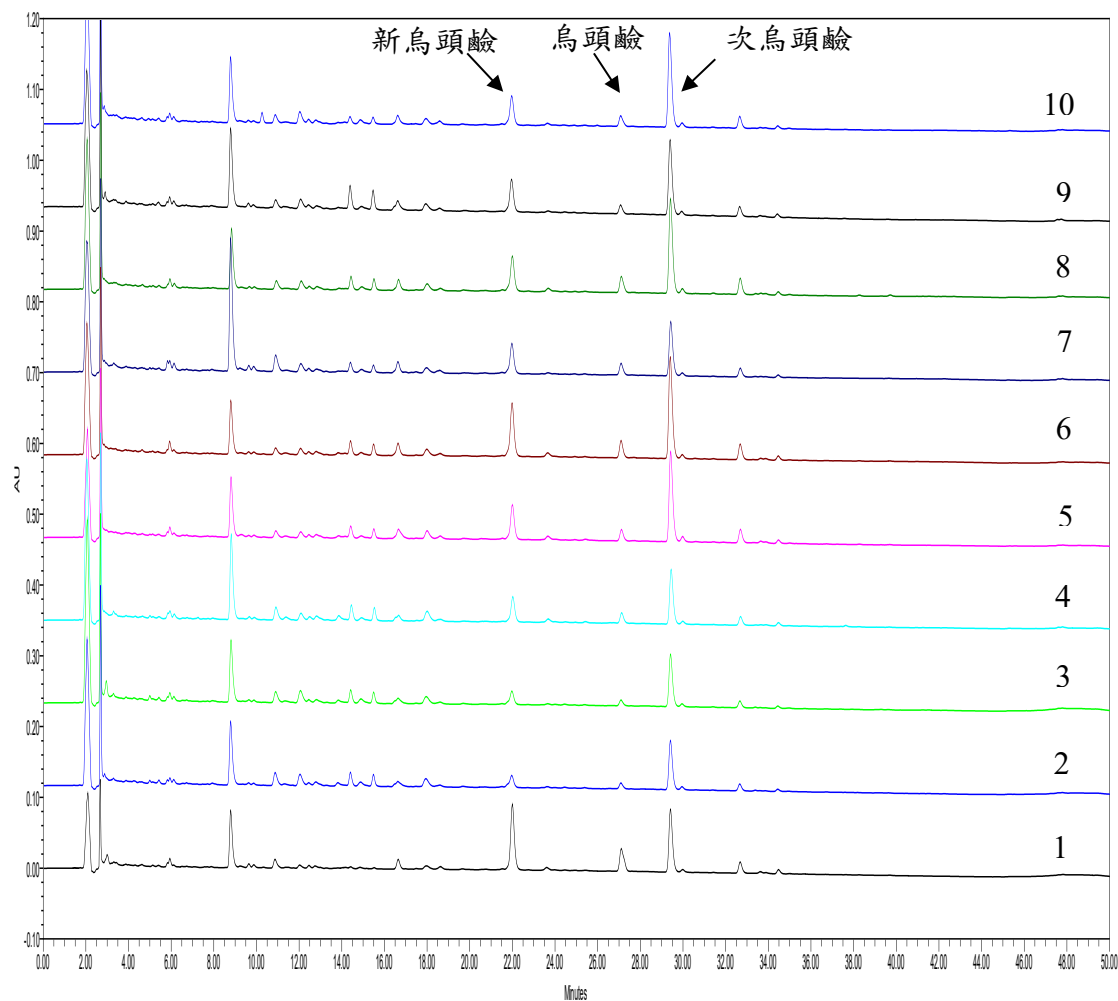
| 藥材編號<br>(No.) | 新烏頭鹼<br>含量(%) | 烏頭鹼<br>含量(%) | 次烏頭鹼<br>含量(%) | 新烏頭鹼+烏頭鹼+<br>次烏頭鹼總含量(%) |
|---------------|---------------|--------------|---------------|-------------------------|
| 1 (NDB)       | 0.024         | 0.009        | 0.023         | 0.057                   |
| 2 (NF-1)      | 0.005         | 0.001        | 0.018         | 0.024                   |
| 3 (NF-2)      | 0.005         | 0.001        | 0.019         | 0.026                   |
| 4 (NJ)        | 0.009         | 0.003        | 0.020         | 0.033                   |
| 5 (CA-1)      | 0.013         | 0.003        | 0.034         | 0.050                   |
| 6 (CA-2)      | 0.021         | 0.005        | 0.039         | 0.065                   |
| 7 (SGA)       | 0.012         | 0.003        | 0.020         | 0.035                   |
| 8 (SUA)       | 0.014         | 0.006        | 0.036         | 0.055                   |
| 9 (SUB)       | 0.012         | 0.002        | 0.028         | 0.043                   |
| 10 (SUC)      | 0.011         | 0.003        | 0.036         | 0.050                   |
| 平均值±S.D.      | 0.013±0.006   | 0.004±0.002  | 0.027±0.008   | 0.044±0.014             |

(十一) 川烏藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售川烏檢品溶液各 10  $\mu$ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Agilent ZORBAX Extend C18 Column (250  $\times$  4.6 mm, 5  $\mu$ m)
2. 檢測波長：UV 235 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35  $^{\circ}$ C
5. 注入量：10  $\mu$ L
6. 移動相：

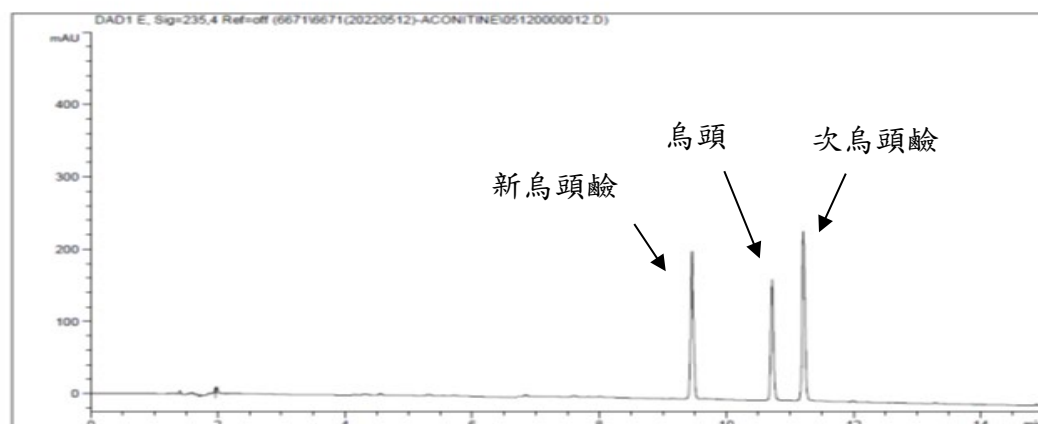
| 時間(min) | 乙腈(%) | 0.2%乙酸(含 25%氨試液)(v/v, %) |
|---------|-------|--------------------------|
| 0       | 24    | 76                       |
| 5       | 31    | 69                       |
| 20      | 45    | 55                       |
| 40      | 78    | 22                       |
| 50      | 100   | 0                        |



圖十二、10 批川烏藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼之 UPLC 層析

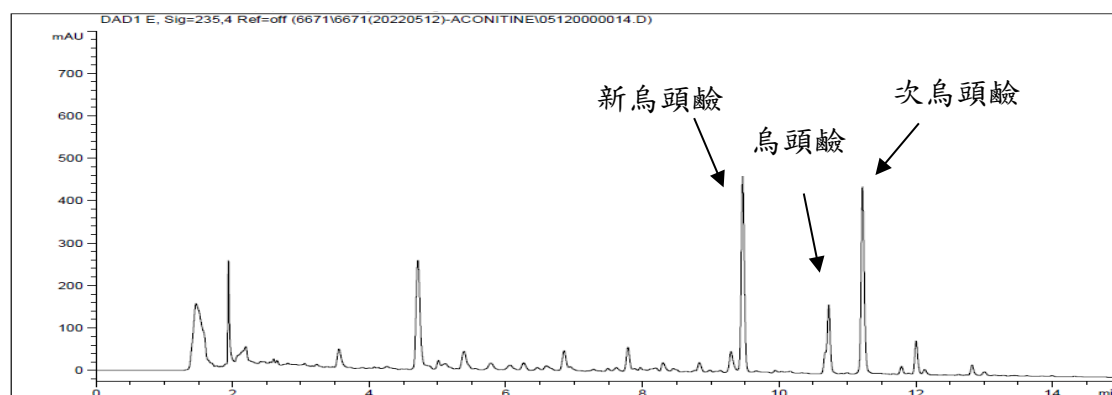
於滯留時間 9.46、10.7 與 11.2 分鐘處顯示新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼標準品波峰(圖十三)。



圖十三、新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售川烏檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 9.46、10.7 與 11.2 分鐘處分別顯示川烏檢品中新烏頭鹼、烏頭鹼與次烏頭鹼波峰(圖十四)。

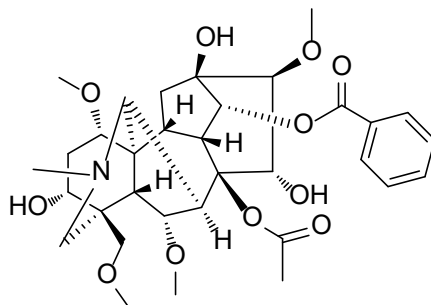


圖十四、市售川烏檢品之 UPLC 層析圖

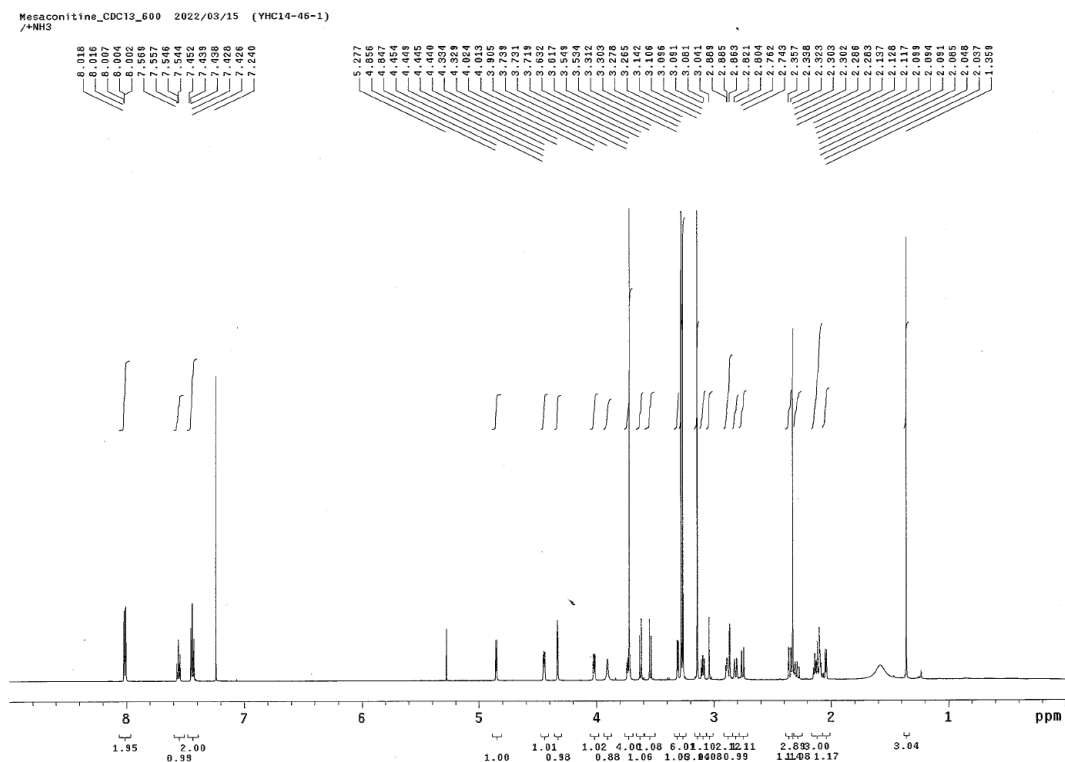
(十四) 新烏頭鹼的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{33}H_{45}NO_{11}$ ；分子量：631.7；熔點：208–210 °C；白色粉末。

(十五) 新烏頭鹼的結構

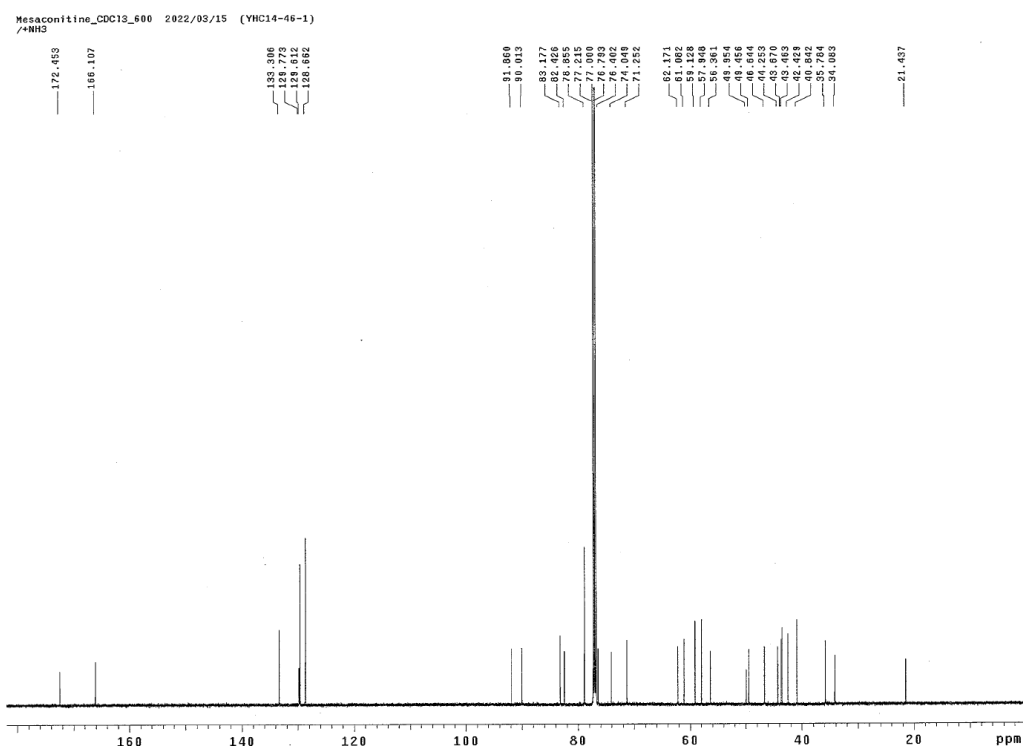


(十六) 新烏頭鹼的  $^1H$  NMR 圖譜



圖十五、新烏頭鹼的  $^1H$  NMR 圖譜( $CDCl_3$ )

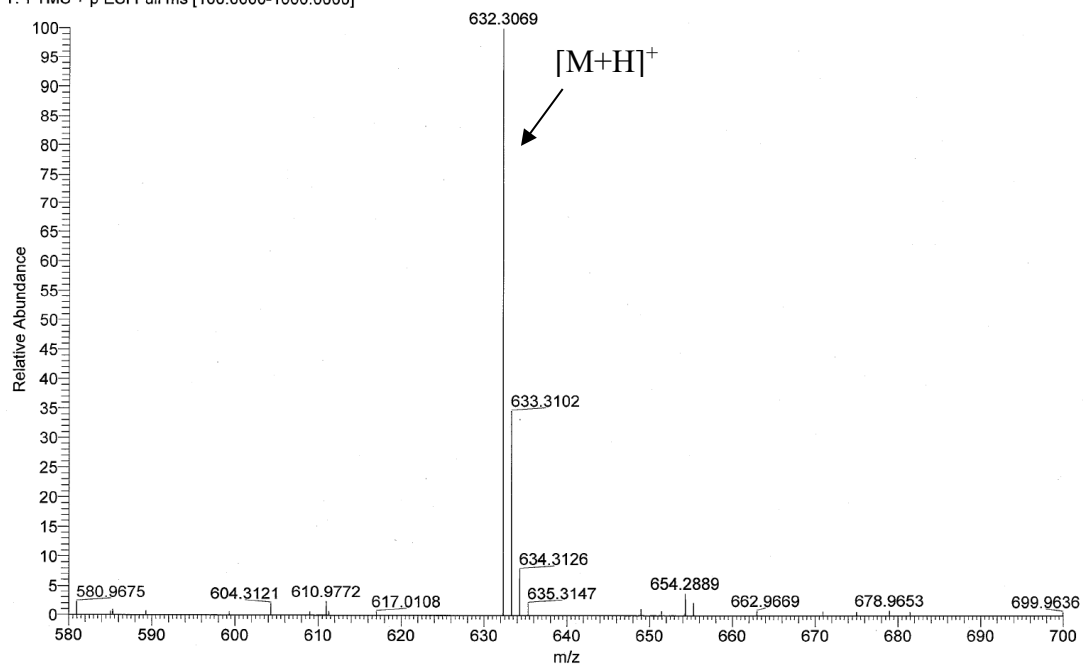
### (十七) 新烏頭鹼的 $^{13}\text{C}$ NMR 圖譜



圖十六、新烏頭鹼的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜( $\text{CDCl}_3$ )

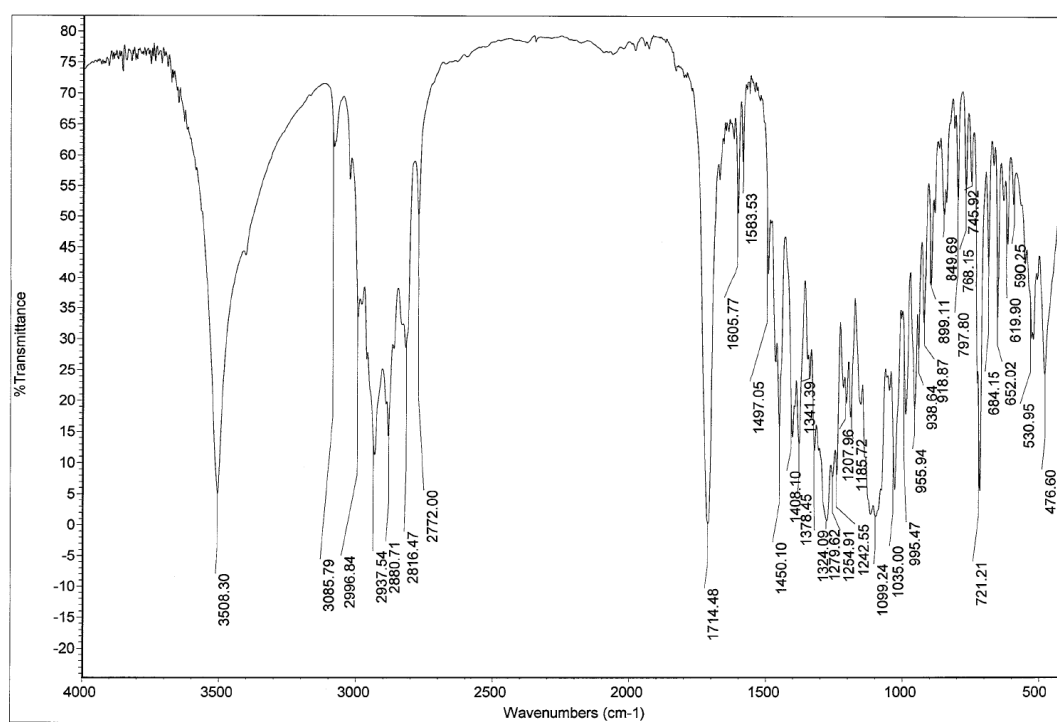
### (十八) 新烏頭鹼的 ESI-MS 圖譜

YHC14-46-5 #221 RT: 2.14 AV: 1 NL: 1.10E7  
T: FTMS + p ESI Full ms [100.0000-1000.0000]



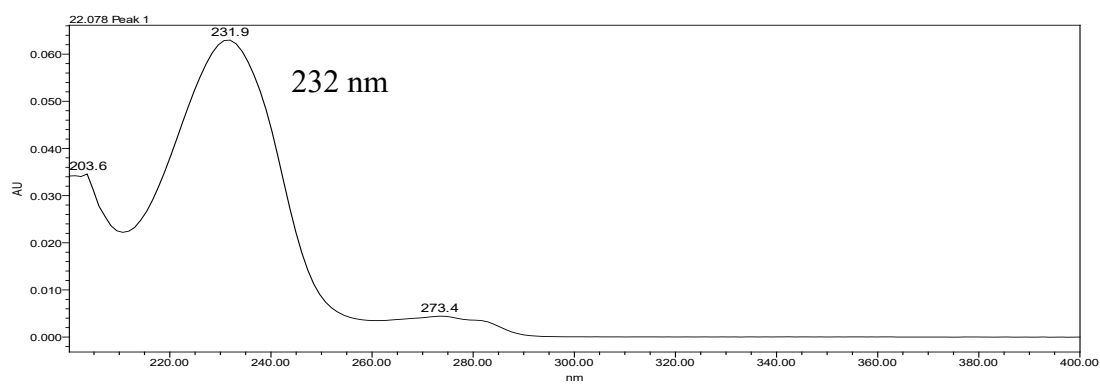
圖十七、新烏頭鹼的 ESI-MS 圖譜

(十九) 新烏頭鹼的 FTIR 圖譜



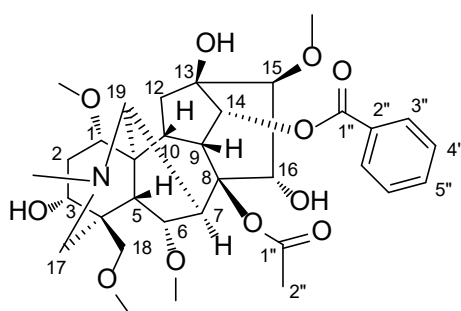
圖十八、新烏頭鹼的 FTIR 圖譜

(二十) 新烏頭鹼的 UV 圖譜



圖十九、新烏頭鹼的 UV 圖譜

(二十一) 新烏頭鹼的氫、碳化學位移



新烏頭鹼

表九、新烏頭鹼氫、碳化學位移(CDCl<sub>3</sub>)<sup>a</sup>

| position | $\delta_H$ (600 MHz)           | $\delta_C$ (150 MHz) |
|----------|--------------------------------|----------------------|
| 1        | 3.09 (dd, 9.0, 6.6)            | 82.4                 |
| 2        | 2.10–2.15 (m), 2.27–2.30 (m)   | 34.1                 |
| 3        | 3.74 (d, 4.8)                  | 71.3                 |
| 4        | -                              | 43.5                 |
| 5        | 2.04 (d, 6.6)                  | 46.6                 |
| 6        | 4.02 (d, 6.6)                  | 83.2                 |
| 7        | 2.86 (s)                       | 43.7                 |
| 8        | -                              | 91.9                 |
| 9        | 2.88–2.90 (m)                  | 44.3                 |
| 10       | 2.09–2.11 (m)                  | 40.8                 |
| 11       | -                              | 50.0                 |
| 12       | 2.09–2.12 (m), 2.80–2.84 (m)   | 35.9                 |
| 13       | -                              | 74.0                 |
| 14       | 4.85 (d, 6.6)                  | 78.9                 |
| 15       | 3.31 (d, 5.4)                  | 90.0                 |
| 16       | 4.45 (dd, 5.4, 3.0)            | 78.9                 |
| 17       | 2.35 (d, 11.4), 2.76 (d, 11.4) | 49.5                 |
| 18       | 3.54 (d, 9.0), 3.62 (d, 9.0)   | 76.4                 |
| 19       | 3.04 (s)                       | 62.2                 |
| 1'       | -                              | 172.5                |
| 2'       | 1.36 (s)                       | 21.4                 |
| 1''      | -                              | 166.1                |
| 2''      | -                              | 129.8                |
| 3'', 7'' | 8.01 (dd, 8.4, 1.2)            | 129.6                |
| 4'', 6'' | 7.44 (t, 8.4)                  | 128.7                |
| 5''      | 7.54–7.57 (m)                  | 133.3                |

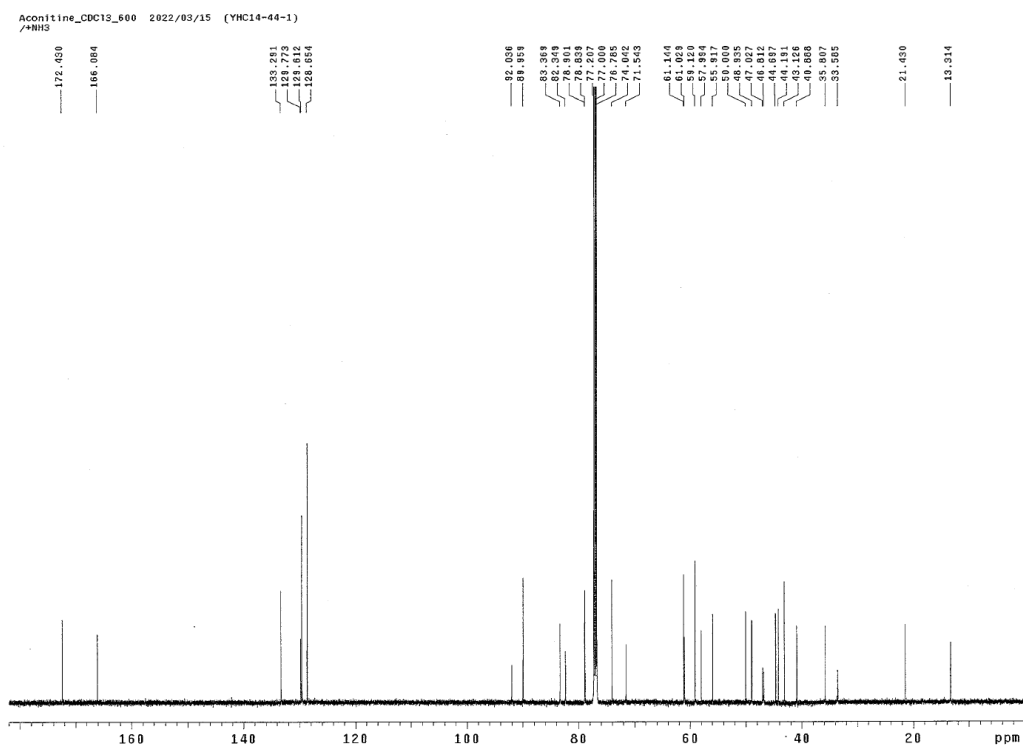
|                     |               |      |
|---------------------|---------------|------|
| N-CH <sub>3</sub>   | 2.32 (s)      | 42.4 |
| 1-OCH <sub>3</sub>  | 3.27 (s)      | 56.4 |
| 6-OCH <sub>3</sub>  | 3.14 (s)      | 57.9 |
| 15-OCH <sub>3</sub> | 3.72 (s)      | 61.1 |
| 16-OH               | 4.33 (d, 3.0) | -    |
| 18-OCH <sub>3</sub> | 3.28 (s)      | 59.1 |

---

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

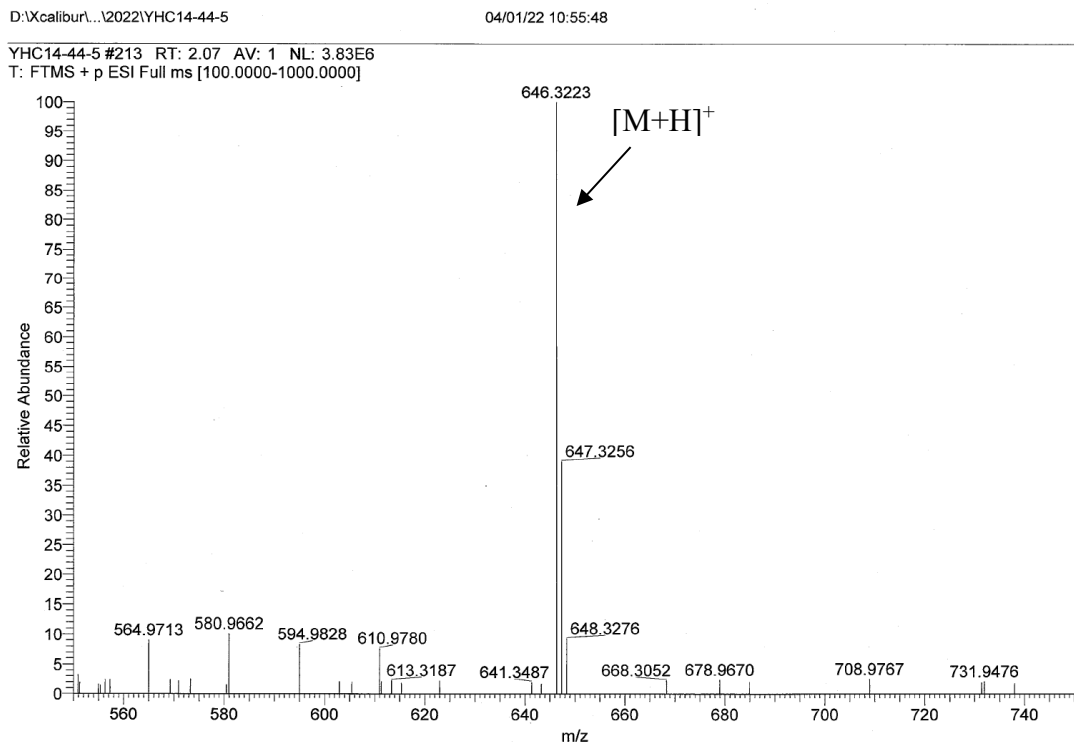


## (二十五) 烏頭鹼的 $^{13}\text{C}$ NMR 圖譜



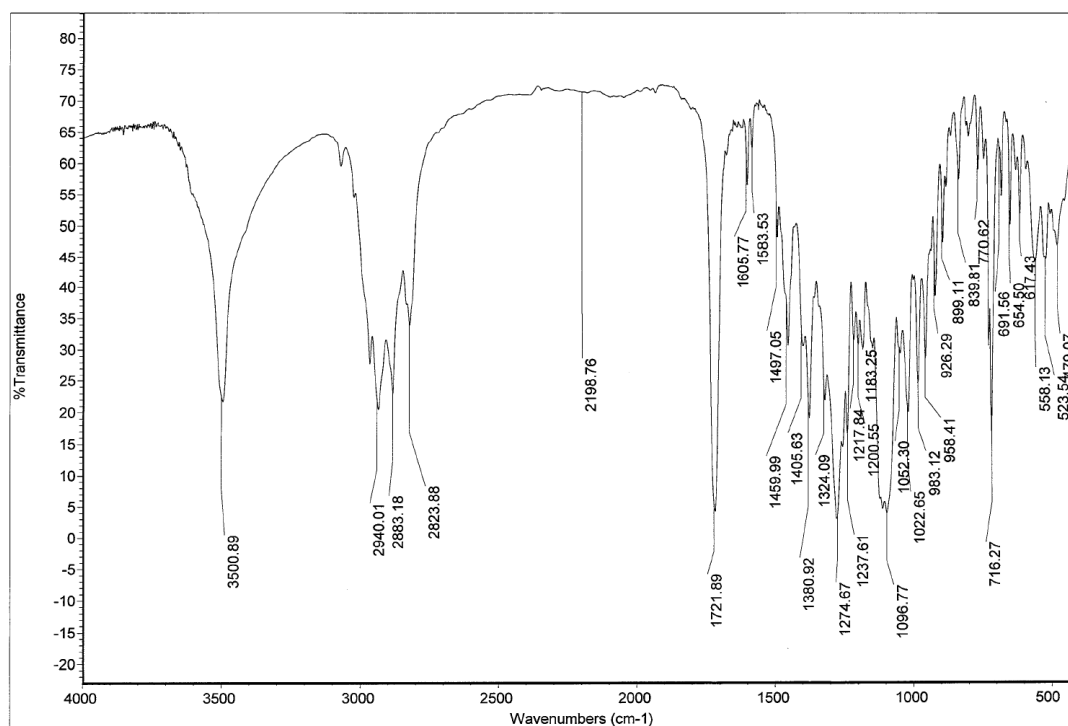
圖二十一、烏頭鹼的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜( $\text{CDCl}_3$ )

## (二十六) 烏頭鹼的 ESI-MS 圖譜



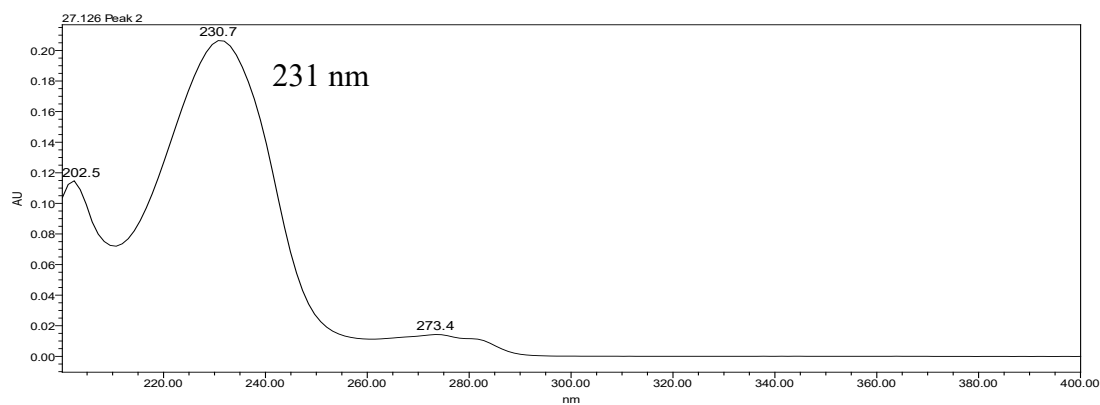
圖二十二、烏頭鹼的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 烏頭鹼的 FTIR 圖譜



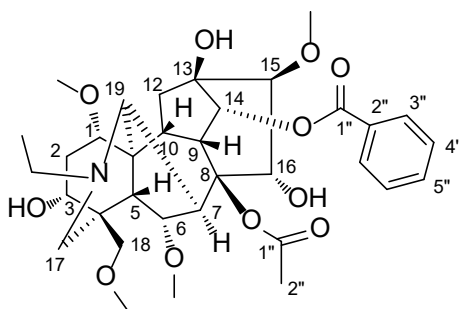
圖二十三、烏頭鹼的 FTIR 圖譜

(二十八) 烏頭鹼的 UV 圖譜



圖二十四、烏頭鹼的 UV 圖譜

(二十九) 烏頭鹼的氫、碳化學位移



烏頭鹼

表十、烏頭鹼的氫、碳化學位移(CDCl<sub>3</sub>)<sup>a</sup>

| position | $\delta_H$ (600 MHz)         | $\delta_C$ (150 MHz) |
|----------|------------------------------|----------------------|
| 1        | 3.11 (dd, 7.8, 6.0)          | 82.3                 |
| 2        | 1.97–2.00 (m), 2.35–2.40 (m) | 33.6                 |
| 3        | 3.75 (dd, 9.6, 4.8)          | 71.5                 |
| 4        | -                            | 43.1                 |
| 5        | 2.07–2.10 (m)                | 46.8                 |
| 6        | 4.02 (d, 6.6)                | 83.4                 |
| 7        | 2.82 (s)                     | 44.7                 |
| 8        | -                            | 92.0                 |
| 9        | 2.86–2.89 (m)                | 44.2                 |
| 10       | 2.09–2.11 (m)                | 40.9                 |
| 11       | -                            | 50.0                 |
| 12       | 2.08–2.15 (m), 2.68–2.74 (m) | 35.8                 |
| 13       | -                            | 74.0                 |
| 14       | 4.86 (d, 5.4)                | 78.8*                |
| 15       | 3.32 (d, 5.4)                | 90.0                 |
| 16       | 4.45 (dd, 5.4, 2.4)          | 78.9*                |
| 17       | 2.32–2.37 (m), 2.86–2.89 (m) | 47.0                 |
| 18       | 3.48 (d, 9.0), 3.61 (d, 9.0) | 76.8                 |
| 19       | 3.09 (s)                     | 61.0                 |
| 1'       | -                            | 172.4                |
| 2'       | 1.37 (s)                     | 21.4                 |
| 1''      | -                            | 166.1                |
| 2''      | -                            | 129.8                |
| 3'', 7'' | 8.01 (dd, 7.8, 1.2)          | 129.6                |
| 4'', 6'' | 7.44 (t, 8.4)                | 128.7                |

|                                            |                              |       |
|--------------------------------------------|------------------------------|-------|
| 5''                                        | 7.54–7.57 (m)                | 133.3 |
| N- <u>CH</u> <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>  | 2.35–2.40 (m), 2.68–2.74 (m) | 48.9  |
| N-CH <sub>2</sub> - <u>CH</u> <sub>3</sub> | 1.08 (s)                     | 13.3  |
| 1-OCH <sub>3</sub>                         | 3.25 (s)                     | 55.9  |
| 6-OCH <sub>3</sub>                         | 3.15 (s)                     | 58.0  |
| 15-OCH <sub>3</sub>                        | 3.73 (s)                     | 61.1  |
| 16-OH                                      | 4.37 (d, 2.4)                | -     |
| 18-OCH <sub>3</sub>                        | 3.28 (s)                     | 59.1  |

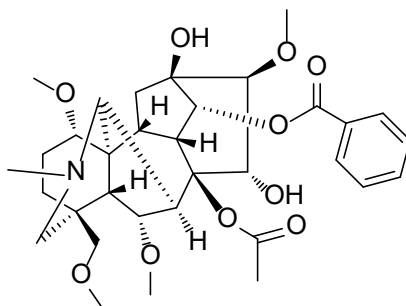
---

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

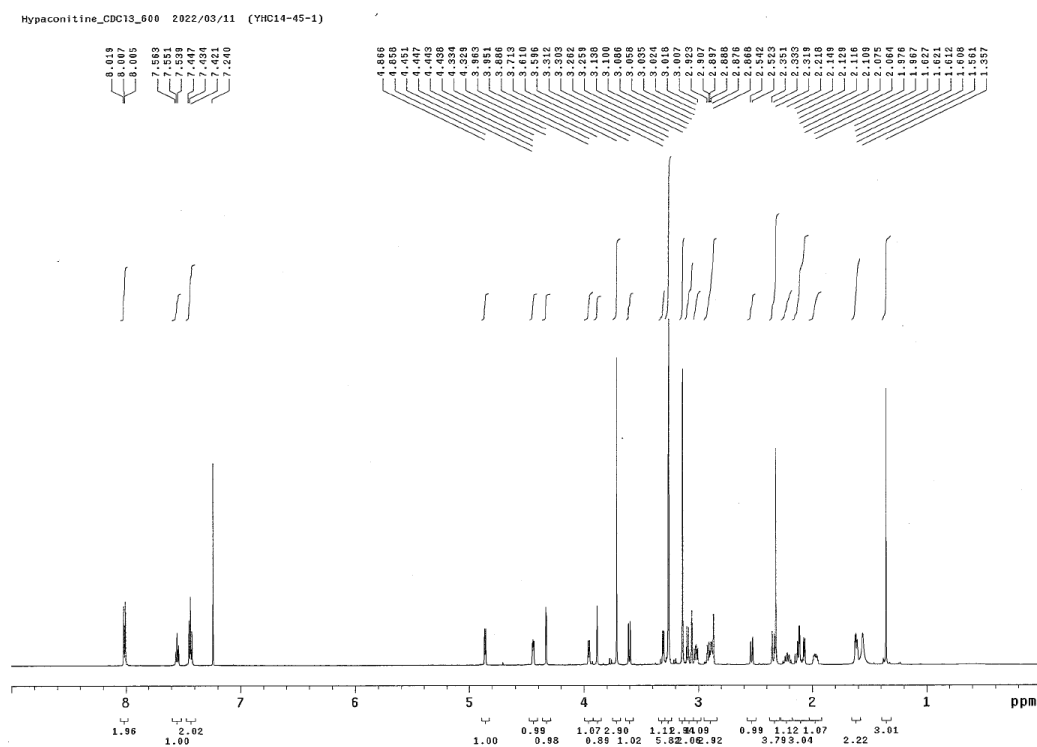
(三十) 次烏頭鹼的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{33}H_{45}NO_{10}$ ；分子量：615.7；熔點：198–200 °C；白色粉末。

(三十一) 次烏頭鹼的結構

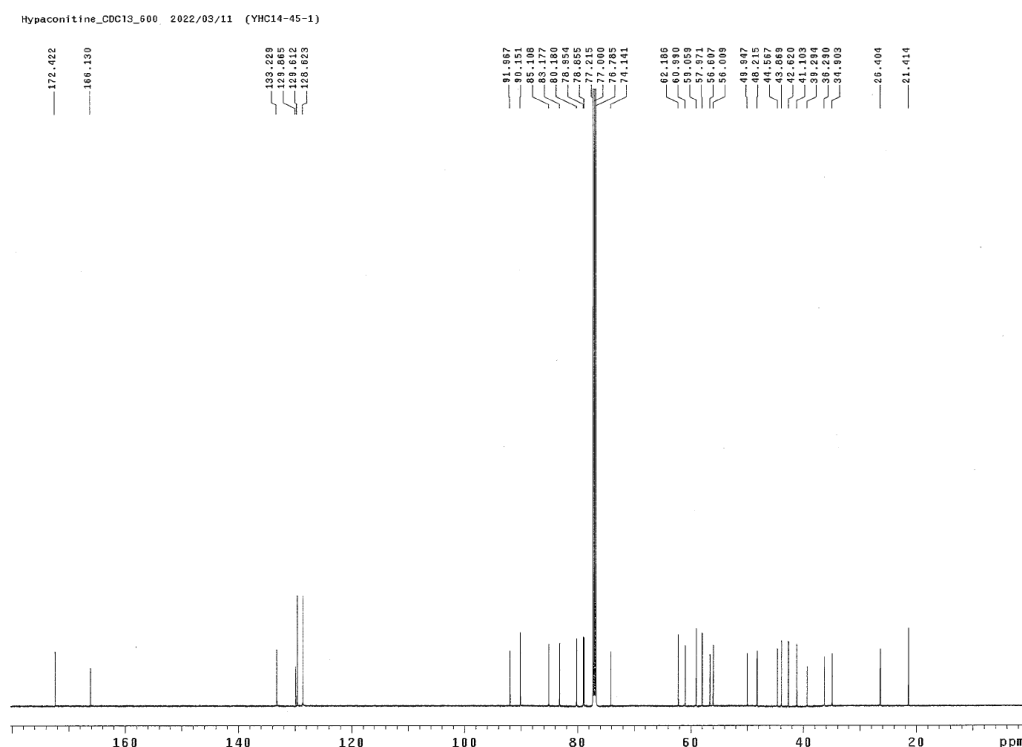


(三十二) 次烏頭鹼的  $^1H$  NMR 圖譜



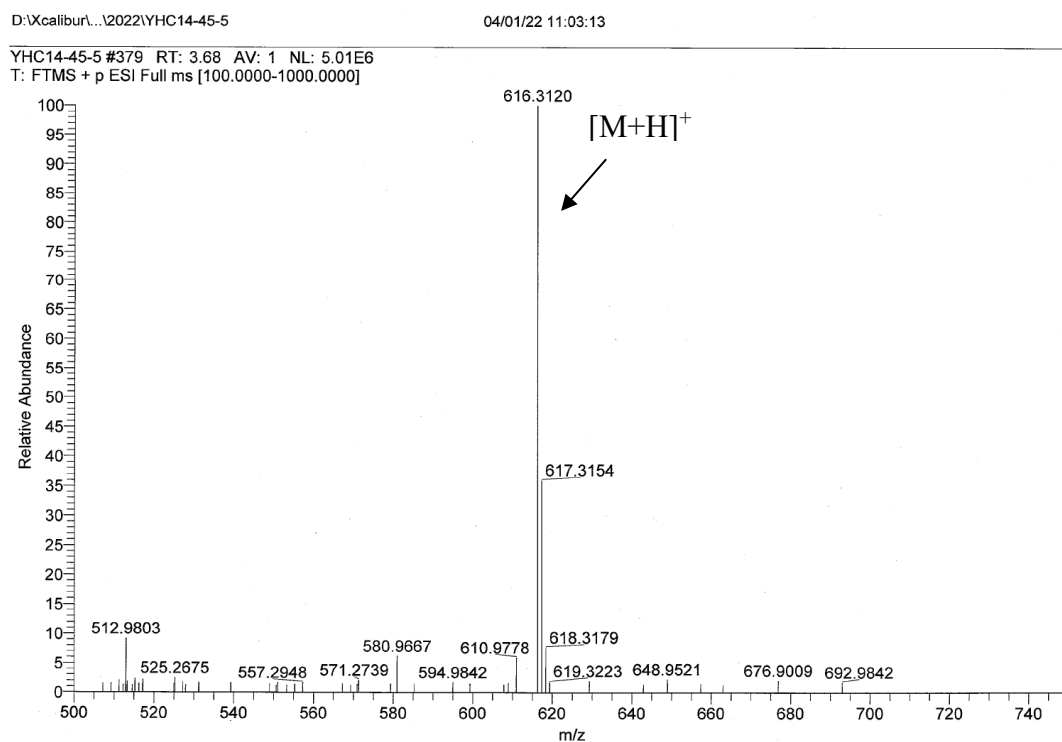
圖二十五、次烏頭鹼的  $^1H$  NMR 圖譜( $CDCl_3$ )

### (三十三) 次烏頭鹼的 $^{13}\text{C}$ NMR 圖譜



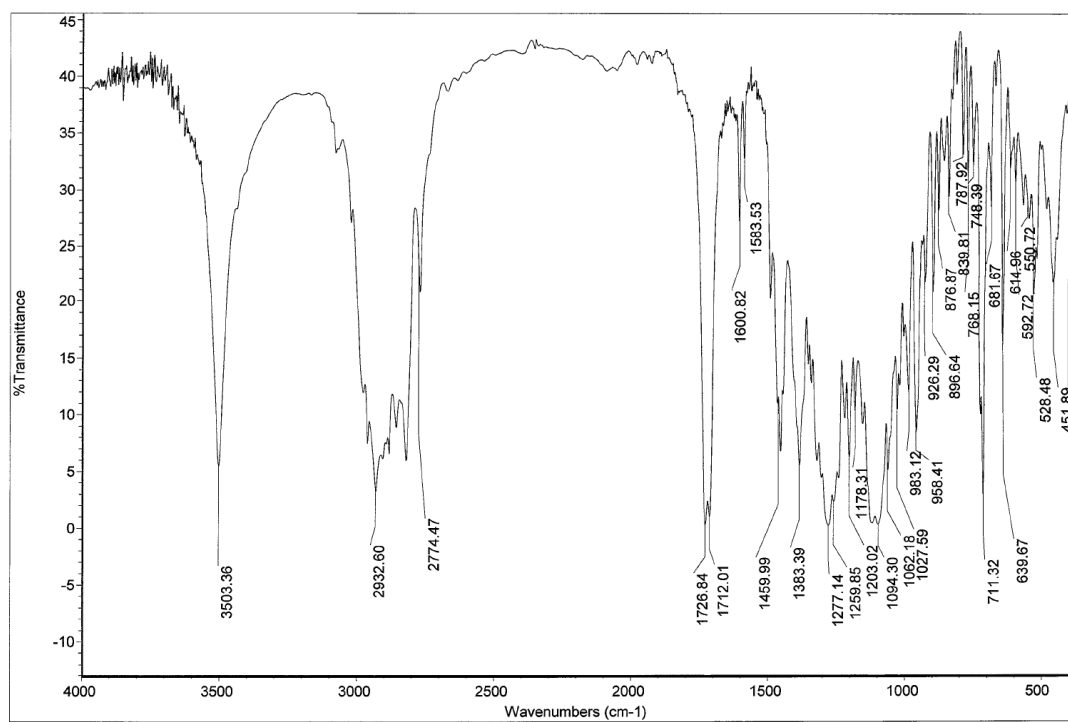
圖二十六、次烏頭鹼的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜( $\text{CDCl}_3$ )

### (三十四) 次烏頭鹼的 ESI-MS 圖譜



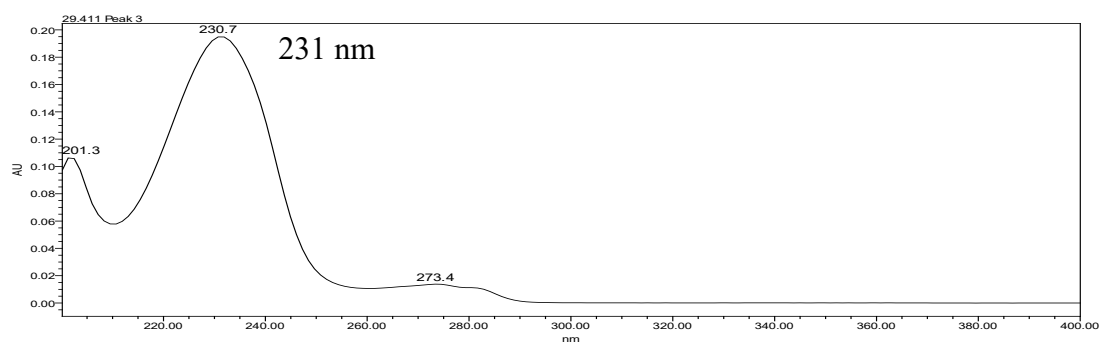
圖二十七、次烏頭鹼的 ESI-MS 圖譜

(三十五) 次烏頭鹼的 FTIR 圖譜



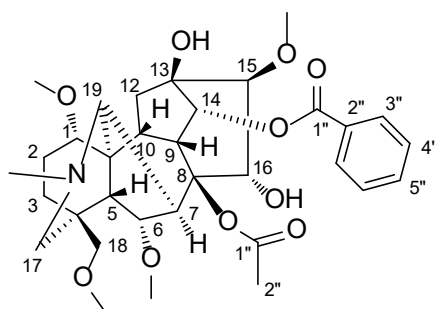
圖二十八、次烏頭鹼的 FTIR 圖譜

(三十六) 次烏頭鹼的 UV 圖譜



圖二十九、次烏頭鹼的 UV 圖譜

(三十七) 次烏頭鹼的氫、碳化學位移



次烏頭鹼

表十一、次烏頭鹼的氫、碳化學位移(CDCl<sub>3</sub>)<sup>a</sup>

| position | $\delta_H$ (600 MHz)           | $\delta_C$ (150 MHz) |
|----------|--------------------------------|----------------------|
| 1        | 3.02 (dd, 10.2, 6.6)           | 85.1                 |
| 2        | 1.95–1.99 (m), 2.19–2.26 (m)   | 26.4                 |
| 3        | 1.61–1.63 (m)                  | 34.3                 |
| 4        | -                              | 39.3                 |
| 5        | 2.07 (d, 6.6)                  | 48.2                 |
| 6        | 3.96 (d, 6.6)                  | 83.2                 |
| 7        | 2.87 (s)                       | 43.9                 |
| 8        | -                              | 92.0                 |
| 9        | 2.89–2.92 (m)                  | 44.6                 |
| 10       | 2.10–2.15 (m)                  | 41.1                 |
| 11       | -                              | 49.9                 |
| 12       | 2.10–2.15 (m), 2.89–2.92 (m)   | 36.3                 |
| 13       | -                              | 74.1                 |
| 14       | 4.86 (d, 4.8)                  | 79.0                 |
| 15       | 3.31 (d, 5.4)                  | 90.2                 |
| 16       | 4.45 (dd, 5.4, 3.0)            | 78.9                 |
| 17       | 2.34 (d, 11.4), 2.53 (d, 11.4) | 56.0                 |
| 18       | 3.09 (d, 7.4), 3.60 (d, 7.4)   | 80.2                 |
| 19       | 3.06 (s)                       | 62.2                 |
| 1'       | -                              | 172.4                |
| 2'       | 1.36 (s)                       | 21.4                 |
| 1''      | -                              | 166.1                |
| 2''      | -                              | 129.9                |
| 3'', 7'' | 8.01–8.02 (m)                  | 129.6                |
| 4'', 6'' | 7.43 (t, 7.8)                  | 128.6                |
| 5''      | 7.54–7.56 (m)                  | 133.2                |

|                     |               |      |
|---------------------|---------------|------|
| N-CH <sub>3</sub>   | 2.32 (s)      | 42.6 |
| 1-OCH <sub>3</sub>  | 3.26 (s)      | 56.6 |
| 6-OCH <sub>3</sub>  | 3.14 (s)      | 58.0 |
| 15-OCH <sub>3</sub> | 3.71 (s)      | 61.0 |
| 16-OH               | 4.33 (d, 3.0) | -    |
| 18-OCH <sub>3</sub> | 3.26 (s)      | 59.1 |

---

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

## 川烏 TLC

生藥名：ACONITI RADIX

英文名：Common Monkshood Mother Root

基 原：本品為毛茛科 Ranunculaceae 植物烏頭 *Aconitum carmichaelii* Debeaux 之乾燥主根(母根)。

### 一、方法

(一) 檢 品 溶 液 【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，修飾《中華人民共和國藥典 2020》

——取本品粉末 2.0 g，加氨試液 2 mL 潤濕後，加乙醚 20 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加二氯甲烷 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

【萃取方法 2】《香港中藥材標準第七冊》

——取本品粉末 2.0 g，加 9.1%(w/v)氨溶液 3 mL，和乙醚 25 mL，加蓋，置冰浴中超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加乙酸乙酯 0.5 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

【萃取方法 3】(自行開發 1)

——取本品粉末 2.0 g，加氨試液 2 mL 潤濕後，加乙醚 20 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加甲醇 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

【萃取方法 4】(自行開發 2) ✓

——取本品粉末 2.0 g，加氨試液 2 mL 潤濕後，加異丙醇: 乙酸乙酯(1:1)混合溶液 20 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加甲醇 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 溶 液 取烏頭鹼(Aconitine)、次烏頭鹼(Hypaconitine)、新烏頭鹼(Mesaconitine)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 各含 1.0 mg 的溶液，作為對照標準品溶液。

(三) 薄 層 板 HPTLC silica gel 60 F<sub>254</sub>，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》✓

——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6：4：1) 氨蒸氣飽和 20 分鐘。

【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》

——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6.4：3.6：1) 氨蒸氣飽和 20 分鐘。

【展開劑 3】《香港中藥材標準第七冊》

——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6.4：5：1) 9.1%氨蒸氣飽和 10 分鐘。

- (五) 展 開 槽  $\underline{10} \text{ cm} \times \underline{10} \text{ cm} \times \underline{20} \text{ cm} \times \underline{10} \text{ cm}$
- (六) 展 開 展開槽預先平衡 15 分鐘，上行展開，展開距離  $\underline{8} \text{ cm}$ 。
- (七) 顯色&檢視 以碘化鉍鉀試液(Dragendorff Reagent)和亞硝酸鈉-乙醇試液( $\text{NaNO}_2\text{-EtOH TS}$ )噴霧後，晾乾，置於可見光下檢視。

## 二、萃法選擇及濃度測試

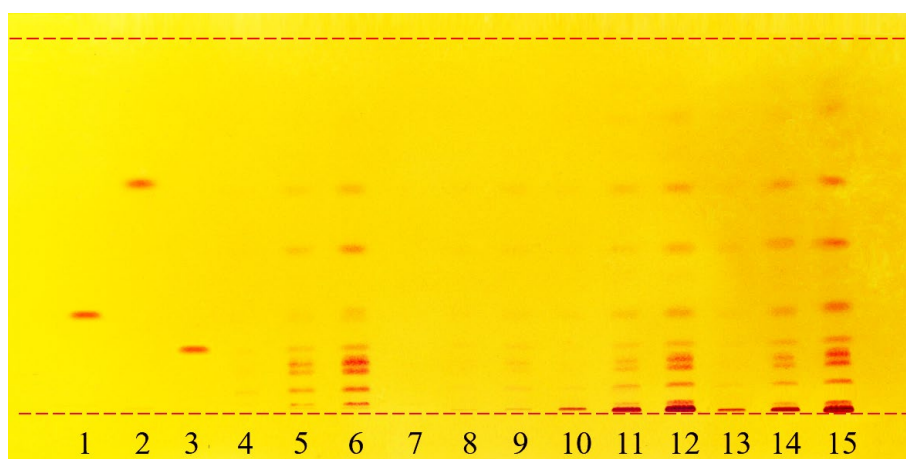
實驗日期：111/04/26

相對溼度(RH)：71%

溫度(RT)：24.4 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6：4：1)  
氨蒸氣飽和 20 分鐘。

——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出



| 編號         | 名稱              | 點注量             |
|------------|-----------------|-----------------|
| 1          | 烏頭鹼(1.0 mg/mL)  | 5 $\mu$ L       |
| 2          | 次烏頭鹼(1.0 mg/mL) | 5 $\mu$ L       |
| 3          | 新烏頭鹼(1.0 mg/mL) | 5 $\mu$ L       |
| 4, 5, 6    | 檢品溶液 9 【萃取方法 1】 | 2, 5, 8 $\mu$ L |
| 7, 8, 9    | 檢品溶液 9 【萃取方法 2】 | 2, 5, 8 $\mu$ L |
| 10, 11, 12 | 檢品溶液 9 【萃取方法 3】 | 2, 5, 8 $\mu$ L |
| 13, 14, 15 | 檢品溶液 9 【萃取方法 4】 | 2, 5, 8 $\mu$ L |

建議萃法：四種萃取法中，皆可分離檢出烏頭鹼，次烏頭鹼，新烏頭鹼，因不使用二氯甲烷，且濃度適中，故採用【萃取方法 4】。

建議點注量：烏頭鹼 5  $\mu$ L，次烏頭鹼 5  $\mu$ L，新烏頭鹼 5  $\mu$ L，檢品溶液【萃取方法 4】8  $\mu$ L。

### 三、溶媒系統選擇

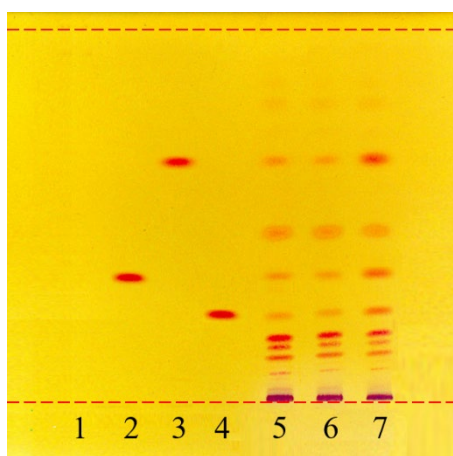
實驗日期：111/04/26

相對溼度(RH)：71%

溫度(RT)：24.4 °C

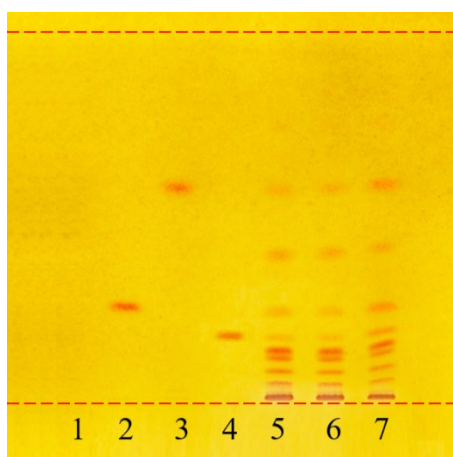
【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6：4：1)  
氨蒸氣飽和 20 分鐘。

【萃取方法 4】(自行開發 2)——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出 (烏頭鹼  $R_f$  值為 0.33、次烏頭鹼  $R_f$  值為 0.65、新烏頭鹼  $R_f$  值為 0.23) ✓



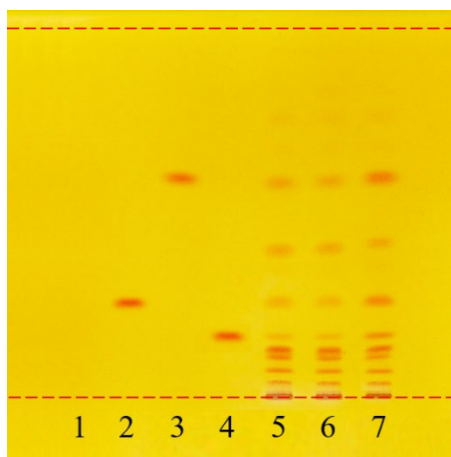
【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6.4：3.6：1) 氨蒸氣飽和 20 分鐘。

【萃取方法 4】(自行開發 2)——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出 (烏頭鹼  $R_f$  值為 0.25、次烏頭鹼  $R_f$  值為 0.58、新烏頭鹼  $R_f$  值為 0.16)



【展開劑 3】《香港中藥材標準第七冊》——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6.4：5：1) 9.1% 氨蒸氣飽和 10 分鐘。

【萃取方法 4】(自行開發 2)——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出 (烏頭鹼  $R_f$  值為 0.27、次烏頭鹼  $R_f$  值為 0.61、新烏頭鹼  $R_f$  值為 0.17)



- |         |            |
|---------|------------|
| 1：Blank | 4：新烏頭鹼     |
| 2：烏頭鹼   | 5，6：檢品溶液 9 |
| 3：次烏頭鹼  | 7：Spike    |

建議溶媒系統：以【萃取方法 4】方式，三種展開劑皆可分離烏頭鹼，次烏頭鹼，新烏頭鹼，其中【展開劑 1】 $R_f$  值適中，配製簡單，故維持《臺灣中藥典》【展開劑 1】。

#### 四、觀察方式選擇

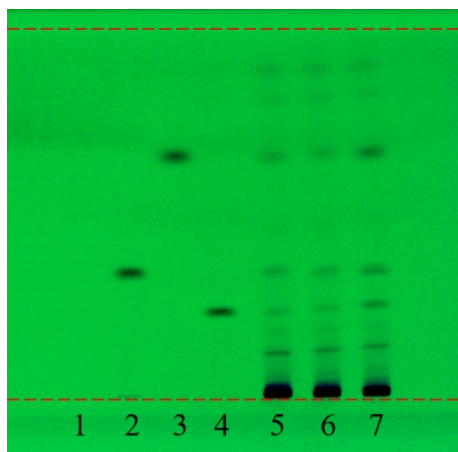
實驗日期：111/04/26

相對溼度(RH)：71%

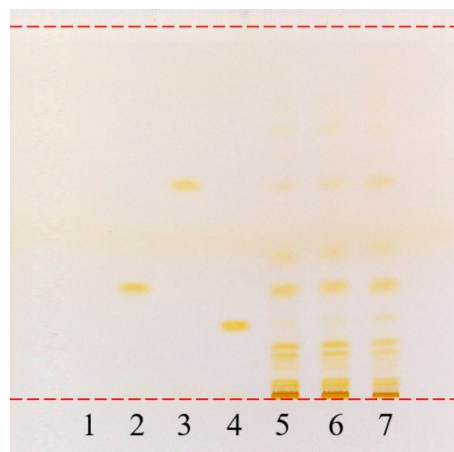
溫度(RT)：24.4 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6：4：1)  
氨蒸氣飽和 20 分鐘。

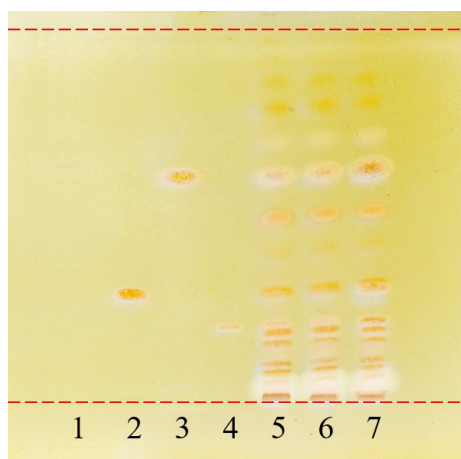
【萃取方法 4】(自行開發 2)—HPTLC  
紫外光(254 nm)檢出



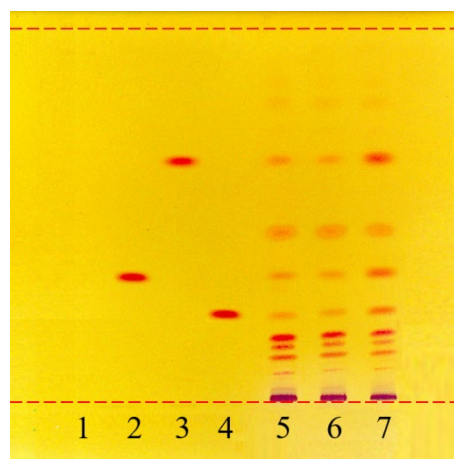
【萃取方法 4】(自行開發 2)—HPTLC 碘  
薰 5 分鐘後可見光檢出



【萃取方法 4】(自行開發 2)—HPTLC  
改良式碘化鉍鉀噴霧劑(改良式卓根  
道夫噴霧劑)顯色後可見光檢出



【萃取方法 4】(自行開發 2)—HPTLC 碘  
化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯  
色後可見光檢出 ✓



1：Blank

2：烏頭鹼

3：次烏頭鹼

4：新烏頭鹼

5，6：檢品溶液 9

7：Spike

建議觀察方式：以碘薰後可見光檢出，斑點較不明顯。以碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出，顯示有較明顯分離之條帶。

## 五、十批川烏藥材樣品檢測

實驗日期：111/04/26

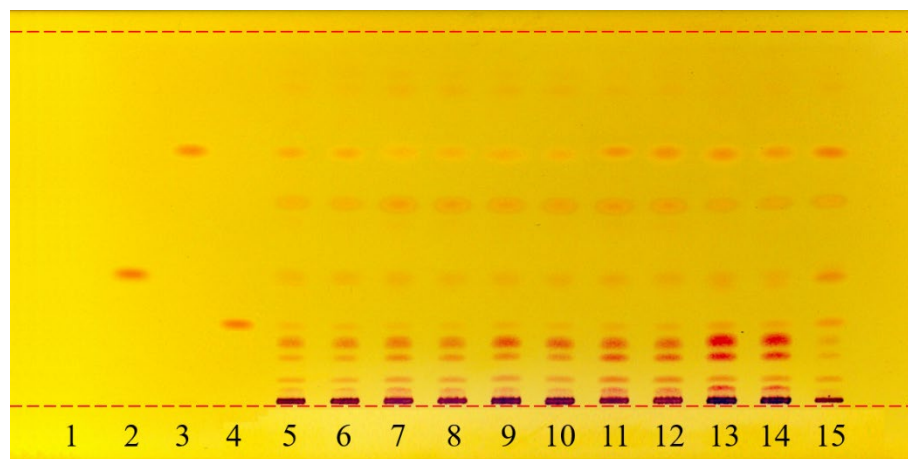
相對溼度(RH)：71%

溫度(RT)：24.4 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6：4：

1) 氨蒸氣飽和 20 分鐘。

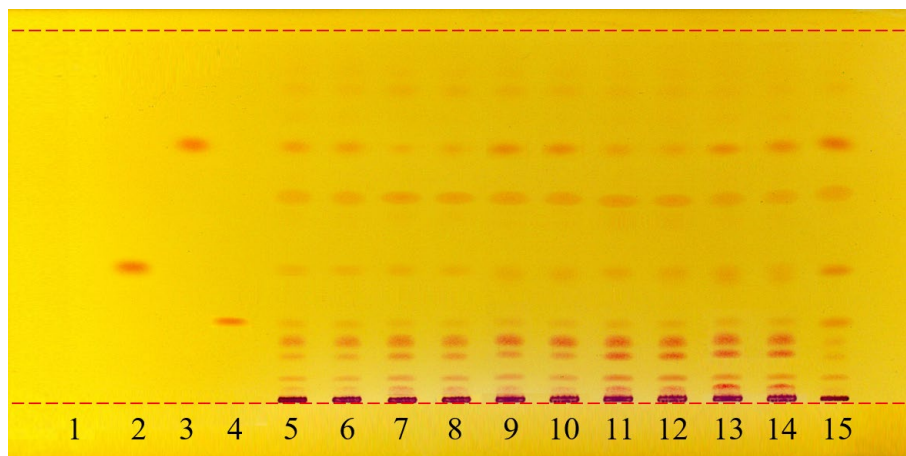
【萃取方法 4】(自行開發 2)——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液  
顯色後可見光檢出



|      |                 |        |                |
|------|-----------------|--------|----------------|
| 1    | Blank           | 7, 8   | 檢品溶液 2 (NF1)   |
| 2    | 烏頭鹼(1.0 mg/mL)  | 9, 10  | 檢品溶液 3 (NF2)   |
| 3    | 次烏頭鹼(1.0 mg/mL) | 11, 12 | 檢品溶液 4 (NJ)    |
| 4    | 新烏頭鹼(1.0 mg/mL) | 13, 14 | 檢品溶液 5 (CA1)   |
| 5, 6 | 檢品溶液 1 (NDB)    | 15     | Spike (檢品溶液 9) |

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (6：4：1) 氮蒸氣飽和 20 分鐘。

【萃取方法 4】(自行開發 2)——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出



|      |                 |        |                |
|------|-----------------|--------|----------------|
| 1    | Blank           | 7, 8   | 檢品溶液 7 (SGA)   |
| 2    | 烏頭鹼(1.0 mg/mL)  | 9, 10  | 檢品溶液 8 (SUA)   |
| 3    | 次烏頭鹼(1.0 mg/mL) | 11, 12 | 檢品溶液 9 (SUB)   |
| 4    | 新烏頭鹼(1.0 mg/mL) | 13, 14 | 檢品溶液 10 (SUC)  |
| 5, 6 | 檢品溶液 6 (CA2)    | 15     | Spike (檢品溶液 9) |

結論與建議：以【萃取方法 4】及【展開劑 1】方式，顯示分離與檢出烏頭鹼，次烏頭鹼及新烏頭鹼效果較佳，以碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後，於可見光下檢視較佳。