

# 大腹皮

## (ARECAE PERICARPIUM)

|                      |    |
|----------------------|----|
| 大腹皮 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  |
| 大腹皮 HPLC（藥材） .....   | 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 |
| 大腹皮 TLC（藥材） .....    | 21 |
| 一、方法 .....           | 21 |
| 二、萃法選擇及濃度測試 .....    | 22 |
| 三、溶媒系統選擇 .....       | 23 |
| 四、觀察方式選擇 .....       | 27 |
| 五、十批大腹皮藥材樣品檢測 .....  | 28 |
| 大腹皮 TLC（飲片） .....    | 30 |
| 一、方法 .....           | 30 |
| 二、萃法選擇及濃度測試 .....    | 31 |
| 三、溶媒系統選擇 .....       | 32 |
| 四、觀察方式選擇 .....       | 36 |
| 五、十批大腹皮飲片樣品檢測 .....  | 37 |

# 大腹皮

## (ARECAE PERICARPIUM)

### 一、藥材採購及鑑定

收集 11 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檳榔的乾燥果皮。

### 二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：大腹皮

生藥名：ARECAE PERICARPIUM

英文名：Areca Peel

基原：本品為棕櫚科 *Palmae* 植物檳榔 *Areca catechu* L. 之乾燥果皮。

採收加工：冬季至次春採收未成熟的果實，煮後乾燥，縱剖兩瓣，剝取果皮，習稱“大腹皮”。

藥材性狀：本品呈橢圓形瓢狀或切成細長條弧形。長 4~7 cm，寬 2~4 cm，厚 0.2~0.5 cm。外果皮灰綠色或深棕色，具不規則的縱皺紋及隆起的橫紋，頂端有花柱殘痕，基部有果梗及殘存萼片。內果皮凹陷，褐色或深棕色，光滑硬殼狀。中果皮纖維，黃白色至淡棕色，縱向排列。體輕，質硬，可縱向撕裂。氣微，味微澀。

生長分佈：檳榔，喬木，高 10 公尺以上，可達 30 公尺，有明顯的環狀葉痕。分佈的海拔高度起自平地迄 1000 多公尺的山區。適應性強，喜生長於高溫、濕潤；肥沃、疏鬆的砂壤土，底土為紅壤、黃壤且土層深厚 50~70 公分以上為宜。每年開花 2 次，花期 3~8 月，冬花不結果，果期 12 月至翌年 6 月。亞洲熱帶地區廣泛栽培，藥材主產於臺灣、海南、雲南、印尼、印度、斯里蘭卡、菲律賓等熱帶地區。

### 三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 外果皮細胞排列較緊密，外被角質層。
2. 中果皮較厚，薄壁細胞含草酸鈣針晶；中果皮石細胞散在，類圓形、類長方形或長橢圓形。木化的纖維束和維管束散在。
3. 內果皮細胞不規則多邊形，壁厚，木化。

### 四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 粉末黃白色或棕黃色。

2. 外果皮細胞表面觀多角形或長多角形，長 10~40  $\mu\text{m}$ ，寬 5~15  $\mu\text{m}$ 。
3. 內果皮細胞呈不規則多角形，直徑 5~20  $\mu\text{m}$ ，壁厚，木質化，孔溝較明顯。
4. 導管主要為螺紋導管，直徑 15~40  $\mu\text{m}$ 。
5. 草酸鈣針晶成束或散在，長 60~90  $\mu\text{m}$ 。偏光顯微鏡下呈多彩色。
6. 纖維多成束，細長條形，平直或稍彎曲，有的一邊呈小波狀凸起，末端稍鈍圓，直徑約 10  $\mu\text{m}$ ，壁厚，木質化，孔溝明顯，壁孔約 5~10  $\mu\text{m}$ 。偏光顯微鏡下呈亮黃色。
7. 石細胞類圓形、類長方形、長橢圓形，長 30~200  $\mu\text{m}$ ，寬 15~40  $\mu\text{m}$ ，壁稍厚，木質化或微木質化，紋孔、孔溝明顯，有的層紋較清楚。偏光顯微鏡下呈亮白色。



圖 1 大腹皮藥材圖

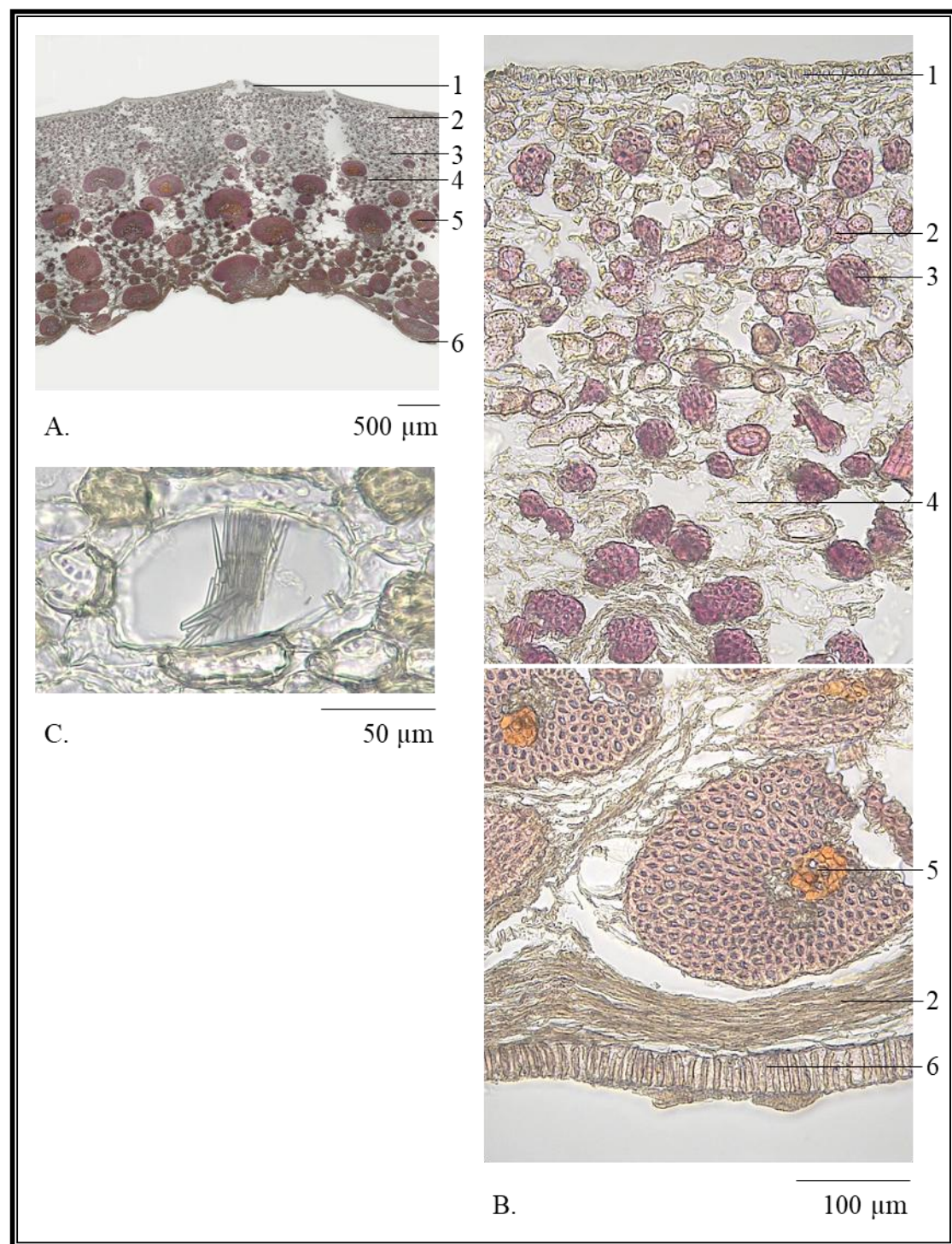


圖 2 大腹皮橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.薄壁細胞含草酸鈣針晶

1.外果皮 2.石細胞 3.纖維束 4.中果皮 5.維管束 6.內果皮



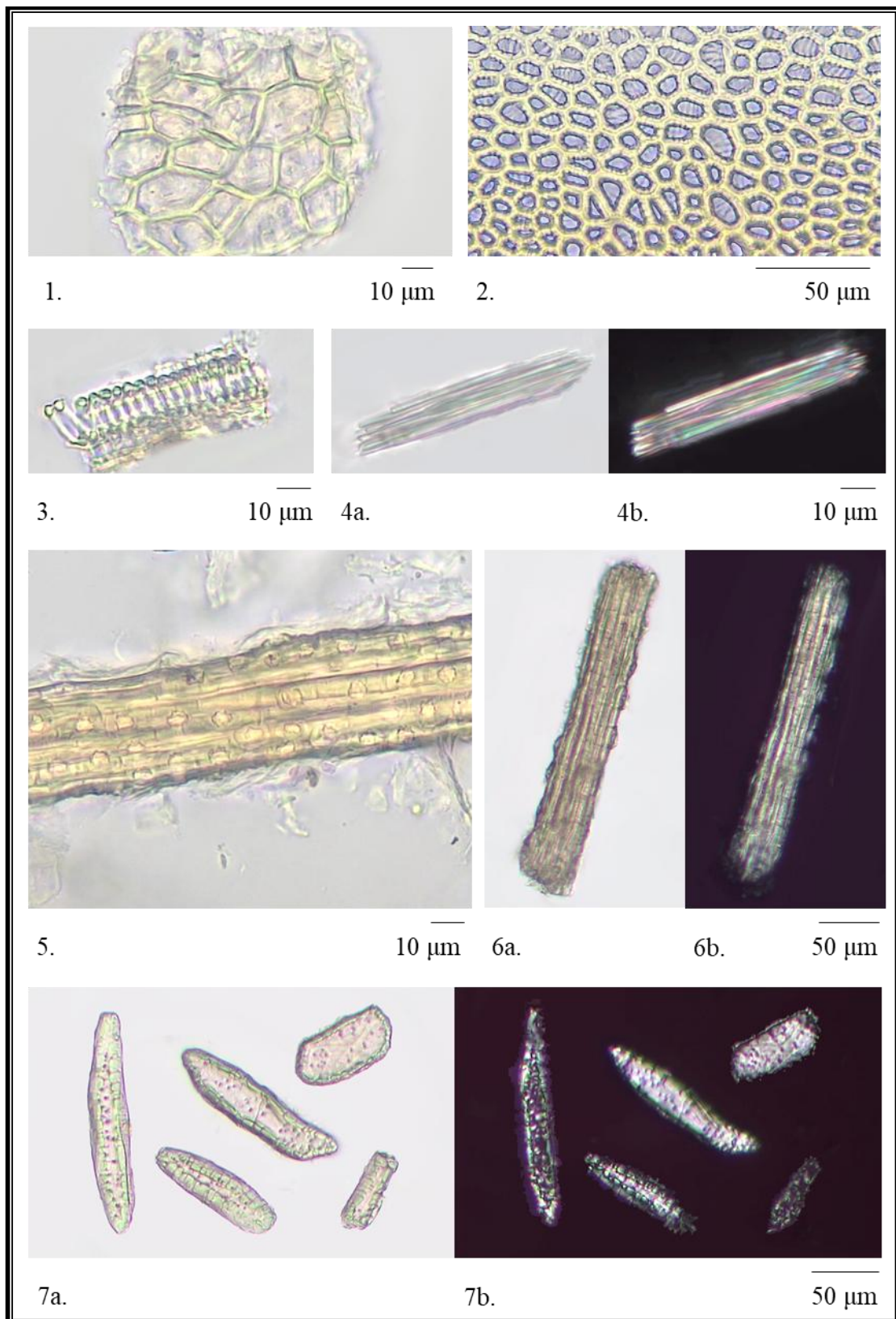


圖 3 大腹皮粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 外果皮細胞 2. 內果皮細胞 3. 螺紋導管 4. 草酸鈣針晶束 5. 纖維 6. 纖維  
7. 石細胞

#### 參考文獻

1. 衛生福利部臺灣中藥典第四版編輯工作小組(2021)。臺灣中藥典第四版。臺北市：衛生福利部。15~16 頁。
2. 張永勳、何玉鈴(主編)(2023)。臺灣中藥典圖鑑(第二版)。臺北市：衛生福利部，13 頁。
3. 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。27 頁。
4. 艾鐵民(主編)(2022)。中國藥典中藥材及原植物志。北京：中國醫藥科技出版社。38~39 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(2013)。香港中藥材標準第五冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。36~39 頁。
6. 肖培根(主編)(2002)。新編中藥志第二卷。北京：化學工業出版社。643~646 頁。
7. 范崔生(主編)(1995)。中藥採收鑑別應用全書。江西科學技術出版社。475~477 頁。
8. 邱年永(1973)。藥用植物栽培法。大學圖書出版社。378~380 頁。
9. 潘超美、楊全(主編)(2020)。新編中國藥材學第六卷。中國醫藥科技出版社。38~40 頁。
10. 張繼(主編)(2021)。中國中藥材及飲片真偽鑑別圖典第一冊。廣東科技出版社。55 頁。
11. 國家藥典委員會(2009)。中華人民共和國藥典中藥材顯微鑒別彩色圖鑒。人民衛生出版社。66 頁。
12. 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。37~38 頁。
13. 王滿恩、趙昌(主編)(2019)。飲片驗收經驗。山西科學技術出版社。35 頁。

## 大腹皮(ARECAE PERICARPIUM)

### 一、材料

購置於臺灣各地大腹皮藥材共 10 批。

### 二、儀器及層析管柱

#### (一) HPLC 儀器及層析管柱

Agilent 1260 Infinity II，包含 QuatPump G7111A、Vialsampler G7129A、MCT G7116A、DAD G7115A；層析管柱 Welch Ultisil® XB-SCX 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、Sample Manager、PDA Detector；層析管柱 Sepax HP-SCX Column (100 x 2.1 mm, 1.8 μm)。

### 三、實驗藥品及試劑來源

#### (一) 試劑

乙腈(HPLC grade)購置於永定科技有限公司；磷酸(85%)購置於友和貿易股份有限公司；氨水(25%)購置於台灣默克有限公司。

#### (二) 對照標準品

氫溴酸檳榔鹼(Arecoline hydrobromide)購置於普思生物科技有限公司，純度 99.95%。CAS No:300-08-3

### 四、方法

#### (一) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 6 份，每份準確稱取約 0.5 g，置 100 mL 圓底瓶中，準確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇、50%乙醇各 25 mL，加熱迴流 30 分鐘，冷卻後以 No. 1 濾紙過濾，取濾液移入 25 mL 之容量瓶中，加入溶媒至刻度。搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得進注量之氫溴酸檳榔鹼最大波峰面積為最佳檳榔藥材萃取溶媒。

#### (二) 最佳萃取時間評估

準確稱取本品粉末 4 份(過第 20 號篩網)約 0.5 g，置 100 mL 圓底瓶中，準確加入 50%乙醇 25 mL，分別加熱迴流 30、60、90 及 120 分鐘，冷卻後以 No. 1 濾紙過濾，取濾液移入 25 mL 之容量瓶中，加入 50%乙醇至刻度。搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。每針 10 μL 注入

HPLC，以所測得進注量之氫溴酸檳榔鹼最大波峰面積為最佳大腹皮藥材萃取時間。

### (三) 對照標準品溶液

準確稱取對照標準品氫溴酸檳榔鹼 3.0mg，加 10 mL 的移動相溶劑製成每 1 mL 含氫溴酸檳榔鹼 300 µg 的對照標準品儲備溶液，並以移動相溶劑稀釋至氫溴酸檳榔鹼 30 µg/mL 製成對照標準品溶液。

### (四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.5 g，置 100 mL 圓底瓶中，準確加入 50%乙醇 25 mL，加熱迴流 30 分鐘，冷卻後以 No.1 濾紙過濾，取濾液移入 25 mL 之容量瓶中，加 50%乙醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 µm)，即得。

### (五) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 µL，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算檢品溶液中檳榔鹼的含量，即得。

### (六) 檢量線

準確吸取氫溴酸檳榔鹼對照標準品儲備液適量(300 µg/mL)，以移動相溶劑稀釋成含氫溴酸檳榔鹼分別為 150、100、60、30、15、5.0 µg/mL 的對照標準品溶液。以上溶液各取 10 µL 分別注入 HPLC 進行定量分析，利用對照標準品之波峰面積(y 軸)和對照標準品之濃度(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

以氫溴酸檳榔鹼為 30 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以氫溴酸檳榔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：取同一批市售大腹皮藥材粉末，依大腹皮藥材檢品溶液製備方法平行製備 5 份大腹皮藥材檢品溶液，進樣測定，以氫溴酸檳榔鹼的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售大腹皮藥材粉末，依大腹皮藥材檢品溶液製備方法製備大腹皮藥材檢品溶液，分別在 0、2、4、8、24 小時進樣測定，以氫溴酸檳榔鹼的含量為指標，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

取已知氫溴酸檳榔鹼含量的大腹皮粉末 5 份，每份準確稱取約 0.2 g，分別加入氫溴酸檳榔鹼 0.6 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：Welch Ultisil<sup>®</sup> XB-SCX Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 210 nm
3. 流速：1.2 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

| 時間(min) | 乙腈(%) | 0.2%磷酸(v/v, %) |
|---------|-------|----------------|
| 0       | 55    | 45             |
| 35      | 55    | 45             |

\*取 2 mL 磷酸(85%)配成 1000 mL 0.2%磷酸水溶液再加入約 2.6 mL 氨試劑(25%)；pH 值約 3.80。

(十二) 臺灣市售大腹皮含量測定

取 10 批市售大腹皮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 公式計算樣品氫溴酸檳榔鹼的百分比含量。

(十三) 大腹皮檢品之 UPLC 分析條件

1. 層析管：Sepax HP-SCX Column (100 x 2.1 mm, 1.8  $\mu$ m)
2. 檢測波長：UV 210 nm
3. 流速：0.1 mL/min
4. 管柱溫度：25  $^{\circ}$ C
5. 注入量：1  $\mu$ L
6. 移動相：

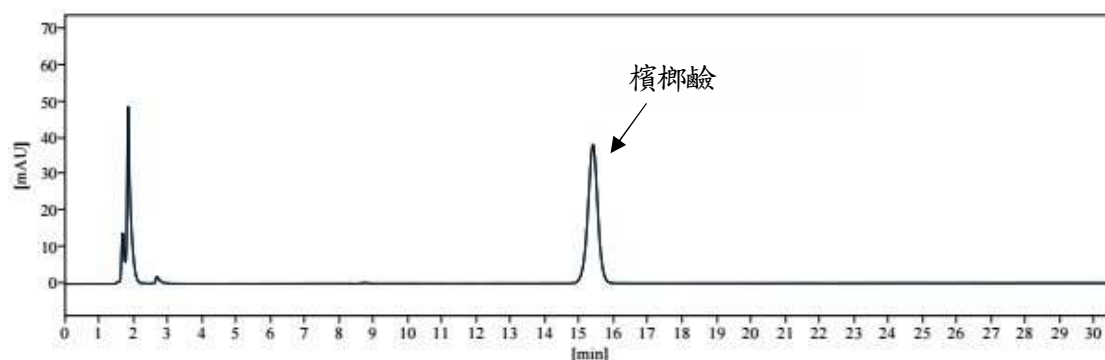
| 時間(min) | 乙腈(%) | 0.2%磷酸(v/v, %)* |
|---------|-------|-----------------|
| 0       | 70    | 30              |
| 10      | 70    | 30              |

\*取 2 mL 磷酸(85%)配成 1000 mL 0.2%磷酸水溶液再加入約 2.6 mL 氨試劑(25%)；pH 值約 3.80。

## 五、結果

### (一) 對照標準品氫溴酸檳榔鹼之 HPLC 層析

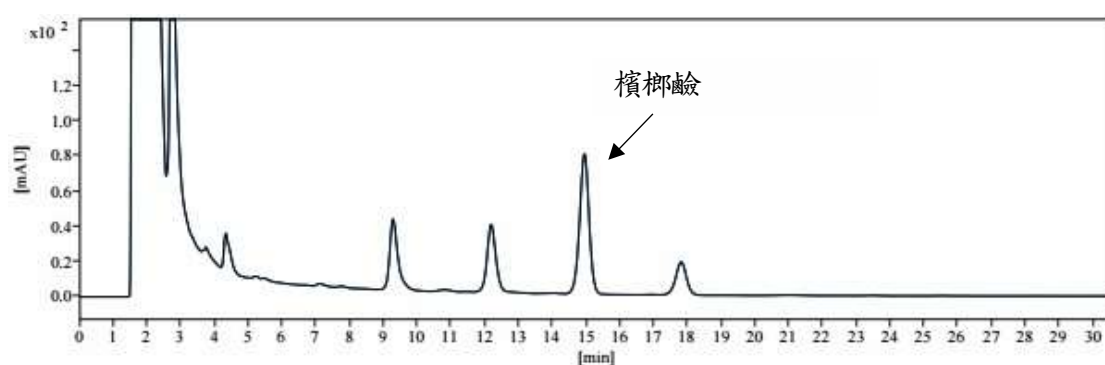
於滯留時間 15.4 分鐘處顯示氫溴酸檳榔鹼對照標準品波峰(圖一)。



圖一、氫溴酸檳榔鹼對照標準品溶液之 HPLC 層析圖

### (二) 市售大腹皮藥材檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 14.9 分鐘處顯示大腹皮藥材檢品中檳榔鹼波峰(圖二)。檳榔鹼分離率( $R$ )為 14.2，拖尾因子( $T$ )為 1.16，均在系統適用性要求內。



圖二、市售大腹皮藥材檢品之 HPLC 層析圖

### (三) 最佳萃取溶媒評估

以 50%乙醇溶液為溶媒時，以加熱迴流萃取方式，每克藥材重量所得氫溴酸檳榔鹼的波峰面積最大，顯示 50%乙醇溶液為最佳萃取溶媒(表一)。

表一、不同萃取溶媒評估

| 溶媒     | 氫溴酸檳榔鹼波峰面積 | 最佳萃取 |
|--------|------------|------|
| 甲醇     | 842.934    |      |
| 75% 甲醇 | 890.290    |      |
| 50% 甲醇 | 872.326    |      |
| 乙醇     | 606.188    |      |
| 75% 乙醇 | 681.046    |      |
| 50% 乙醇 | 905.085    | √    |

#### (四) 最佳萃取時間評估

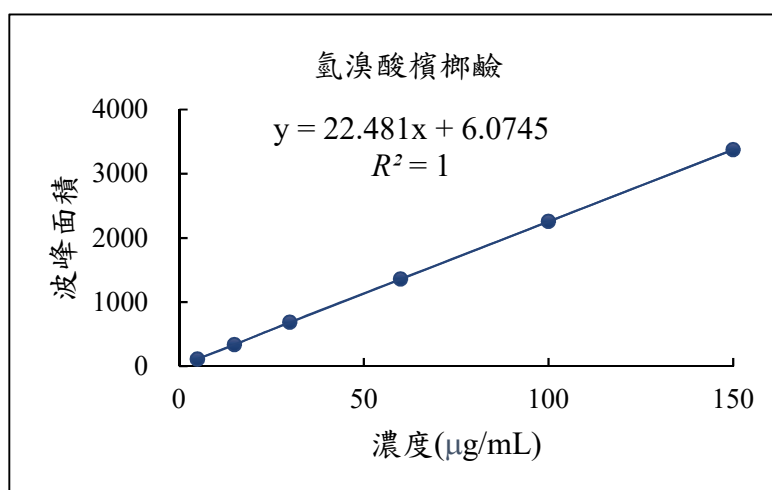
結果顯示加熱迴流萃取 30 分鐘，氫溴酸檳榔鹼波峰面積最大，顯示加熱迴流萃取 30 分鐘為最佳萃取時間(表二)。

表二、大腹皮藥材檢品萃取時間評估

| 50% 乙醇      | 氫溴酸檳榔鹼波峰面積 | 最佳萃取 |
|-------------|------------|------|
| 加熱迴流 30 分鐘  | 965.923    | √    |
| 加熱迴流 60 分鐘  | 841.305    |      |
| 加熱迴流 90 分鐘  | 656.293    |      |
| 加熱迴流 120 分鐘 | 518.568    |      |

#### (五) 對照標準品氫溴酸檳榔鹼檢量線

經不同濃度氫溴酸檳榔鹼(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  $y = 22.481x + 6.0745$ ， $R^2 = 1$ ，顯示濃度在 5.0–150  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係 (圖三)。



圖三、氫溴酸檳榔鹼之檢量線圖

表三、氫溴酸檳榔鹼之檢量線方程式

| 對照標準品  | 濃度( $\mu\text{g/mL}$ ) | 線性回歸方程式                | $R^2$ |
|--------|------------------------|------------------------|-------|
| 氫溴酸檳榔鹼 | 5.0–150                | $y = 22.481x + 6.0745$ | 1     |

#### (六) 精密度試驗

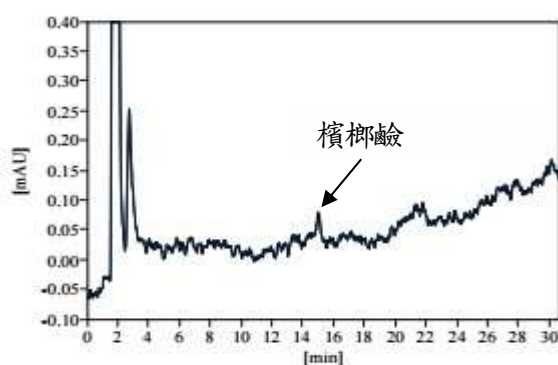
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，氫溴酸檳榔鹼精密度之相對標準差為 0.21%，在系統適用性要求內。

#### (七) 重複性與穩定性試驗

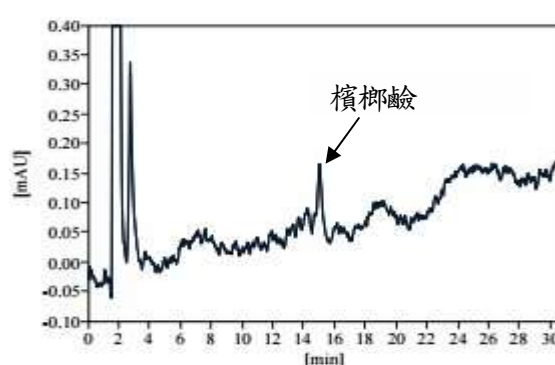
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，氫溴酸檳榔鹼重複性之相對標準差為 2.26%，在系統適用性要求內。氫溴酸檳榔鹼在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差為 3.07%，變化差異小，若所有樣品分析都在 24 小時內完成，則無太大差異。

#### (八) 偵測極限與定量極限試驗

氫溴酸檳榔鹼偵測極限為  $0.05 \mu\text{g/mL}$  (圖四)，定量極限為  $0.10 \mu\text{g/mL}$  (圖五)。



圖四、氫溴酸檳榔鹼之偵測極限層析圖



圖五、氫溴酸檳榔鹼之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

| 檢測項目       | 氫溴酸檳榔鹼                |            |
|------------|-----------------------|------------|
|            | 濃度                    | R.S.D. (%) |
| 精密度 (n=5)  | $30 \mu\text{g/mL}$   | 0.21       |
| 重複性 (n=5)  | 檢品溶液(No.1)            | 2.26       |
| 穩定性 (n=5)  | 檢品溶液(No.1)            | 3.07       |
| 偵測極限 (n=1) | $0.05 \mu\text{g/mL}$ | -          |
| 定量極限 (n=1) | $0.10 \mu\text{g/mL}$ | -          |

(九) 添加回收率試驗

氫溴酸檳榔鹼平均添加回收率為 98.3%，相對標準偏差為 3.83%(表五)。

表五、氫溴酸檳榔鹼添加回收率

| 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>(%) | 平均回收率<br>(%) | R.S.D.<br>(%) |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|---------------|
| 1  | 0.2003      | 0.5870      | 0.6         | 1.1515      | 94.23      | 98.34        | 3.83          |
| 2  | 0.2003      | 0.5870      | 0.6         | 1.1609      | 95.80      |              |               |
| 3  | 0.2001      | 0.5864      | 0.6         | 1.2105      | 104.06     |              |               |
| 4  | 0.2003      | 0.5870      | 0.6         | 1.1802      | 99.02      |              |               |
| 5  | 0.2003      | 0.5870      | 0.6         | 1.1775      | 98.57      |              |               |

(十) 臺灣市售大腹皮藥材含量測定

10 批大腹皮藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，氫溴酸檳榔鹼的含量為 0.237–0.407%，檳榔鹼的百分含量除以換算系數 1.5214，1.5214 是氫溴酸檳榔鹼和檳榔鹼的莫爾質量比例。檳榔鹼的含量為 0.156–0.268%，建議大腹皮藥材指標成分檳榔鹼的含量不得少於 0.2%。理論板數按氫溴酸檳榔鹼波峰計算應不低於 3000 (實際值為 8428)。

表六、臺灣市售大腹皮藥材檢品之氫溴酸檳榔鹼的含量

| 藥材編號<br>(No.) | 以氫溴酸檳榔鹼計<br>(%) | 檳榔鹼含量<br>(%) |
|---------------|-----------------|--------------|
| 1 (NFA)       | 0.318           | 0.209        |
| 2 (NWB)       | 0.312           | 0.205        |
| 3 (NX)        | 0.359           | 0.236        |
| 4 (CE)        | 0.407           | 0.268        |
| 5 (SCB)       | 0.357           | 0.235        |
| 6 (SK1)       | 0.366           | 0.241        |
| 7 (SK3)       | 0.237           | 0.156        |
| 8 (SK4)       | 0.333           | 0.219        |
| 9 (SUA)       | 0.375           | 0.247        |
| 10 (SUB)      | 0.341           | 0.224        |
| 平均值±S.D.      | 0.341±0.046     | 0.224±0.030  |



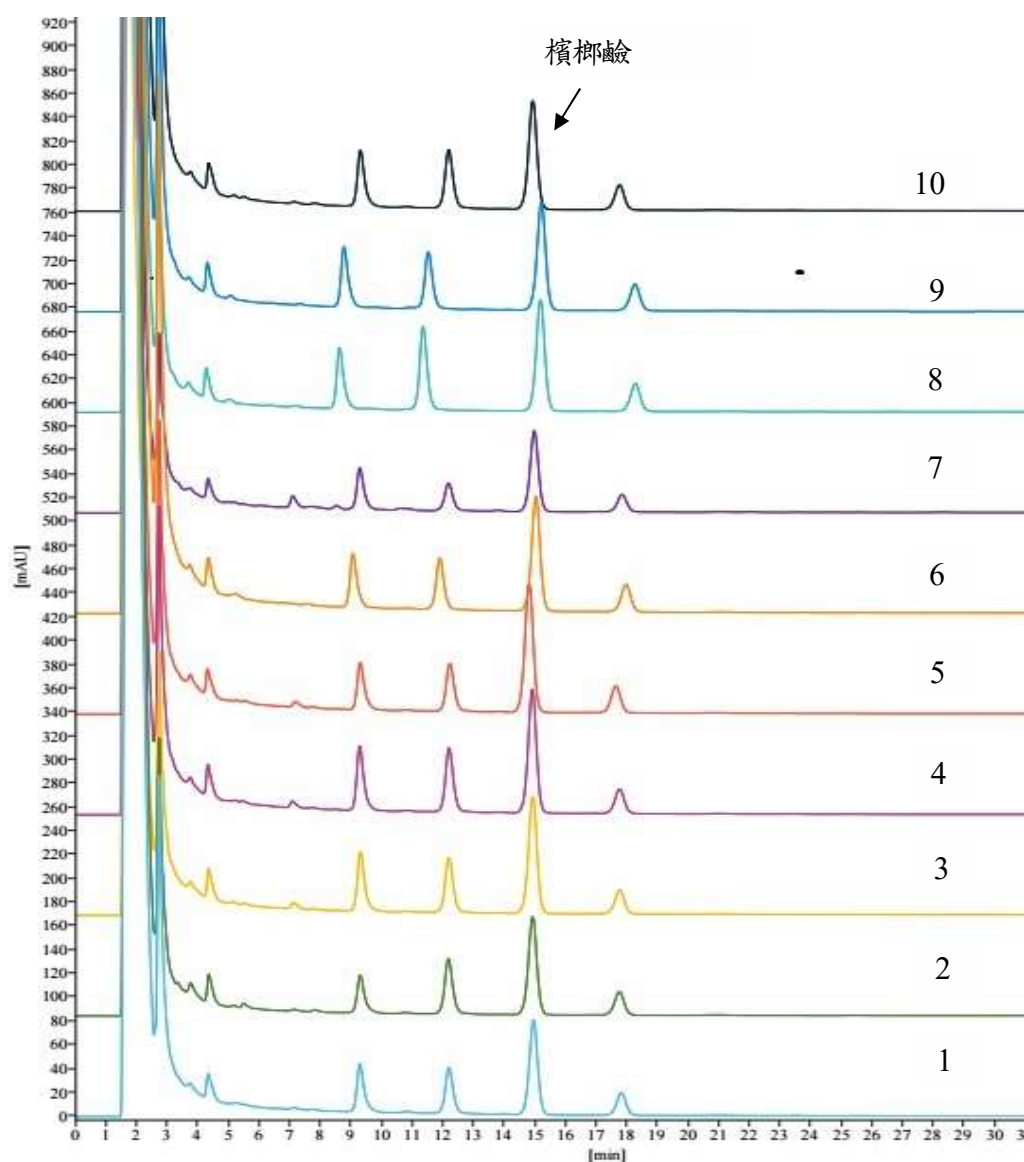
# (十一) 大腹皮藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售大腹皮藥材檢品溶液各 10  $\mu$ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Welch Ultisil<sup>®</sup> XB-SCX Column (250  $\times$  4.6 mm, 5  $\mu$ m)
2. 檢測波長：UV 210 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：25  $^{\circ}$ C
5. 注入量：10  $\mu$ L
6. 移動相：

| 時間(min) | 乙腈(%) | 0.2%磷酸(v/v, %) |
|---------|-------|----------------|
| 0       | 55    | 45             |
| 35      | 55    | 45             |

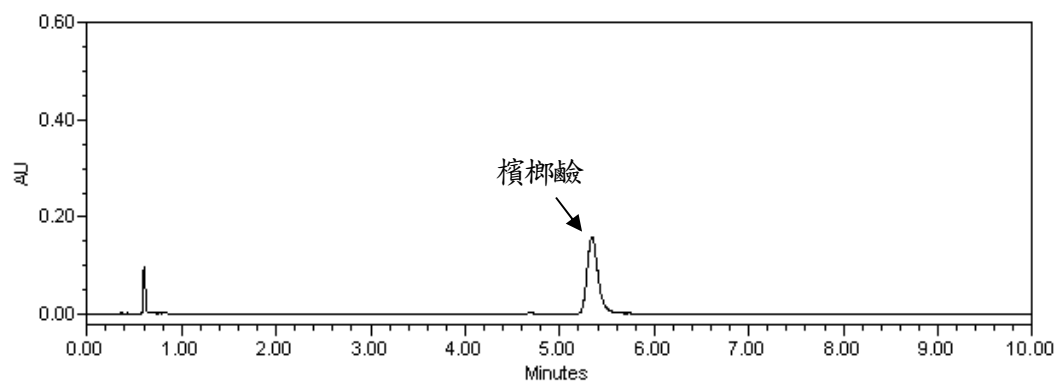
\*取 2 mL 磷酸(85%)配成 1000 mL 0.2%磷酸水溶液再加入約 2.6 mL 氨試劑(25%)；pH 值約 3.80。



圖六、10 批大腹皮藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 對照標準品氫溴酸檳榔鹼之 UPLC 層析

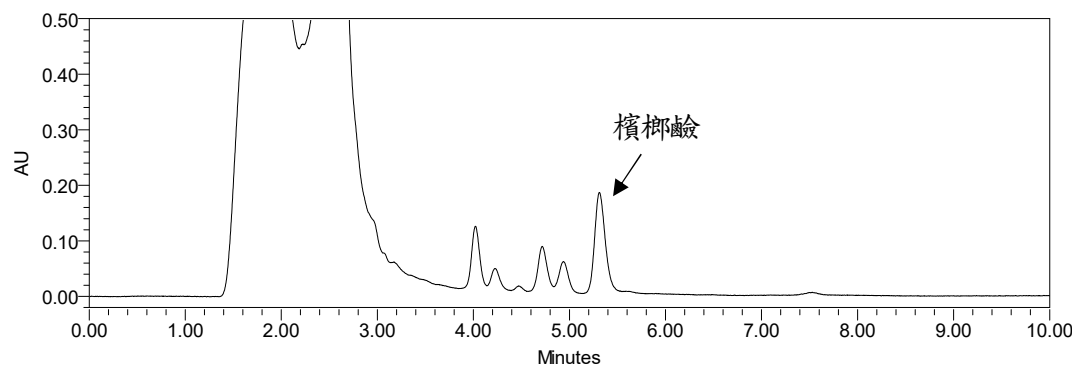
於滯留時間 5.34 分鐘處顯示氫溴酸檳榔鹼對照標準品波峰(圖七)。



圖七、氫溴酸檳榔鹼對照標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售大腹皮藥材檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 5.31 分鐘處顯示大腹皮藥材檢品中檳榔鹼波峰(圖八)。

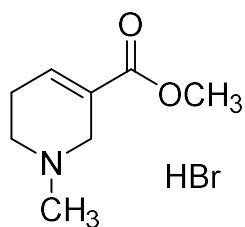


圖八、市售大腹皮藥材檢品之 UPLC 層析圖

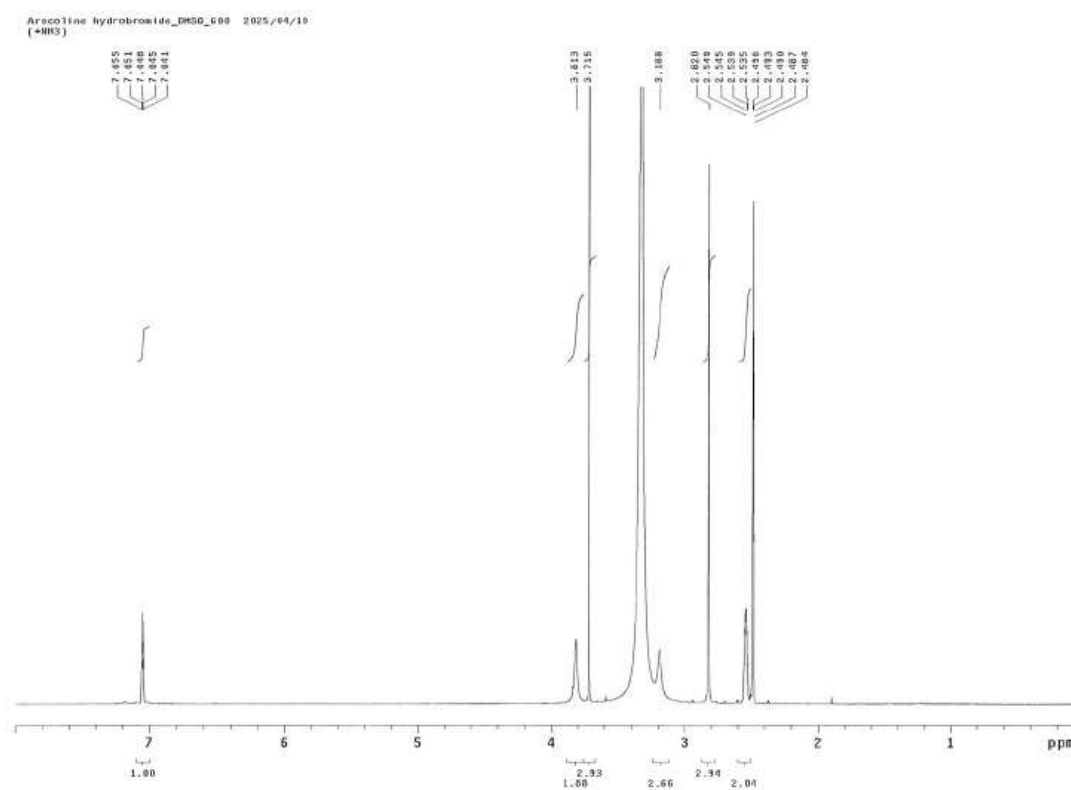
(十四) 氫溴酸檳榔鹼的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_8H_{14}BrNO_2$ ；分子量：236.1；熔點：173-175 °C；白色固體。

(十五) 氫溴酸檳榔鹼的結構

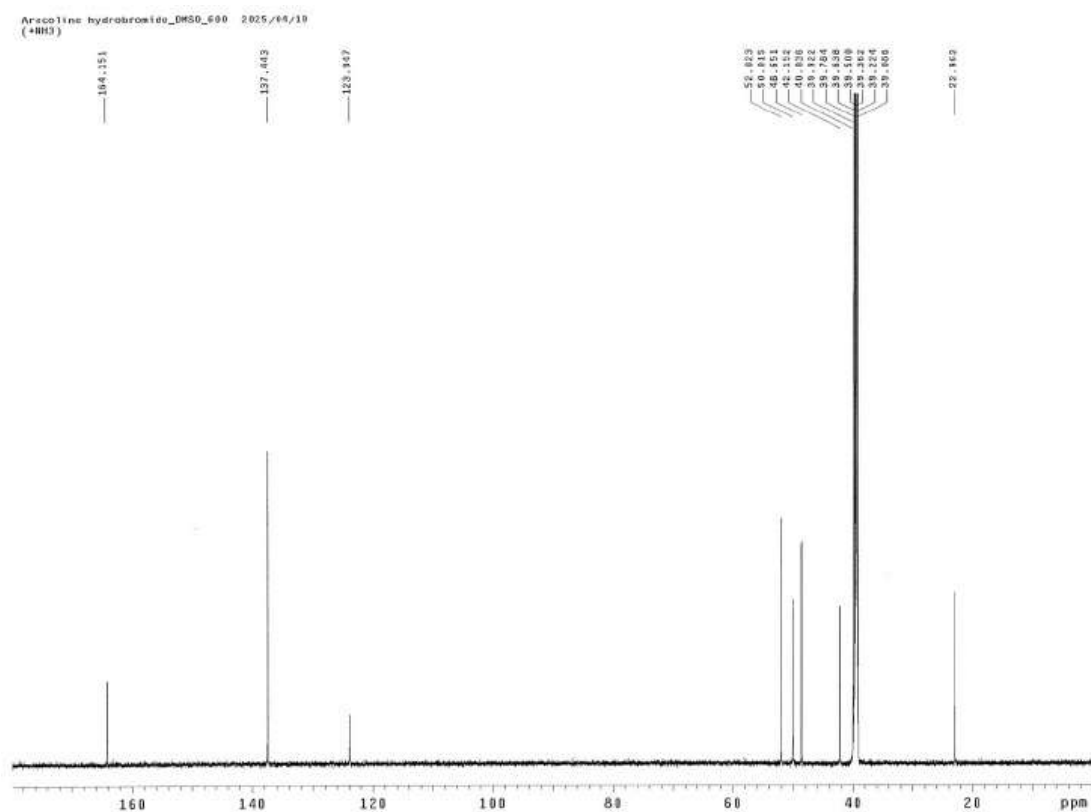


(十六) 氫溴酸檳榔鹼的  $^1H$  NMR 圖譜



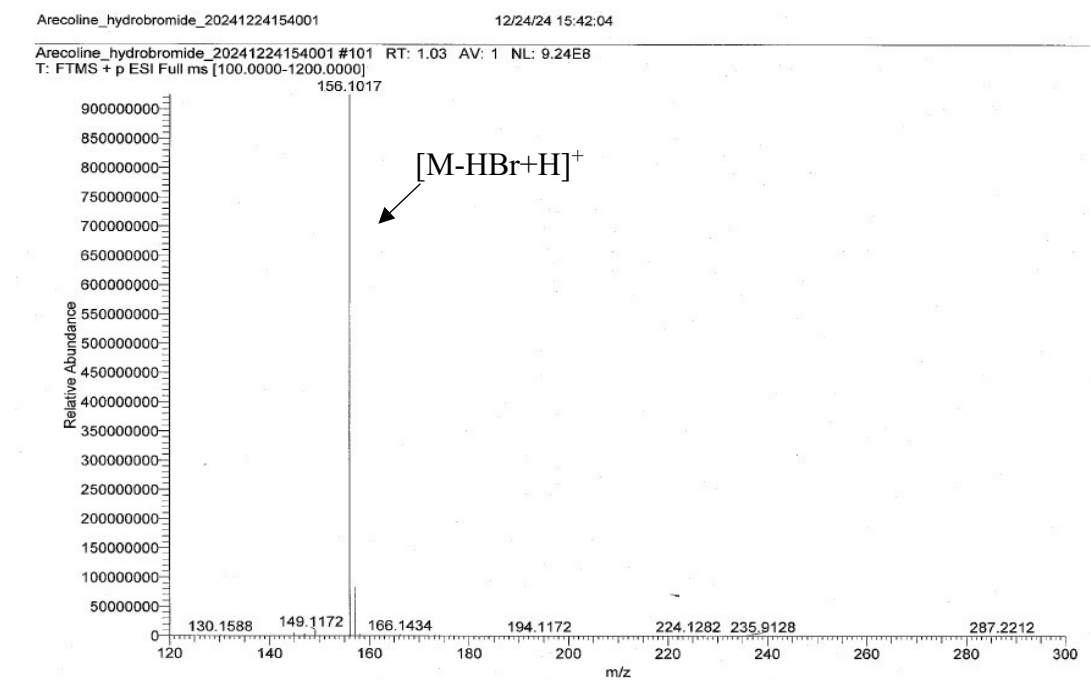
圖九、氫溴酸檳榔鹼的  $^1H$  NMR 圖譜(DMSO- $d_6$ )

(十七) 氫溴酸檳榔鹼的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜



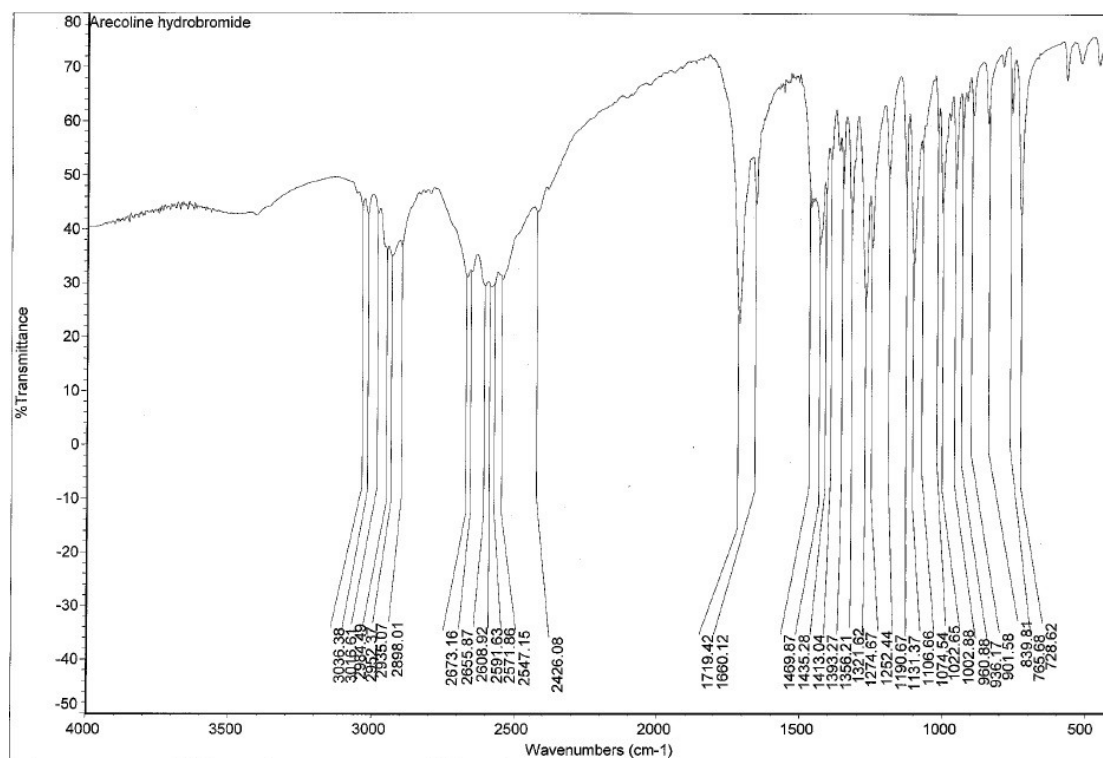
圖十、氫溴酸檳榔鹼的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜(DMSO- $d_6$ )

(十八) 氫溴酸檳榔鹼的 ESI-MS 圖譜



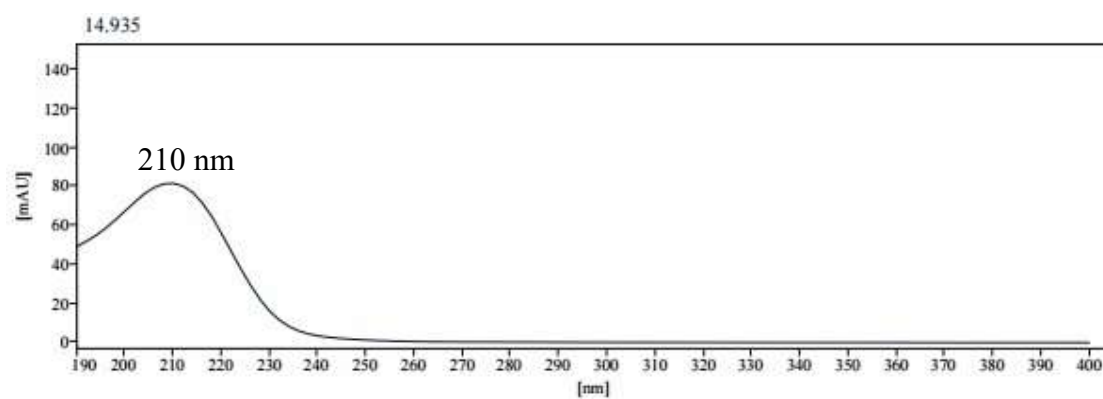
圖十一、氫溴酸檳榔鹼的 ESI-MS 圖譜

(十九) 氫溴酸檳榔鹼的 FTIR 圖譜



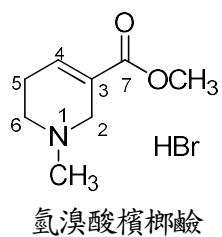
圖十二、氫溴酸檳榔鹼的 FTIR 圖譜

(二十) 氫溴酸檳榔鹼的 UV 圖譜



圖十三、氫溴酸檳榔鹼的 UV 圖譜

(二十一) 氫溴酸檳榔鹼的氫、碳化學位移



表七、氫溴酸檳榔鹼的氫、碳化學位移(DMSO-*d*<sub>6</sub>)

| position         | $\delta_{\text{H}}$ (600 MHz) <sup>a</sup> | $\delta_{\text{C}}$ (150 MHz) |
|------------------|--------------------------------------------|-------------------------------|
| 2                | 3.81 (m)                                   | 50.0                          |
| 3                | -                                          | 123.9                         |
| 4                | 7.05 (m)                                   | 137.4                         |
| 5                | 2.54 (m)                                   | 23.0                          |
| 6                | 3.19 (m)                                   | 48.7                          |
| 7                | -                                          | 164.2                         |
| NCH <sub>3</sub> | 2.82 (s)                                   | 42.2                          |
| OCH <sub>3</sub> | 3.72 (s)                                   | 52.0                          |

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

## 大腹皮

生藥名：ARECAE PERICARPIUM

英文名：Areca Peel

基 原：本品為棕櫚科 Palmae 植物檳榔 *Areca catechu* L.之乾燥果皮。

### 一、方法

#### (一) 檢 品 溶 液 【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》✓

—取本品粉末 5.0 g，加甲醇 50 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加甲醇 2 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

【萃取方法 2】《臺灣中藥典第四版》，《香港中藥材標準第五冊》

—取本品粉末 1.0 g，加 95%乙醇 50 mL，超音波振盪 45 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 3】(自行開發)

—取本品粉末 5.0 g，加 80%甲醇 50 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加 80%甲醇 2 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 溶 液 取氫溴酸檳榔鹼(Arecoline hydrobromide)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 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》

—乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：1：0.2)

【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》

—三氯甲烷：甲醇：甲酸 (7：0.1：0.02)

【展開劑 3】《香港中藥材標準第五冊》

—乙酸乙酯：甲醇：氨水 (8.5：0.4：0.2)

【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》✓

—乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2)

(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 風乾後，在碘蒸氣中約熏 20 分鐘至斑點清晰，置於可見光或紫外光(254 nm)照射下檢視之。

(八) Spike 配製 取採用建議萃取方法之檢品溶液 7，與對照標準品溶液(1：1)混合，點注量 10 μL。

## 二、萃法選擇及濃度測試

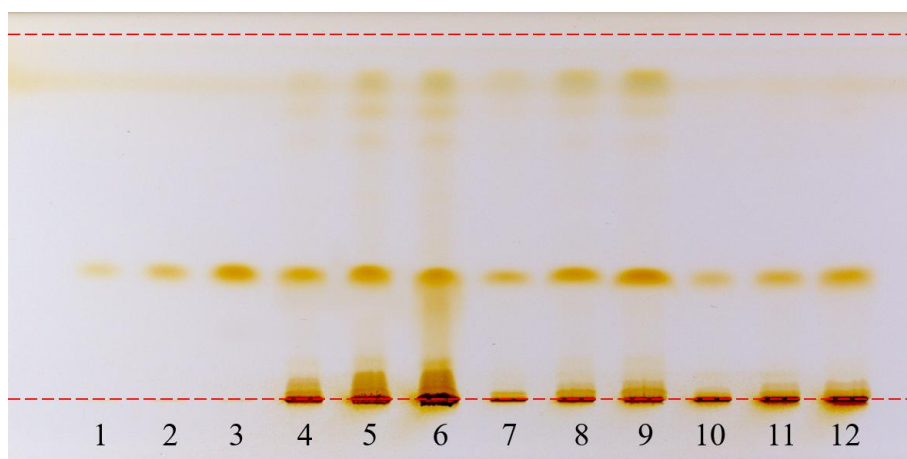
實驗日期：114/02/12

相對溼度(RH)：46%

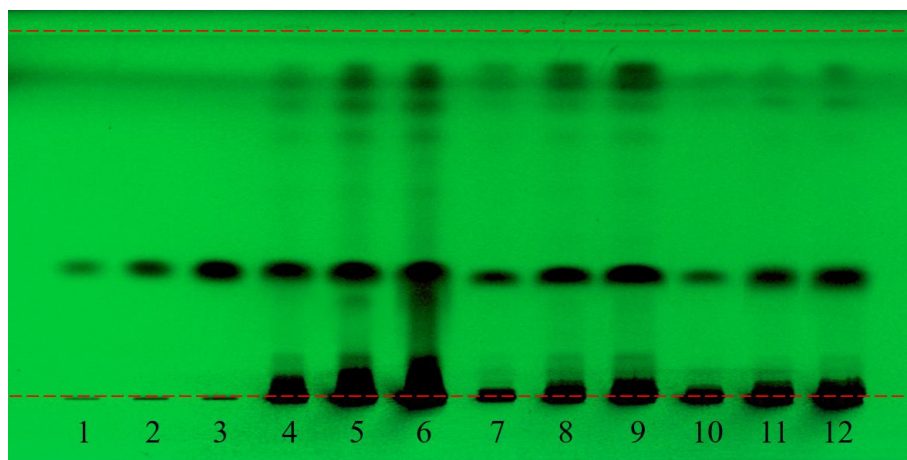
溫度(RT)：25.8 °C

【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2)

——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出



——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光(254 nm)檢出



| 編號         | 名稱                | 點注量             |
|------------|-------------------|-----------------|
| 1, 2, 3    | 氫溴酸檳榔鹼(1.0 mg/mL) | 1, 2, 5 $\mu$ L |
| 4, 5, 6    | 檢品溶液 7【萃取方法 1】    | 2, 5, 8 $\mu$ L |
| 7, 8, 9    | 檢品溶液 7【萃取方法 2】    | 2, 5, 8 $\mu$ L |
| 10, 11, 12 | 檢品溶液 7【萃取方法 3】    | 2, 5, 8 $\mu$ L |

建議萃法：三種萃取方法，檢品溶液中皆可分離與檢出氫溴酸檳榔鹼，因有較多且明顯斑點，故採用《中華人民共和國藥典》【萃取方法 1】。

建議點注量：氫溴酸檳榔鹼 5  $\mu$ L，檢品溶液【萃取方法 1】5  $\mu$ L。



### 三、溶媒系統選擇

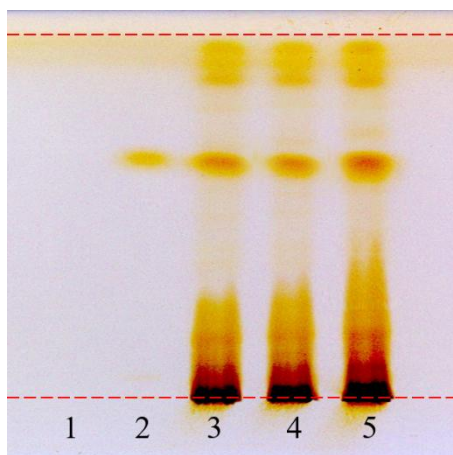
實驗日期：114/02/12

相對溼度(RH)：46%

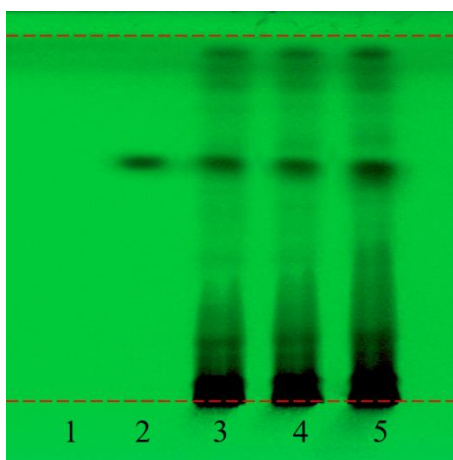
溫度(RT)：25.8 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：1：0.2)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光  
檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.66)

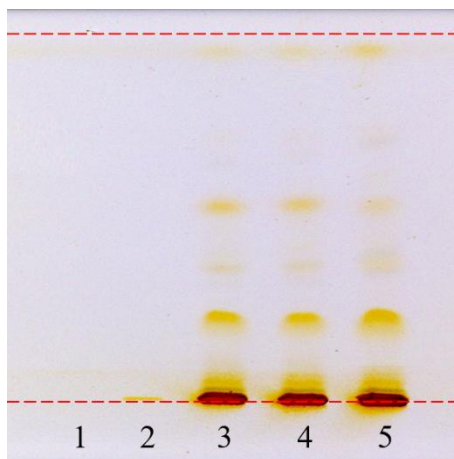


【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光  
(254 nm)檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.66)

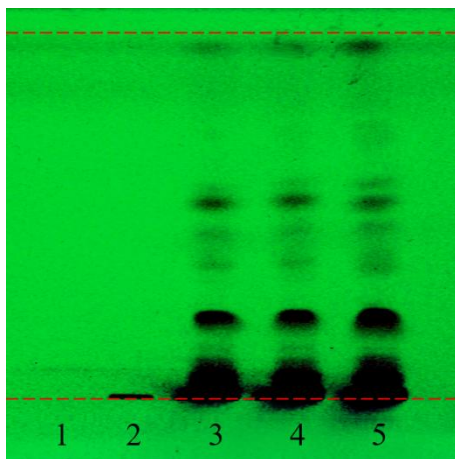


【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》——三氯甲烷：甲醇：甲酸 (7：0.1：0.02)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0)

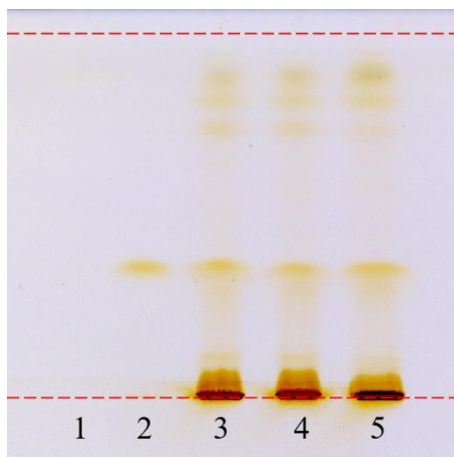


【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光 (254 nm)檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0)

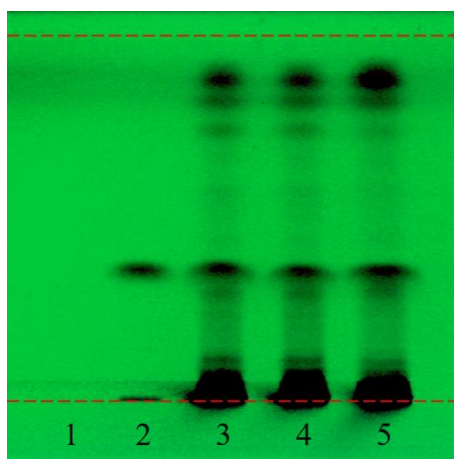


【展開劑 3】《香港中藥材標準第五冊》——乙酸乙酯：甲醇：氨水 (8.5：0.4：0.2)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.38)

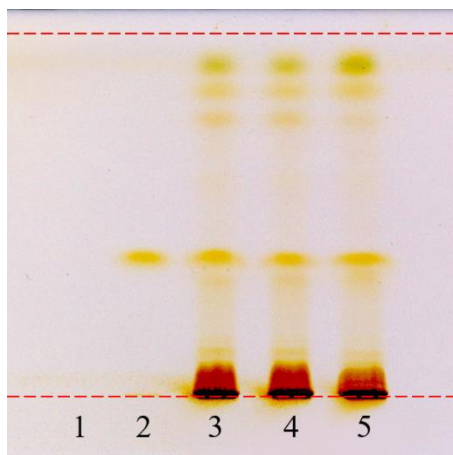


【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光 (254 nm)檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.38)

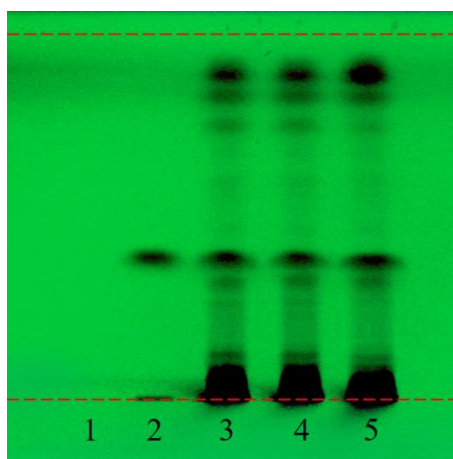


【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2) ✓

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.40)



【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光 (254 nm)檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.40)



|          |            |
|----------|------------|
| 1：Blank  | 3，4：檢品溶液 7 |
| 2：氫溴酸檳榔鹼 | 5：Spike    |

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式，以修飾《臺灣中藥典》之【展開劑 4】展開，顯示氫溴酸檳榔鹼的  $R_f$  值適中，分離佳，有較多較明顯分離條帶，故採用【展開劑 4】。

#### 四、觀察方式選擇

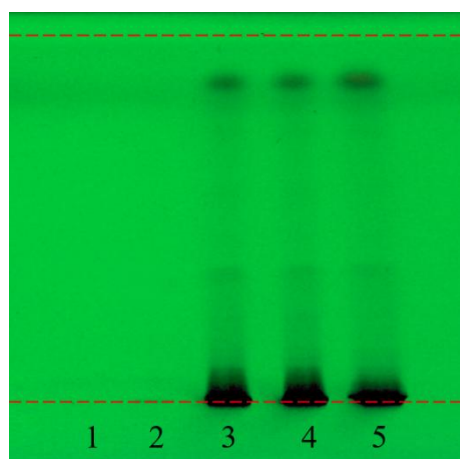
實驗日期：114/02/12

相對溼度(RH)：46%

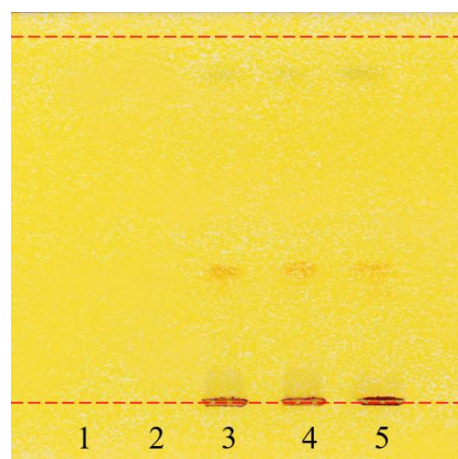
溫度(RT)：25.8 °C

【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2)

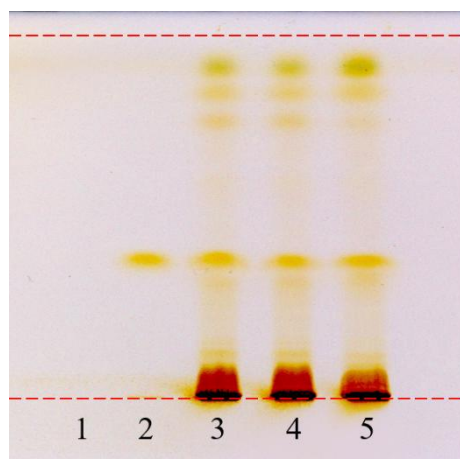
【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



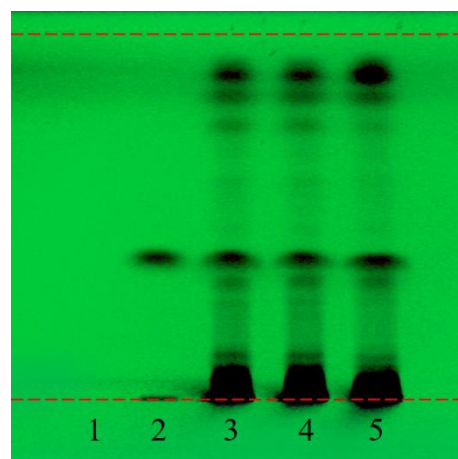
【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出



【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出✓



【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光(254 nm)檢出✓



1：Blank

3，4：檢品溶液 7

2：氫溴酸檳榔鹼

5：Spike

建議觀察方式：以碘蒸氣熏 20 分鐘顯色後，於可見光或紫外光(254 nm)檢出，顯示有較明顯分離之條帶。



# 五、十批大腹皮藥材樣品檢測

實驗日期：114/02/12

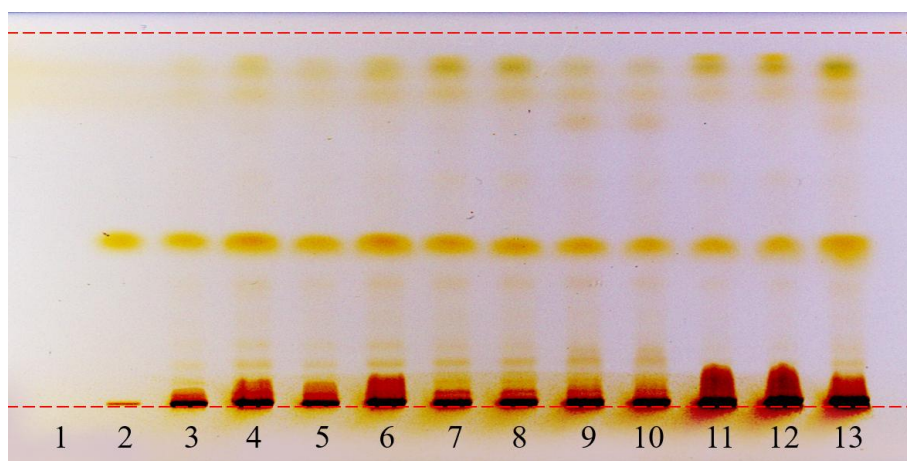
相對溼度(RH)：46%

溫度(RT)：25.8 °C

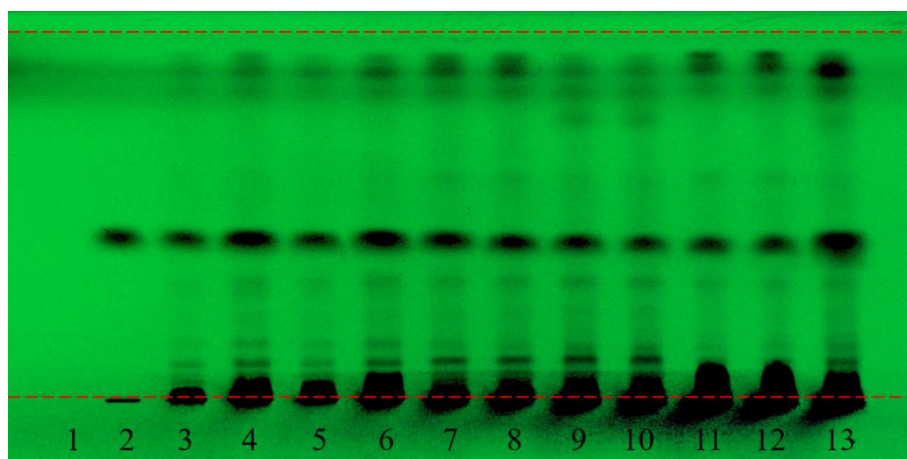
【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC

(1) 碘蒸氣顯色後可見光檢出



(2) 碘蒸氣顯色後紫外光(254 nm)檢出

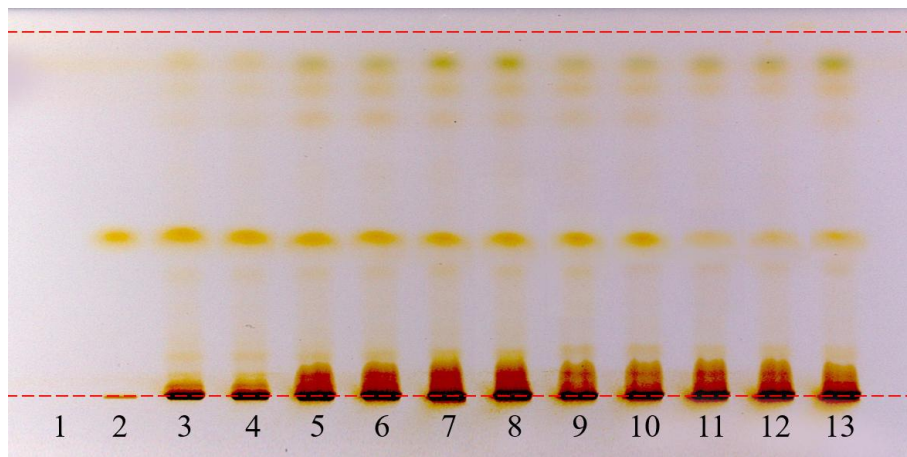


|      |                   |        |                |
|------|-------------------|--------|----------------|
| 1    | Blank             | 7, 8   | 檢品溶液 3 (NX)    |
| 2    | 氫溴酸檳榔鹼(1.0 mg/mL) | 9, 10  | 檢品溶液 4 (CE)    |
| 3, 4 | 檢品溶液 1 (NC)       | 11, 12 | 檢品溶液 5 (CH)    |
| 5, 6 | 檢品溶液 2 (NRA)      | 13     | Spike (檢品溶液 7) |

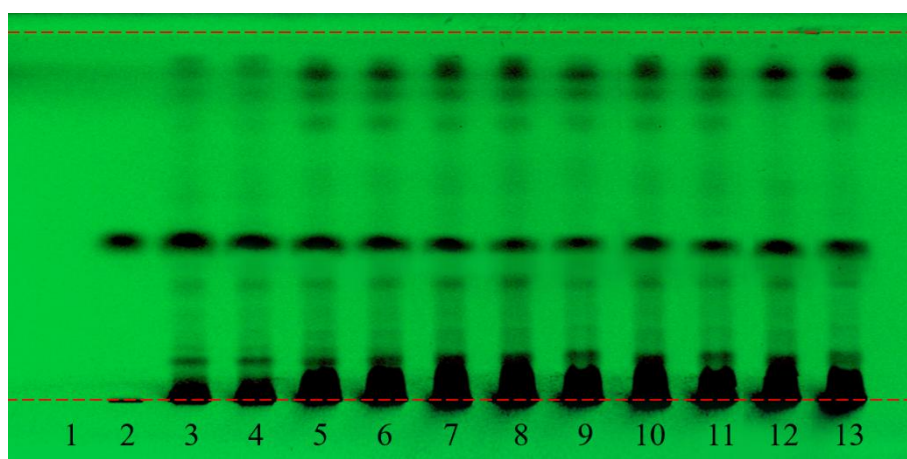
【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC

(3) 碘蒸氣顯色後可見光檢出



(4) 碘蒸氣顯色後紫外光(254 nm)檢出



|      |                   |        |                |
|------|-------------------|--------|----------------|
| 1    | Blank             | 7, 8   | 檢品溶液 8 (SK2)   |
| 2    | 氫溴酸檳榔鹼(1.0 mg/mL) | 9, 10  | 檢品溶液 9 (SK4)   |
| 3, 4 | 檢品溶液 6 (SCB)      | 11, 12 | 檢品溶液 10 (SUB)  |
| 5, 6 | 檢品溶液 7 (SK1)      | 13     | Spike (檢品溶液 7) |

結論與建議：以【萃取方法 1】方式及修飾《臺灣中藥典》之【展開劑 4】分離與檢出氫溴酸檳榔鹼較佳。以碘蒸氣熏顯色後，於可見光或紫外光(254 nm)下檢視較佳。

## 大腹皮飲片

生藥名：ARECAE PERICARPIUM

英文名：Areca Peel

基 原：本品為棕櫚科 Palmae 植物檳榔 *Areca catechu* L.之乾燥果皮。

### 一、方法

#### (一) 檢品溶液 【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》✓

—取本品粉末 5.0 g，加甲醇 50 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加甲醇 2 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

#### 【萃取方法 2】《臺灣中藥典第四版》，《香港中藥材標準第五冊》

—取本品粉末 1.0 g，加 95%乙醇 50 mL，超音波振盪 45 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 3】(自行開發)

—取本品粉末 5.0 g，加 80%甲醇 50 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加 80%甲醇 2 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 取氫溴酸檳榔鹼(Arecoline hydrobromide)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 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》

—乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：1：0.2)

#### 【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》

—三氯甲烷：甲醇：甲酸 (7：0.1：0.02)

#### 【展開劑 3】《香港中藥材標準第五冊》

—乙酸乙酯：甲醇：氨水 (8.5：0.4：0.2)

#### 【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》✓

—乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2)

(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 風乾後，在碘蒸氣中約熏 20 分鐘至斑點清晰，置於可見光或紫外光(254 nm)照射下檢視之。



## 二、萃法選擇及濃度測試

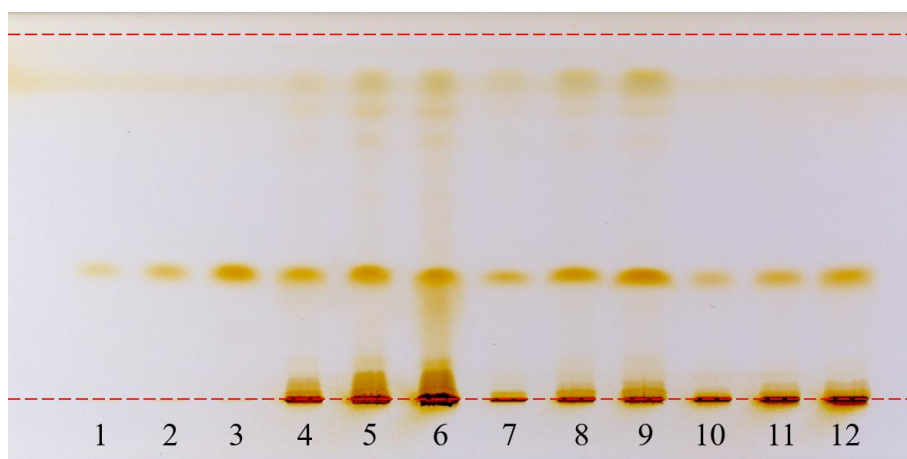
實驗日期：114/02/12

相對溼度(RH)：46%

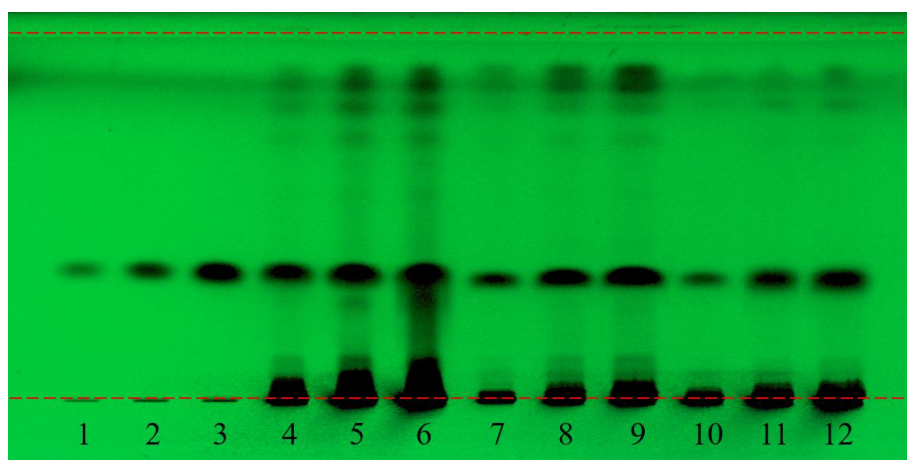
溫度(RT)：25.8 °C

【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2)

——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出



——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光(254 nm)檢出



| 編號         | 名稱                | 點注量             |
|------------|-------------------|-----------------|
| 1, 2, 3    | 氫溴酸檳榔鹼(1.0 mg/mL) | 1, 2, 5 $\mu$ L |
| 4, 5, 6    | 檢品溶液 8【萃取方法 1】    | 2, 5, 8 $\mu$ L |
| 7, 8, 9    | 檢品溶液 8【萃取方法 2】    | 2, 5, 8 $\mu$ L |
| 10, 11, 12 | 檢品溶液 8【萃取方法 3】    | 2, 5, 8 $\mu$ L |

建議萃法：三種萃取方法，檢品溶液中皆可分離與檢出氫溴酸檳榔鹼，因有較多且明顯斑點，故採用《中華人民共和國藥典》【萃取方法 1】。

建議點注量：氫溴酸檳榔鹼 5  $\mu$ L，檢品溶液【萃取方法 1】5  $\mu$ L。

### 三、溶媒系統選擇

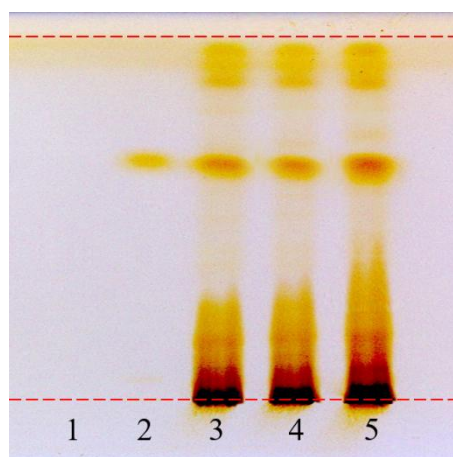
實驗日期：114/02/12

相對溼度(RH)：46%

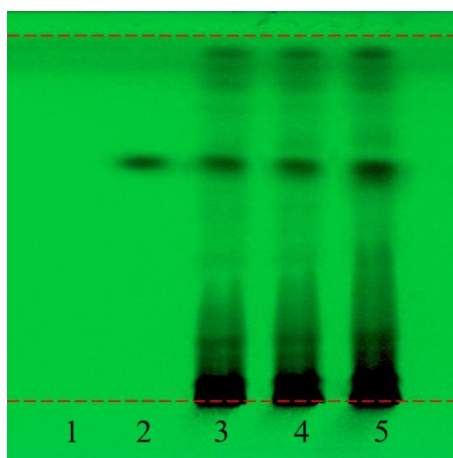
溫度(RT)：25.8 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：1：0.2)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光  
檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.66)

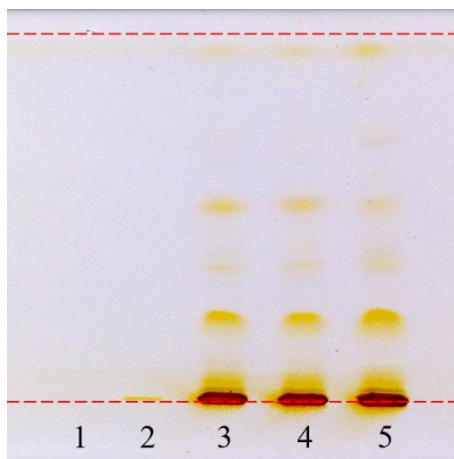


【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光  
(254 nm)檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.66)

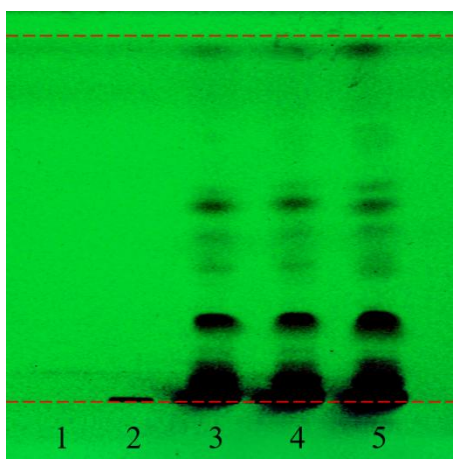


【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》——三氯甲烷：甲醇：甲酸 (7：0.1：0.02)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0)

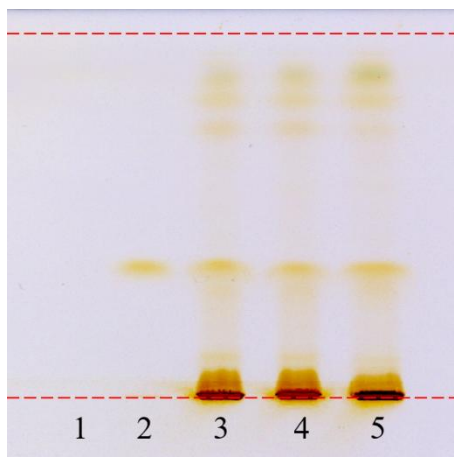


【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光 (254 nm)檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0)

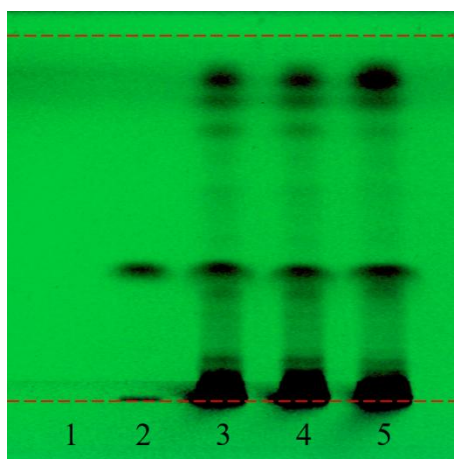


【展開劑 3】《香港中藥材標準第五冊》——乙酸乙酯：甲醇：氨水 (8.5：0.4：0.2)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.38)

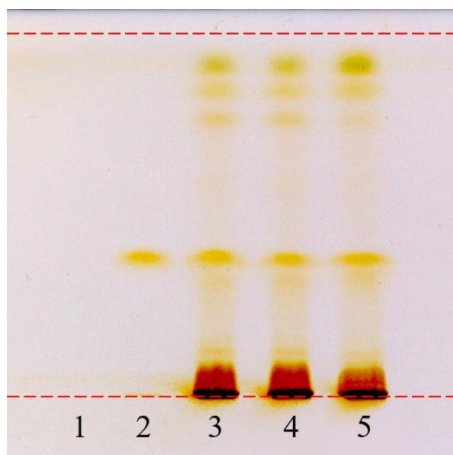


【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光 (254 nm)檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.38)

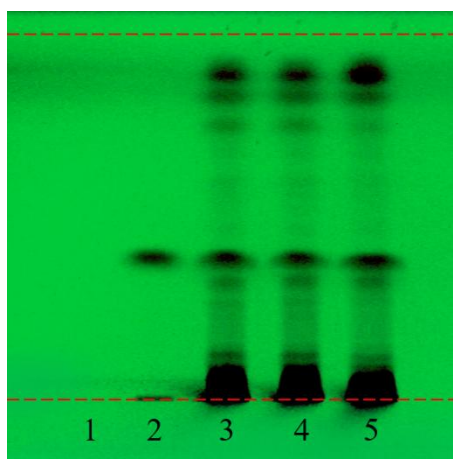


【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2) ✓

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.40)



【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》——HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光 (254 nm)檢出(氫溴酸檳榔鹼  $R_f$  值為 0.40)



|          |            |
|----------|------------|
| 1：Blank  | 3，4：檢品溶液 8 |
| 2：氫溴酸檳榔鹼 | 5：Spike    |

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式，以修飾《臺灣中藥典》之【展開劑 4】展開，顯示氫溴酸檳榔鹼的  $R_f$  值適中，分離佳，有較多較明顯分離條帶，故採用【展開劑 4】。



#### 四、觀察方式選擇

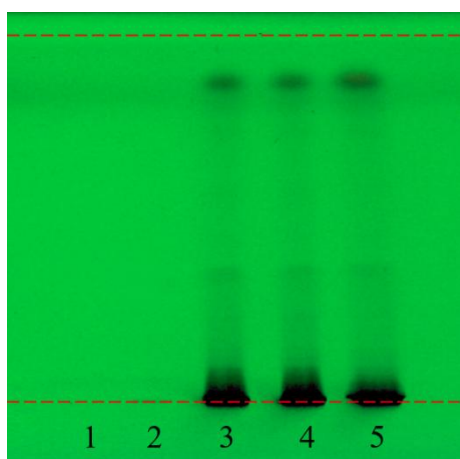
實驗日期：114/02/12

相對溼度(RH)：46%

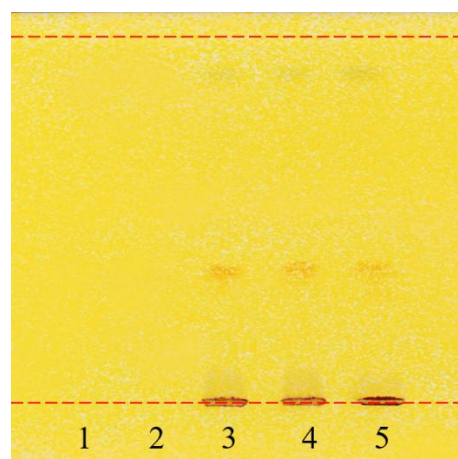
溫度(RT)：25.8 °C

【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：25%氨溶液 (8：0.5：0.2)

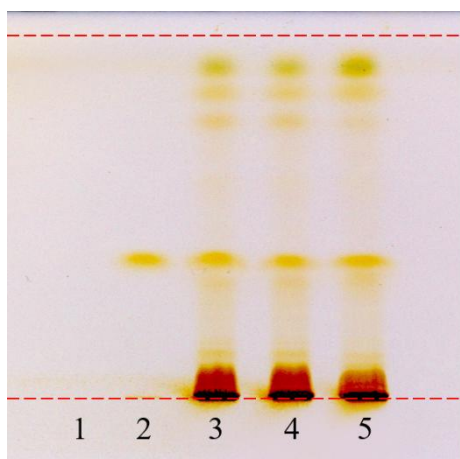
【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



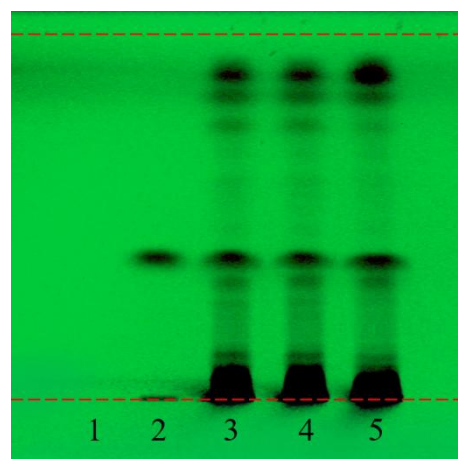
【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出



【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC 碘蒸氣顯色後可見光檢出✓



【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC 碘蒸氣顯色後紫外光(254 nm)檢出✓



1：Blank

3，4：檢品溶液 8

2：氫溴酸檳榔鹼

5：Spike

建議觀察方式：以碘蒸氣熏 20 分鐘顯色後，於可見光或紫外光(254 nm)檢出，顯示有較明顯分離之條帶。

# 五、十批大腹皮飲片樣品檢測

實驗日期：114/02/12

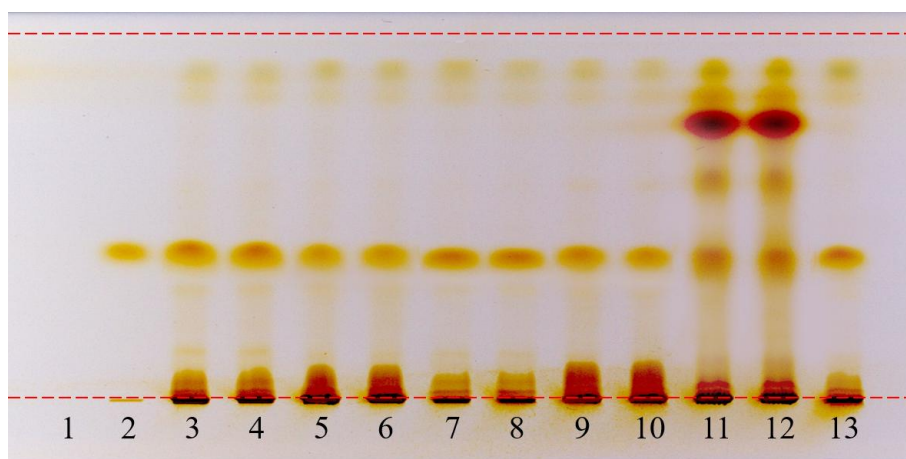
相對溼度(RH)：46%

溫度(RT)：25.8 °C

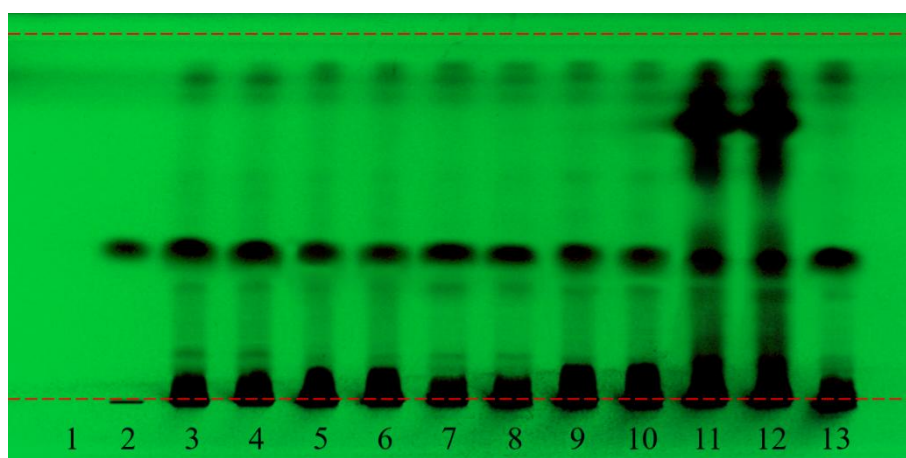
【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：氨水 (8：0.5：0.2)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC

(1) 碘蒸氣顯色後可見光檢出



(2) 碘蒸氣顯色後紫外光(254 nm)檢出



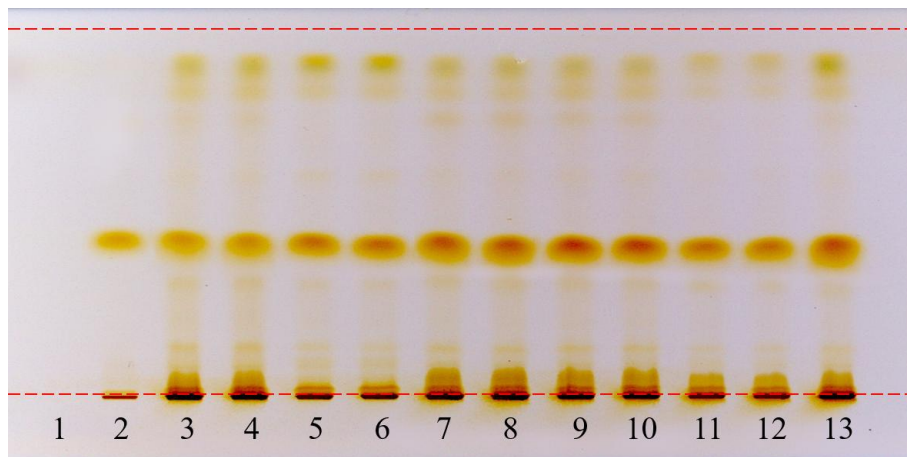
|      |                   |        |                |
|------|-------------------|--------|----------------|
| 1    | Blank             | 7, 8   | 檢品溶液 3 (NRB)   |
| 2    | 氫溴酸檳榔鹼(1.0 mg/mL) | 9, 10  | 檢品溶液 4 (NWB)   |
| 3, 4 | 檢品溶液 1 (NFA)      | 11, 12 | 檢品溶液 5 (CA)    |
| 5, 6 | 檢品溶液 2 (NJ)       | 13     | Spike (檢品溶液 8) |



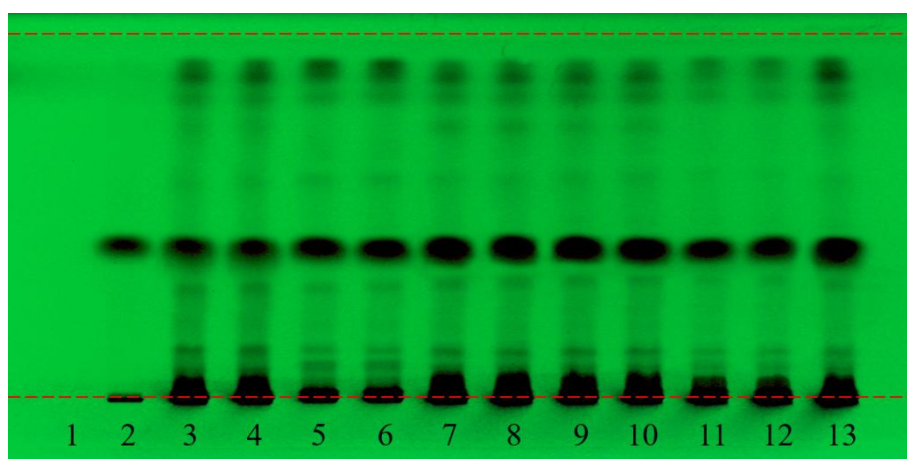
【展開劑 4】修飾《臺灣中藥典第四版》——乙酸乙酯：甲醇：氨水 (8：0.5：0.2)

【萃取方法 1】《中華人民共和國藥典 2020》—HPTLC

(3) 碘蒸氣顯色後可見光檢出



(4) 碘蒸氣顯色後紫外光(254 nm)檢出



|      |                   |        |                |
|------|-------------------|--------|----------------|
| 1    | Blank             | 7, 8   | 檢品溶液 8 (SK3)   |
| 2    | 氫溴酸檳榔鹼(1.0 mg/mL) | 9, 10  | 檢品溶液 9 (SK4)   |
| 3, 4 | 檢品溶液 6 (CB)       | 11, 12 | 檢品溶液 10 (SUC)  |
| 5, 6 | 檢品溶液 7 (SCA)      | 13     | Spike (檢品溶液 8) |

結論與建議：以【萃取方法 1】方式及修飾《臺灣中藥典》之【展開劑 4】分離與檢出氫溴酸檳榔鹼較佳。以碘蒸氣熏顯色後，於可見光或紫外光(254 nm)下檢視較佳。