

黃芩

(SCUTELLARIAE RADIX)

黃芩 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

黃芩 藥材 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

黃芩 飲片 HPLC

一、材料.....	20
二、儀器及層析管柱.....	20
三、實驗藥品及試劑來源.....	20
四、方法.....	20
五、結果.....	23

黃芩 TLC

一、方法.....	28
二、萃法選擇及濃度測試.....	29
三、溶媒系統選擇.....	30
四、觀察方式選擇.....	32
五、十批黃芩藥材樣品檢測.....	33
六、十批黃芩飲片樣品檢測.....	35

黃芩

(SCUTELLARIAE RADIX)

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黃芩的乾燥根。

二、藥材性狀描述(圖 1)

藥材名：黃芩

生藥名：SCUTELLARIAE RADIX

英文名：Suctellaria Root

基原：唇形科 Lamiaceae(Labiatae)植物黃芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的乾燥根。

採收加工：春、秋二季採挖，除去外表皮及鬚根，乾燥。

藥材性狀：本藥材為黃芩的乾燥根。本品呈圓錐形，扭曲，長 8~25 cm，直徑 1~3 cm。表面棕黃色或深黃色，有稀疏的疣狀細根痕，上部較粗糙，有扭曲的縱皺或不規則的網紋，下部有順紋和細皺。質硬而脆，易折斷，斷面黃色，中間紅棕色；老根中心枯朽狀或中空，呈暗棕色或棕黑色。氣微，味苦。

生長分佈：多年生草本植物，株高 30~80 cm，花期 6~9 月，果期 8~10 月。生於草原、高燥礫質的山坡。分佈於中國黑龍江、吉林、遼寧、河北、河南、山東、四川、雲南、山西、陝西、甘肅、內蒙古等地。主產於中國河北、內蒙古、山西、山東、陝西等地。此外，遼寧、黑龍江亦產。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 具數列木栓細胞，多破裂。
2. 皮層狹窄，石細胞散在。
3. 韌皮部寬廣，石細胞單個散在或數個成群。
4. 形成層連續成環。
5. 木質部導管單個散在或數個成群，周圍有木纖維束；木射線較寬。
6. 導管以網紋導管為主，偶見孔紋導管。



圖 1 黃芩藥材圖

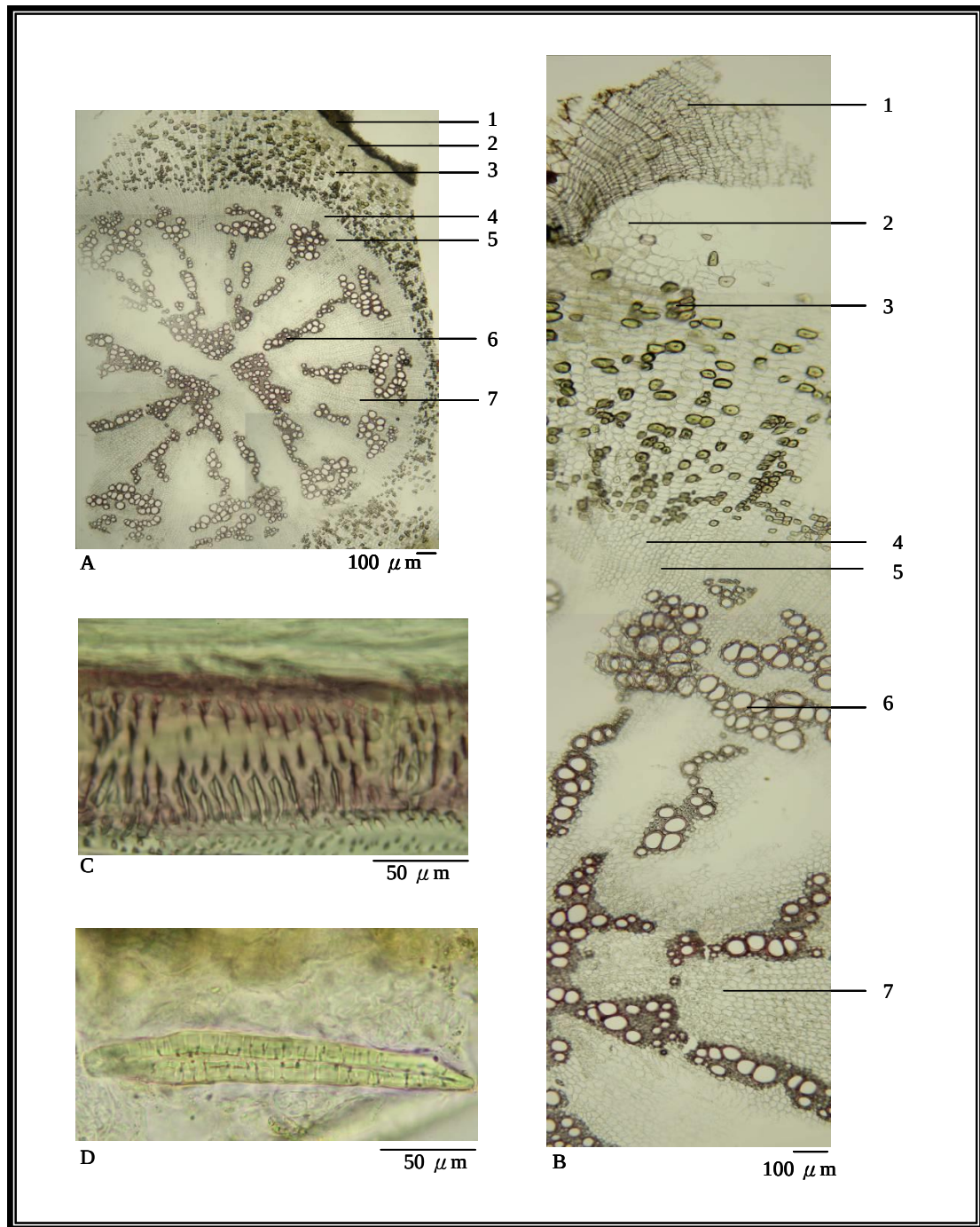


圖 2 黃芩橫切面顯微特徵圖

A. 橫切面圖 B. 橫切面放大圖 C. 網紋導管 D. 石細胞.

1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 韌皮部 5. 形成層 6. 木質部 7. 木射線

參考文獻

1. 行政院衛生署中華藥典中藥集編修小組編輯 (2004)。中華中藥典第一版。台北市：行政院衛生署。163–164 頁。
2. 張永勳、何玉玲等編輯 (2009)。中藥彩色圖鑑。台北：行政院衛生署中醫藥委員會。161 頁。
3. 張永勳、何玉玲總編輯 (2013)。台灣中藥典圖鑑。台北：衛生福利部。243–244 頁。
4. 中國藥品生物製品檢定所、廣東省藥品檢驗所編著 (2011)。中國中藥材真偽鑑別圖典 2：常用根及根莖藥材分冊。廣東：廣東科技出版社。216–219 頁。
5. 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編製 (2005)。香港中藥材標準第三冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。243–252 頁。
6. 肖培根等編輯 (2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。862–875 頁。
7. 徐國鈞、何宏賢、徐珞珊、金蓉鸞等編輯 (1996)。中國藥材學上冊。北京：中國醫藥科技出版社。398–402 頁。
8. 國家中醫藥管理局《中華本草》編委會編輯 (1999)。中華本草第 7 冊。上海：上海科學技術出版社。200–210 頁。
9. 國家藥典委員會編輯 (2009)。中華人民共和國藥典中藥材顯微鑑別彩色圖鑑。北京：人民衛生出版社。371 頁。
10. 國家藥典委員會編輯 (2010)。中華人民共和國藥典 2010 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。282–283 頁。
11. 趙中振、陳虎彪等編著 (2010)。常用中藥材鑑別圖典。香港：萬里機構·萬里書店。172–173 頁。
12. 趙中振、陳虎彪編著 (2016)。中藥顯微鑑定圖典。福州：海峽出版發行集團·福建科學技術出版社。184–185 頁。

黃芩(SCUTELLARIAE RADIX)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店黃芩藥材共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Shimadzu LC-2040C 3D，包含 Quaternary pump、Autosampler、Thermostatted column compartment、Diode-Array Detector；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈ AR-II-C18 Column (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、Sampler Manager、PDA Detector；層析管柱 Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 × 2.1 mm, 1.7 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

乙醇(95%)購自於國韶實業有限公司；甲醇(HPLC grade)購自於 Merck；磷酸(85%)購自於 Sigma-Aldrich。

(二) 標準品

標準品黃芩苷(Baicalin)購自於昇漢科技有限公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 7 份，每份準確稱取 10 mg，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、70%甲醇、50%甲醇、95%乙醇、75%乙醇、50%乙醇、水各 25 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 5000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，即得。每針 10 μL 注入高效能液相層析儀(HPLC)，以所測得每克重量之標準品黃芩苷最大波峰面積為最佳黃芩萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本粉末(過第 20 號篩網)約 10 mg，置 50 mL 離心管中，準確加入 70%甲醇 25 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 5000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液轉移至 25 mL 之定量瓶中，加入 70%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

準確稱取標準品黃芩苷 0.5 mg，加 1 mL 的 70% 甲醇製成每 1 mL 含黃芩苷 500 μg 的標準品儲備溶液，並以 70% 甲醇稀釋至 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 10 mg，置 50 mL 離心管中，準確加入 70% 甲醇 25 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 5000 $\times g$)，以 No. 1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 50 mL 之定量瓶中，加 70% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取去黃芩苷對照標準品溶液、檢品溶液 10 μL ，注入 HPLC，測定，用標準曲線分別計算溶液中去黃芩苷的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取黃芩苷標準品儲備溶液適量(500 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，以 70% 甲醇稀釋成含黃芩苷分別為 250、100、50、20、10、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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

以黃芩苷濃度為 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以黃芩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:取同一批市售黃芩粉末，依黃芩檢品溶液製備方法平行製備 5 份黃芩檢品溶液，進樣測定，以黃芩苷的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性:取同一批市售黃芩粉末，依黃芩檢品溶液製備方法製備黃芩檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以黃芩苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(九) 偵測極限與定量極限試驗

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 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

取已知黃芩苷含量的黃芩藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 10 mg，分別加入 1 mL 的黃芩苷溶液(1000 µg/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-II-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 µm)
2. 檢測波長：UV 277 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)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	41	59
25	41	59
45	60	40
60	60	40

(十二) 臺灣市售黃芩含量測定

取 10 批市售黃芩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 公式計算樣品黃芩苷的百分含量。

(十三) 黃芩檢品之 UPLC 層析條件

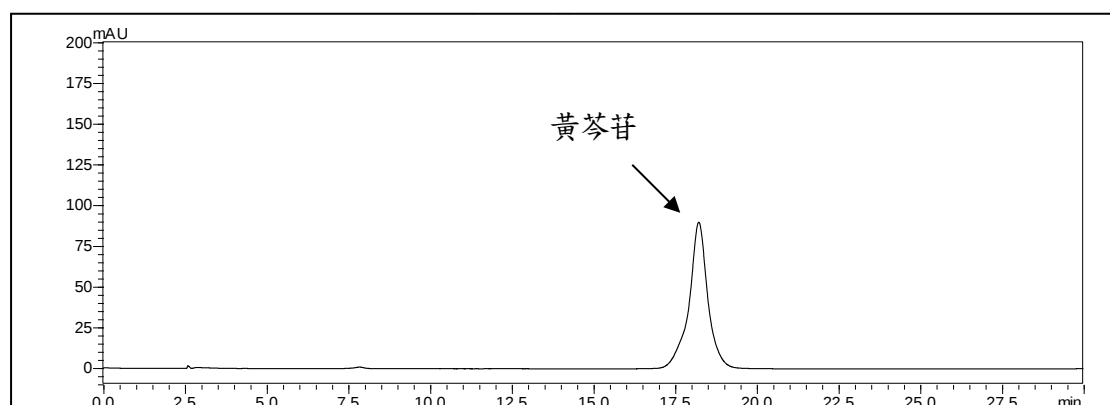
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 277 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	41	59
5	41	59
10	60	60
12	60	60

五、結果

(一) 標準品黃芩苷之 HPLC 層析

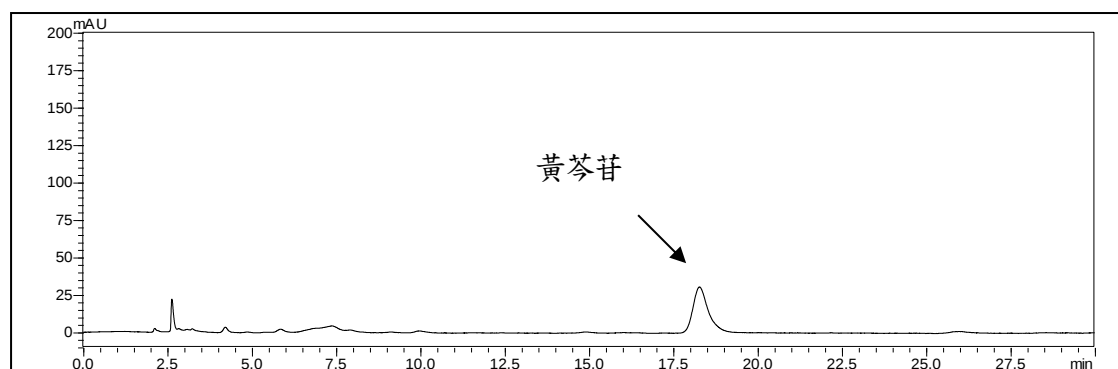
於滯留時間 18.12 分鐘處顯示黃芩苷標準品波峰(圖一)。



圖一、黃芩苷標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售黃芩檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 18.23 分鐘處顯示黃芩檢品中黃芩苷波峰(圖二)。分離率(R)為 4.08，托尾因子(T)為 1.08，均在系統適用性要求內。



圖二、市售延胡索檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

以 70% 甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得黃芩苷的波峰面積最大，顯示 70% 甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	黃芩苷波峰面積(mAU)	最佳萃取
甲醇	1477758	
70% 甲醇	1849717	√
50% 甲醇	1466790	
乙醇	814819	
75% 乙醇	1695804	
50% 乙醇	1602544	
水	130841	

(四) 最佳萃取次數評估

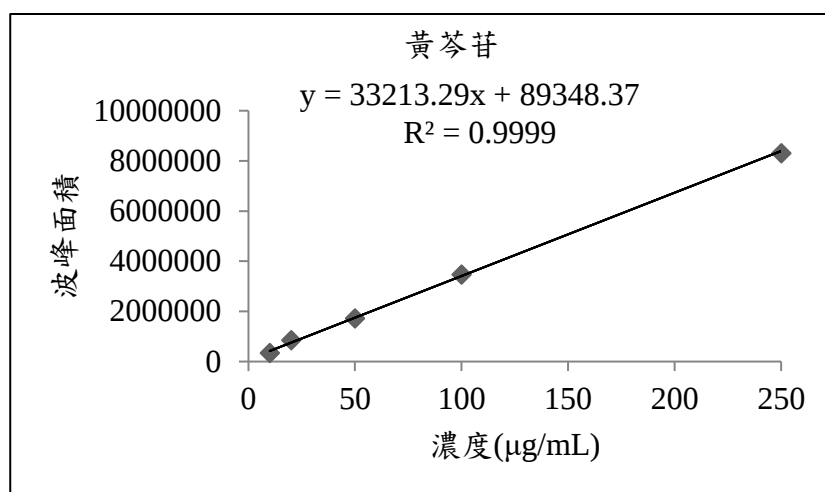
結果顯示萃取 2 次基本上已將黃芩苷萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、黃芩檢品萃取次數評估

70% 甲醇萃取次數	黃芩苷波峰面積(mAU)
第 1 次	1881634
第 2 次	74081
第 3 次	8533
第 4 次	3111

(五) 標準品黃芩苷檢量線

經不同濃度黃芩苷(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 $y = 33213.29x + 89348.37$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 1.0–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、黃芩苷之檢量線圖

表三、黃芩苷之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
黃芩苷	1.0-250	$y = 33213.29x + 89348.37$	0.9999

(六) 精密度試驗

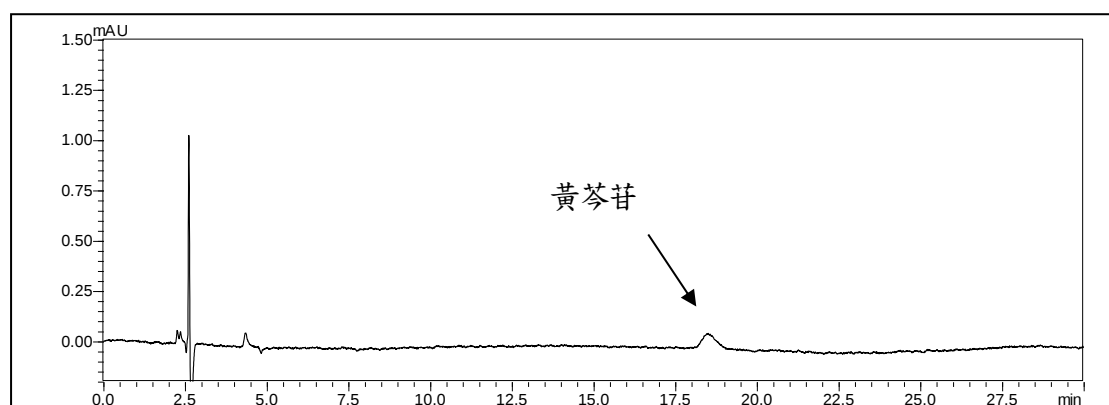
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，黃芩苷精密度之相對標準差為 0.16%，在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

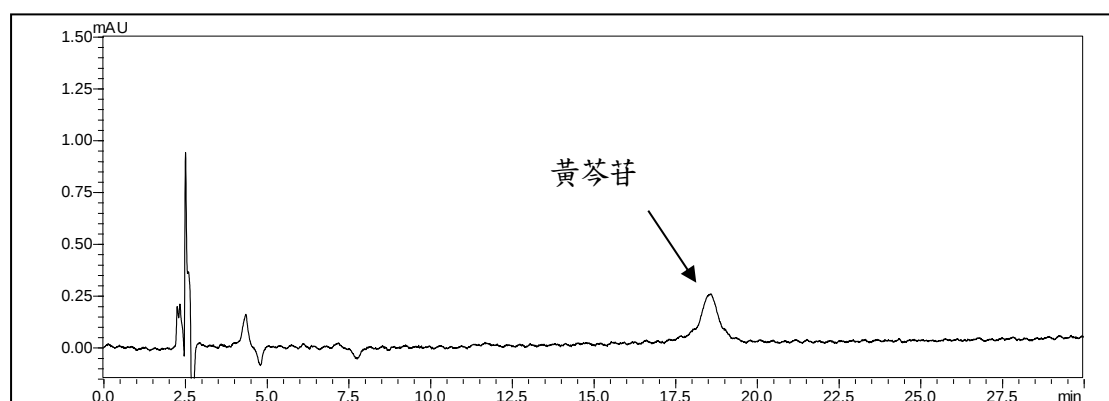
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，黃芩苷重複性之相對標準差為 0.51%，在系統適用性要求內。黃芩苷在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差為 0.45%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

黃芩苷偵測極限為 $0.05 \mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 $0.20 \mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、黃芩苷之偵測極限層析圖



圖五、黃芩苷之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	黃芩苷	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 µg/mL	0.16
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.2)	0.51
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.2)	0.45
偵測極限 (n=3)	0.20 µg/mL	-
定量極限 (n=3)	0.05 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

黃芩苷平均添加回收率為 94.4%，相對標準偏差為 0.43%。

表五、黃芩苷添加回收率

編號	藥材稱重 (mg)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	10	1.0	1.0	1.947	94.69	94.40	0.43
2	10	1.0	1.0	1.939	93.94		
3	10	1.0	1.0	1.941	94.12		
4	10	1.0	1.0	1.943	94.30		
5	10	1.0	1.0	1.950	94.93		

(十) 臺灣市售黃芩含量測定

10 批黃芩藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，黃芩苷的含量為 10.88–15.50%。建議黃芩藥材指標成分黃芩苷的含量不得少於 8.0%。理論板數按黃芩苷波峰計算應不低於 5000 (實際值為 8500)。

表六、臺灣市售黃芩檢品之黃芩苷的含量

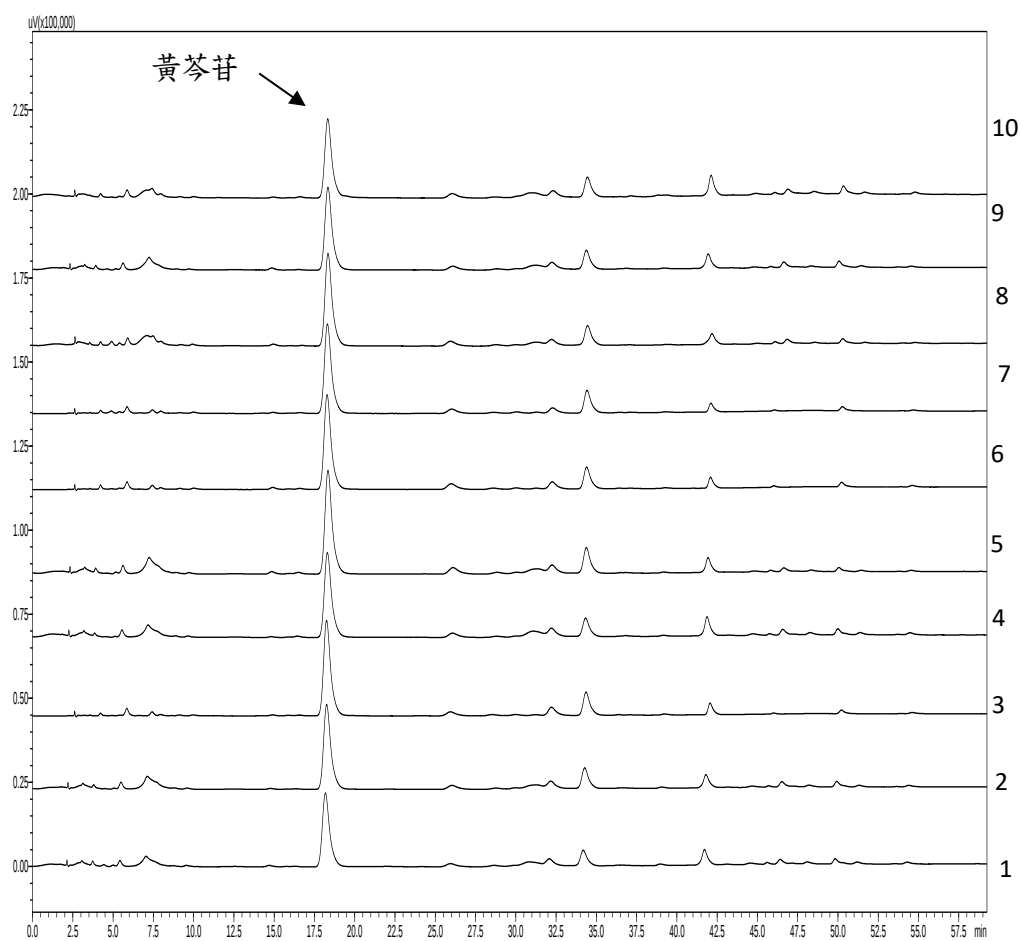
藥材編號(No.)	黃芩苷含量(%)	藥材編號(No.)	黃芩苷含量(%)
1 (CA-1)	12.19	6 (NY)	15.50
2 (ND-1)	11.64	7 (SA-1)	12.61
3 (ND-2)	13.08	8 (SA-2)	13.84
4 (NF)	11.31	9 (SAA)	12.67
5 (NJ)	13.69	10 (SAB)	10.88

(十一) 黃芩藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售黃芩檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈ AR-II-C18 Column (250 $\times$ 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 277 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：

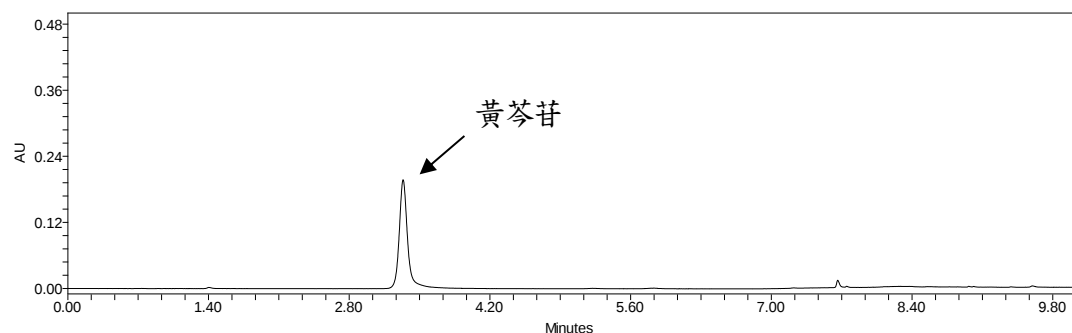
時間(min)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v,%)
0	41	59
25	41	59
45	60	40
60	60	40



圖六、10 批黃芩藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品黃芩苷之 UPLC 層析

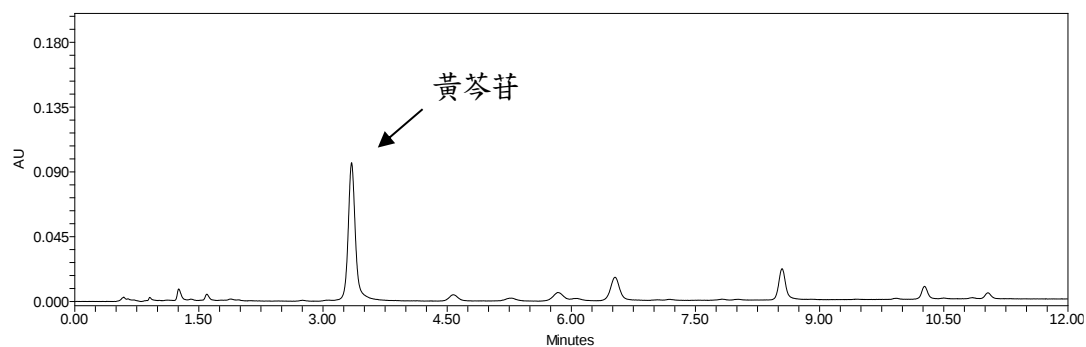
於滯留時間 3.34 分鐘處顯示黃芩苷標準品的波峰(圖七)。



圖七、黃芩苷標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售黃芩檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 3.35 分鐘處顯示黃芩檢品中黃芩苷的波峰(圖八)。

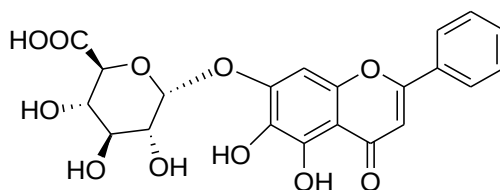


圖八、市售黃芩檢品之 UPLC 層析圖

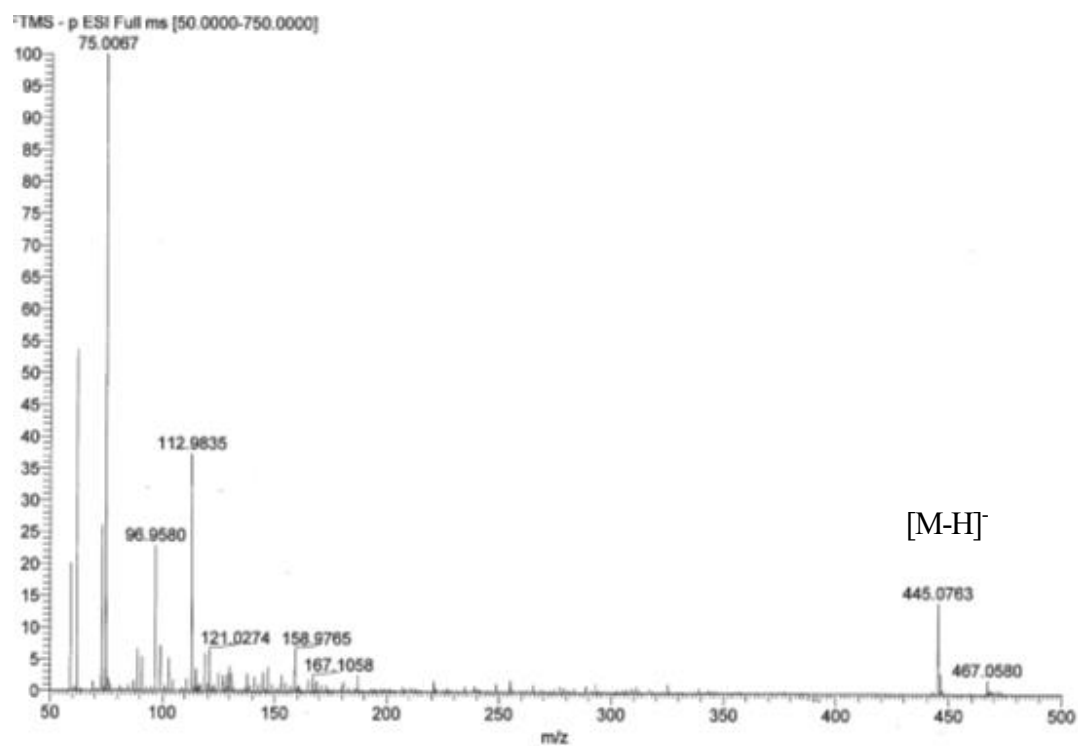
(十四) 黃芩苷的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{21}H_{18}O_{11}$ ；分子量：446.36；熔點：212–215 °C；淡黃色粉末。

(十五) 黃芩苷的結構

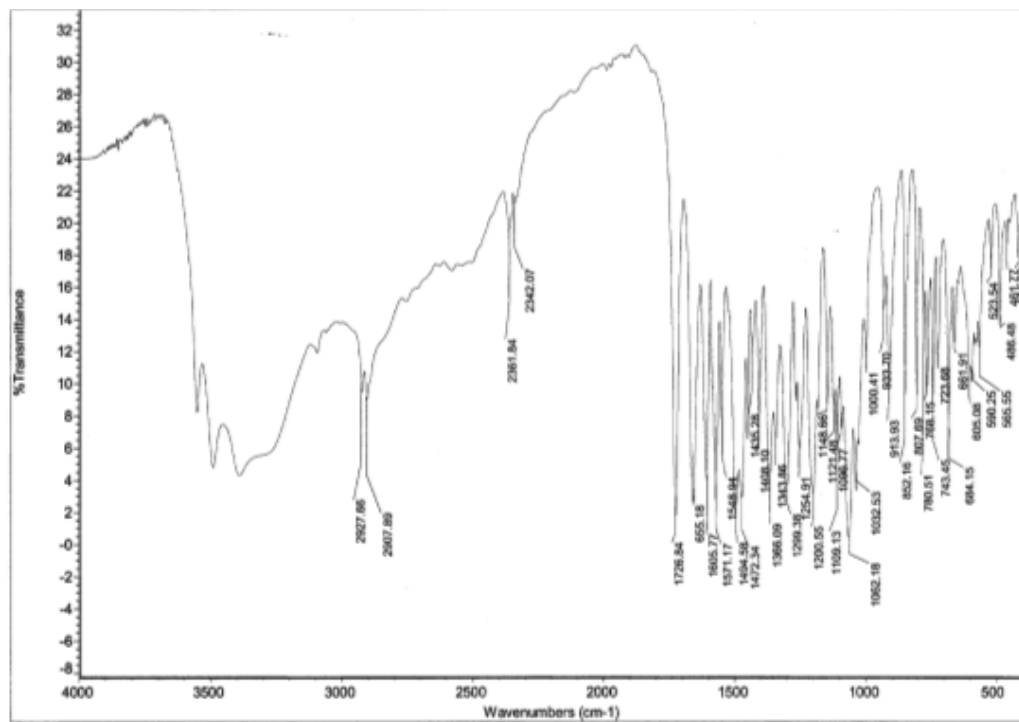


(十八) 黃芩苷的 ESI-MS 圖譜



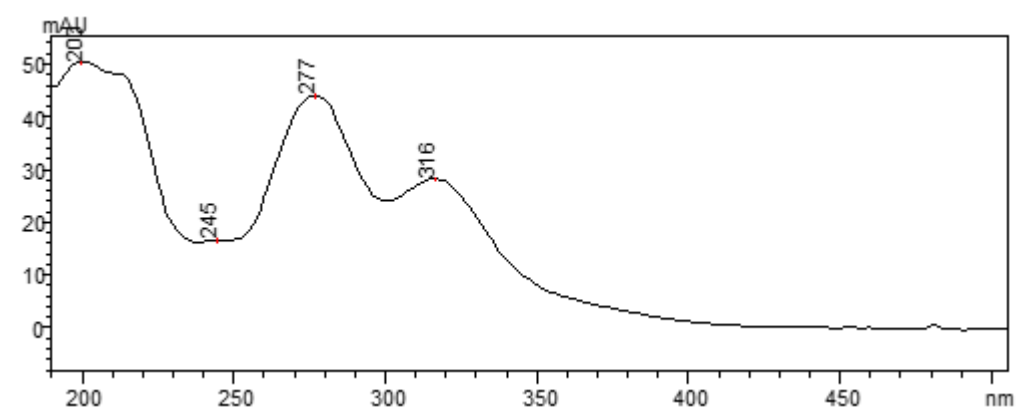
圖十一、黃芩苷的 ESI-MS 圖譜

(十九) 黃芩苷的 FTIR 圖譜



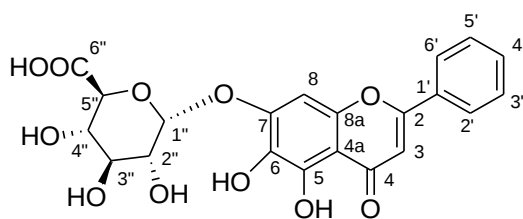
圖十二、黃芩苷的 FTIR 圖譜

(二十) 黃芩苷的 UV 圖譜



圖十三、黃芩苷的 UV 圖譜

(二十一) 黃芩苷的氫、碳化學位移



黃芩苷

表七、黃芩苷的氫、碳化學位移(DMSO-*d*₆)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	163.5
3	6.99 (s)	104.7
4	-	182.5
4a	-	106.1
5	-	146.8
6	-	130.6
7	-	151.3
8	7.04 (s)	93.7
8a	-	61.0
1'	-	130.8
2',6'	8.05–8.07 (m)	126.4
3',5'	7.57–7.63 (m)	129.1
4'	7.57–7.63 (m)	132.0
1''	5.24 (d, 8.0)	99.9
2''	3.36–3.45 (m)	72.8
3''	3.36–3.45 (m)	75.2*
4''	3.36–3.45 (m)	71.3*
5''	4.06 (d, 9.5)	75.5
6''	-	170.0
5-OH	12.6 (s)	-
6-OH	8.65 (s)	-

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

黃芩飲片(SCUTELLARIAE RADIX)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店黃芩飲片共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Shimadzu LC-2040C 3D，包含 Quaternary pump、Autosampler、Thermostatted column compartment、Diode-Array Detector；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈ AR-II-C18 Column (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、Sampler 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

乙醇(95%)購自於國韶實業有限公司；甲醇(HPLC grade)購自於 Merck；磷酸(85%)購自於 Sigma-Aldrich。

(二) 標準品

標準品黃芩苷(Baicalin)購自於昇漢科技有限公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

黃芩飲片最佳萃取溶媒同黃芩藥材。

(二) 最佳萃取次數評估

黃芩飲片最佳萃取次數同黃芩藥材。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品黃芩苷 0.5 mg，加 1 mL 的 70% 甲醇製成每 1 mL 含黃芩苷 500 μg 的標準品儲備溶液，並以 70% 甲醇稀釋至 20 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 10 mg，置 50 mL 離心管中，準確加入 70% 甲醇 25 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 5000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 50 mL 之定量瓶中，加 70% 甲醇至刻度，

搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取去黃芩苷對照標準品溶液、檢品溶液 10 μL ，注入 HPLC，測定，用標準曲線分別計算溶液中去黃芩苷的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取黃芩苷標準品儲備溶液適量(500 $\mu\text{g/mL}$)，以 70% 甲醇稀釋成含黃芩苷分別為 250、100、50、20、10、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 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

以黃芩苷濃度為 20 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以黃芩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：取同一批市售黃芩飲片粉末，依黃芩飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份黃芩飲片檢品溶液，進樣測定，以黃芩苷的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售黃芩飲片粉末，依黃芩飲片檢品溶液製備方法製備黃芩飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以黃芩苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(九) 偵測極限與定量極限試驗

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 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

取已知黃芩苷含量的黃芩飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 10 mg，分別加入 1 mL 的黃芩苷溶液(1100 $\mu\text{g/mL}$)，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-II-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 277 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)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	41	59
25	41	59
45	60	40
60	60	40

(十二) 臺灣市售黃芩飲片含量測定

取 10 批市售黃芩飲片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 公式計算樣品黃芩苷的百分含量。

(十三) 黃芩飲片檢品之 UPLC 層析條件

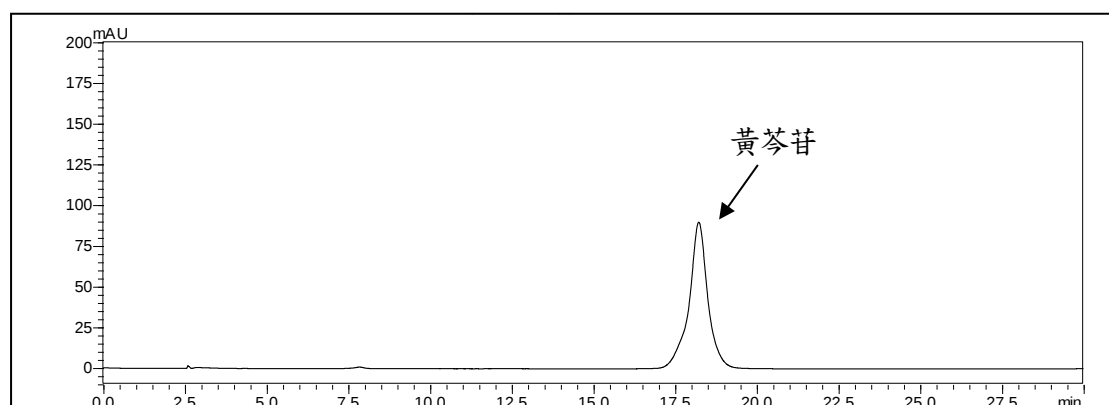
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 277 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	41	59
5	41	59
10	60	60
12	60	60

五、結果

(一) 標準品黃芩苷之 HPLC 層析

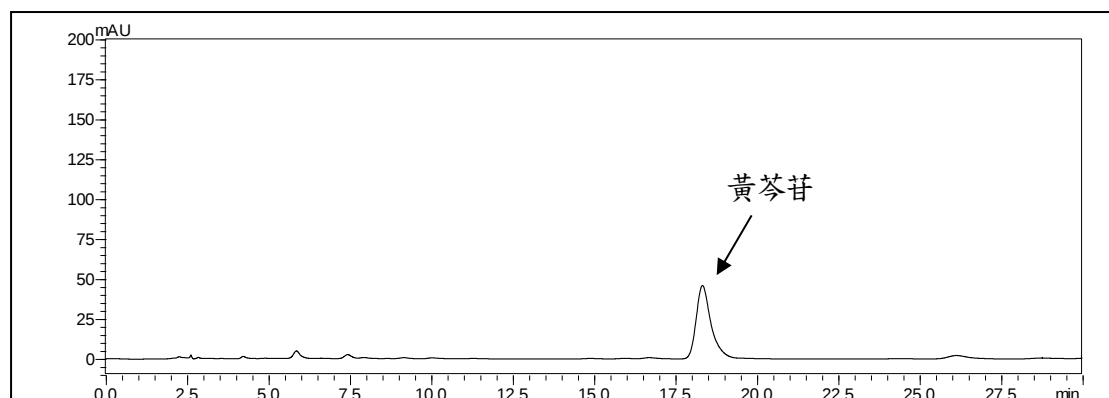
於滯留時間 18.12 分鐘處顯示黃芩苷標準品波峰(圖一)。



圖一、黃芩苷標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售黃芩飲片檢品之 HPLC 層析

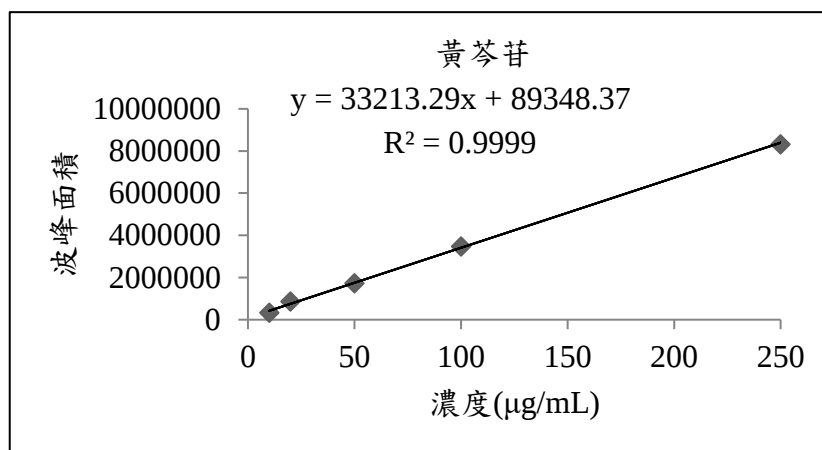
於滯留時間 18.28 分鐘處顯示黃芩飲片檢品中黃芩苷的波峰(圖二)。分離率(R)為 2.08，托尾因子(T)為 1.10，均在系統適用性要求內。



圖二、市售黃芩飲片檢品之 HPLC 層析圖

(三) 標準品黃芩苷 檢量線

經不同濃度黃芩苷 (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 $y = 33213.29x + 89348.37$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 1.0–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、黃芩苷之檢量線圖

表一、黃芩苷之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
黃芩苷	1.0–250	$y = 33213.29x + 89348.37$	0.9999

(四) 精密度試驗

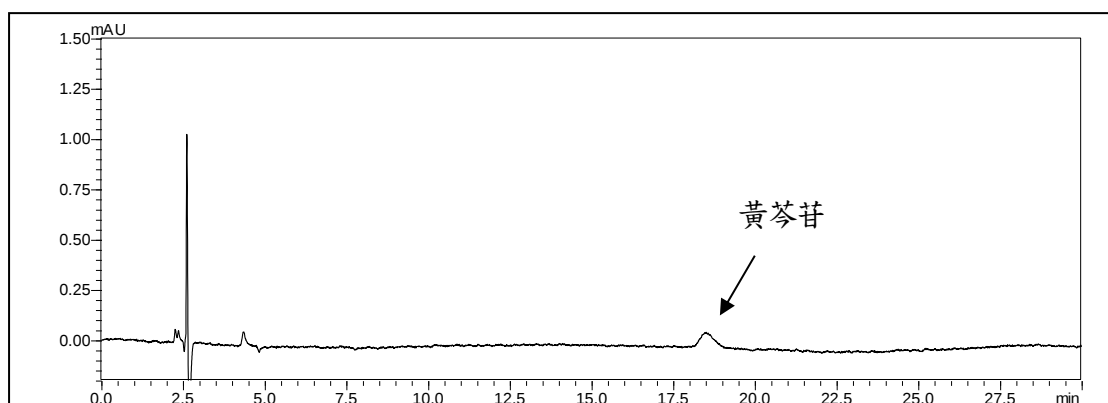
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，黃芩苷精密度之相對標準差為 0.16%，在系統適用性要求內。

(五) 重複性與穩定性試驗

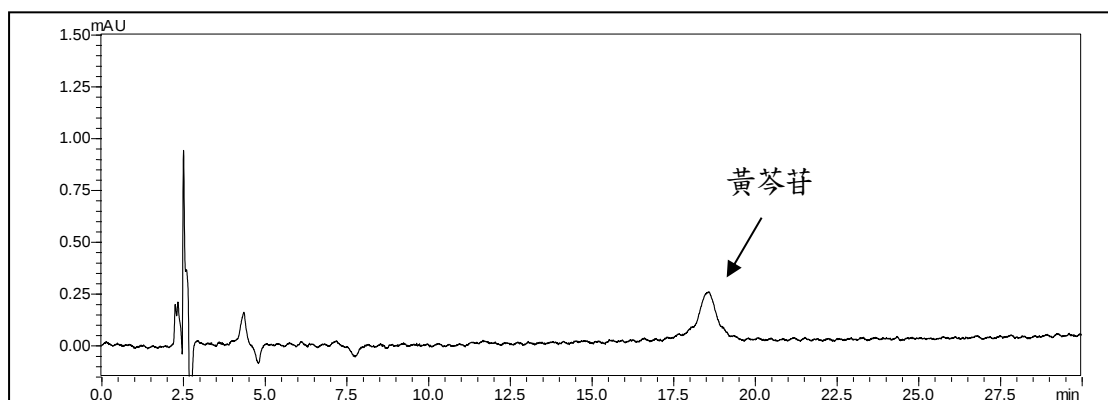
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，黃芩苷重複性之相對標準差為 1.11%，在系統適用性要求內。黃芩苷在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差為 0.26%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

黃芩苷偵測極限為 0.05 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 0.20 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、黃芩苷之偵測極限層析圖



圖五、黃芩苷之定量極限層析圖

表二、各項檢驗分析

檢測項目	黃芩苷	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 $\mu\text{g/mL}$	0.16
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.4)	1.11
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.4)	0.26
偵測極限 (n=3)	0.20 $\mu\text{g/mL}$	-
定量極限 (n=3)	0.05 $\mu\text{g/mL}$	-

(七) 添加回收率試驗

黃芩苷平均添加回收率為 96.4%，相對標準偏差為 1.21%。

表三、黃芩苷添加回收率

編號	藥材稱重 (mg)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	10	1.0	1.1	2.070	97.27	96.43	1.21
2	10	1.0	1.1	2.061	96.41		
3	10	1.0	1.1	2.041	94.63		
4	10	1.0	1.1	2.073	97.61		
5	10	1.0	1.1	2.058	96.21		

(八) 臺灣市售黃芩飲片含量測定

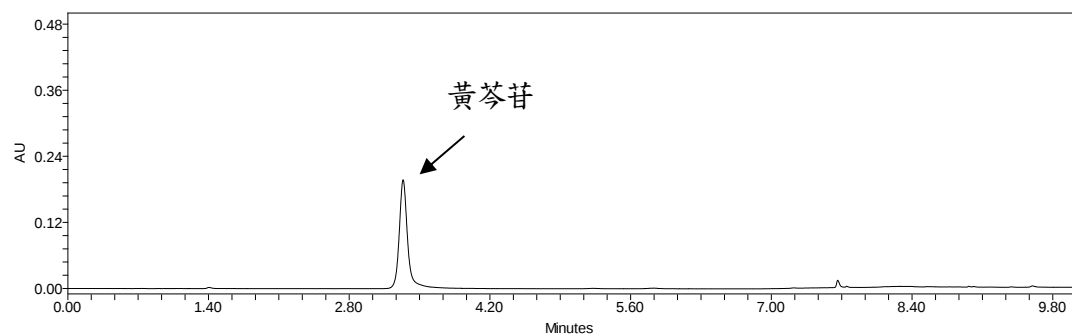
10 批黃芩飲片之含量測定結果(乾燥品)如表四所示，黃芩苷的含量為 9.42–15.25%。建議黃芩飲片指標成分黃芩苷的含量不得少於 8.0%。理論板數按黃芩苷的波峰計算應不低於 5000 (實際值為 8600)。

表四、臺灣市售黃芩飲片檢品之黃芩苷的含量

藥材編號(No.)	黃芩苷含量(%)	藥材編號(No.)	黃芩苷含量(%)
1 (CA-2)	10.43	6 (SA-2)	14.08
2 (NC)	9.42	7 (SC)	9.54
3 (NF)	11.44	8 (SG)	14.51
4 (NJ)	13.94	9 (SU-1)	15.25
5 (NR)	14.40	10 (SU-2)	9.76

(九) 標準品黃芩苷之 UPLC 層析

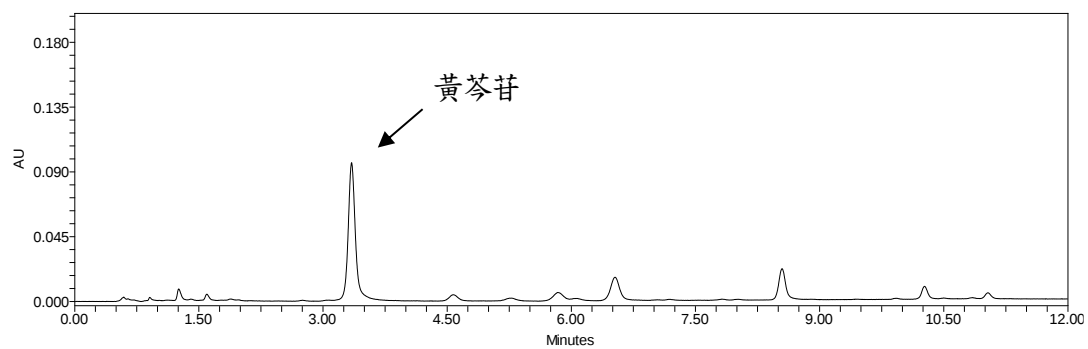
於滯留時間 3.34 分鐘處顯示黃芩苷標準品的波峰(圖六)。



圖六、黃芩苷標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售黃芩飲片檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 3.35 分鐘處顯示黃芩飲片檢品中黃芩苷的波峰(圖七)。



圖七、市售黃芩飲片檢品之 UPLC 層析圖

黃芩

生藥名：SCUTELLARIAE RADIX

英文名：Scutellaria Root

基 原：本品為唇形科 Labiatae 植物黃芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 之乾燥根。

一、方法

- (一) 檢品溶液 **【萃取方法 1】(臺灣中藥典第二版 2013)**
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 15 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 2】(修飾中華人民共和國藥典 2015；修飾香港中藥材標準第三冊) ✓
——取本品粉末 1.0 g，加乙酸乙酯：甲醇 (3：1) 混合溶液 30 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加甲醇 5 mL 使之溶解，作為檢品溶液。
【萃取方法 3】(修飾臺灣中藥典第二版 2013)
——取本品粉末 0.1 g，加甲醇 20 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取黃芩苷(Baicalin)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 0.5 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】(臺灣中藥典第二版 2013)**
——正丁醇：水：冰醋酸 (7：2：1)
【展開劑 2】(中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第二冊)
——甲苯：乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (10：3：1：2)
【展開劑 3】(自行開發) ✓
——乙酸乙酯：甲酸：水 (9：1：1)
- (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 254 nm 之紫外燈照射下檢視。

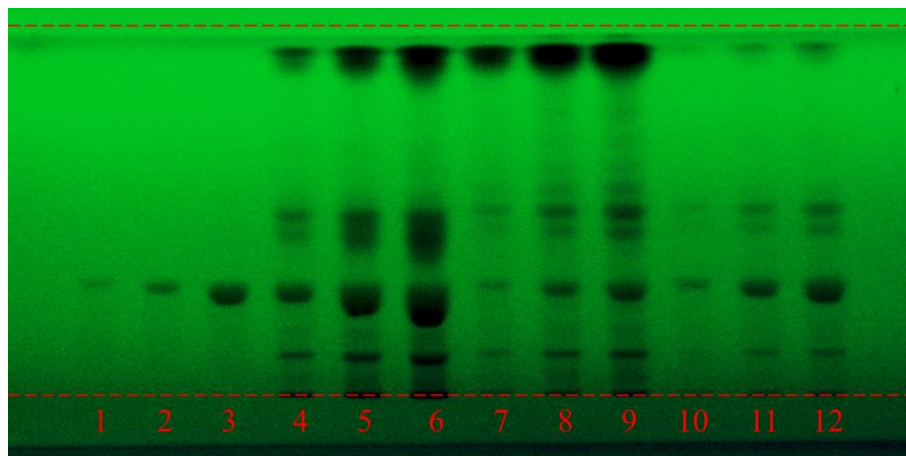
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：107/05/22

相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：27 °C

【展開劑3】 (自行開發)——乙酸乙酯：甲酸：水 (9：1：1)



編號	名稱	點注量
1，2，3	黃芩苷(0.5 mg/mL)	1，2，5 μ L
4，5，6	檢品溶液 9【萃取方法 1】	2，5，8 μ L
7，8，9	檢品溶液 9【萃取方法 2】	2，5，8 μ L
10，11，12	檢品溶液 9【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黃芩苷，而由於條帶顯示較明顯，且點片濃度較合適，故選擇【萃取方法 2】。

建議點注量：黃芩苷標準品溶液 2 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：107/05/22

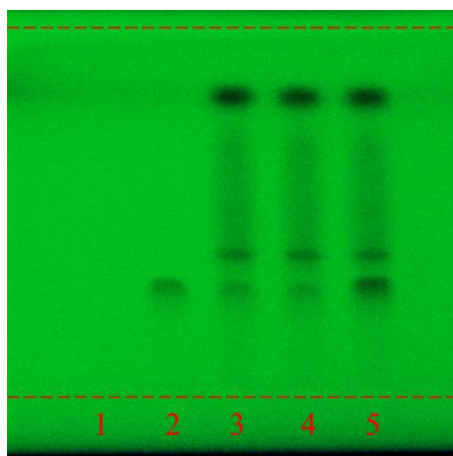
相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：27 °C

【展開劑 1】 (臺灣中藥典第二版 2013)——正丁醇：水：冰醋酸 (7：2：1)

【萃取方法 2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015；修飾香港中藥材標準第三冊)

—— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(黃芩苷 R_f 值為 0.29)

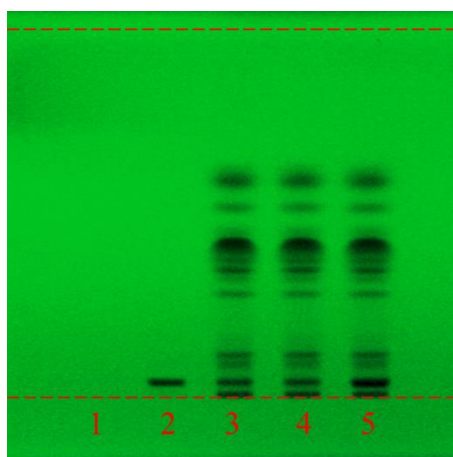


【展開劑 2】 (中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第二冊)——甲苯：

乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (10：3：1：2)

【萃取方法 2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015；修飾香港中藥材標準第三冊)

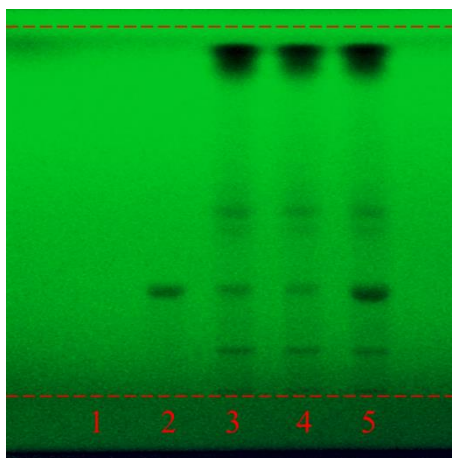
—— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(黃芩苷 R_f 值為 0.04； R_f 值 < 0.2)



【展開劑 3】（自行開發）——乙酸乙酯：甲酸：水 (9：1：1)

【萃取方法 2】（修飾中華人民共和國藥典 2015；修飾香港中藥材標準第三冊）

——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(黃芩苷 R_f 值為 0.28)



1：Blank

2：黃芩苷

3，4：檢品溶液 9

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 2】方式，3 種展開劑展開皆可從檢品溶液中分離與檢出黃芩苷，而由於指標成分 R_f 值較合適，且其條帶顯示較多也較清楚，展開時間較短等因素，選擇採用自行開發之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：107/05/22

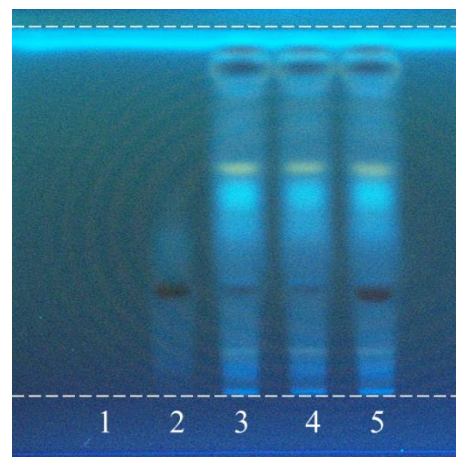
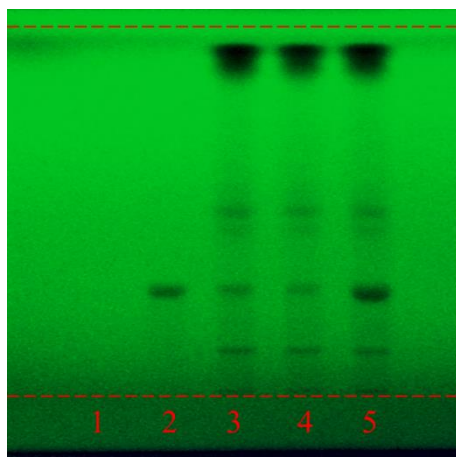
相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：27 °C

【展開劑 3】 (自行開發)——乙酸乙酯：甲酸：水 (9：1：1)

【萃取方法 2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015；修飾香港中藥材標準第三冊) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出✓

【萃取方法 2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015；修飾香港中藥材標準第三冊) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1：Blank

2：黃芩苷

3，4：檢品溶液 9

5：Spike

建議觀察方式：於紫外光(254 nm)下顯示出較紫外光(365 nm)有明顯之黃芩苷標準品斑點。

五、十批黃芩藥材樣品檢測

實驗日期：107/05/23

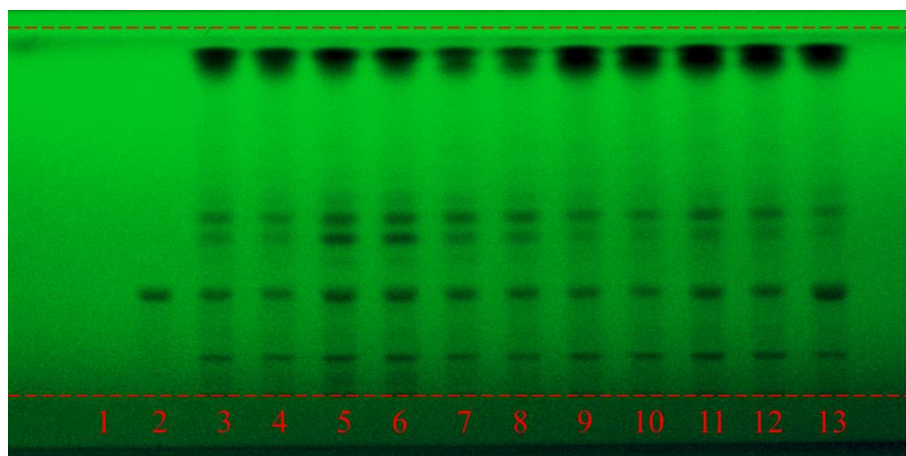
相對溼度(RH)：57%

溫度(RT)：27 °C

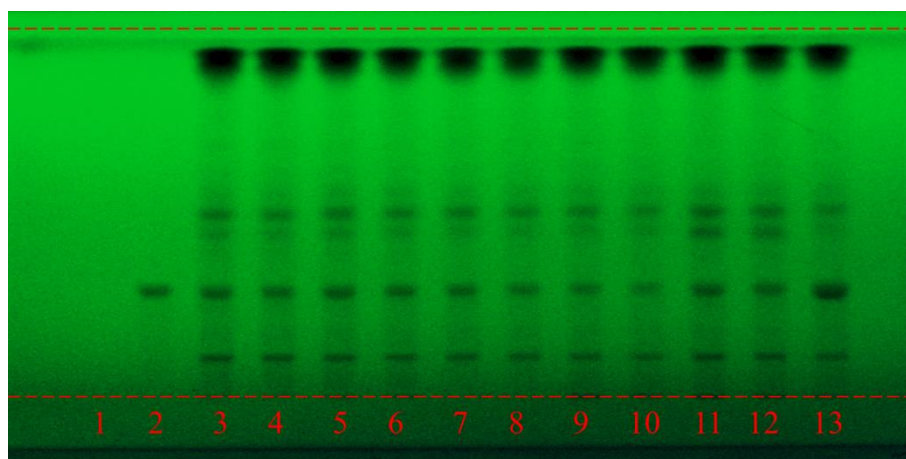
【展開劑3】 (自行開發)——乙酸乙酯：甲酸：水 (9：1：1)

【萃取方法2】 (修飾中華人民共和國藥典2015；修飾香港中藥材標準第三冊)

—— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



1	Blank
2	黃芩苷(0.5 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (ND-1)
5 , 6	檢品溶液 2 (ND-2)
7 , 8	檢品溶液 3 (NF)
9 , 10	檢品溶液 4 (NJ)
11 , 12	檢品溶液 5 (NY)
13	Spike (檢品溶液 9)



1	Blank
2	黃芩苷(0.5 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 6 (CA-1)
5 , 6	檢品溶液 7 (SA-1)
7 , 8	檢品溶液 8 (SA-2)
9 , 10	檢品溶液 9 (SAA)
11 , 12	檢品溶液 10 (SAB)
13	Spike (檢品溶液 9)

結論與建議：以修飾中華人民共和國藥典 2015 及修飾香港中藥材標準第三冊之【萃取方法 2】方式，並以自行開發之【展開劑 3】分離與檢出黃芩苷較佳，於紫外光(254 nm)下檢視較佳。

黃芩(飲片)

六、十批黃芩飲片樣品檢測

實驗日期：107/04/13

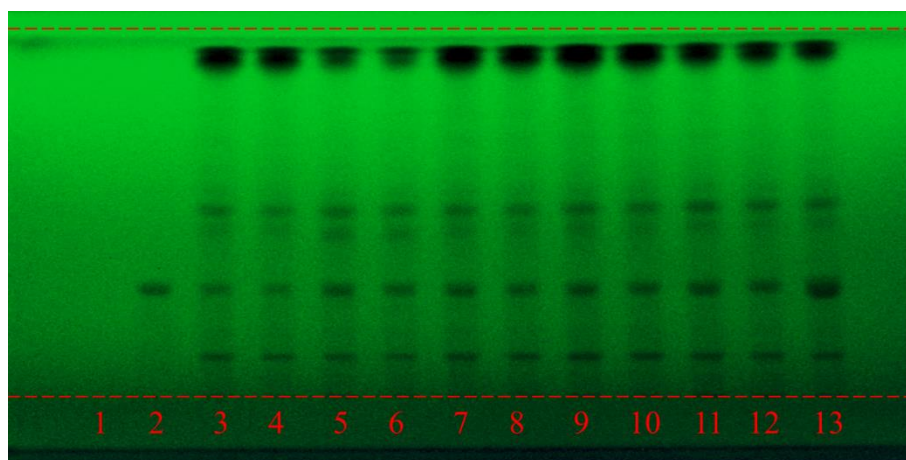
相對溼度(RH)：65%

溫度(RT)：24 °C

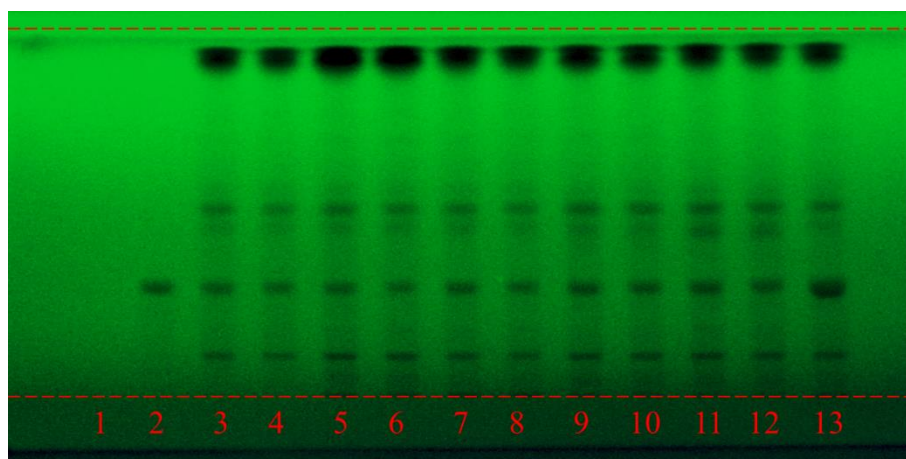
【展開劑3】 (自行開發)——乙酸乙酯：甲酸：水 (9：1：1)

【萃取方法2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015；修飾香港中藥材標準第三冊)

—— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



1	Blank
2	黃芩苷(0.5 mg/mL)
3，4	檢品溶液 1 (NC)
5，6	檢品溶液 2 (NF)
7，8	檢品溶液 3 (NJ)
9，10	檢品溶液 4 (NR)
11，12	檢品溶液 5 (CA-2)
13	Spike (檢品溶液 5)



1	Blank
2	黃芩苷(0.5 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 6 (SA-2)
5 , 6	檢品溶液 7 (SC)
7 , 8	檢品溶液 8 (SG)
9 , 10	檢品溶液 9 (SU-1)
11 , 12	檢品溶液 10 (SU-2)
13	Spike (檢品溶液 5)

結論與建議：飲片鑑別同藥材。