

大黃

(RHEI RADIX ET RHIZOMA)

大黃 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

大黃 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.....	13

大黃 飲片 HPLC

一、材料.....	49
二、儀器及層析管柱.....	49
三、實驗藥品及試劑來源.....	49
四、方法.....	49
五、結果.....	53

大黃 TLC

一、方法.....	67
二、萃法選擇及濃度測試.....	68
三、溶媒系統選擇.....	69
四、觀察方式選擇.....	71
五、十批大黃樣品檢測.....	72
六、十批大黃飲片樣品檢測.....	74

大黃

(RHEI RADIX ET RHIZOMA)

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掌葉大黃的乾燥根及根莖。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：大黃

生藥名：RHEI RADIX ET RHIZOMA

英文名：Rhubarb

基原：本品為蓼科 Polygonaceae 植物掌葉大黃 *Rheum palmatum* L. 去外皮之乾燥根及根莖。

採收加工：通常使用 3 年以上的植物地下部，於 9~11 月地上部枯黃時，或 4~5 月大黃未發芽前採挖，除去泥沙、莖及細根，刮去粗皮，橫切成片或縱切成瓣，或加工成圓柱形，粗根可切成適當長度的節，乾燥。

藥材性狀：類圓筒形之切塊或塊片；圓筒形長 5~15 cm，寬 3~10 cm，其上常有穿孔。外表面黃棕色。並有淺色之紋理，偶附有不完整之皮部，外被有亮棕黃色之粉末。特殊臭，味苦而微收斂。

飲片性狀：本品飲片呈不規則厚片狀，切面淡紅棕色或黃棕色，具顆粒性，並有無數紅棕色之小點。平整之橫切面，於近周邊處可見形成層環紋及放射狀排列之木質部所形成之輪圈。髓部分佈多量之星狀維管束，稱為「星點」。味苦而微收斂。

生長分佈：多年生高大草本，約 2m，生於海拔 1500~4400 公尺山坡或山谷濕地，花期 6~7 月，果期 7~8 月。主產於甘肅、青海、四川等地。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 木栓層細胞，有時已去除，殘留為數列扁平細胞。
2. 形成層位於周邊或靠近周邊處，每一星狀維管束之內方為韌皮部，外方為木質部，韌皮部與木質部間有異常形成層，構成一完整之圓圈。
3. 髓線寬度為 2~3 個薄壁細胞，其中含有黃色結晶性內容物
4. 薄壁細胞含有澱粉粒或草酸鈣簇晶。
5. 木質部組織未木質化。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 粉末呈橙黃色或黃棕色，
2. 導管多數為網紋，螺紋導管較少。
3. 由髓線細胞中脫離之內容物成黃色非結晶性塊甚多。
4. 草酸鈣簇晶多成碎片，偏光顯微鏡下多呈亮黃至彩色。
5. 澱粉粒甚多，為單粒或數個聚集的複粒，呈類圓形。臍點為星狀、點狀、人字狀、狹縫狀或十字狀，偏光顯微鏡下呈黑十字狀。



圖 1A 大黃藥材圖



圖 1B 大黃飲片藥材圖

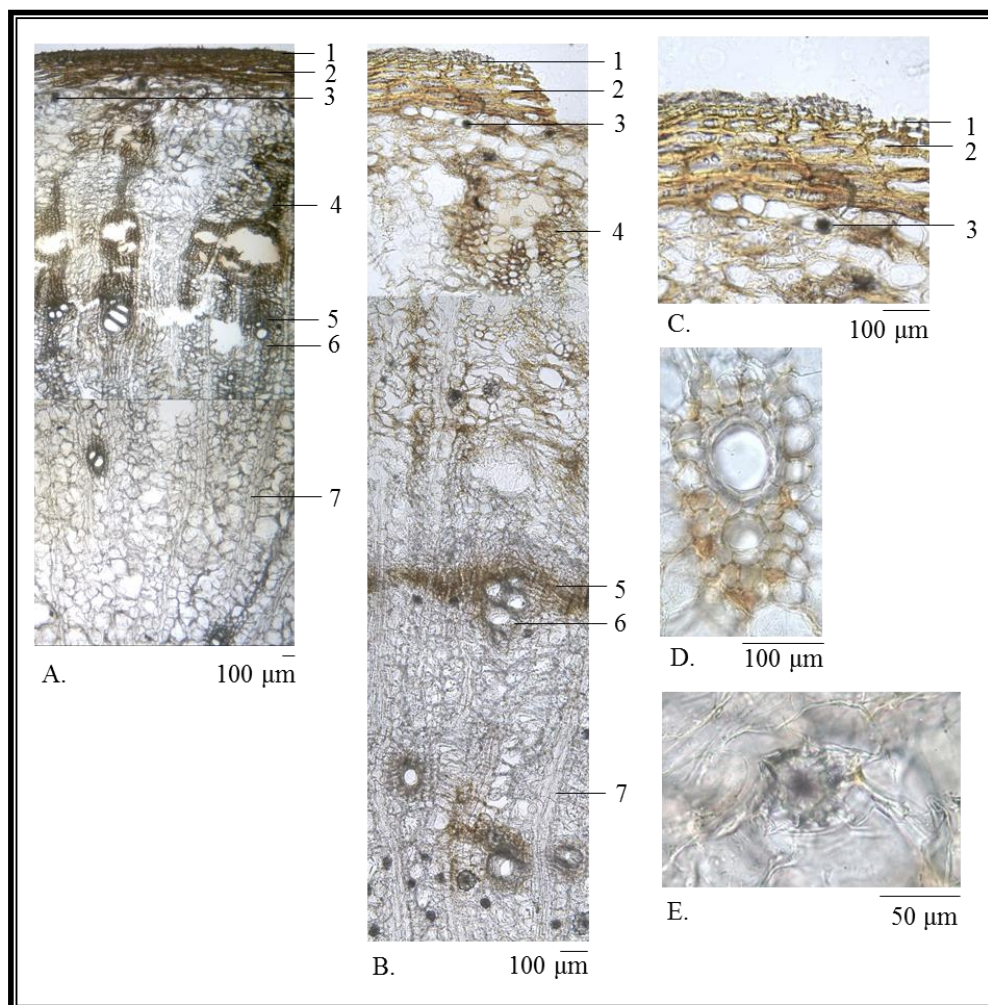


圖 2 大黃橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.栓皮 D.維管束 E.簇晶

1.木栓層 2.皮層 3.簇晶 4.韌皮部 5.形成層 6.木質部 7.髓線

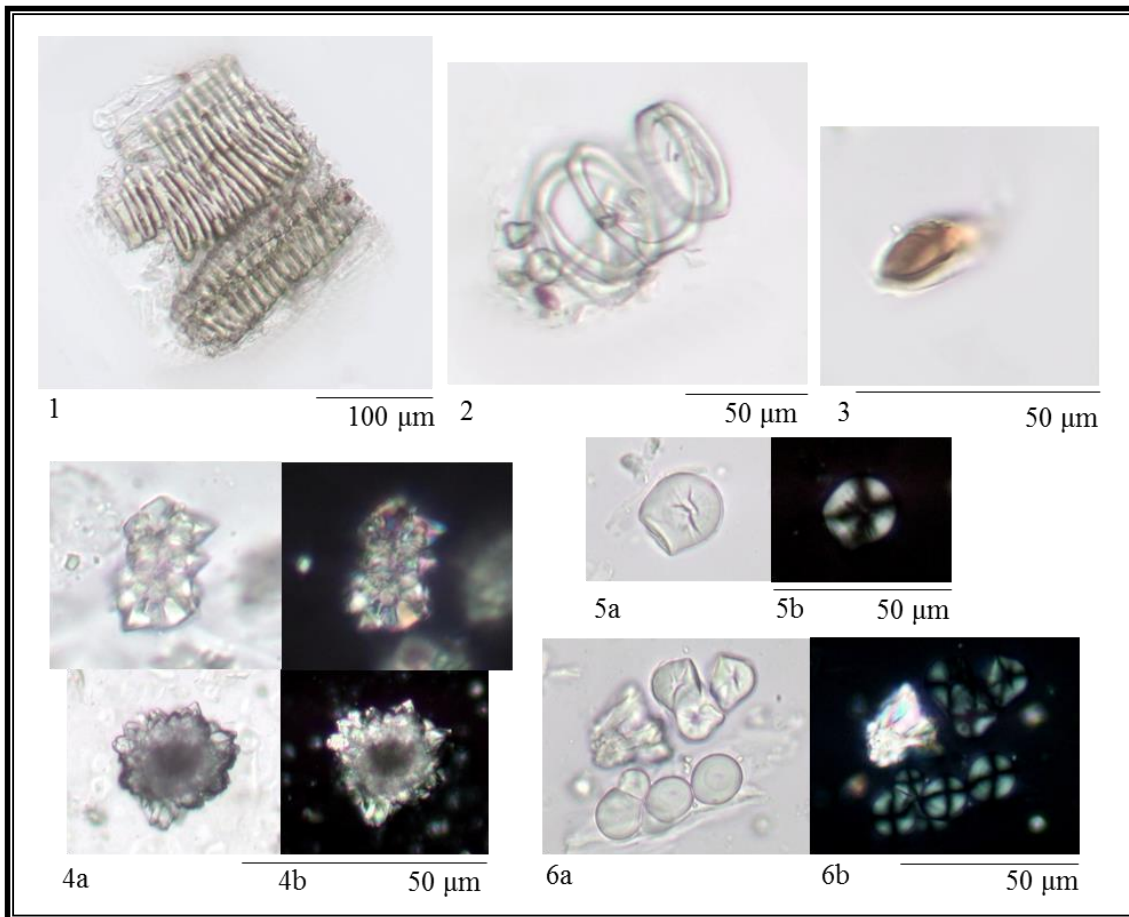


圖 3 大黃粉末顯微特徵圖

a.光學顯微鏡下特徵 b.偏光顯微鏡下特徵

1.網紋導管 2.螺旋導管碎片 3.髓線細胞中黃色團塊物質 4.草酸鈣簇晶

5.澱粉粒單粒 6.澱粉粒複粒/草酸鈣簇晶

參考文獻

1. 衛生福利部臺灣中藥典第三版編輯工作小組編纂(2018)。臺灣中藥典第三版。臺北市：衛生福利部。13~14 頁。
2. 張賢哲、蔡貴花編著(2003)。中藥炮製學第二次修訂版。台中：中國醫藥大學。256~257 頁。
3. 羅集鵬主編(1996)。生藥學。北京：中國醫藥科技出版社。74~78 頁。
4. 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)。香港中藥材標準第二冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。155~170 頁。
5. 肖培根等編輯(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。66~76 頁。
6. 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。62~64 頁。
7. 國家藥典委員會編輯(2015)。中華人民共和國藥典 2015 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。23~24 頁。
8. 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。30~31 頁。

大黃(RHEI RADIX ET RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店大黃藥材共 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、QuatPump G1311A、Sampler G1329B、DAD G1315B；層析管柱 Agilent ZORBAX EP-C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)。

(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 μ m)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(HPLC Grade)購自於 DUKSAN PURE CHEMICALS，鹽酸購自於 Acros，乙酸乙酯購自於 Duksan，二氯甲烷購自於 Nanwa，乙醚購自於 J.T. Backer。

(二) 標準品

標準品蘆薈大黃素(Aloe-emodin)、大黃酸(Rhein)、大黃素(Emodin)、大黃酚(Chrysophanol)與大黃素甲醚(Physcion)購自於普思生物科技公司，純度皆 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取方法評估

1. 取本品粉末 2 份，每份準確稱取 0.15 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 25 mL，分別進行超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘及加熱迴流 30 分鐘，取上清液過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。每針 10 μ L 注入高效能液相層析儀(HPLC)，以所測得之標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚最大波峰面積為最佳大黃萃取方法。
2. 取本品粉末 3 份，每份準確稱取 0.15 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 15 分鐘 (約 4000 x g)，取 5 mL 上清液過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μ m) 至 50 mL 濃縮瓶中濃縮至乾，加入 8% HCl 10 mL 加熱迴流 1 小時，分別以二氯甲烷、乙酸乙酯及乙醚萃取，乾燥、過濾、濃縮，以所測得之標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚最大波峰面積

為最佳大黃萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.15 g，置 50 mL 離心管中，準確加甲醇 25 mL，漩渦振盪 30 秒，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 15 分鐘 (約 4000 x g)。取上清液轉移至 25 mL 定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。每針 10 μ L 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

準確稱取標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚各 1.0 mg，分別加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 分別含有蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚 1000 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 40 μ g/mL 製成蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.15 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 25 mL，漩渦振盪 30 秒，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 15 分鐘(約 4000 x g)，取上清液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，濃縮後轉移至 25 mL 定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。取檢品溶液 5 mL 放置 50 mL 圓底瓶中濃縮至乾，加入 8% HCl 10 mL，漩渦振盪 30 秒，加熱迴流 1 h，冷卻後以乙酸乙酯萃取 3 次，每次 10 mL，合併有機層，乾燥、過濾、濃縮乾，以甲醇溶解轉移至 10 mL 定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 μ L，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取蘆薈大黃素標準品儲備溶液(1000 μ g/mL)適量，以甲醇稀釋製成含蘆薈大黃素分別為 80、60、40、20、4.0 μ g/mL 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μ 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. 準確吸取大黃酸標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)適量，以甲醇稀釋製成含大黃酸分別為 100、50、40、20、10 $\mu\text{g/mL}$ 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 。
3. 準確吸取大黃素標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)適量，以甲醇稀釋製成含大黃素分別為100、50、20、10、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 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 。
4. 準確吸取大黃酚標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)適量，以甲醇稀釋製成含大黃酚分別為200、100、80、20、8.0 $\mu\text{g/mL}$ 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 。
5. 準確吸取大黃素甲醚標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)適量，以甲醇稀釋製成含大黃甲醚分別為500、250、100、40、20 $\mu\text{g/mL}$ 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

以蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚濃度各為 40 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，分別以蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售大黃粉末，依大黃檢品溶液製備方法平行製備 5 份大黃檢品溶液，進樣測定，以蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售大黃粉末，依大黃檢品溶液製備方法製備大黃檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰面積為指標，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

1. 取已知蘆薈大黃素含量的大黃藥材粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的蘆薈大黃素溶液(500 $\mu\text{g/mL}$)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知大黃酸含量的大黃藥材粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的大黃酸溶液(2700 $\mu\text{g/mL}$)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
3. 取已知大黃素含量的大黃藥材粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的大黃素溶液(300 $\mu\text{g/mL}$)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
4. 取已知大黃酚含量的大黃藥材粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的大黃酚溶液(680 $\mu\text{g/mL}$)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
5. 取已知大黃素甲醚含量的大黃藥材粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的大黃素甲醚溶液(750 $\mu\text{g/mL}$)，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：Agilent ZORBAX EP-C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 254 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	75	25
30	75	25

(十二) 臺灣市售大黃含量測定

取 10 批市售大黃藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，各取 10 μL 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的百分含量。

(十三) 大黃檢品之 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 254 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}\text{C}$
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

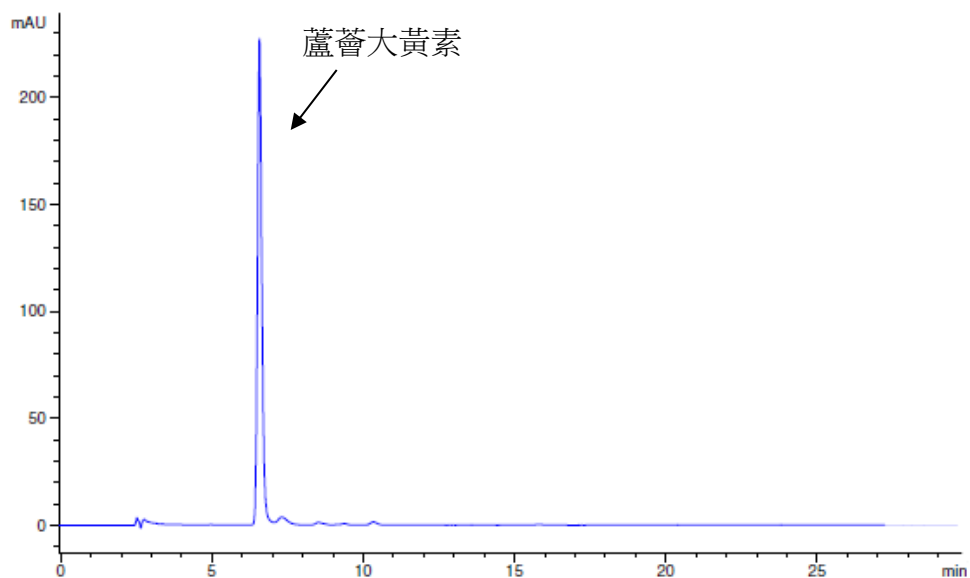
時間(min)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	75	25
10	75	25

五、結果

(一) 標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚之 HPLC 層

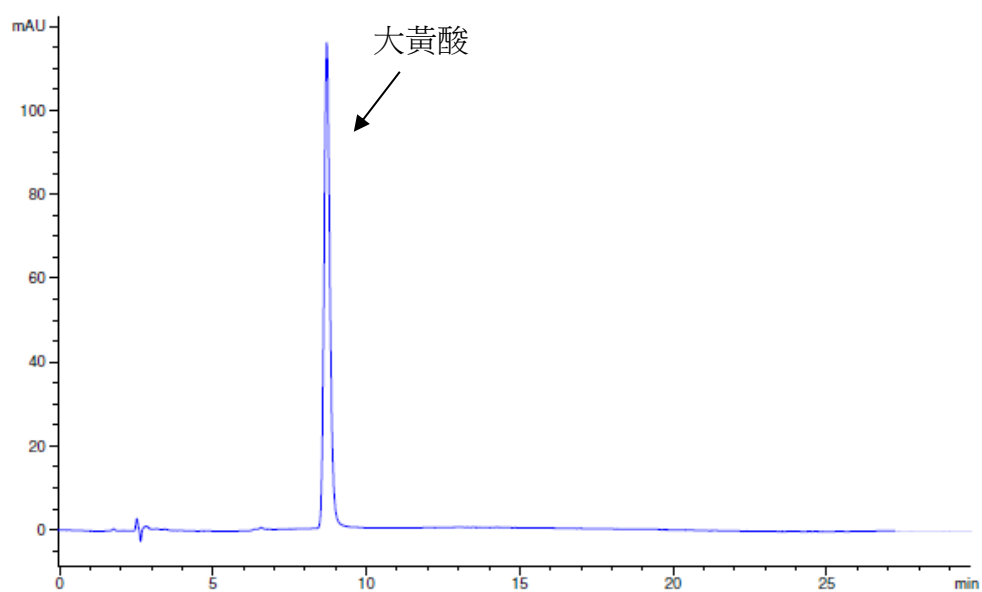
析

於滯留時間 6.5 分鐘處顯示蘆薈大黃素標準品的波峰(圖一)。

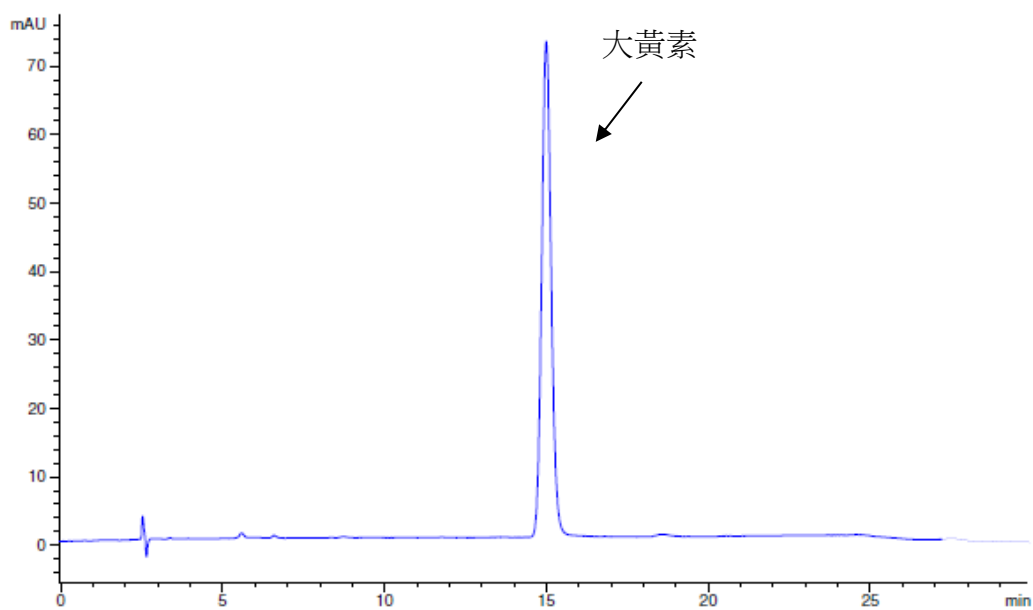


圖一、蘆薈大黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖

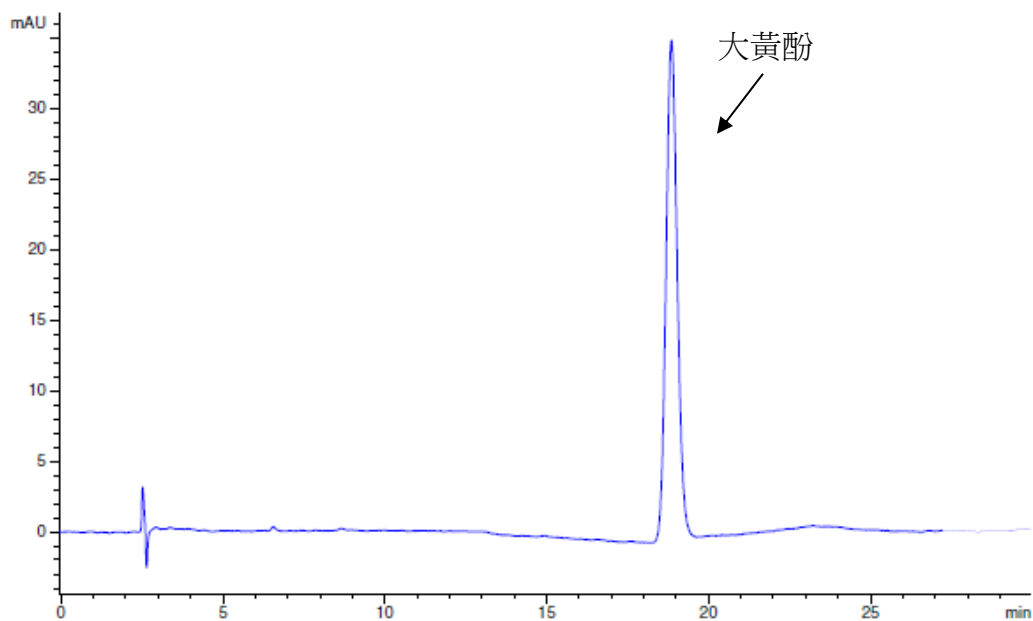
於滯留時間 8.7 分鐘處顯示異大黃酸標準品的波峰(圖二)。



圖二、大黃酸標準品溶液之 HPLC 層析圖
於滯留時間 14.9 分鐘處顯示異大黃素標準品的波峰(圖三)。

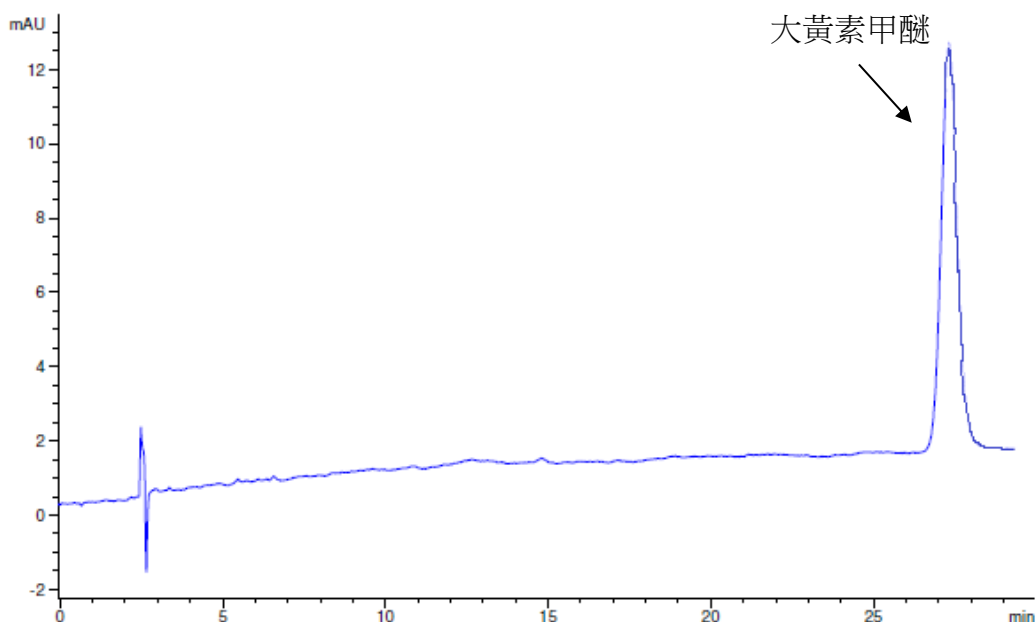


圖三、大黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖
於滯留時間 18.8 分鐘處顯示異大黃酚標準品的波峰(圖四)。



圖四、大黃酚標準品溶液之 HPLC 層析圖

於滯留時間 27.3 分鐘處顯示異大黃素甲醚標準品的波峰(圖五)。



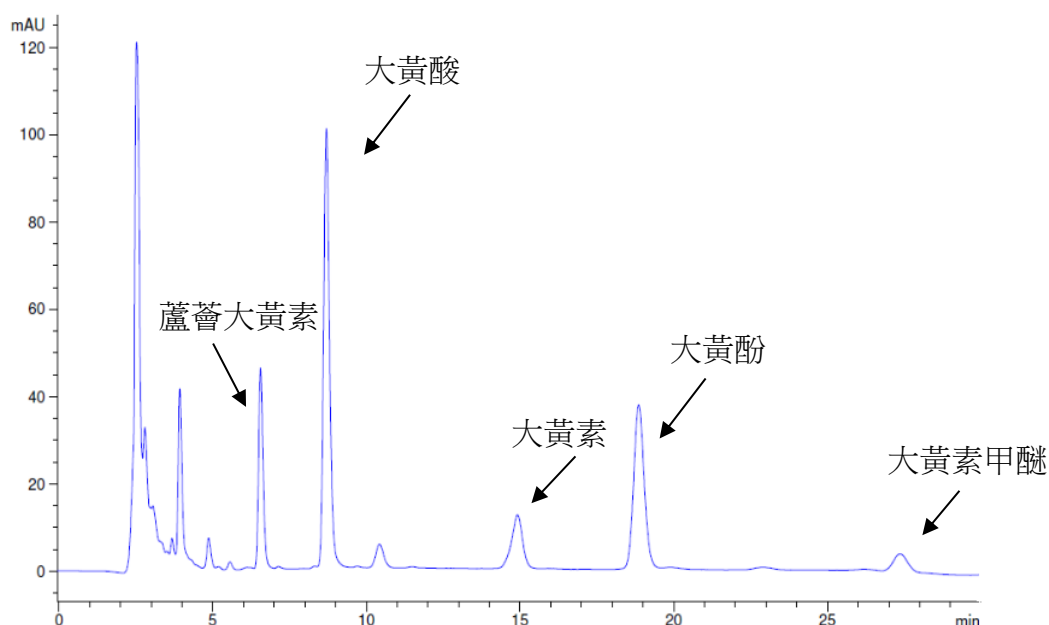
圖五、大黃素甲醚標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售大黃檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 6.5、8.7、14.9、18.8 與 27.3 分鐘分別顯示大黃檢品中蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰(圖六)，蘆薈大黃素分離率(R)為 4.07，托尾因子(T)為 1.18，大黃酸分離率(R)為 4.20，托尾因子(T)為 1.19，大黃素分離率(R)為 4.20，托尾因子(T)為 0.90，大黃酚分離率(R)為 6.11，托尾因子(T)為 1.10，大黃素甲醚分離率(R)為 11.0，托尾因子(T)為 0.95，均在系統適用性要求內。

表一、標準品之分離率與托尾因子

	蘆薈大黃素	大黃酸	大黃素	大黃酚	大黃素甲醚
分離率	4.07	4.20	4.20	6.11	11.0
托尾因子	1.18	1.19	0.90	1.10	0.95



圖六、市售大黃檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取方法評估

以甲醇為溶媒，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz)時，每克藥材重量所得蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰面積較大，顯示超音波振盪處理為較佳萃取方法(表二)。

加入 8% HCl 加熱迴流水解後，以乙酸乙酯萃取時，每克藥材重量所得蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰總面積最大，顯示乙酸乙酯為較佳萃取溶劑(表三)。

表二、不同萃取方法比較

方法	標準品波峰面積					最佳萃取
	蘆薈大黃素	大黃酸	大黃素	大黃酚	大黃素甲醚	
加熱迴流	462.9	1267.7	461.6	941.7	208.1	
超音波振盪	587.4	1415.9	540.8	1113.3	240.4	√

表三、不同萃取溶劑比較

溶劑	標準品波峰面積					最佳萃取
	蘆薈大黃素	大黃酸	大黃素	大黃酚	大黃素甲醚	
二氯甲烷	269.2	322.9	171.0	319.7	64.9	
乙酸乙酯	466.9	546.0	411.7	822.3	203.7	√
乙醚	426.5	833.1	350.9	665.1	157.3	

(四) 最佳萃取次數評估

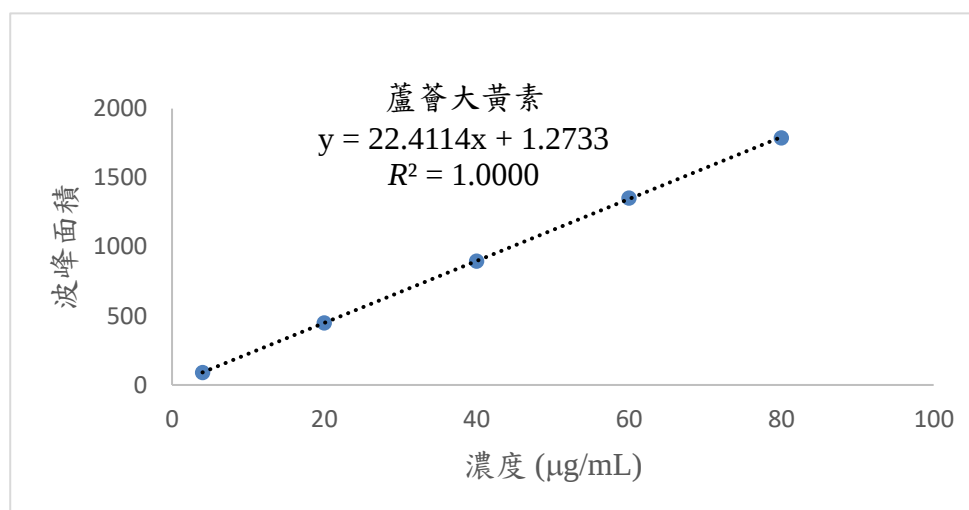
結果顯示萃取 2 次基本上已將蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚萃取完全(萃取率皆大於 98%)(表四)。

表四、大黃檢品萃取次數評估

甲醇萃取次數	標準品波峰面積				
	蘆薈大黃素	大黃酸	大黃素	大黃酚	大黃素甲醚
第 1 次	520.1	1401.7	542.8	1099.5	256.5
第 2 次	32.1	116.9	30.2	57.6	24.1
第3 次	10.7	41.4	11.0	21.1	N.D.

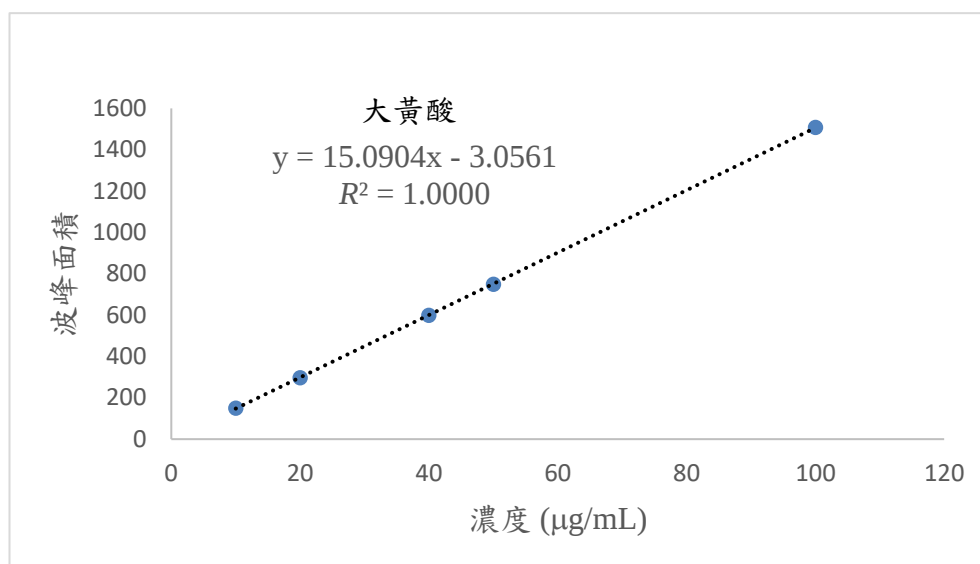
(五) 標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚檢量線

經不同濃度蘆薈大黃素(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 $y = 22.4114x + 1.2733$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 4.0–80 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖七)。



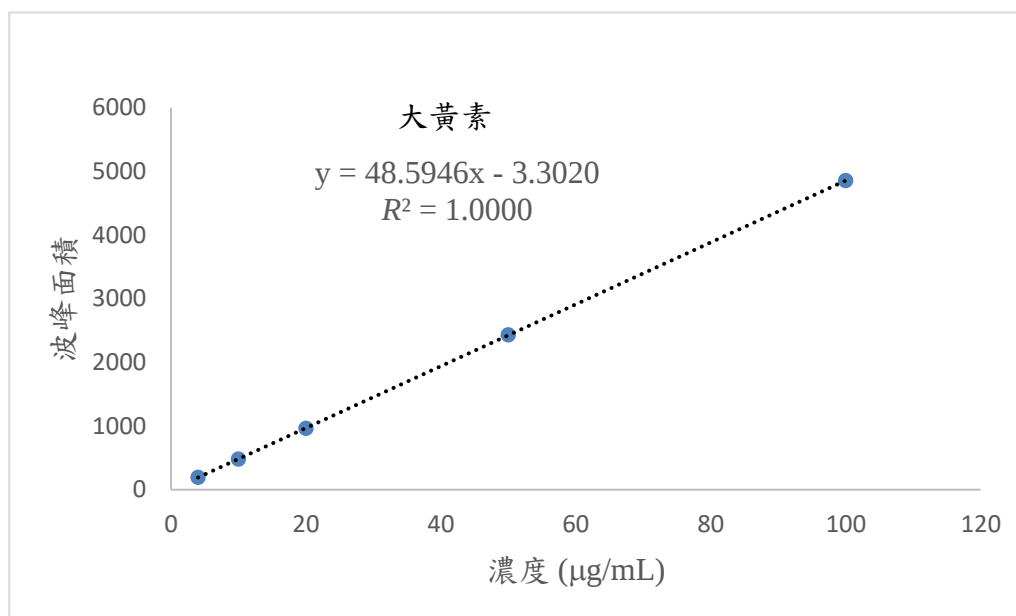
圖七、標準品蘆薈大黃素之檢量線圖

經不同大黃酸(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 $y = 15.0904x - 3.0561$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 10–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖八)。



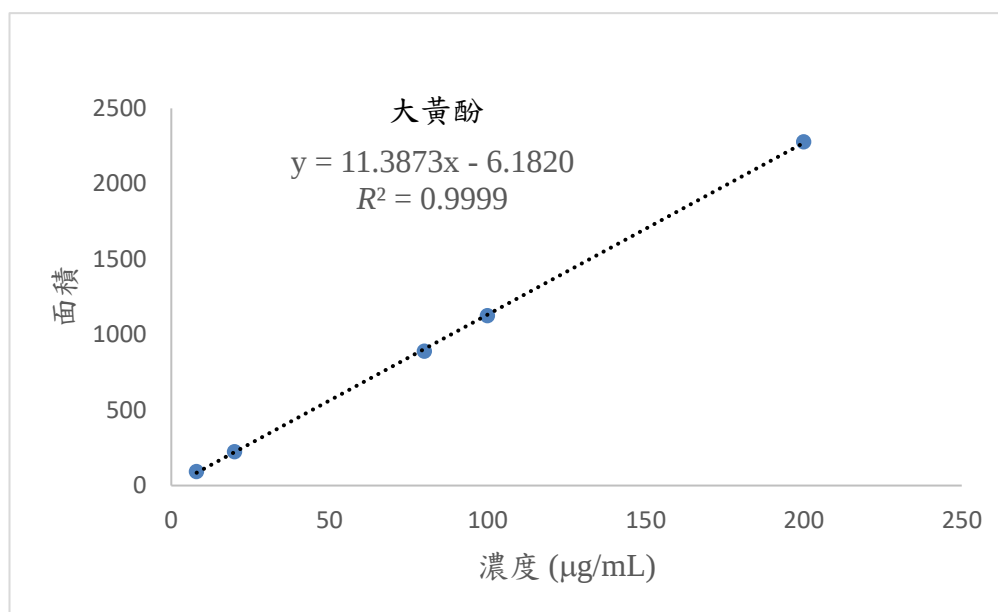
圖八、標準品大黃酸之檢量線圖

經不同大黃素(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 $y = 48.5946x - 3.3020$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 4.0–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖九)。



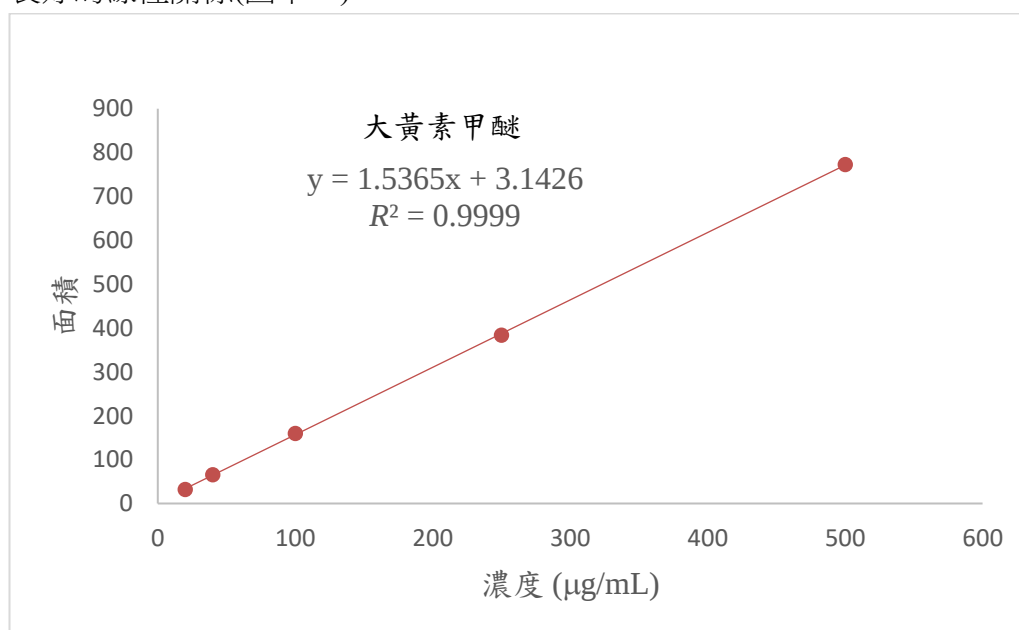
圖九、標準品大黃素之檢量線圖

經不同大黃酚(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 $y = 11.3873x - 6.1820$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 8.0–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖十)。



圖十、標準品大黃酚之檢量線圖

經不同大黃素甲醚(x)對各自層析波峰面積的反應值(y)所得到的檢量線方為 $y = 1.5365x + 3.1426$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 20–500 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖十一)。



圖十一、標準品大黃素甲醚之檢量線圖

表四、蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
蘆薈大黃素	4.0–80	$y = 22.4114x + 1.2733$	1.0000
大黃酸	10–100	$y = 15.0904x - 3.0561$	1.0000
大黃素	4.0–100	$y = 48.5946x - 3.3020$	1.0000
大黃酚	8.0–200	$y = 11.3873x - 6.1820$	0.9999
大黃素甲醚	20–500	$y = 1.5365x + 3.1426$	0.9999

(六) 精密度試驗

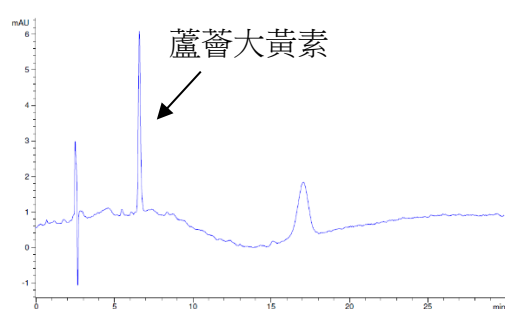
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚精密度之相對標準差分別為 0.16%、0.12%、0.79%、0.18%與 0.15%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

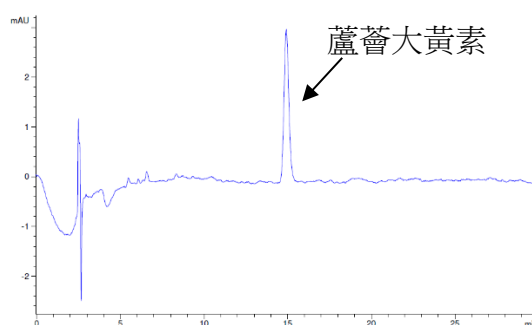
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚重複性之相對標準差分別為 3.95%、3.49%、4.43%、2.50%與 1.10%，均在系統適用性要求內。蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差分別為 2.30%、1.57%、2.23%、1.64%與 2.18%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

蘆薈大黃素偵測極限為 $2.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十二)，定量極限為 $4.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十三)。大黃酸偵測極限為 $4.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十四)，定量極限為 $8.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十五)。大黃素偵測極限為 $0.4 \mu\text{g/mL}$ (圖十六)，定量極限為 $1.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十七)。大黃酚偵測極限為 $2.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十八)，定量極限為 $4.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十九)。大黃素甲醚偵測極限為 $8.0 \mu\text{g/mL}$ (圖二十)，定量極限為 $20 \mu\text{g/mL}$ (圖二十一)。



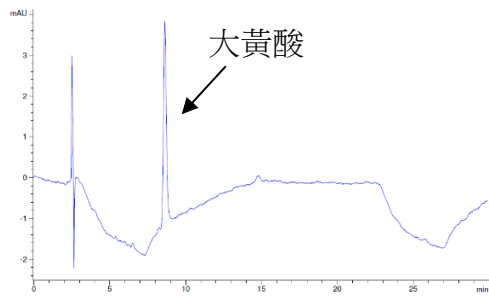
圖十二、蘆薈大黃素之偵測極限層析



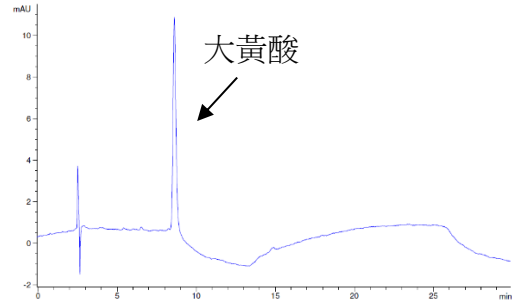
圖十三、蘆薈大黃素之定量極限層析

析圖

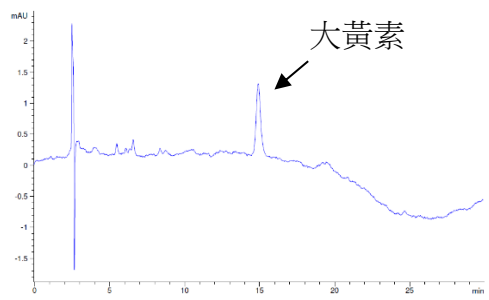
圖



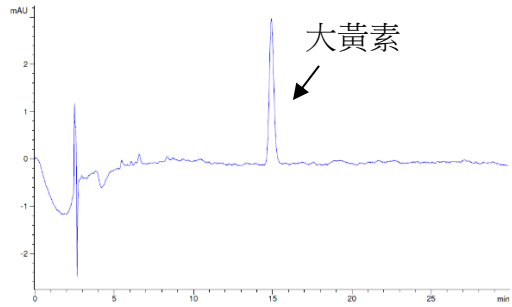
圖十四、大黄酸之偵測極限層析圖



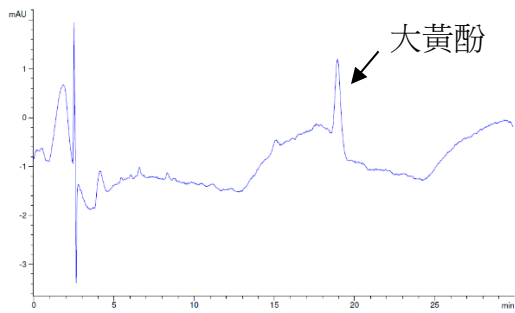
圖十五、大黄酸之定量極限層析圖



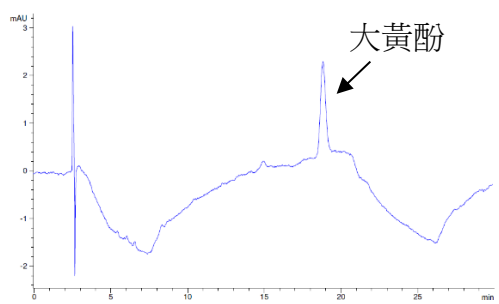
圖十六、大黄素之偵測極限層析圖



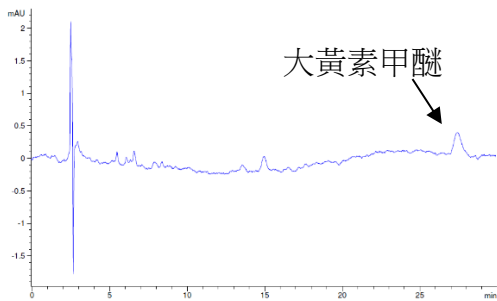
圖十七、大黄素之定量極限層析圖



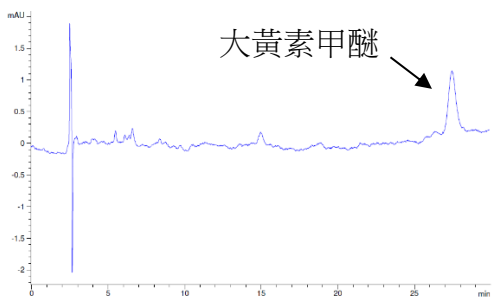
圖十八、大黄酚之偵測極限層析圖



圖十九、大黄酚之定量極限層析圖



圖二十、大黄素甲醚之偵測極限層析圖



圖二十一、大黄素甲醚之定量極限層析圖

表五、各項檢驗分析

檢測項目	蘆薈大黃素		大黃酸		大黃素	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	40 µg/mL	0.16	40 µg/mL	0.12	40 µg/mL	0.79
重複性 (n=5)	檢品溶液 (No.4)	3.95	檢品溶液 (No.4)	3.49	檢品溶液 (No.4)	4.43
穩定性 (n=6)	檢品溶液 (No.4)	2.30	檢品溶液 (No.4)	1.57	檢品溶液 (No.4)	2.23
偵測極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-	4.0 µg/mL		0.4 µg/mL	
定量極限 (n=1)	4.0 µg/mL	-	8.0 µg/mL		1.0 µg/mL	

檢測項目	大黃酚		大黃素甲醚	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	40 µg/mL	0.18	40 µg/mL	0.15
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.4)	2.50	檢品溶液(No.4)	1.10
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.4)	1.64	檢品溶液(No.4)	2.18
偵測極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-	8.0 µg/mL	
定量極限 (n=1)	4.0 µg/mL	-	20 µg/mL	

(九) 添加回收率試驗

蘆薈大黃素平均添加回收率為 107.4%，相對標準偏差為 2.16%。

表六、蘆薈大黃素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 4)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0759	0.53	0.5	1.05	103.3	107.35	2.16
2	0.0785	0.55	0.5	1.09	108.7		
3	0.0768	0.54	0.5	1.08	108.4		
4	0.0786	0.55	0.5	1.10	109.0		
5	0.0752	0.53	0.5	1.07	107.4		

大黃酸平均添加回收率為 108.6%，相對標準偏差為 1.61%。

表七、大黃酸添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No.4)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0780	2.17	2.70	5.02	105.6	108.56	1.61
2	0.0764	2.12	2.70	5.05	108.5		
3	0.0770	2.14	2.70	5.09	109.4		
4	0.0775	2.15	2.70	5.11	109.6		
5	0.0782	2.17	2.70	5.14	109.8		

大黃素平均添加回收率為 101.8%，相對標準偏差為 4.09%。

表八、大黃素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No.4)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0770	0.09	0.30	0.37	105.6	101.78	4.09
2	0.0748	0.08	0.30	0.39	108.5		
3	0.0776	0.09	0.30	0.40	109.4		
4	0.0747	0.08	0.30	0.38	109.6		
5	0.0768	0.09	0.30	0.40	109.8		

大黃酚平均添加回收率為 98.5%，相對標準偏差為 3.73%。

表九、大黃酚添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No.4)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0752	2.07	0.68	2.75	101.0	98.48	3.73
2	0.0769	2.11	0.68	2.80	101.3		
3	0.0751	2.06	0.68	2.71	95.3		
4	0.0750	2.06	0.68	2.70	93.7		
5	0.0776	2.13	0.68	2.82	101.0		

大黃素甲醚平均添加回收率為 101.0%，相對標準偏差為 3.78%。

表十、大黃素甲醚添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No.4)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0767	2.63	0.75	3.35	96.3	100.95	3.78
2	0.0778	2.67	0.75	3.45	104.7		
3	0.0752	2.58	0.75	3.33	100.1		
4	0.0765	2.62	0.75	3.41	105.0		
5	0.0757	2.59	0.75	3.33	98.7		

(十) 臺灣市售大黃含量測定

10 批大黃藥材之含量測定結果(乾燥品)如表十一所示，蘆薈大黃素為 0.06%–0.99%，大黃酸含量為 0.14%–3.42%，大黃素含量為 0.05%–0.32%，大黃酚含量為 1.53%–3.99%，大黃素甲醚含量為 1.13%–7.47%，總含量為 5.21%–15.27%。建議大黃藥材指標成分蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚含量總和不得少於 1.5%。建議理論板數按蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚波峰計算應不低於 5000 (實際值為 10826、10473、8841、14924 及 15340)。

表十一、臺灣市售大黃檢品之標準品含量

藥材編號 (No.)	標準品含量(%)					總量(%)
	蘆薈大黃素	大黃酸	大黃素	大黃酚	大黃素甲醚	
1 (SA)	0.06	0.14	0.05	2.95	4.65	7.85
2 (NC)	0.50	1.73	0.32	1.53	1.13	5.21
3 (SA-3)	0.55	2.81	0.14	2.17	3.87	9.54
4 (SA-4)	0.77	3.05	0.12	3.02	3.76	10.72
5 (ND)	0.86	1.42	0.26	3.91	7.47	13.92
6 (NC-2)	0.62	2.13	0.15	2.28	2.41	7.59
7 (NR-1)	0.78	3.32	0.12	1.93	3.71	9.86
8 (CA-3-1)	0.99	3.42	0.24	3.99	6.63	15.27
9 (SU-2-1)	0.65	1.44	0.17	2.96	4.53	9.75
10 (CA-1-1)	0.89	3.28	0.21	3.92	4.70	13.00
平均值	0.734	2.274	0.178	2.866	4.286	10.271
S.D.	0.165	1.085	0.080	0.881	1.834	3.084

備註：蘆薈大黃素在藥材編號 1 的 Q 值未落在 95%信賴區間，不列入計算。

(十一) 大黃藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售大黃檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Agilent ZORBAX EP-C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)

2. 檢測波長：UV 254 nm

4. 管柱溫

度：室溫

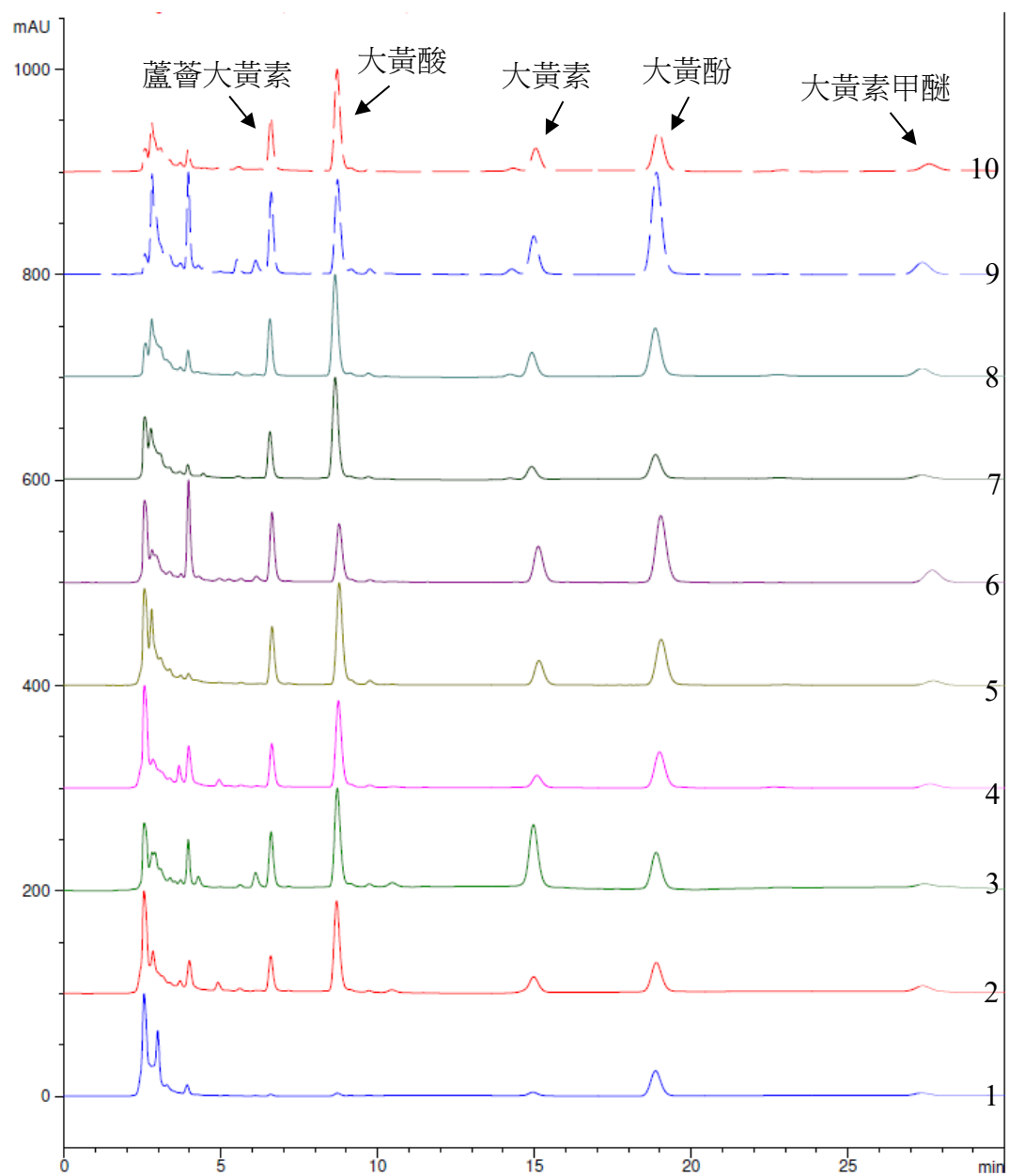
3. 流速：1.0 mL/min

5. 注入

量：10 μ L

6. 移動相：

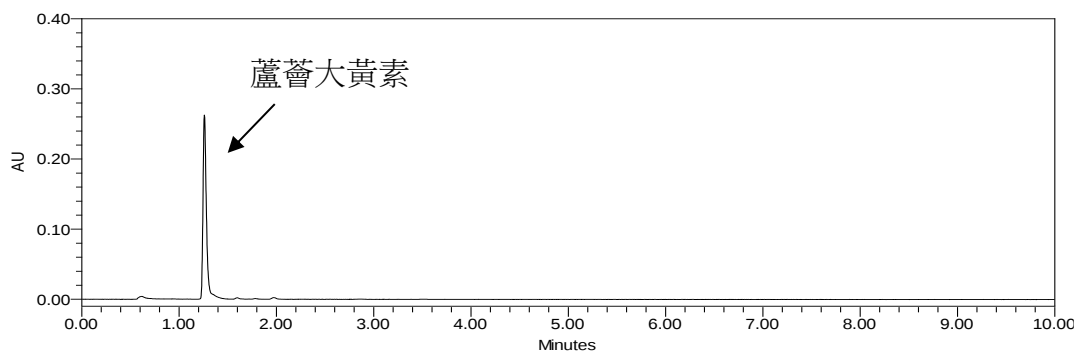
時間(min)	甲 醇(%)	0.1% 磷酸(v/v, %)
0	75	25
30	75	25



圖二十二、10 批大黃藥材之 HPLC 指紋圖譜

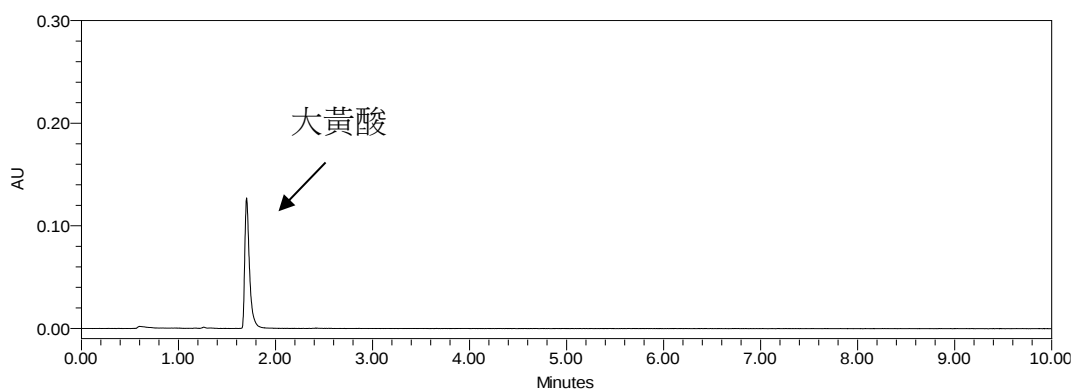
(十二) 標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚之 UPLC 層析

於滯留時間 1.3 分鐘顯示蘆薈大黃素標準品的波峰(圖二十三)。



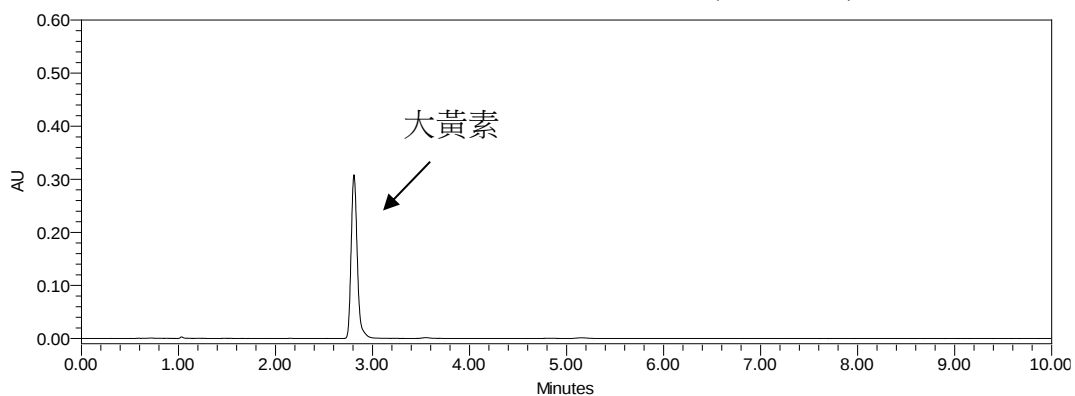
圖二十三、蘆薈大黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖

於滯留時間 1.7 分鐘顯示大黃酸標準品的波峰(圖二十四)。



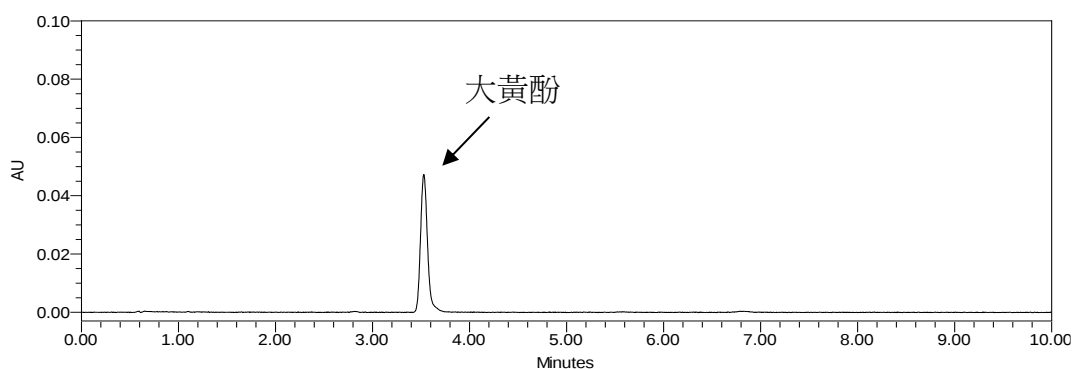
圖二十四、大黃酸標準品溶液之 UPLC 層析圖

於滯留時間 2.8 分鐘顯示大黃素標準品的波峰(圖二十五)。



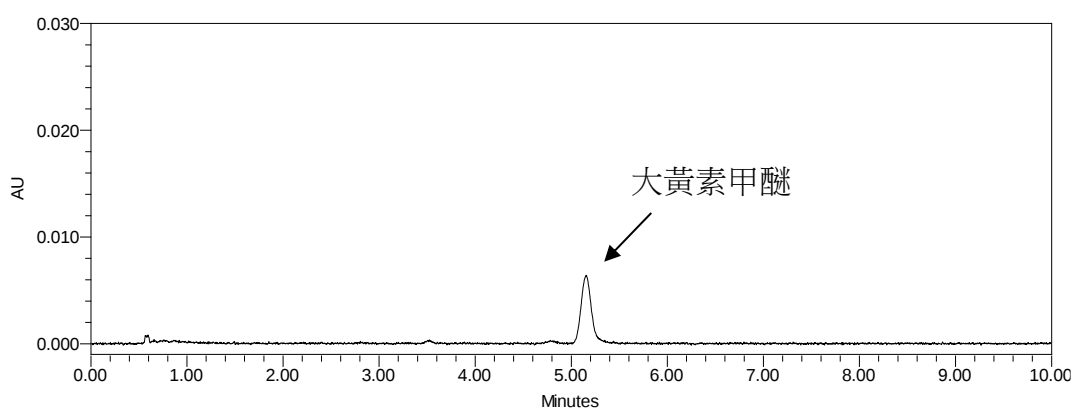
圖二十五、大黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖

於滯留時間 3.5 分鐘顯示大黃酚標準品的波峰(圖二十六)。



圖二十六、大黃酚標準品溶液之 UPLC 層析圖

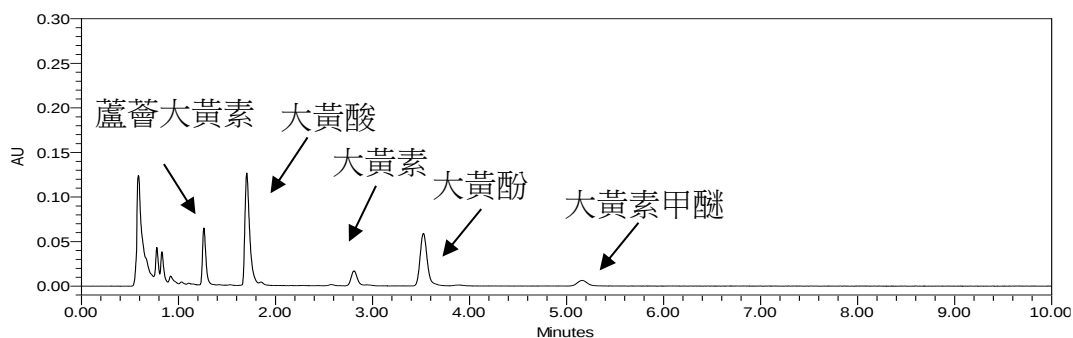
於滯留時間 5.2 分鐘顯示大黃素甲醚標準品的波峰(圖二十七)。



圖二十七、大黃素甲醚標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售大黃檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 1.3、1.7、2.8、3.5 與 5.2 分鐘分別顯示大黃檢品中蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰(圖二十八)。

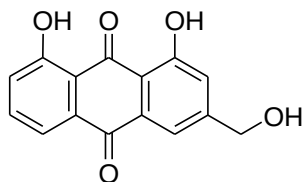


圖二十八、市售大黃檢品之 UPLC 層析圖

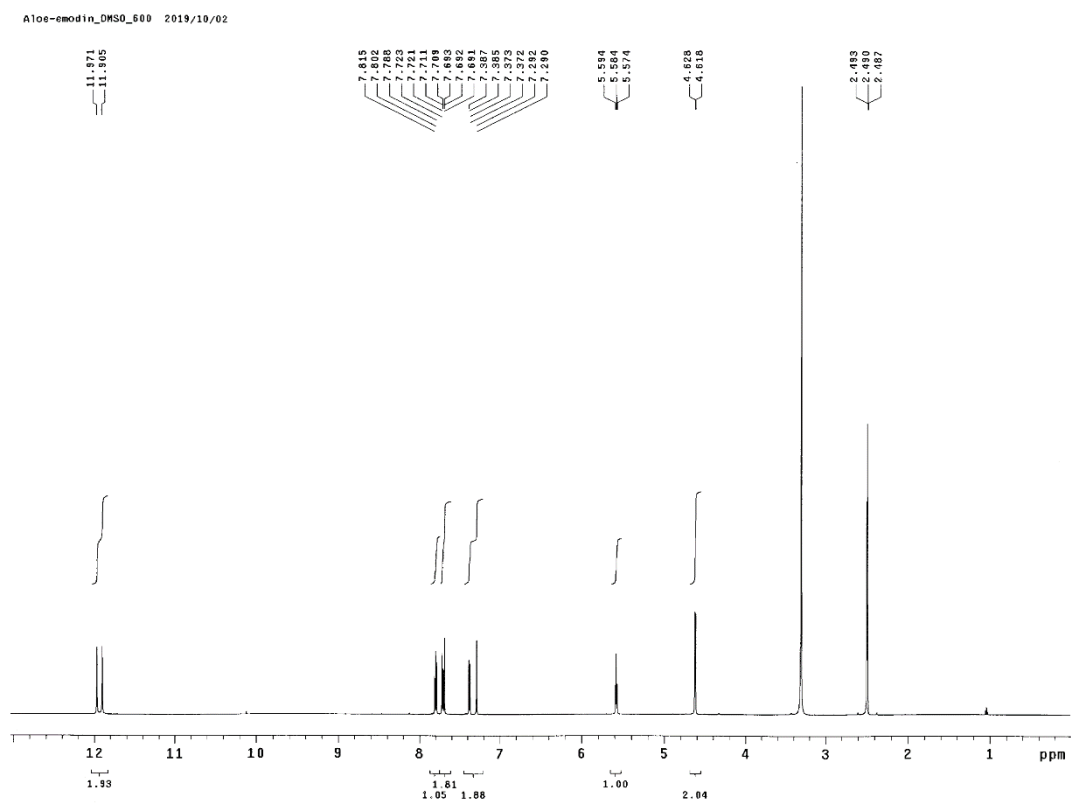
(十四) 蘆薈大黃素的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{10}O_5$ ；Mol. Wt.：270.24；mp：223 °C；黃色固體。

(十五) 蘆薈大黃素的結構

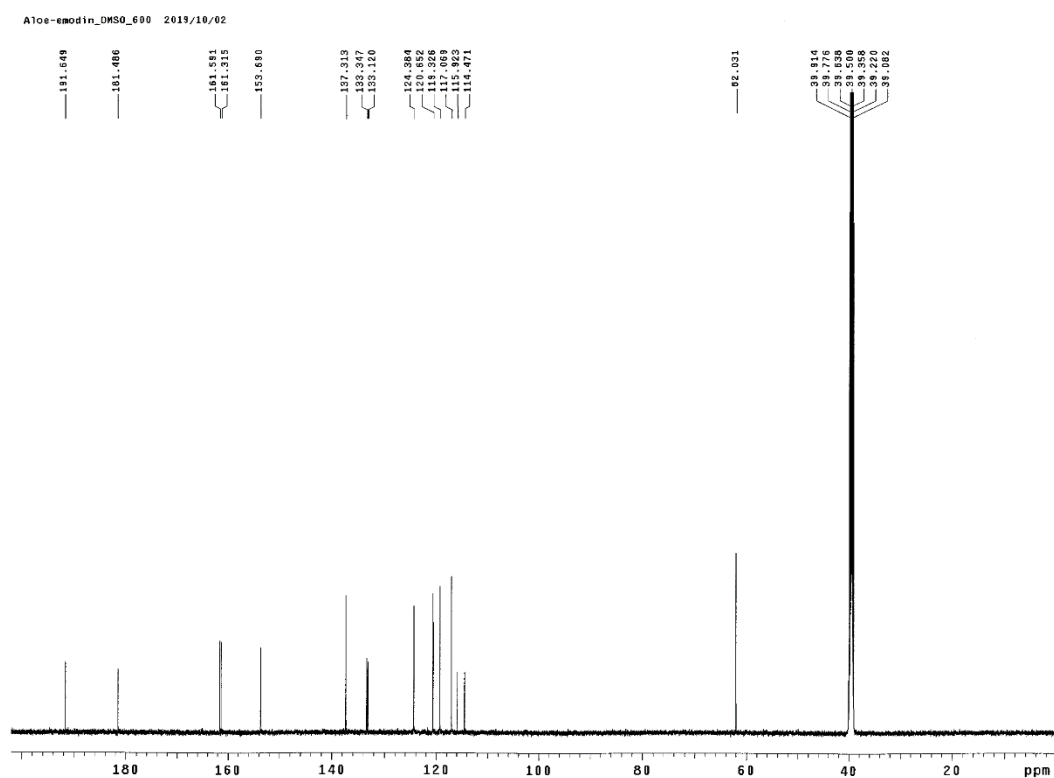


(十六) 蘆薈大黃素的 1H NMR 圖譜



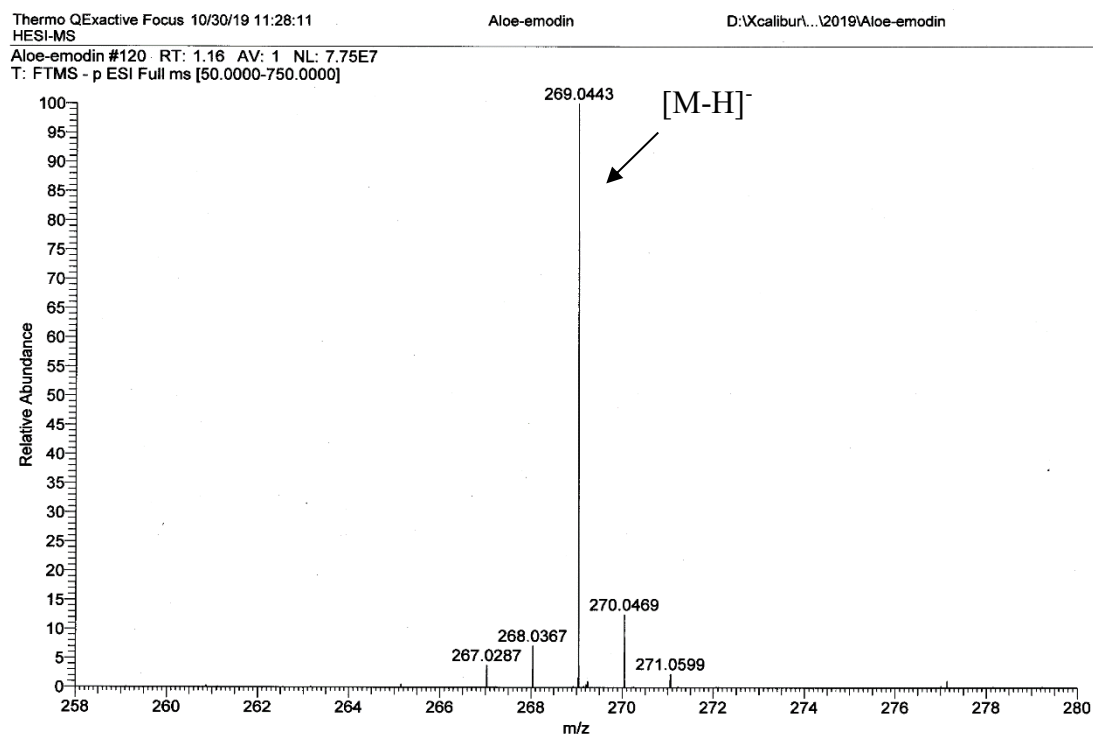
圖二十九、蘆薈大黃素的 1H NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(十七) 蘆薈大黃素的 ^{13}C NMR 圖譜



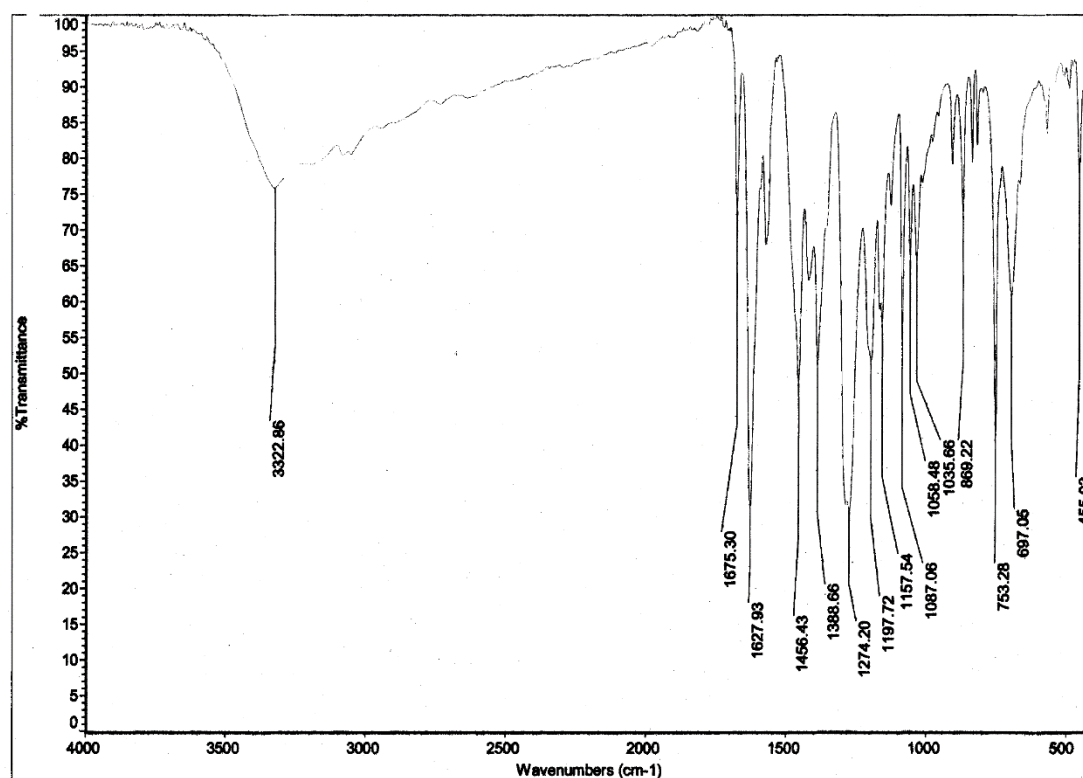
圖三十、蘆薈大黃素的 ^{13}C NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(十八) 蘆薈大黃素的 ESI-MS 圖譜



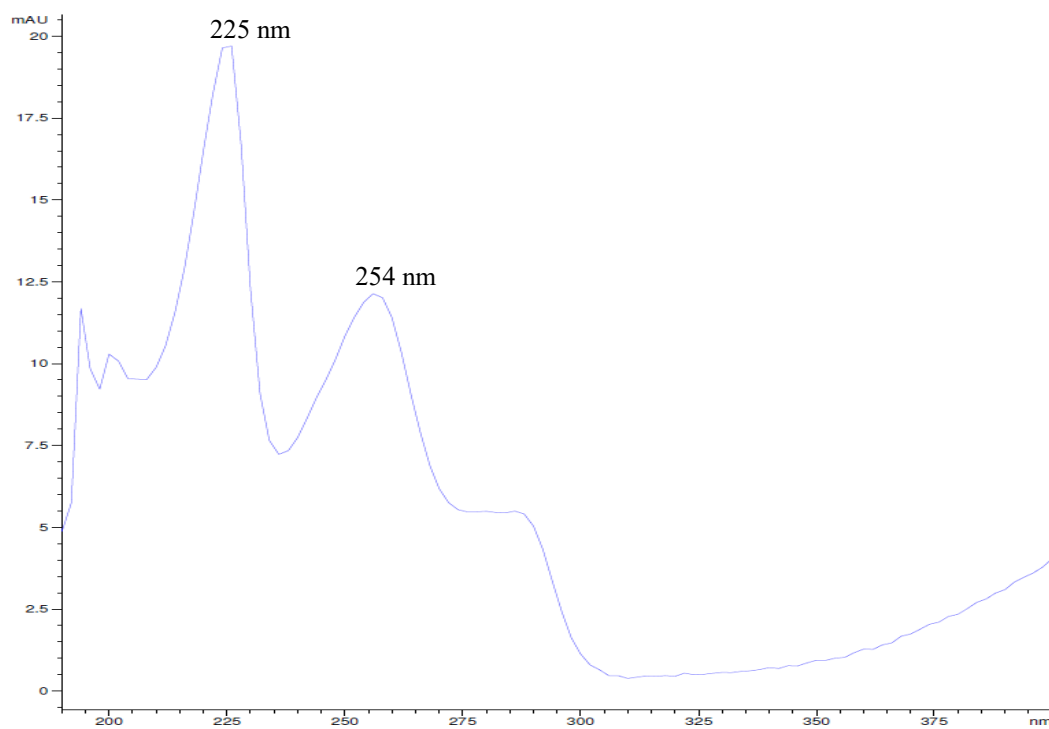
圖三十一、蘆薈大黃素的 ESI-MS 圖譜

(十九) 蘆薈大黃素的 FTIR 圖譜



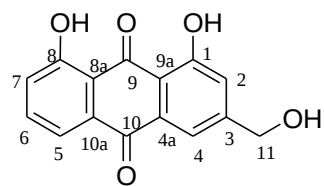
圖三十二、蘆薈大黃素的 FTIR 圖譜

(二十) 蘆薈大黃素的 UV 圖譜



圖三十三、蘆薈大黃素的 UV 圖譜

(二十一) 蘆薈大黃素的氫、碳化學位移



蘆薈大黃素

表九、蘆薈大黃素的氫、碳化學位移(DMSO-*d*₆)^a

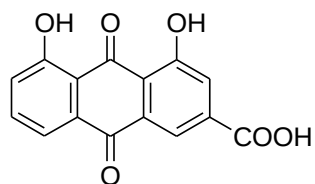
position	δ_{H} (600 MHz)	δ_{C} (150 MHz)
1	-	161.6
2	7.29 (d, 1.2)	120.7
3	-	153.7
4	7.69 (d, 1.2)	117.1
4a	-	133.1
5	7.72 (dd, 7.8, 1.2)	119.3
6	7.80 (t, 7.8)	137.3
7	7.38 (d, 7.8, 1.2)	124.4
8	-	161.3
8a	-	115.9
9	-	191.6
9a	-	114.5
10	-	181.5
10a	-	133.3
11	4.62 (d, 6.0)	62.0
1-OH	11.9 (s)	-
8-OH	12.0 (s)	-
11-OH	5.58 (d, 6.0)	-

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

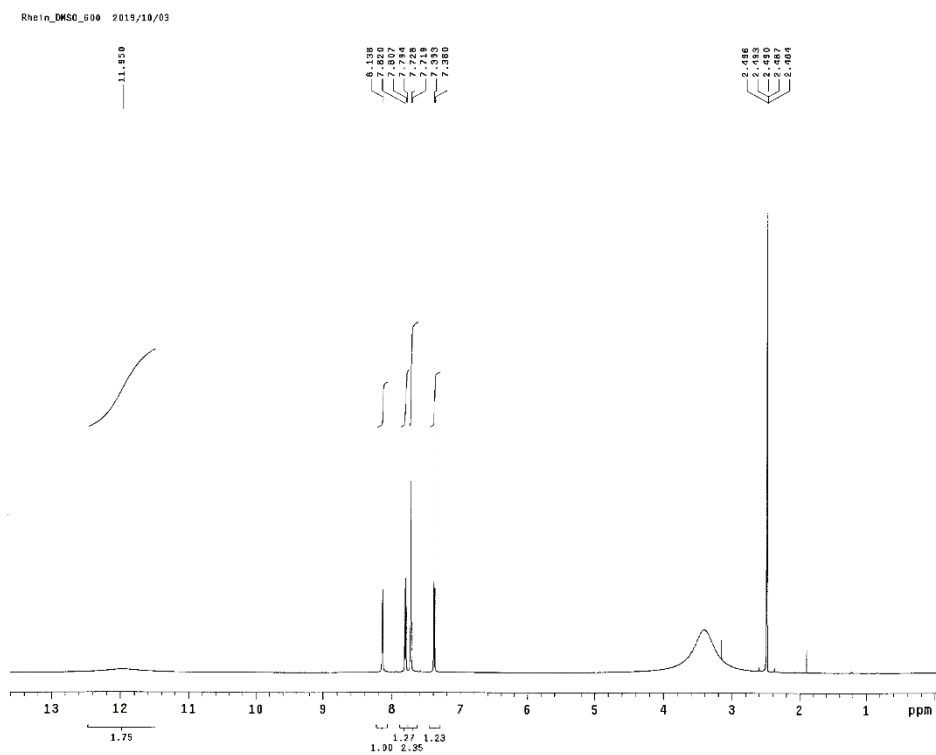
(二十二) 大黃酸的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_8O_6$ ；Mol. Wt.：284.22；mp：351 °C；黃色固體。

(二十三) 大黃酸的結構

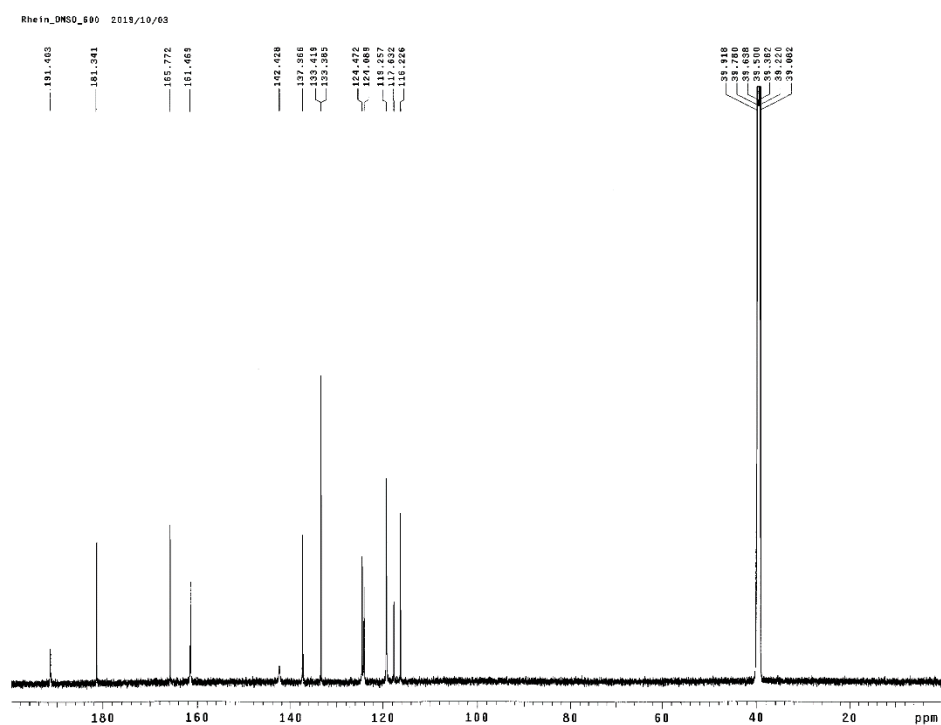


(二十四) 大黃酸的 1H NMR 圖譜



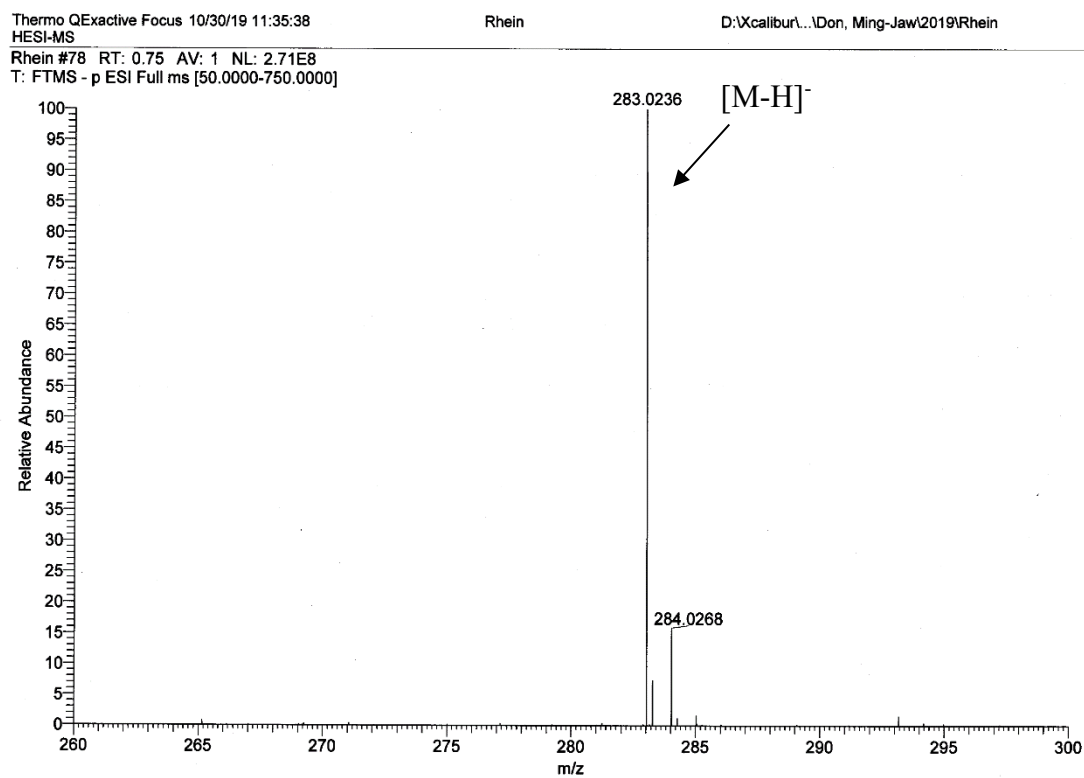
圖三十四、大黃酸的 1H NMR 圖(DMSO- d_6)

(二十五) 大黃酸的 ^{13}C NMR 圖譜



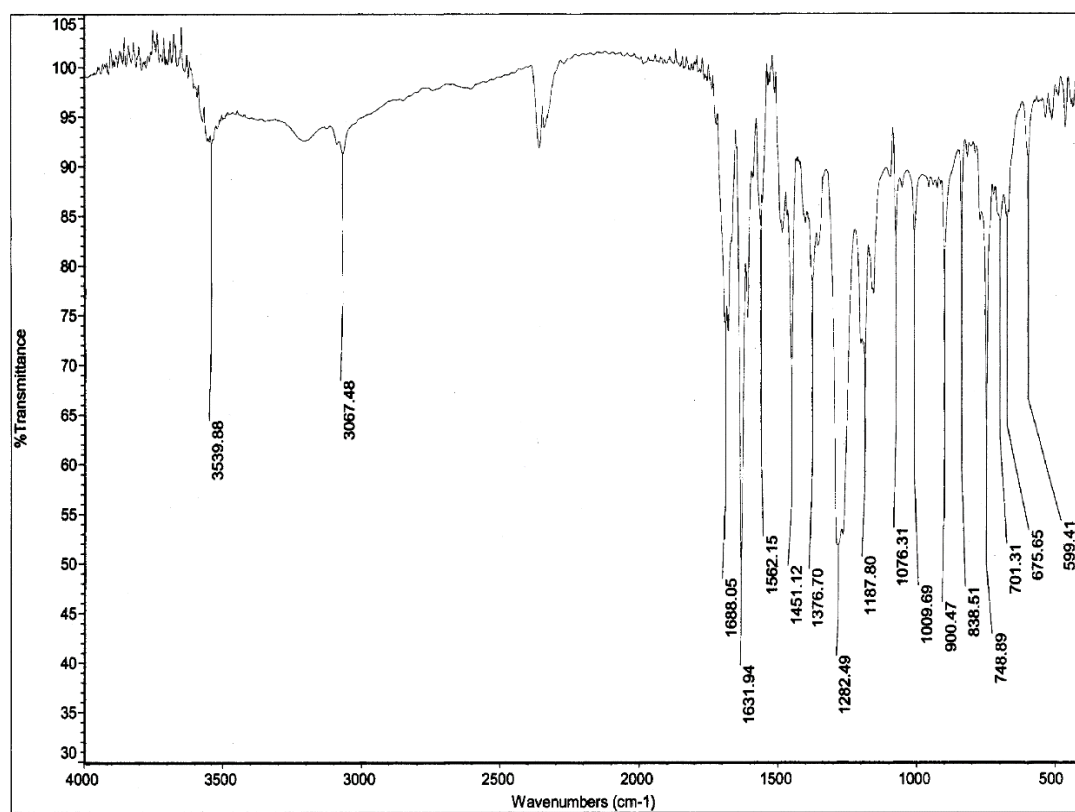
圖三十五、大黃酸的 ^{13}C NMR 圖(DMSO- d_6)

(二十六) 大黃酸的 ESI-MS 圖譜



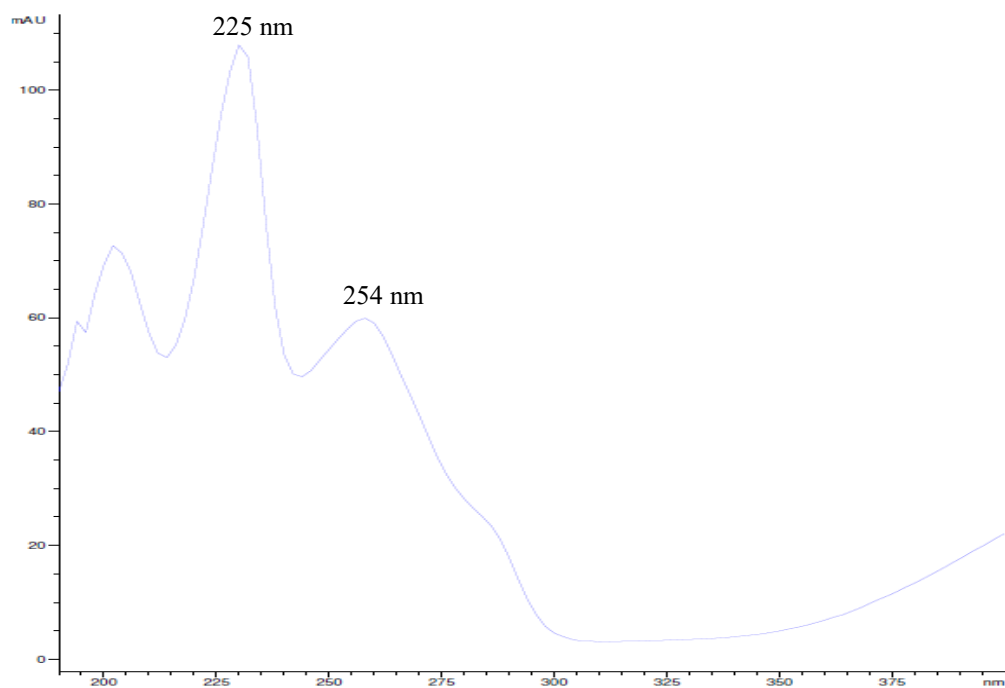
圖三十六、大黃酸的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 大黃酸的 FTIR 圖譜



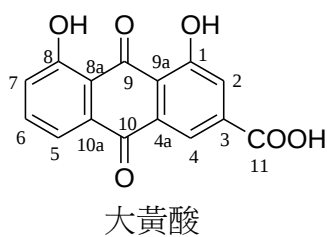
圖三十七、大黃酸的 FTIR 圖譜

(二十八) 大黃酸的 UV 圖譜



圖三十八、大黃酸的 UV 圖譜

(二十九) 大黃酸的氫、碳化學位移



表十、大黃酸的氫、碳化學位移(DMSO-*d*₆)^a

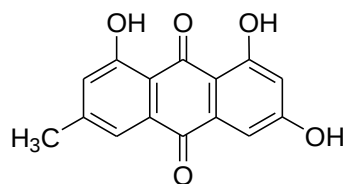
position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	-	165.8
2	8.14 (s)	119.3
3	-	142.4
4	7.72–7.73 (m)	124.1
4a	-	133.4
5	7.72–7.73 (m)	119.3
6	7.81 (t, 7.8)	137.4
7	7.39 (d, 7.8)	124.5
8	-	161.6
8a	-	116.2
9	-	191.4
9a	-	117.6
10	-	181.3
10a	-	133.4
11	-	181.3
1-OH	-	-
8-OH	-	-

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

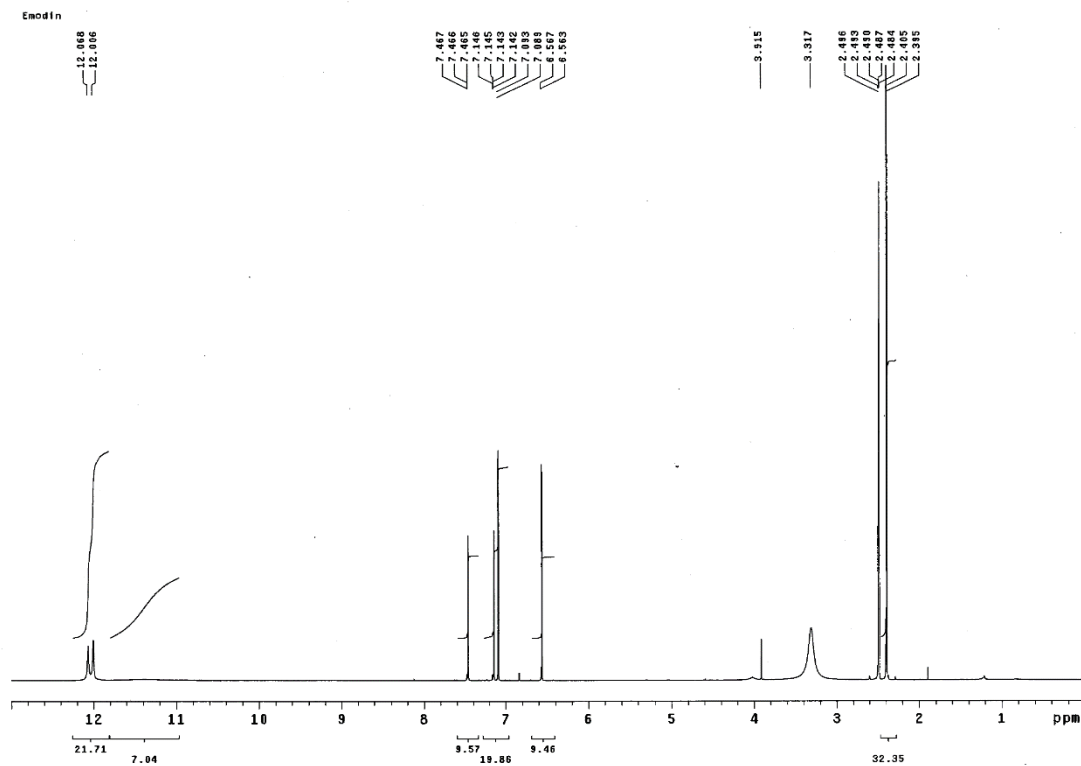
(三十) 大黃素的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{10}O_5$ ； Mol. Wt.：270.24； mp：257 °C；黃色固體。

(三十一) 大黃素的結構

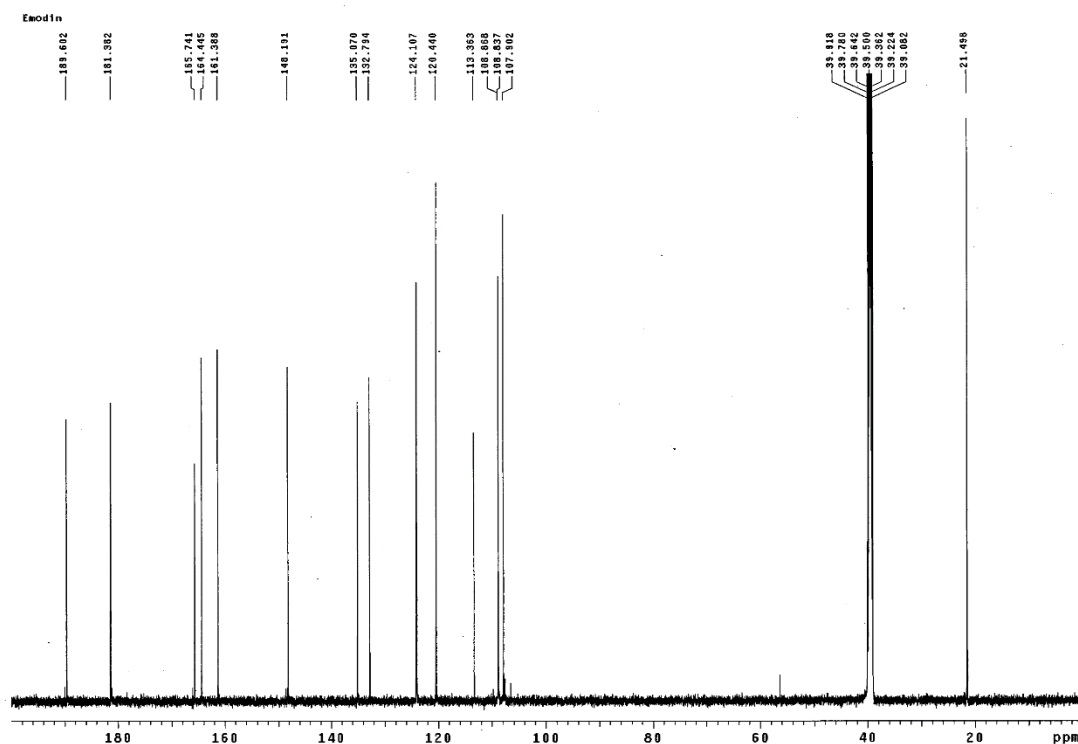


(三十二) 大黃素的 1H NMR 圖譜



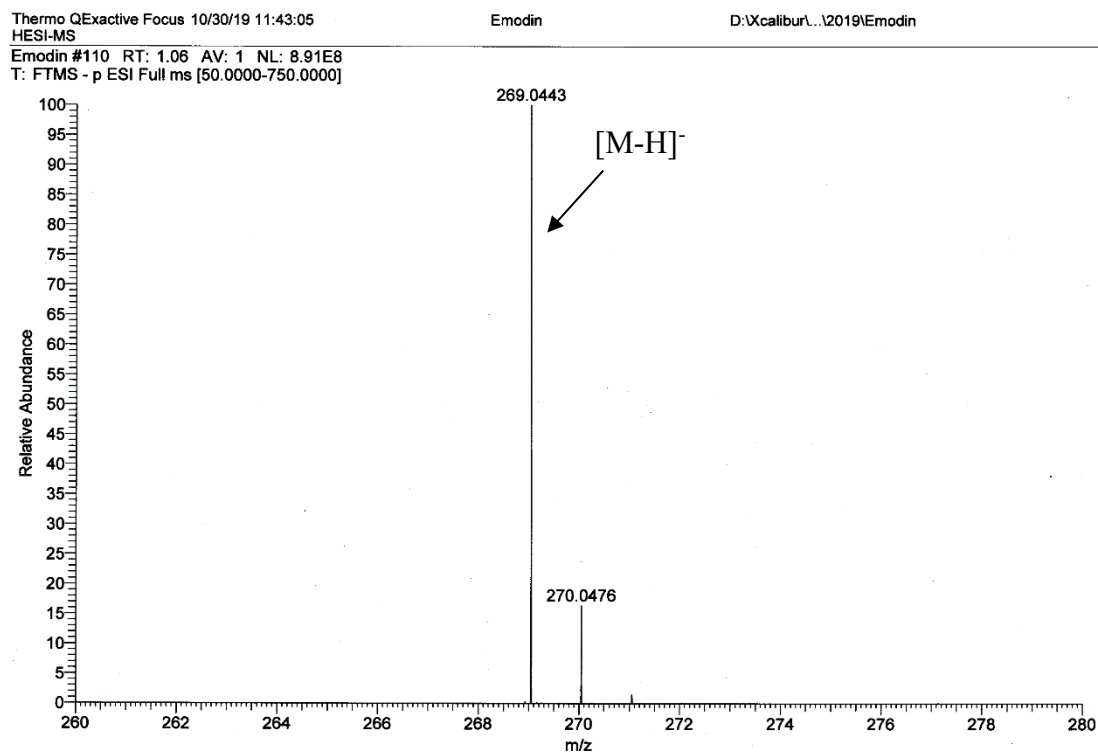
圖三十九、大黃素的 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

(三十三) 大黃素的 ^{13}C NMR 圖譜



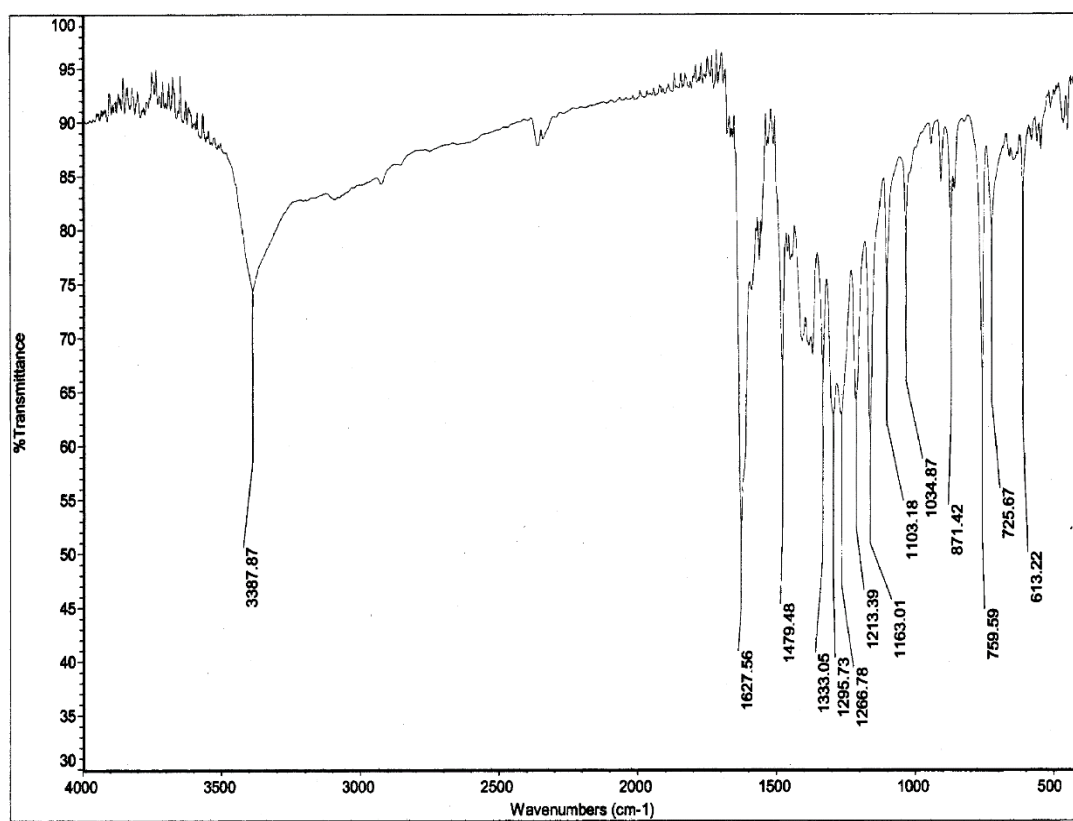
圖四十、大黃素的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(三十四) 大黃素的 ESI-MS 圖譜



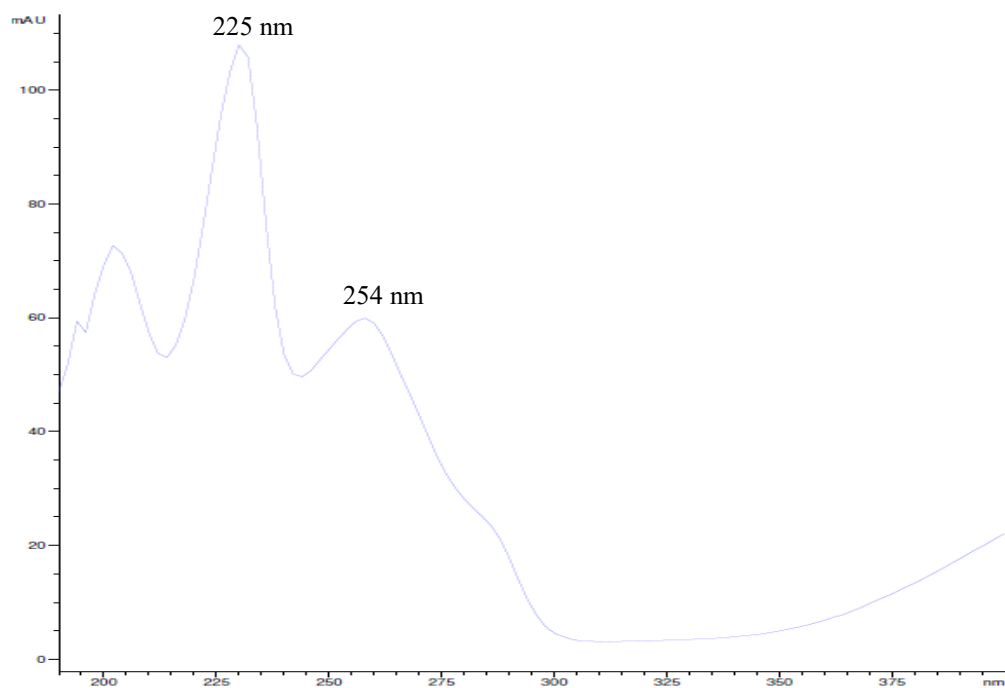
圖四十一、大黃素的 ESI-MS 圖譜

(三十五) 大黃素的 FTIR 圖譜



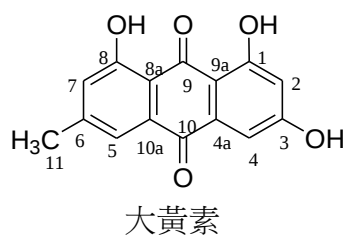
圖四十二、大黃素的 FTIR 圖譜

(三十六) 大黃素的 UV 圖譜



圖四十三、大黃素的 UV 圖譜

(三十七) 大黃素的氫、碳化學位移



表十一、大黃素的氫、碳化學位移(DMSO-*d*₆)^a

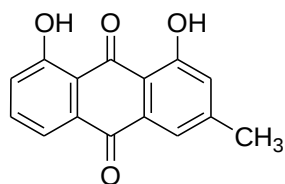
position	δ_{H} (600 MHz)	δ_{C} (150 MHz)
1	-	164.4
2	6.57 (d, 2.4)	107.9
3	-	165.7
4	7.09 (d, 2.4)	108.9
4a	-	135.1
5	7.41–7.47 (m)	120.4
6	-	148.2
7	7.14–7.15 (m)	124.1
8	-	161.4
8a	-	113.4
9	-	189.6
9a	-	108.8
10	-	181.4
10a	-	132.8
11	2.40 (s)	21.5
1-OH	12.1 (s)	-
8-OH	12.0 (s)	-

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

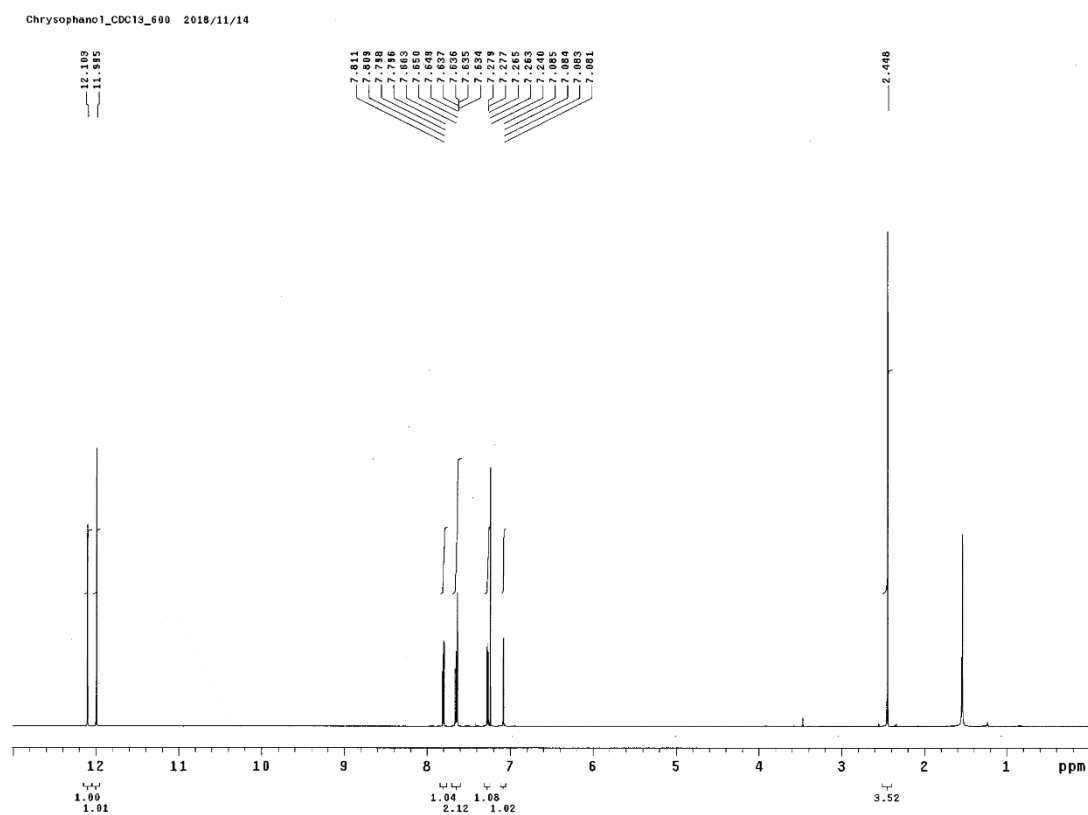
(二十二) 大黃酚的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{10}O_4$ ； Mol. Wt.：254.24； mp：196 °C；黃色固體。

(二十三) 大黃酚的結構

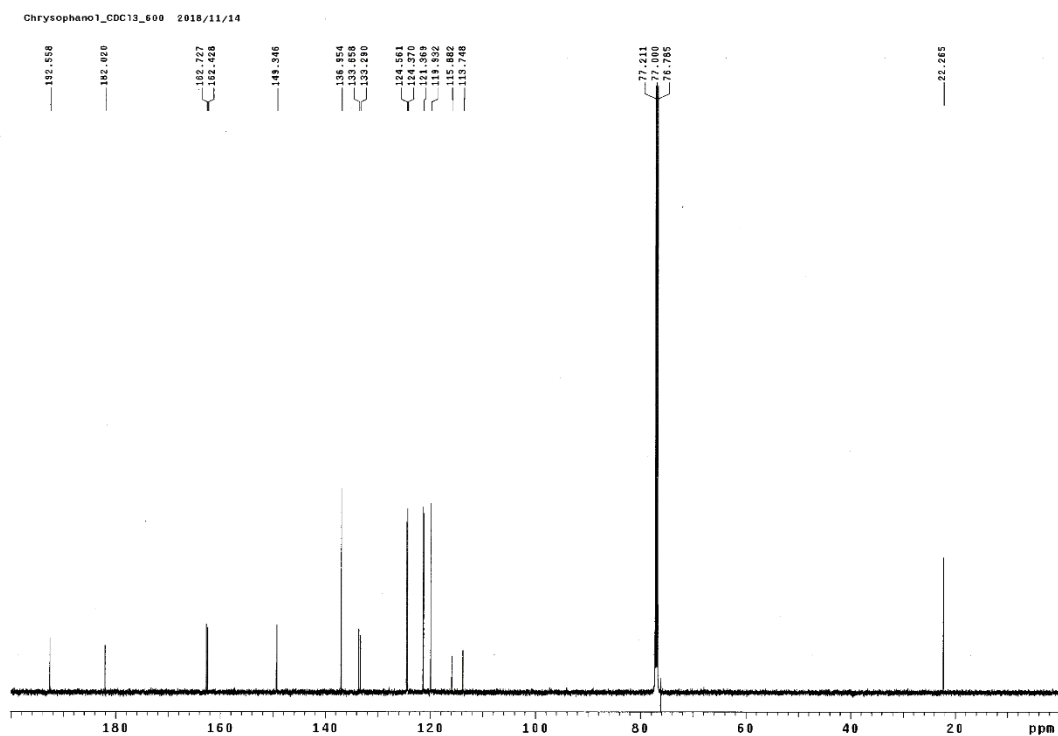


(二十四) 大黃酚的 1H NMR 圖譜



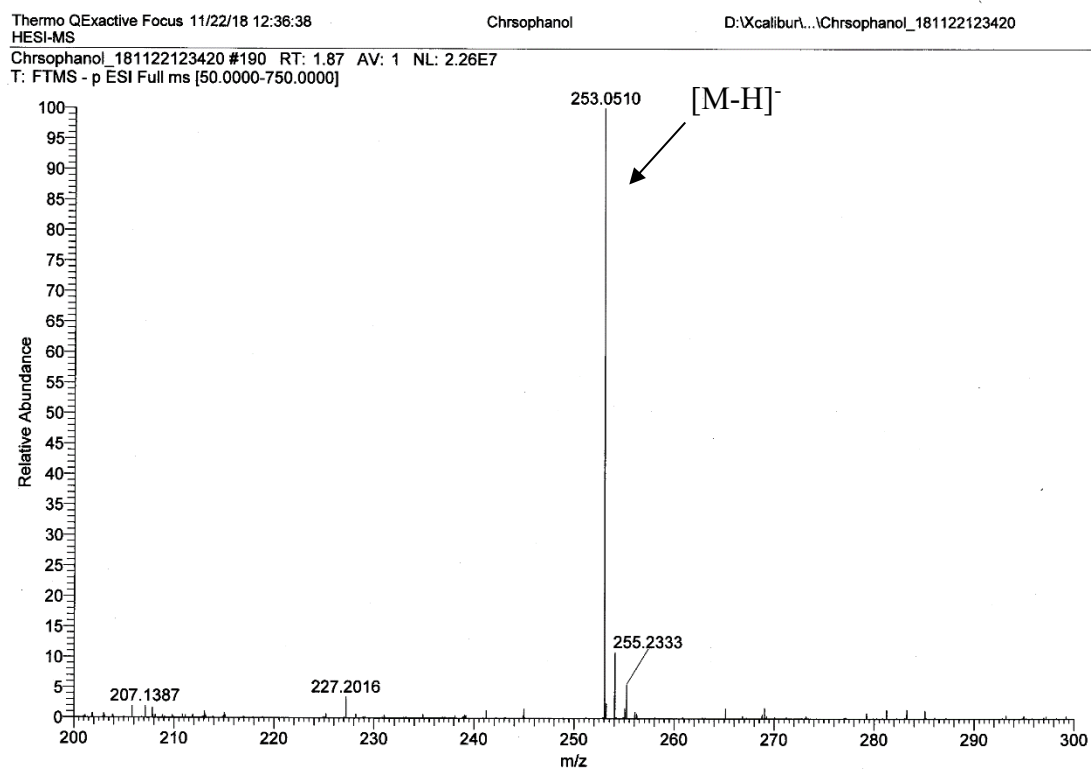
圖四十四、大黃酚的 1H NMR 圖($CDCl_3$)

(二十五) 大黃酚的 ^{13}C NMR 圖譜



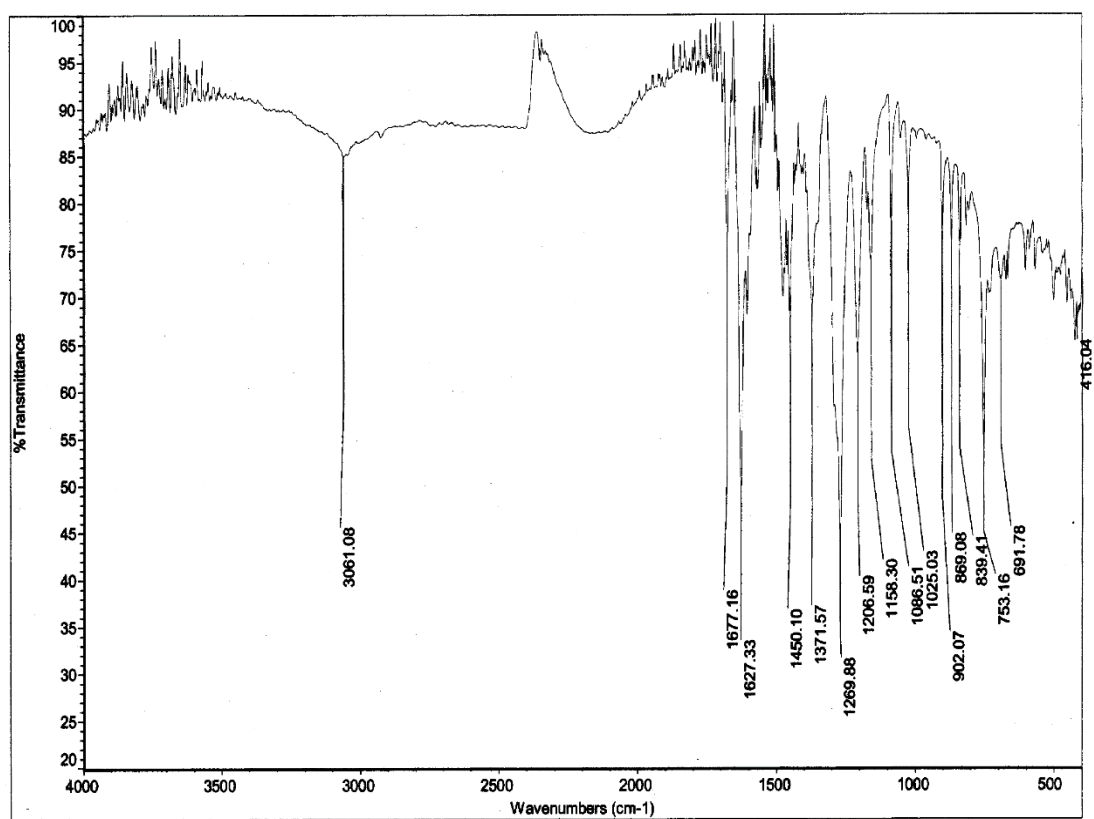
圖四十五、大黃酚的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(二十六) 大黃酚的 ESI-MS 圖譜



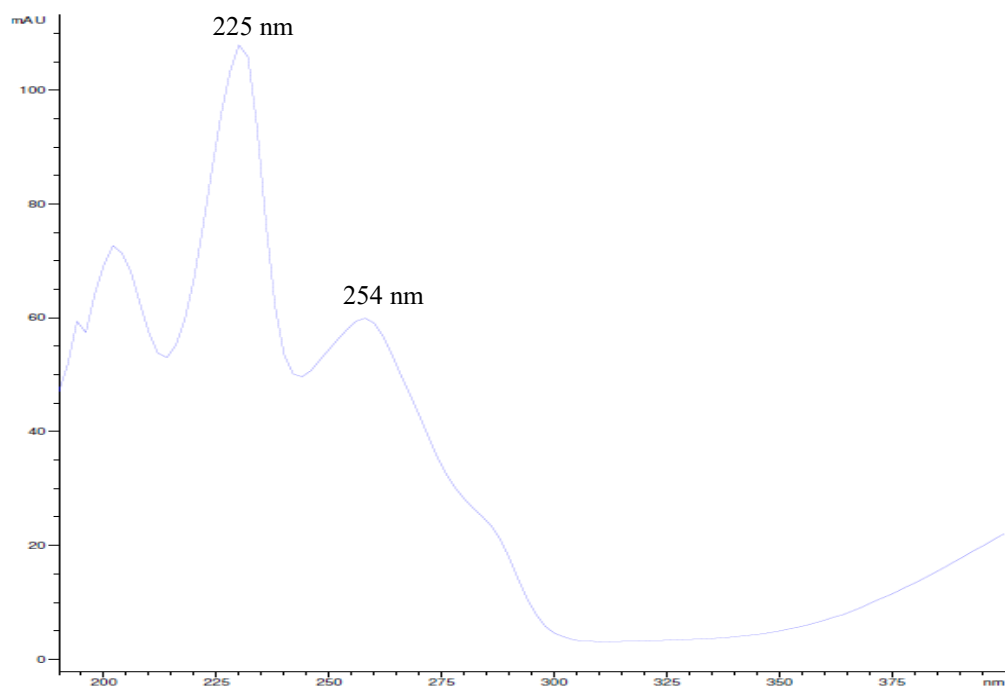
圖四十六、大黃酚的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 大黃酚的 FTIR 圖譜



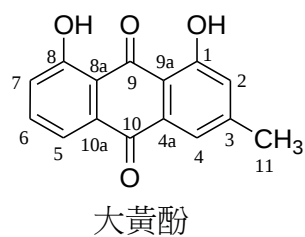
圖四十七、大黃酚的 FTIR 圖譜

(二十八) 大黃酚的 UV 圖譜



圖四十八、大黃酚的 UV 圖譜

(二十九) 大黃酚的氫、碳化學位移

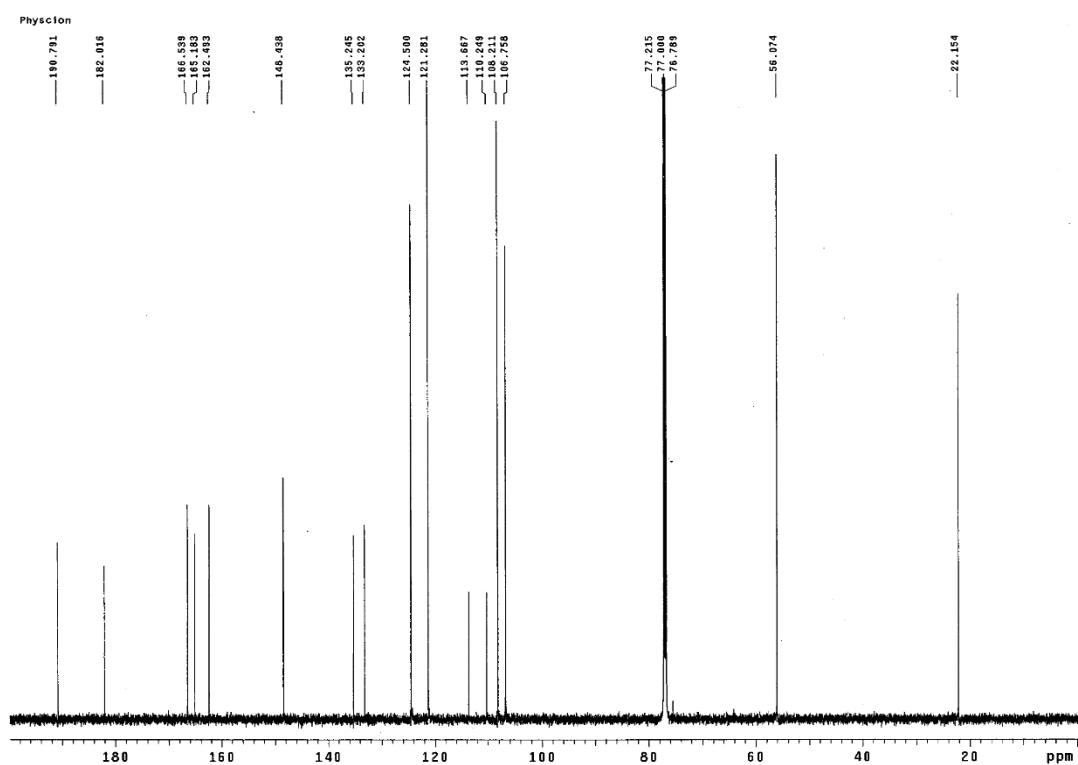


表十二、大黃酚的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	-	162.7
2	7.08–7.09 (m)	124.4
3	-	149.3
4	7.63–7.64 (m)	121.4
4a	-	133.7
5	7.80 (dd, 7.8, 1.2)	119.9
6	7.63–7.66 (m)	137.0
7	7.27 (d, 8.4, 1.2)	124.6
8	-	162.4
8a	-	115.9
9	-	192.6
9a	-	113.7
10	-	182.0
10a	-	133.7
11	2.45 (s)	22.3
1-OH	12.0 (s)	-
8-OH	12.1 (s)	-

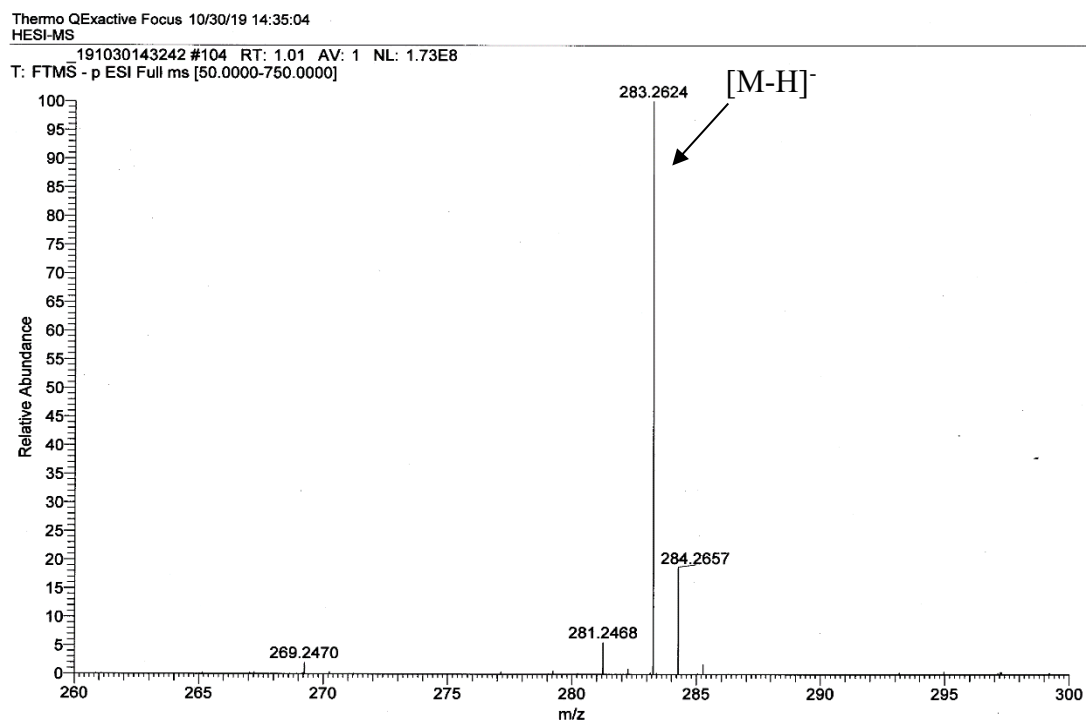
^a(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

(三十三) 大黃素甲醚的 ^{13}C NMR 圖譜



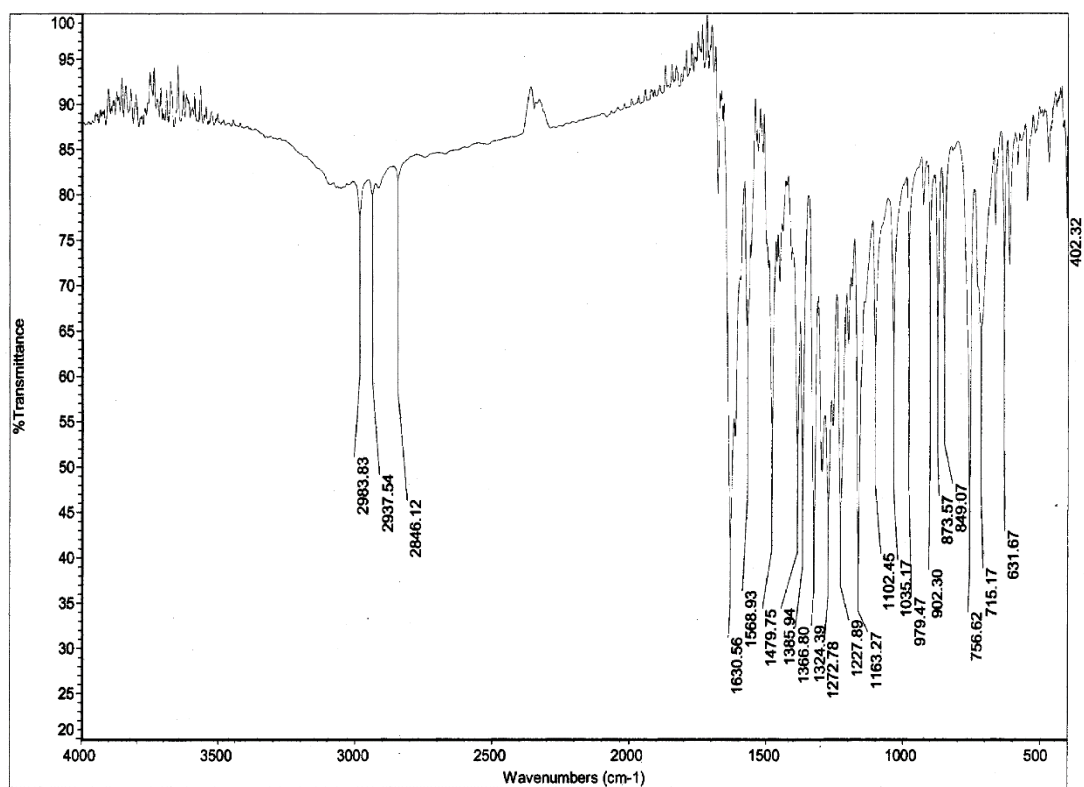
圖五十、大黃素甲醚的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(三十四) 大黃素甲醚的 ESI-MS 圖譜



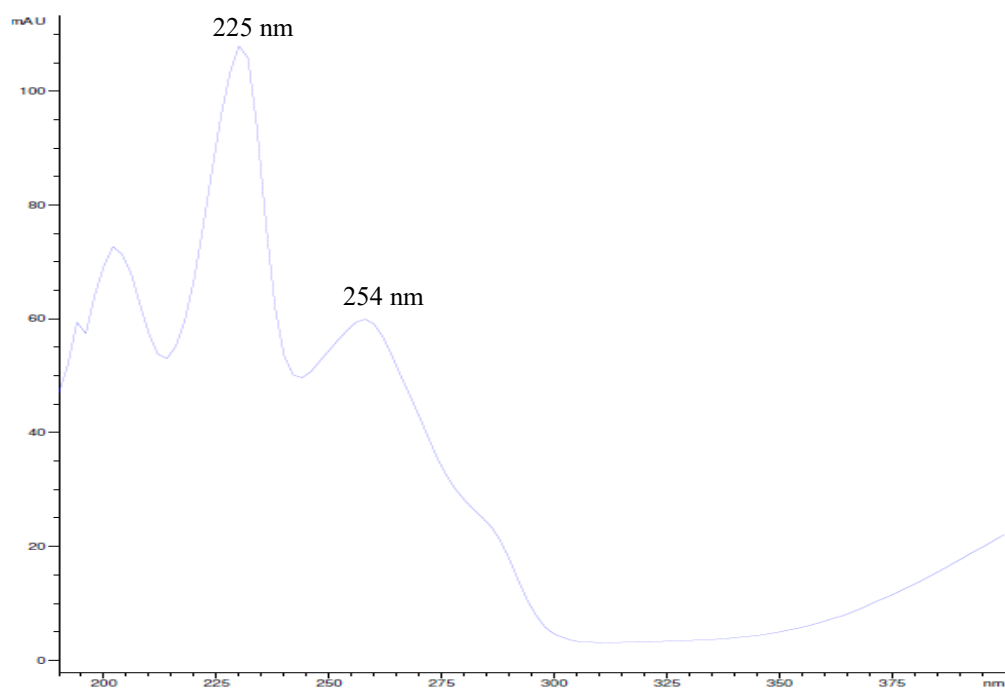
圖五十一、大黃素甲醚的 ESI-MS 圖譜

(三十五) 大黃素甲醚的 FTIR 圖譜



圖五十二、大黃素甲醚的 FTIR 圖譜

(二十八) 大黃素甲醚的 UV 圖譜



圖五十三、大黃素甲醚的 UV 圖譜

(三十六) 大黃素甲醚的氫、碳化學位移



表十三、大黃素甲醚的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	-	165.2
2	6.66 (d, 2.4)	106.8
3	-	166.5
4	7.34 (d, 2.4)	108.2
4a	-	135.2
5	7.60 (d, 1.2)	121.3
6	-	148.4
7	7.06 (m)	124.5
8	-	162.5
8a	-	113.7
9	-	190.8
9a	-	110.2
10	-	182.0
10a	-	133.2
11	2.43 (s)	22.2
12	3.92 (s)	56.1
1-OH	12.3 (s)	-
8-OH	12.1 (s)	-

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

大黃飲片(RHEI RADIX ET RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店大黃飲片共 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、QuatPump G1311A、Sampler G1329B、DAD G1315B；層析管柱 Agilent ZORBAX EP-C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)。

(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 μ m)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(HPLC Grade)購自於 DUKSAN PURE CHEMICALS，鹽酸購自於 Acros，乙酸乙酯購自於 Duksan，二氯甲烷購自於 Nanwa，乙醚購自於 J.T. Backer。

(二) 標準品

標準品蘆薈大黃素(Aloe-emodin)、大黃酸(Rhein)、大黃素(Emodin)、大黃酚(Chrysophanol)與大黃素甲醚(Physcion)購自於普思生物科技公司，純度皆 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取方法評估

大黃飲片最佳萃取方法同大黃藥材。

(二) 最佳萃取次數評估

大黃飲片最佳萃取次數同大黃藥材。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚各 1.0 mg，分別加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 分別含有蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚 1000 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 40 μ g/mL 製成蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.15 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 25 mL，漩渦振盪 30 秒，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 15 分鐘(約 4000 x g)，取上清液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，濃縮後轉移至 25 mL 定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。取檢品溶液 5 mL 放置 50 mL 圓底瓶中濃縮至乾，加入 8% HCl 10 mL，漩渦振盪 30 秒，加熱迴流 1 h，冷卻後以乙酸乙酯萃取 3 次，每次 10 mL，合併有機層，乾燥、過濾、濃縮乾，以甲醇溶解轉移至 10 mL 定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 μ L，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取蘆薈大黃素標準品儲備溶液(1000 μ g/mL)適量，以甲醇稀釋製成含蘆薈大黃素分別為 80、60、40、20、4.0 μ g/mL 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μ 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. 準確吸取大黃酸標準品儲備溶液(1000 μ g/mL)適量，以甲醇稀釋製成含大黃酸分別為 100、50、40、20、10 μ g/mL 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μ 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. 準確吸取大黃素標準品儲備溶液(1000 μ g/mL)適量，以甲醇稀釋製成含大黃素分別為 100、50、20、10、4.0 μ g/mL 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μ 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 。
4. 準確吸取大黃酚標準品儲備溶液(1000 μ g/mL)適量，以甲醇稀釋製成含大黃酚分別為 200、100、80、20、8.0 μ g/mL 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μ 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 。
5. 準確吸取大黃素甲醚標準品儲備溶液(1000 μ g/mL)適量，以甲醇稀釋製成

含大黃甲醚分別為500、250、100、40、20 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

以蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚濃度各為 40 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，分別以蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售大黃飲片粉末，依大黃飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份大黃飲片檢品溶液，進樣測定，以蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售大黃飲片粉末，依大黃飲片檢品溶液製備方法製備大黃飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰面積為指標，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

1. 取已知蘆薈大黃素含量的大黃飲片粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的蘆薈大黃素溶液(800 µg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知大黃酸含量的大黃飲片粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的大黃酸溶液(1700 µg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
3. 取已知大黃素含量的大黃飲片粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的大黃素溶液(100 µg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
4. 取已知大黃酚含量的大黃飲片粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的大黃酚溶液(300 µg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

5. 取已知大黃素甲醚含量的大黃飲片粉末 5 份，每份準確稱取各約 0.075 g，分別加入 1 mL 的大黃素甲醚溶液(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：Agilent ZORBAX EP-C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 µm)
2. 檢測波長：UV 254 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：10 µL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	75	25
30	75	25

(十二) 臺灣市售大黃飲片含量測定

取 10 批市售大黃飲片依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，各取 10 µL 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的百分含量。

(十三) 大黃檢品之 UPLC 層析條件

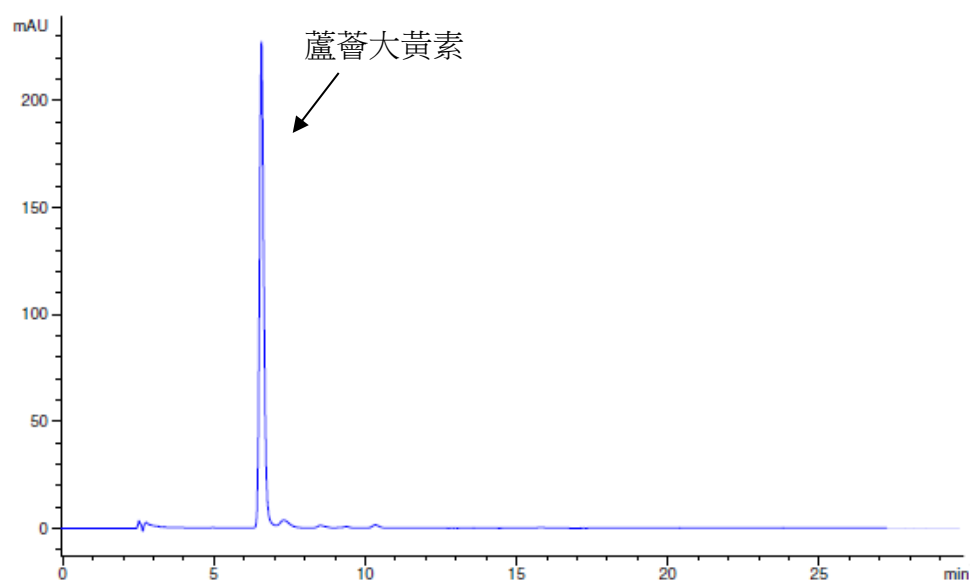
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 µm)
2. 檢測波長：UV 254 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：1 µL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	75	25
10	75	25

五、結果

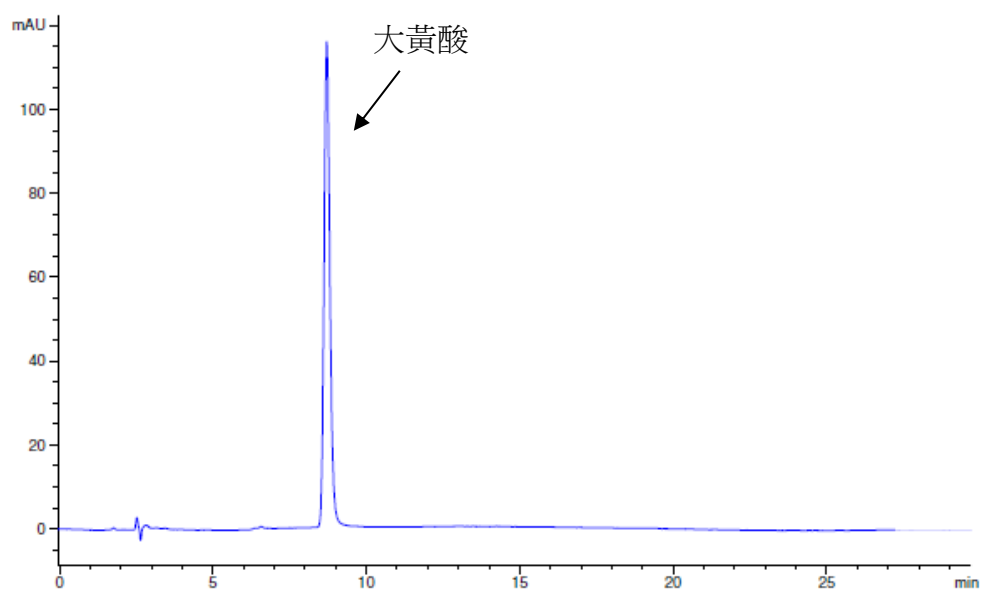
(一) 標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚之 HPLC 層析

於滯留時間 6.5 分鐘處顯示蘆薈大黃素標準品的波峰(圖一)。



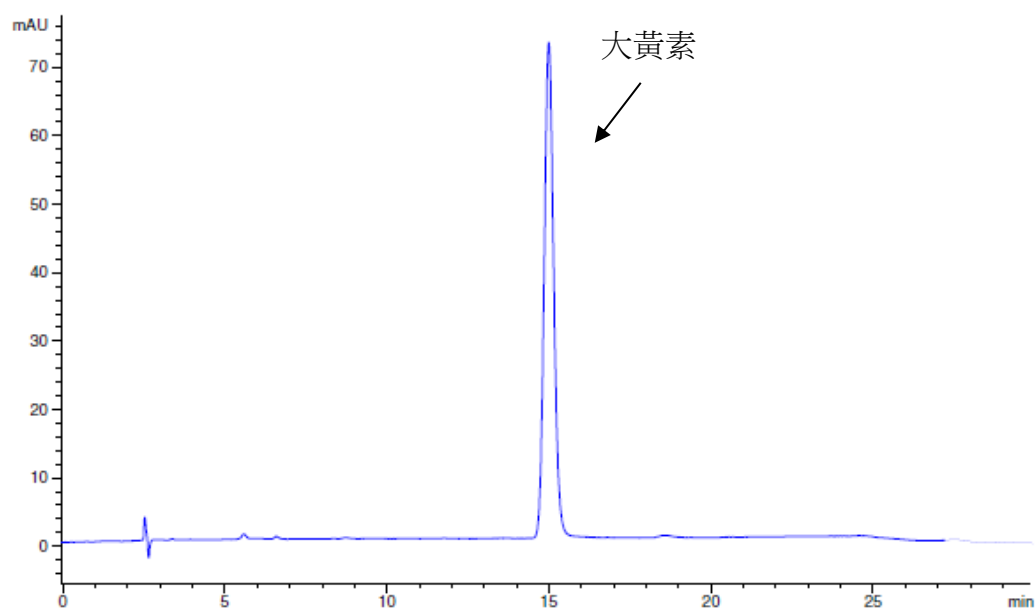
圖一、蘆薈大黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖

於滯留時間 8.7 分鐘處顯示異大黃酸標準品的波峰(圖二)。



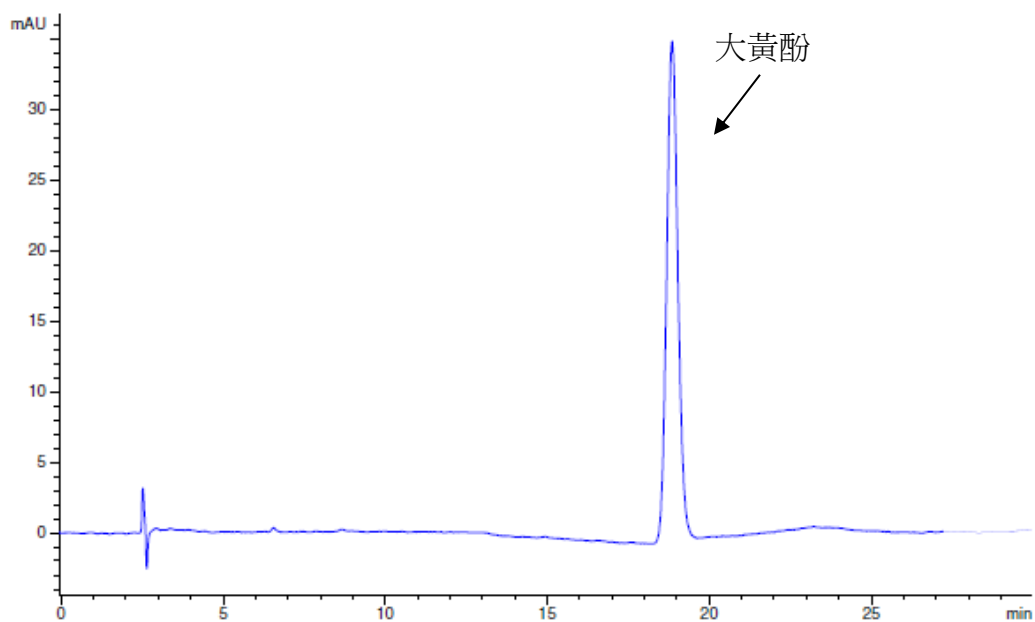
圖二、大黃酸標準品溶液之 HPLC 層析圖

於滯留時間 14.9 分鐘處顯示異大黃素標準品的波峰(圖三)。



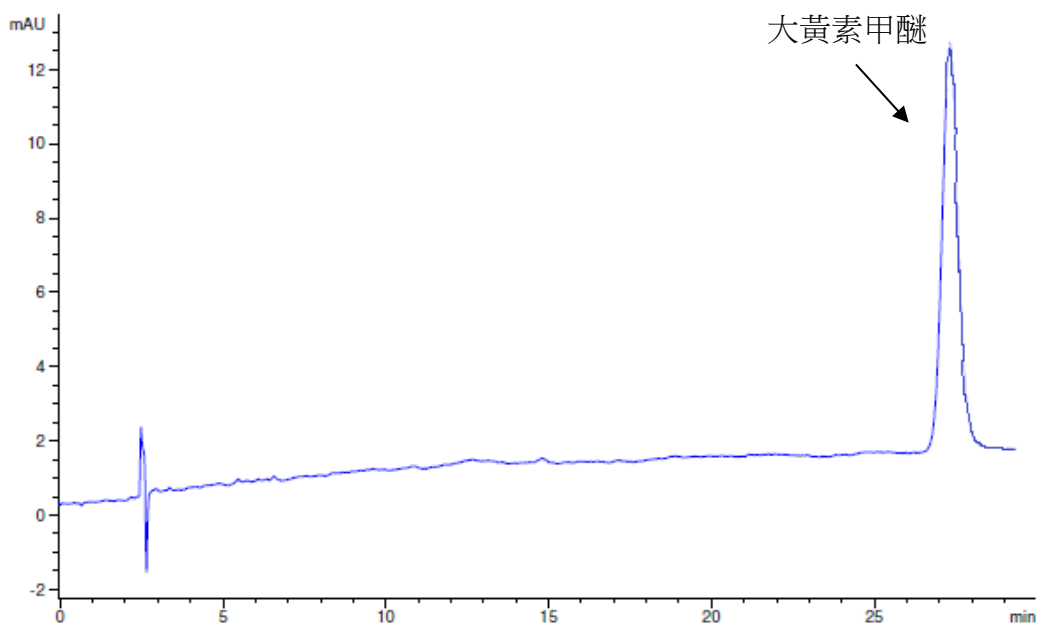
圖三、大黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖

於滯留時間 18.8 分鐘處顯示異大黃酚標準品的波峰(圖四)。



圖四、大黃酚標準品溶液之 HPLC 層析圖

於滯留時間 27.3 分鐘處顯示異大黃素甲醚標準品的波峰(圖五)。



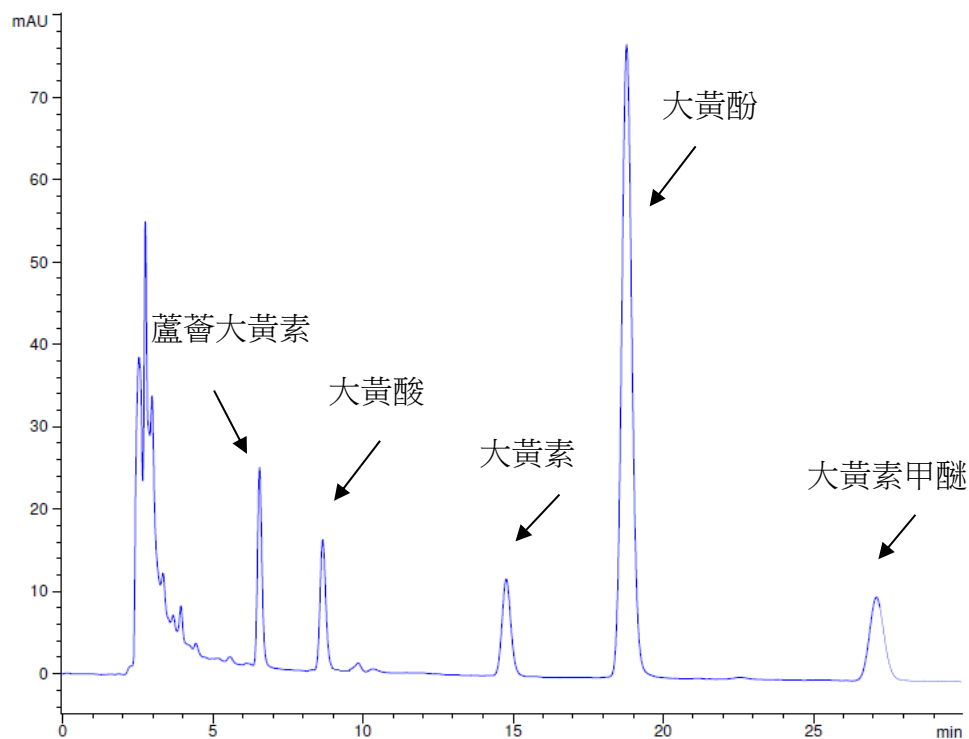
圖五、大黃素甲醚標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售大黃飲片檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 6.5、8.7、14.9、18.8 與 27.3 分鐘分別顯示大黃飲片檢品中蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰(圖六)，蘆薈大黃素分離率(R)為 3.43，托尾因子(T)為 1.15，大黃酸分離率(R)為 2.96，托尾因子(T)為 1.17，大黃素分離率(R)為 10.03，托尾因子(T)為 1.09，大黃酚分離率(R)為 6.81，托尾因子(T)為 1.08，大黃素甲醚分離率(R)為 10.78，托尾因子(T)為 1.09，均在系統適用性要求內。

表一、標準品之分離率與托尾因子

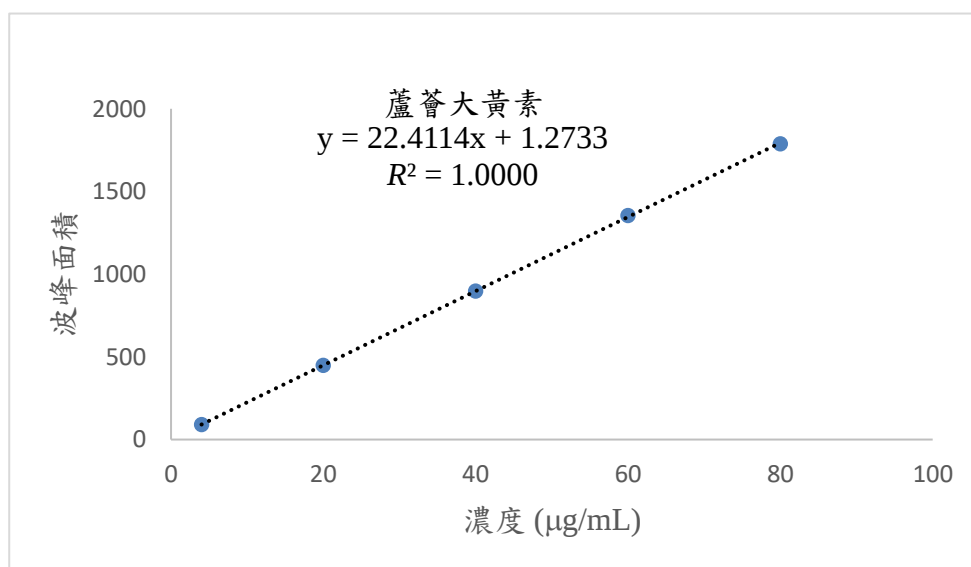
	蘆薈大黃素	大黃酸	大黃素	大黃酚	大黃素甲醚
分離率	3.43	2.96	10.03	6.81	10.78
托尾因子	1.15	1.17	1.09	1.08	1.09



圖六、市售大黃檢品之 HPLC 層析圖

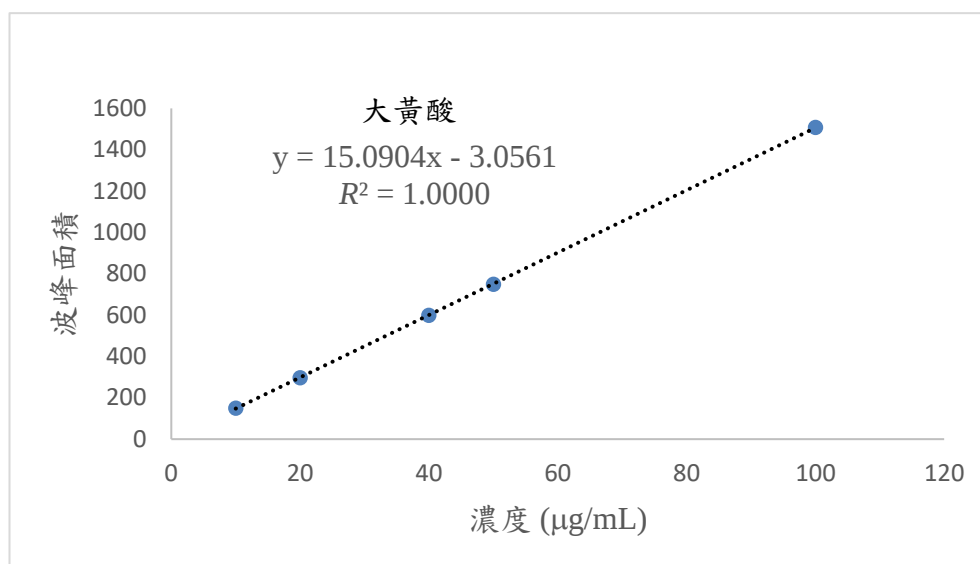
(三) 標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚檢量線

1. 經不同濃度蘆薈大黃素(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 $y = 22.4114x + 1.2733$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 4.0–80 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖七)。



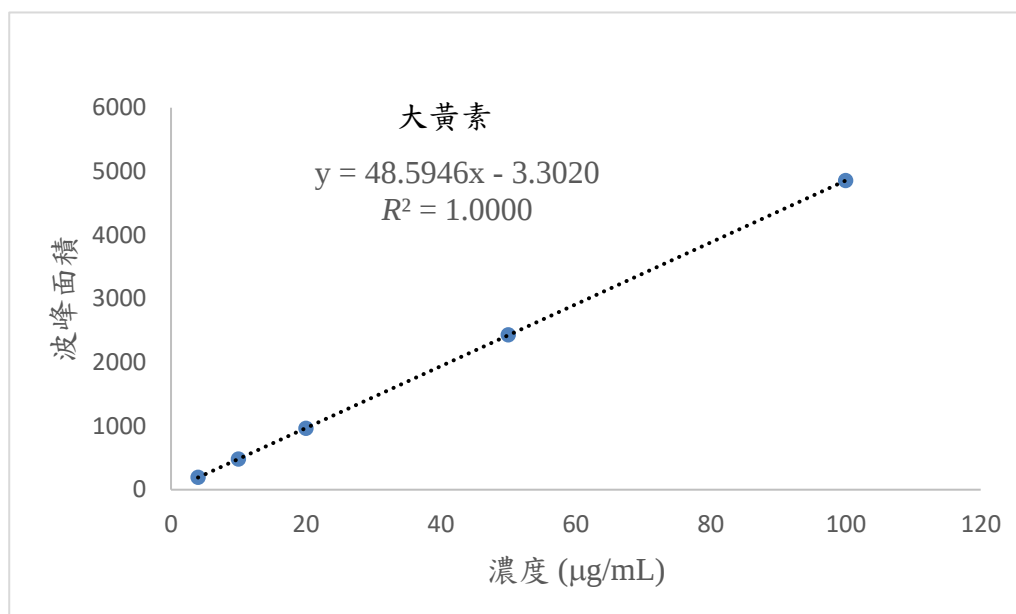
圖七、標準品蘆薈大黃素之檢量線圖

2. 經不同大黃酸(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 $y = 15.0904x - 3.0561$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 10–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖八)。



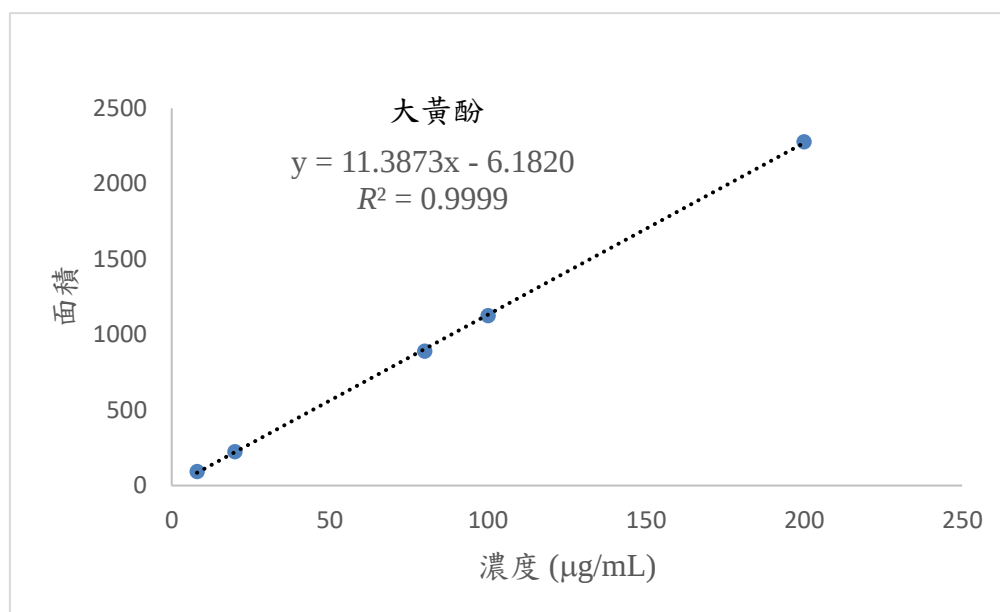
圖八、標準品大黃酸之檢量線圖

3. 經不同大黃素(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 $y = 48.5946x - 3.3020$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 4.0–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖九)。



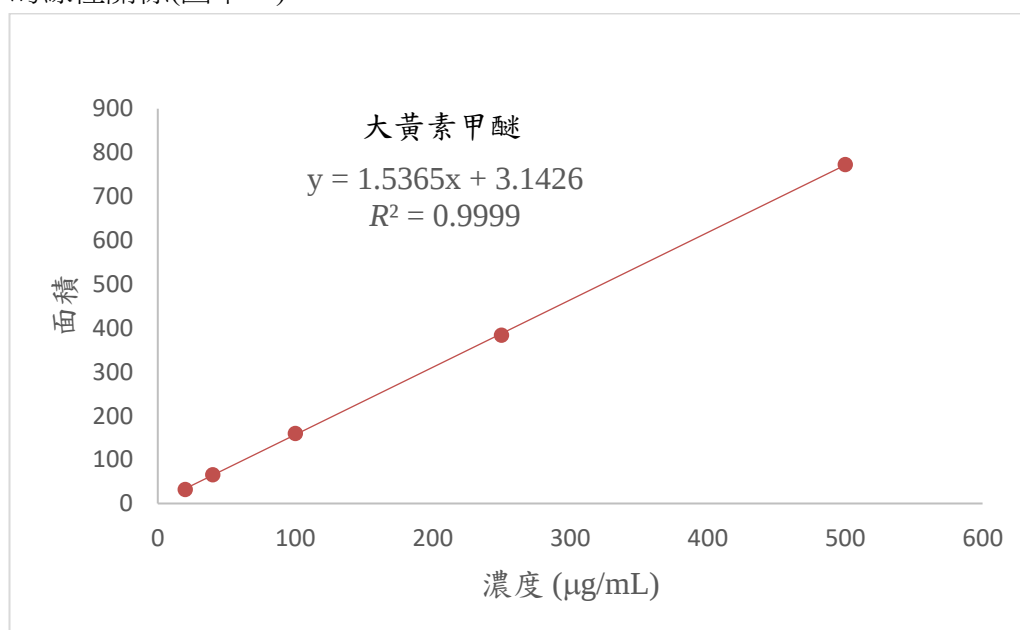
圖九、標準品大黃素之檢量線圖

4. 經不同大黃酚(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 $y = 11.3873x - 6.1820$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 8.0–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖十)。



圖十、標準品大黃酚之檢量線圖

5. 經不同大黃素甲醚(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 $y = 1.5365x + 3.1426$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 20–500 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖十一)。



圖十一、標準品大黃素甲醚之檢量線圖

表二、蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
蘆薈大黃素	4.0–80	$y = 22.4114x + 1.2733$	1.0000
大黃酸	10–100	$y = 15.0904x - 3.0561$	1.0000
大黃素	4.0–100	$y = 48.5946x - 3.3020$	1.0000
大黃酚	8.0–200	$y = 11.3873x - 6.1820$	0.9999
大黃素甲醚	20–500	$y = 1.5365x + 3.1426$	0.9999

(四) 精密度試驗

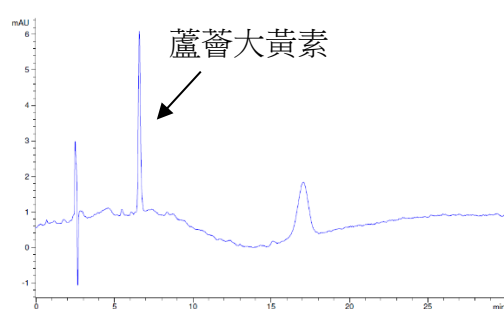
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚精密度之相對標準差分別為 0.16%、0.29%、0.79%、0.17%與 0.15%，均在系統適用性要求內。

(五) 重複性與穩定性試驗

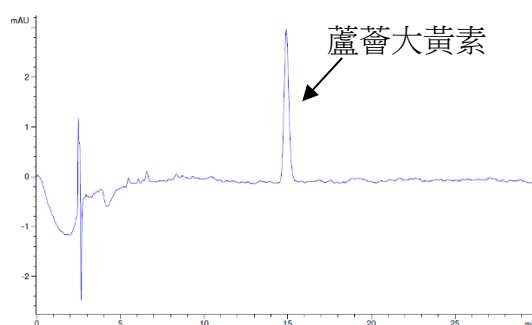
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚重複性之相對標準差分別為 2.35%、3.93%、3.26%、0.51%與 1.02%，均在系統適用性要求內。蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差分別為 1.71%、4.22%、2.18%、1.27%與 1.54%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

蘆薈大黃素偵測極限為 $2.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十二)，定量極限為 $4.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十三)。大黃酸偵測極限為 $4.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十四)，定量極限為 $8.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十五)。大黃素偵測極限為 $0.4 \mu\text{g/mL}$ (圖十六)，定量極限為 $1.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十七)。大黃酚偵測極限為 $2.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十八)，定量極限為 $4.0 \mu\text{g/mL}$ (圖十九)。大黃素甲醚偵測極限為 $8.0 \mu\text{g/mL}$ (圖二十)，定量極限為 $20 \mu\text{g/mL}$ (圖二十一)。

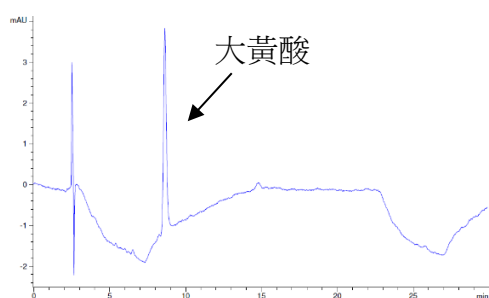


圖十二、蘆薈大黃素之偵測極限層



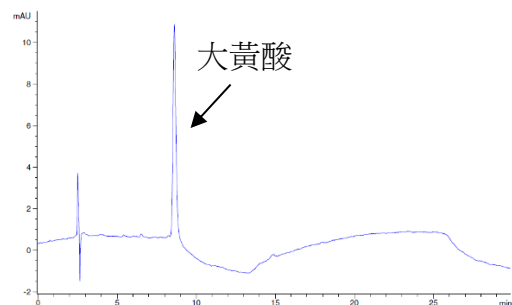
圖十三、蘆薈大黃素之定量極限層

析圖

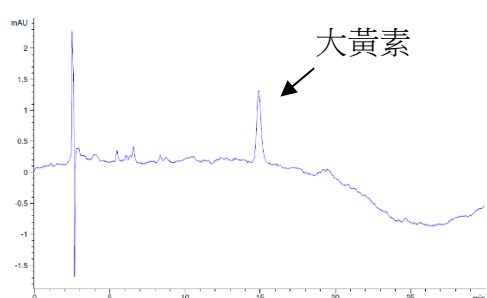


圖十四、大黃酸之偵測極限層析圖

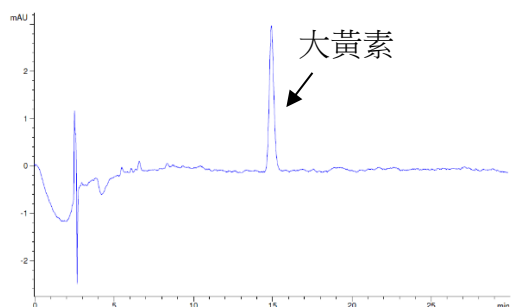
析圖



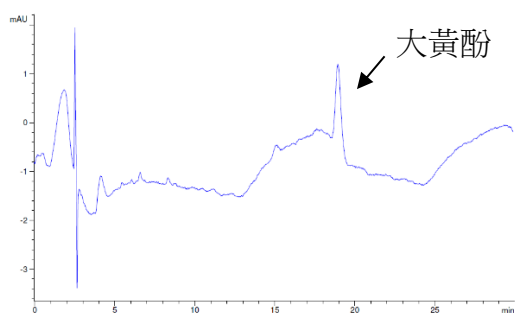
圖十五、大黃酸之定量極限層析圖



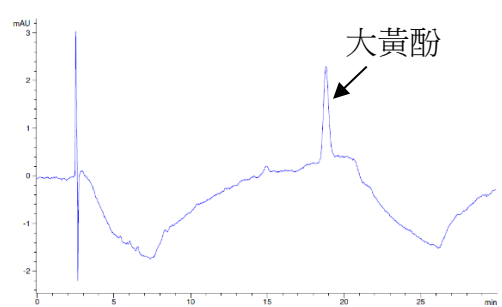
圖十六、大黃素之偵測極限層析圖



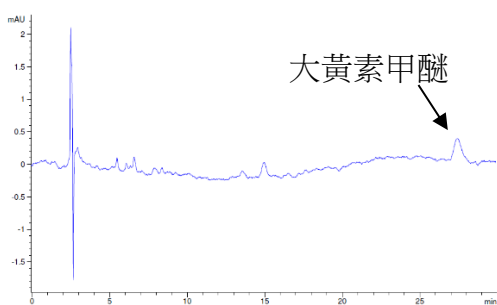
圖十七、大黃素之定量極限層析圖



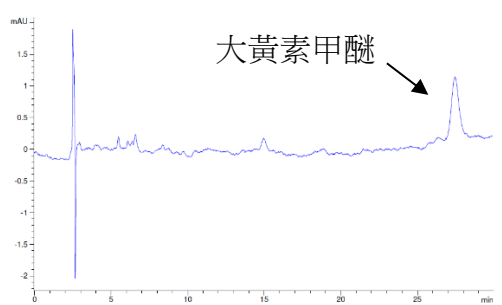
圖十八、大黃酚之偵測極限層析圖



圖十九、大黃酚之定量極限層析圖



圖二十、大黃素甲醚之偵測極限層析圖



圖二十一、大黃素甲醚之定量極限層析圖

表三、各項檢驗分析

檢測項目	蘆薈大黃素		大黃酸		大黃素	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	40 µg/mL	0.16	40 µg/mL	0.29	40 µg/mL	0.79
重複性 (n=5)	檢品溶液 (No.2)	2.35	檢品溶液 (No.2)	3.93	檢品溶液 (No.2)	3.26
穩定性 (n=6)	檢品溶液 (No.2)	1.71	檢品溶液 (No.2)	4.22	檢品溶液 (No.2)	2.18
偵測極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-	4.0 µg/mL		0.4 µg/mL	
定量極限 (n=1)	4.0 µg/mL	-	8.0 µg/mL		1.0 µg/mL	

檢測項目	大黃酚		大黃素甲醚	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	40 µg/mL	0.17	40 µg/mL	0.15
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.2)	0.51	檢品溶液(No.2)	1.02
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.2)	1.27	檢品溶液(No.2)	1.54
偵測極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-	8.0 µg/mL	
定量極限 (n=1)	4.0 µg/mL	-	20 µg/mL	

(七) 添加回收率試驗

1. 蘆薈大黃素平均添加回收率為 102.6%，相對標準偏差為 4.84%。

表四、蘆薈大黃素添加回收率

編號	飲片稱重(g) (No. 2)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0764	0.58	0.80	1.37	98.6	102.59	4.84
2	0.0768	0.58	0.80	1.40	101.7		
3	0.0786	0.60	0.80	1.47	109.8		
4	0.0762	0.58	0.80	1.36	97.7		
5	0.0776	0.59	0.80	1.43	105.2		

2. 大黃酸平均添加回收率為 102.7%，相對標準偏差為 4.88%。

表五、大黃酸添加回收率

編號	飲片稱重(g) (No.2)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0753	1.85	1.70	3.52	98.4	102.7	4.88
2	0.0755	1.85	1.70	3.54	99.5		
3	0.0776	1.90	1.70	3.76	109.1		
4	0.0785	1.92	1.70	3.75	107.1		
5	0.0752	1.84	1.70	3.53	99.3		

3. 大黃素平均添加回收率為 100.3%，相對標準偏差為 4.89%。

表六、大黃素添加回收率

編號	飲片稱重(g) (No.2)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0752	0.16	0.10	0.26	96.1	100.3	4.89
2	0.0774	0.17	0.10	0.27	103.0		
3	0.0761	0.16	0.10	0.26	100.7		
4	0.0745	0.16	0.10	0.25	95.0		
5	0.0779	0.17	0.10	0.27	106.9		

4. 大黃酚平均添加回收率為 105.2%，相對標準偏差為 2.78%。

表七、大黃酚添加回收率

編號	飲片稱重(g) (No.2)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0751	2.00	0.30	2.31	105.0	105.20	2.78
2	0.0752	2.00	0.30	2.33	109.2		
3	0.0751	2.00	0.30	2.31	104.5		
4	0.0762	2.03	0.30	2.34	106.2		
5	0.0759	2.02	0.30	2.32	101.1		

5. 大黃素甲醚平均添加回收率為 101.1%，相對標準偏差為 4.92%。

表八、大黃素甲醚添加回收率

編號	飲片稱重(g) (No.2)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0775	2.48	1.00	3.55	107.0	101.11	4.92
2	0.0741	2.37	1.00	3.32	95.2		
3	0.0782	2.50	1.00	3.55	105.4		
4	0.0752	2.40	1.00	3.40	99.9		
5	0.0763	2.44	1.00	3.42	98.0		

(八) 臺灣市售大黃飲片含量測定

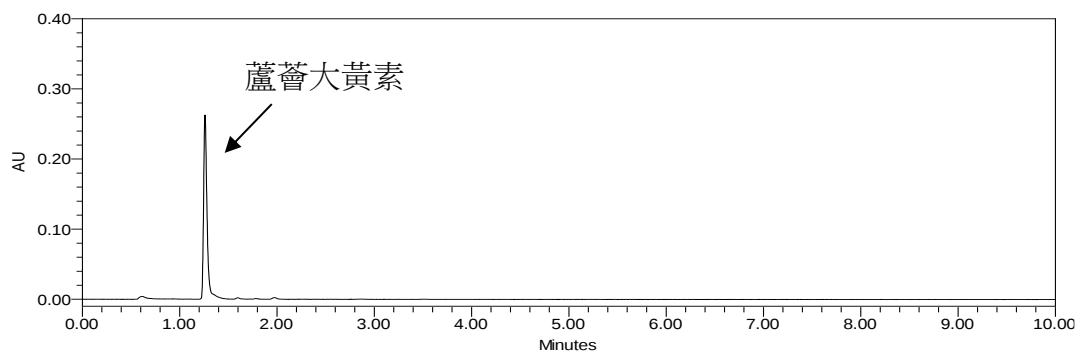
10 批大黃飲片之含量測定結果(乾燥品)如表十一所示，蘆薈大黃素為 0.65%–1.01%，大黃酸含量為 1.50%–3.35%，大黃素含量為 0.15%–0.35%，大黃酚含量為 1.64%–3.88%，大黃素甲醚含量為 3.00%–6.10%，總含量為 6.14%–11.24%。建議大黃飲片指標成分蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚含量總和不得少於 1.5%。建議理論板數按蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚波峰計算應不低於 5000 (實際值為 10609、10500、14337、15155 及 15284)。

表九、臺灣市售大黃飲片檢品之標準品含量

編號(No.)	標準品含量(%)					總量(%)
	蘆薈大黃素	大黃酸	大黃素	大黃酚	大黃素甲醚	
1 (NC-1)	0.95	2.61	0.18	3.05	6.10	11.24
2 (NF)	0.82	2.67	0.23	2.89	4.68	9.45
3 (NR)	0.68	2.72	0.15	1.64	3.00	6.14
4 (CA-1)	0.79	3.13	0.29	2.71	4.70	9.29
5 (SU-2)	0.65	1.50	0.27	3.88	4.80	10.26
6 (CA-3)	0.86	3.27	0.35	3.39	5.66	11.13
7 (NJ)	0.86	2.10	0.24	2.27	4.70	8.93
8 (SU-1)	0.76	2.93	0.16	2.30	3.45	7.43
9 (NC)	1.01	2.88	0.15	2.72	5.21	10.09
10 (SA-4-1)	0.80	3.35	0.19	3.31	3.79	8.89
平均值	0.818	2.715	0.221	2.818	4.608	4.608
S.D.	0.109	0.561	0.068	0.644	0.964	0.964

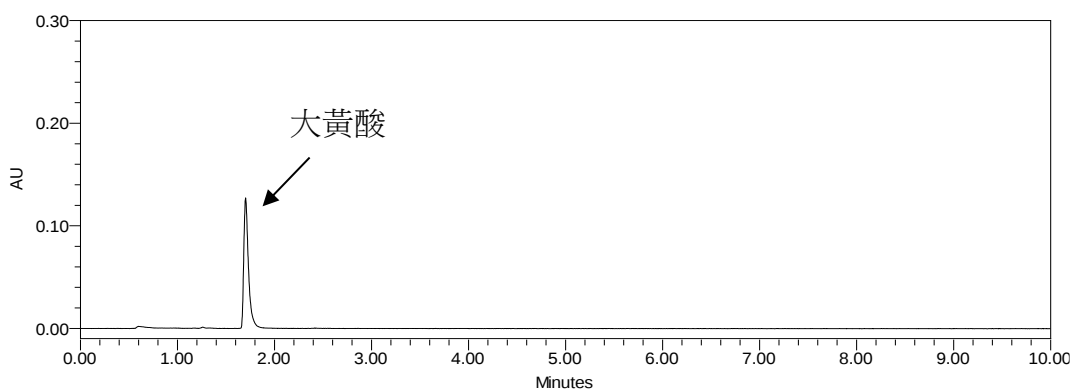
(九) 標準品蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚之 UPLC 層析

於滯留時間 1.3 分鐘顯示蘆薈大黃素標準品的波峰(圖二十三)。



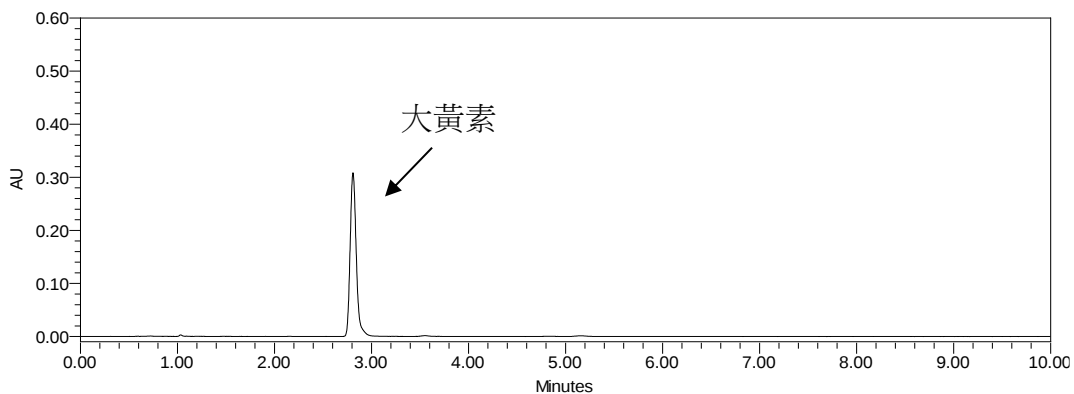
圖二十二、蘆薈大黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖

於滯留時間 1.7 分鐘顯示大黃酸標準品的波峰(圖二十四)。



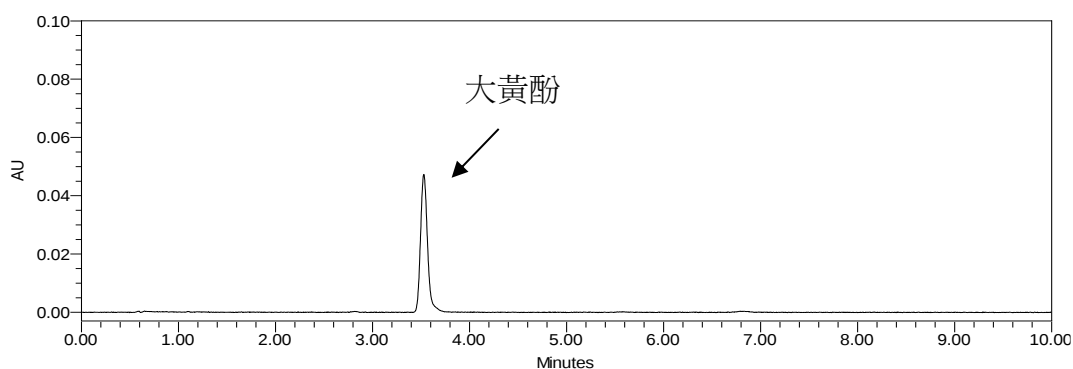
圖二十三、大黃酸標準品溶液之 UPLC 層析圖

於滯留時間 2.8 分鐘顯示大黃素標準品的波峰(圖二十五)。



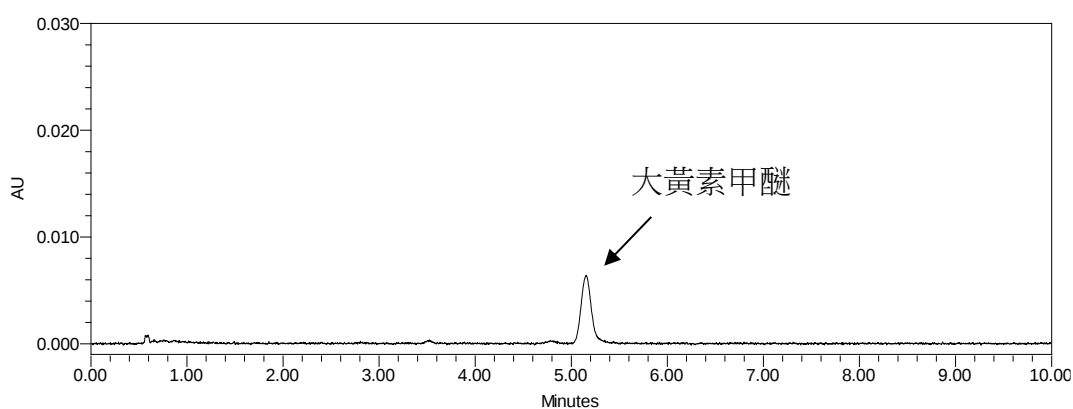
圖二十四、大黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖

於滯留時間 3.5 分鐘顯示大黃酚標準品的波峰(圖二十六)。



圖二十五、大黃酚標準品溶液之 UPLC 層析圖

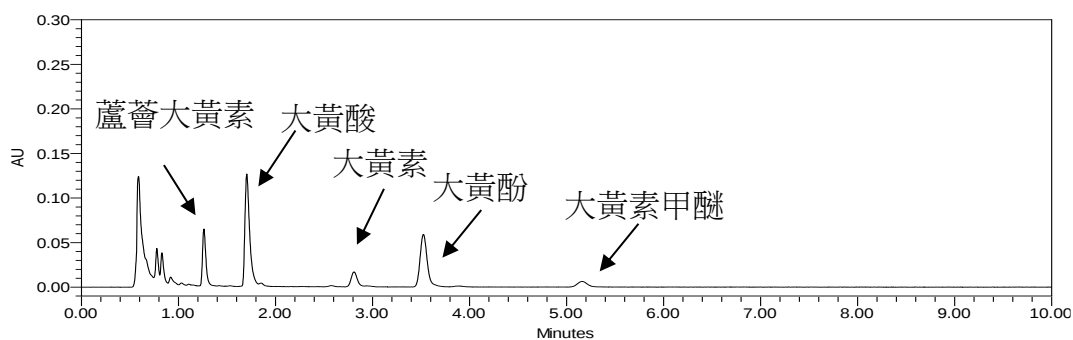
於滯留時間 5.2 分鐘顯示大黃素甲醚標準品的波峰(圖二十七)。



圖二十六、大黃素甲醚標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售大黃飲片檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 1.3、1.7、2.8、3.5 與 5.2 分鐘分別顯示大黃飲片檢品中蘆薈大黃素、大黃酸、大黃素、大黃酚與大黃素甲醚的波峰(圖二十八)。



圖二十七、市售大黃飲片檢品之 UPLC 層析圖

大黃

生藥名：RHEI RADIX ET RHIZOMA

英文名：Rhubarb

基 原：本品為蓼科 polygonaceae 植物掌葉大黃 *Rheum palmatum* L.(北大黃)去外皮之乾燥根及根莖。

一、方法

- (一) 檢 品 溶 液 【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 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】(修飾香港中藥材標準第二冊) ✓
——取本品粉末 0.1 g，加甲醇 20 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，取 5 mL 濾液濃縮至乾，殘渣加水 10 mL 使之溶解，再加入鹽酸 1 mL，在水浴中(60 °C)加熱 30 分鐘，冷卻後，用乙酸乙酯分 2 次萃取，每次 20 mL，合併有機層，濃縮至乾，殘渣加甲醇 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取大黃酸(Rhein)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 0.1 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】(臺灣中藥典第三版 2018；修飾中華人民共和國藥典 2015)
——石油醚(30~60 °C)：乙酸乙酯：甲酸 (15：5：1)
【展開劑 2】(香港中藥材標準第二冊)
——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (15：5：0.3)
【展開劑 3】(修飾香港中藥典第二版 2018) ✓
——正己烷：乙酸乙酯：冰乙酸 (15：5：0.3)
【展開劑 4】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)
——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (15：5：1)
- (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 365 nm 之紫外燈照射下檢視。

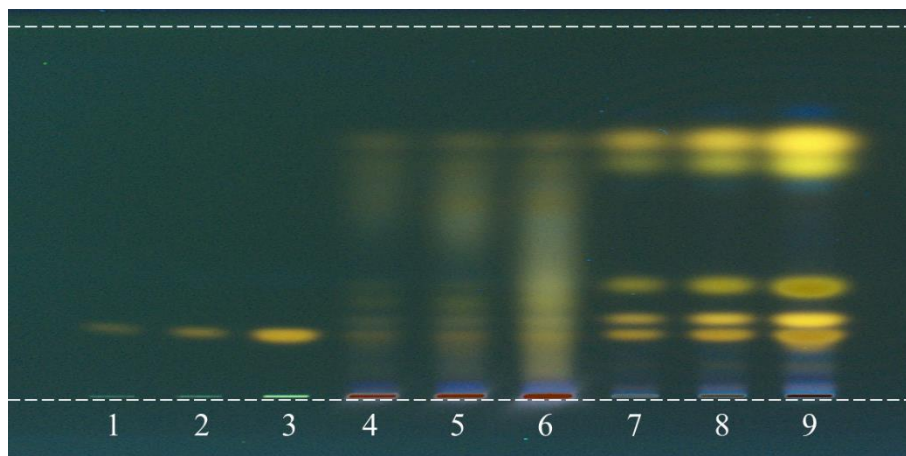
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：108/11/04

相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：22 °C

【展開劑 3】 (修飾香港中藥典第三版 2018) ——正己烷：乙酸乙酯：冰乙酸
(15：5：0.3)



編號	名稱	含量
1，2，3	大黃酸(0.1 mg/mL)	1，2，5 μ L
4，5，6	檢品溶液 5【萃取方法 1】	1，2，5 μ L
7，8，9	檢品溶液 5【萃取方法 2】	1，2，5 μ L

建議萃法：2 種萃法之檢品溶液中，只有萃取方法 2 分離與檢出標準品大黃酸，故修飾香港中藥材標準第二冊，選擇【萃取方法 2】。

建議點注量：大黃酸標準品溶液 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 2】2 μ L。

三、溶媒系統選擇

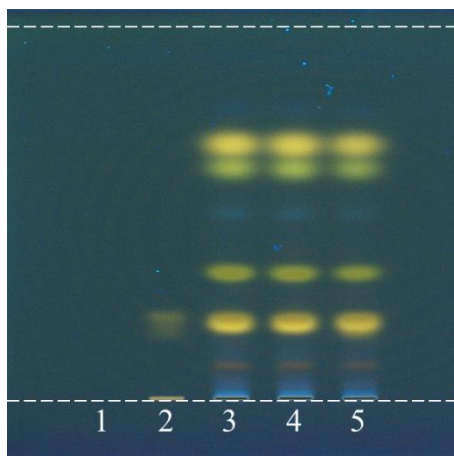
實驗日期：108/11/04

相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：22 °C

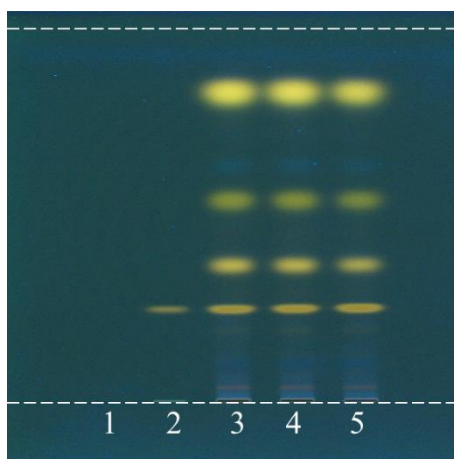
【展開劑 1】(臺灣中藥典第三版 2018；修飾中華人民共和國藥典 2015)——石油醚(30~60°C)：乙酸乙酯：甲酸 (15：5：1)

【萃取方法 2】(修飾香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (大黃酸 R_f 值為 0.23)



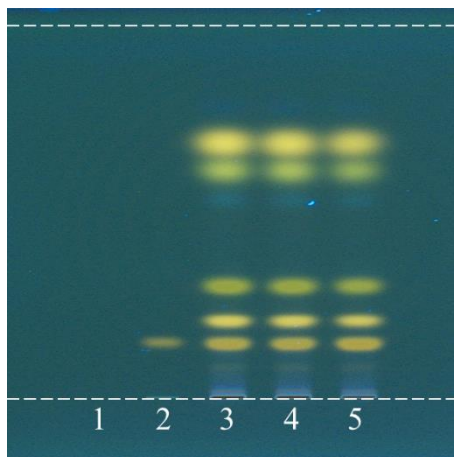
【展開劑 2】(香港中藥材標準第二冊)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (15：5：0.3)

【萃取方法 2】(修飾香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (大黃酸 R_f 值為 0.24)



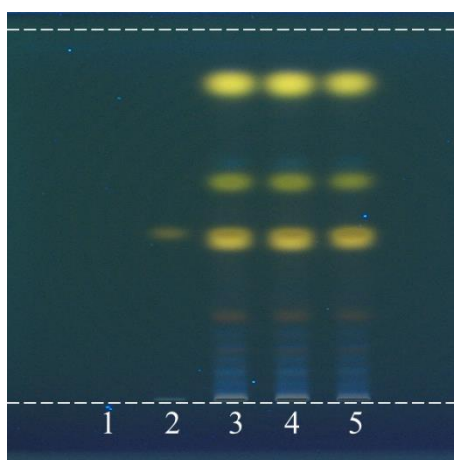
【展開劑 3】(修飾香港中藥典第二版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：冰乙酸 (15：5：0.3) ✓

【萃取方法 2】(修飾香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (大黃酸 R_f 值為 0.14)



【展開劑 4】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (15：5：1)

【萃取方法 2】(修飾香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (大黃酸 R_f 值為 0.45)



1：Blank

2：大黃酸

3，4：檢品溶液 5

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 2】方式，4 種展開劑展開皆可從檢品溶液中分離與檢出大黃酸，因分離較多的點，故採用臺灣中藥典第三版之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：108/11/04

相對溼度(RH)：58%

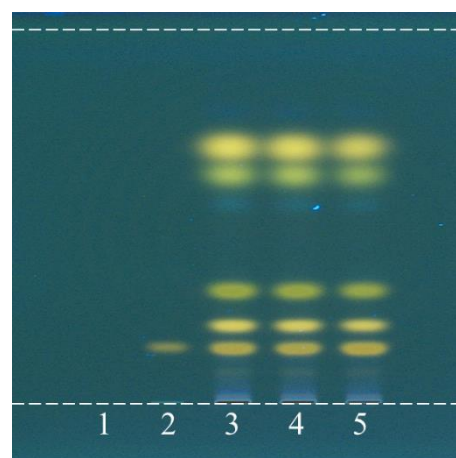
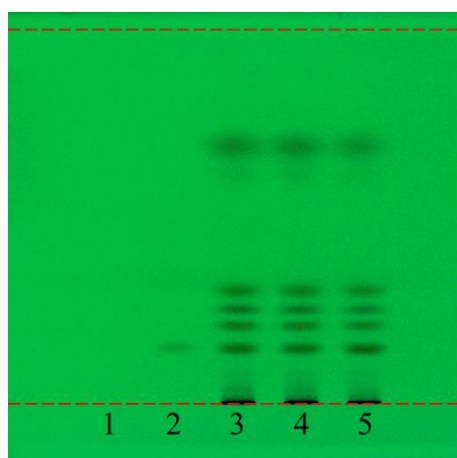
溫度(RT)：22 °C

【展開劑 3】(修飾香港中藥典第二版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：冰乙酸
(15：5：0.3)

【萃取方法 2】(修飾香港中藥材標準
第二冊)—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

【萃取方法 2】(修飾香港中藥材標準
第二冊)—HPTLC 紫外光(365 nm)檢出

✓



1：Blank

2：大黃酸

3，4：檢品溶液 5

5：Spike

建議觀察方式：於紫外光(365 nm)檢視下。

五、十批大黃樣品檢測

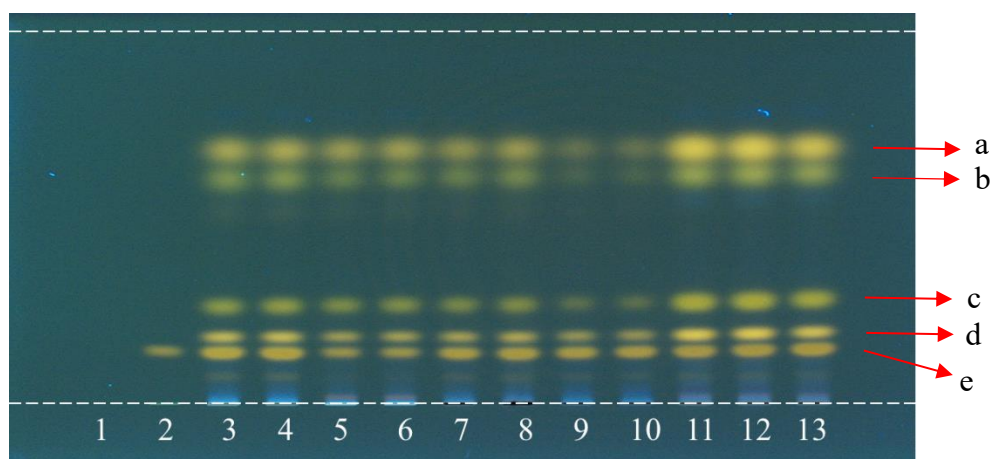
實驗日期：108/11/08

相對溼度(RH)：57%

溫度(RT)：22 °C

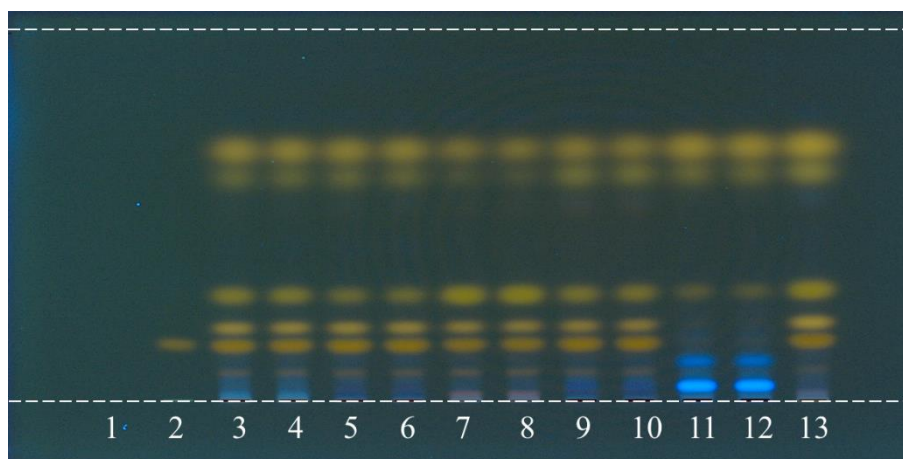
【展開劑 3】 (修飾香港中藥典第二版 2018) ——正己烷：乙酸乙酯：冰乙酸
(15：5：0.3)

【萃取方法 2】 (修飾香港中藥材標準第二冊) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	大黃酸(0.1 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 1 (CA-1-1)
5, 6	檢品溶液 2 (SU-2-1)
7, 8	檢品溶液 3 (CA-3-1)
9, 10	檢品溶液 4 (NR-1)
11, 12	檢品溶液 5 (ND)
13	Spike (檢品溶液 5)

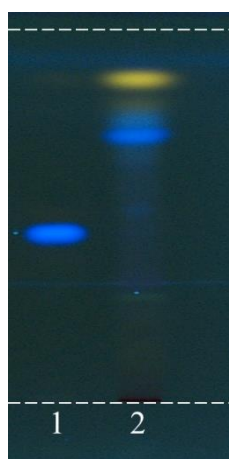
a:大黃酚，b:大黃素甲醚，c:大黃素，d:蘆薈大黃素，e:大黃酸



1	Blank
2	大黃酸(0.1 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 6 (NC-2)
5, 6	檢品溶液 7 (SA-4)
7, 8	檢品溶液 8 (NC)
9, 10	檢品溶液 9 (SA-3)
11, 12	檢品溶液 10 (SA)
13	Spike (檢品溶液 5)

結論與建議：以臺灣中藥典第三版之【萃取方法 2】方式，並以臺灣中藥典第三版之【展開劑 3】分離與檢出大黃酸，於紫外光(365 nm)下檢視之。

【展開劑】(修飾中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：甲酸乙酯：丙酮：甲醇：甲酸 (30：5：5：20：0.1)



1：土大黃苷

2：檢品溶液 10

於紫外光(365 nm)檢視下，檢品溶液 10 未檢出土大黃苷。

大黃(飲片)

六、十批大黃飲片樣品檢測

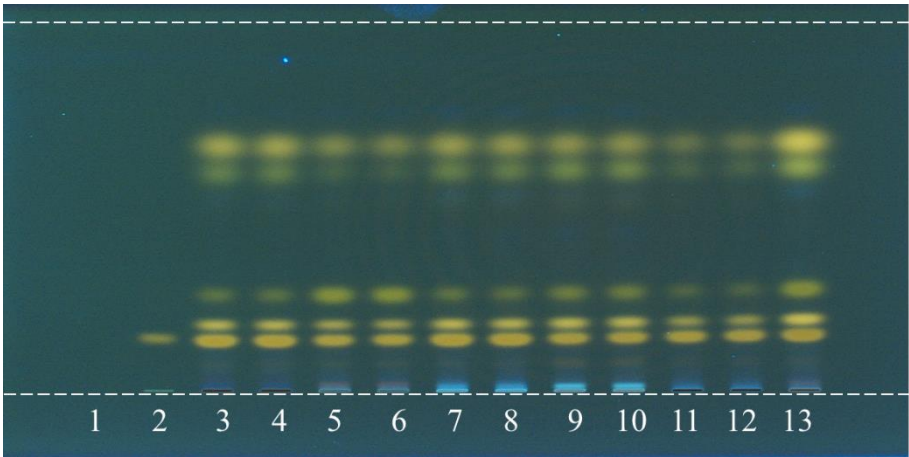
實驗日期：108/11/08

相對溼度(RH)：57%

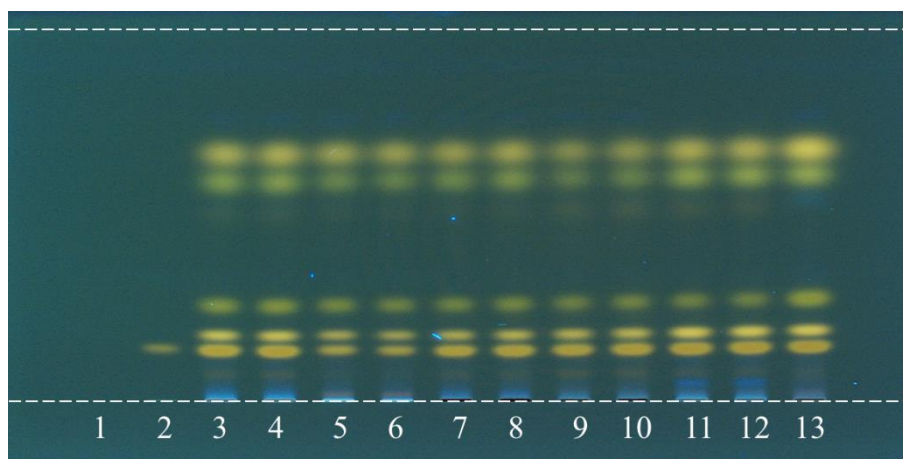
溫度(RT)：22 °C

【展開劑 3】 (修飾香港中藥典第二版 2018) ——正己烷：乙酸乙酯：冰乙酸
(15：5：0.3)

【萃取方法 2】 (修飾香港中藥材標準第二冊) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	大黃酸(0.1 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (SA-4-1)
5 , 6	檢品溶液 2 (NC)
7 , 8	檢品溶液 3 (SU-1)
9 , 10	檢品溶液 4 (NJ)
11 , 12	檢品溶液 5 (NR)
13	Spike (檢品溶液 4)



1	Blank
2	大黃酸(0.1 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 6 (CA-1)
5 , 6	檢品溶液 7 (SU-2)
7 , 8	檢品溶液 8 (CA-3)
9 , 10	檢品溶液 9 (NF)
11 , 12	檢品溶液 10 (NC-1)
13	Spike (檢品溶液 4)

結論與建議：飲片鑑別同藥材。