

虎杖

(POLYGONI CUSPIDATI RHIZOMA ET RADIX)

虎杖 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)	2

虎杖 HPLC

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

虎杖 TLC

一、方法	31
二、萃法選擇及濃度測試	32
三、溶媒系統選擇	33
四、觀察方式選擇	35
五、十批虎杖樣品檢測	36
六、觀察方式選擇	38
七、十批虎杖樣品檢測	40

虎杖

(POLYGONI CUSPIDATI RHIZOMA ET 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虎杖的乾燥根莖及根。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：虎杖

生藥名：POLYGONI CUSPIDATI RHIZOMA ET RADIX

英文名：Giant Knotweed Rhizome and Root

基原：本品為蓼科 Polygonaceae 植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Siebold et Zucc. 之乾燥根莖及根。

採收加工：栽培 2 年後於春秋兩季採挖，除去根莖泥砂，切片曬乾。

藥材性狀：本品藥材已切片，呈為圓柱形或不規則厚片，大小不一，外皮淺棕褐色，有縱皺紋，部分留有鬚根痕，節明顯。斷面粗糙，呈棕黃色，具纖維性，皮部較薄，木質部寬廣，皮部與木部易分離，木部呈放射性，根莖斷面中央多有髓或呈空洞狀。氣微弱，味微苦、澀。

生長分佈：多年生草本，喜溫暖濕潤環境，對環境要求不嚴，耐澇、耐旱，常生於溪谷兩岸及田野路旁，主產於江蘇、浙江、安徽、廣東、雲南等地。花期 6~8 月，果期 9~10 月。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 外層為木栓層，由 5~10 列扁平細胞組成，呈棕紅色。
2. 皮層窄，皮層及韌皮部散有中柱鞘纖維及草酸鈣簇晶。
3. 形成層環形。
4. 木質部細胞木質化，紋孔明顯，導管較小，單個或數個成束散列於木質部細胞間。
5. 髓線細胞壁木質化，細胞類長方形排列，紋孔較密。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末黃棕色。
2. 可見棕色木栓層碎片。
3. 草酸鈣簇晶多，形大，直徑約 50~80 μm。偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。

4. 澱粉粒多，單粒或 4 個分粒聚成複粒。偏光顯微鏡下呈黑十字。
5. 導管多為有緣孔紋導管。
6. 木纖維可見，偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。



圖 1 虎杖藥材圖

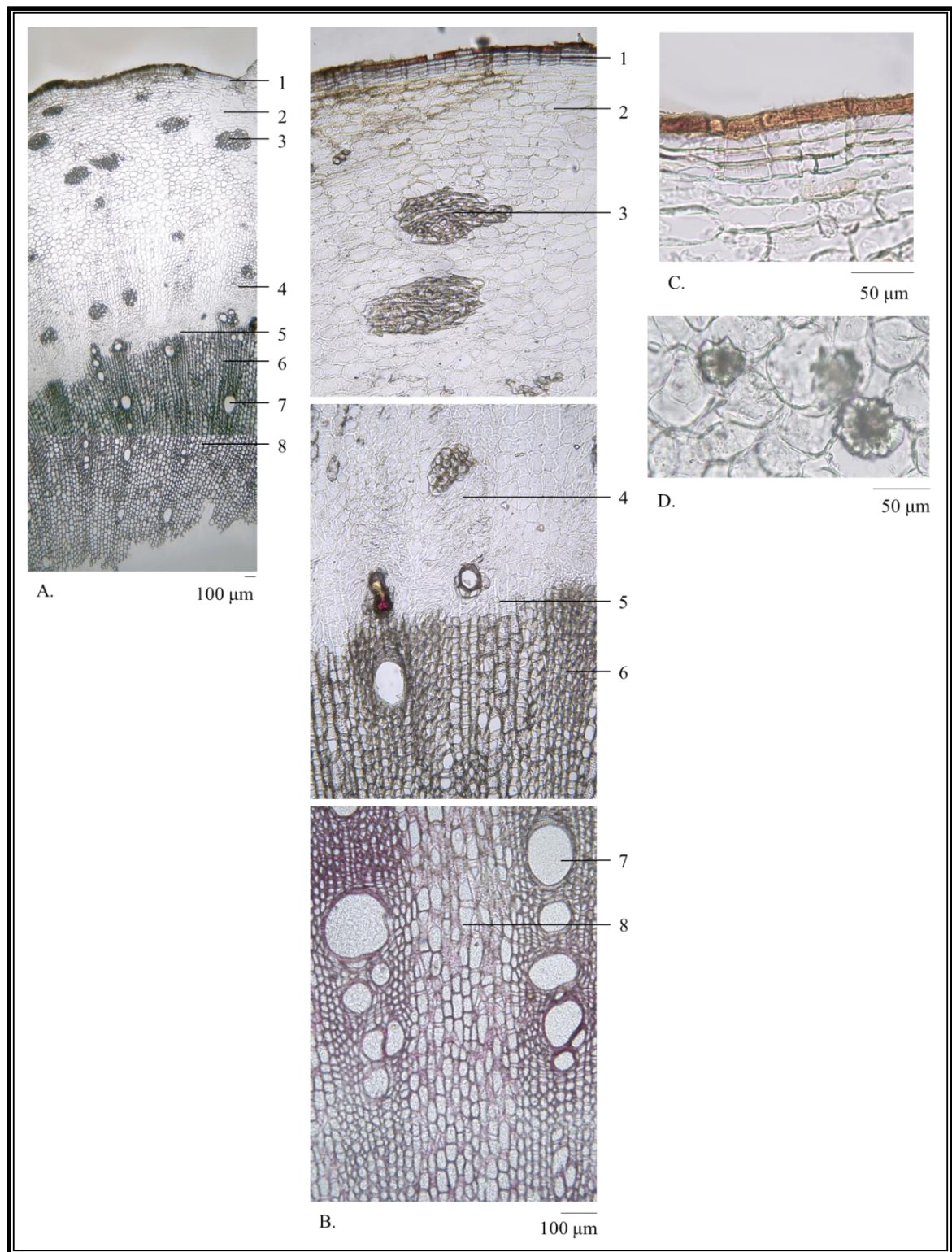


圖 2 虎杖橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.木栓層 D.草酸鈣簇晶

1.木栓層 2.皮層 3.中柱鞘纖維 4.韌皮部 5.形成層 6.木質部 7.導管 8.髓線

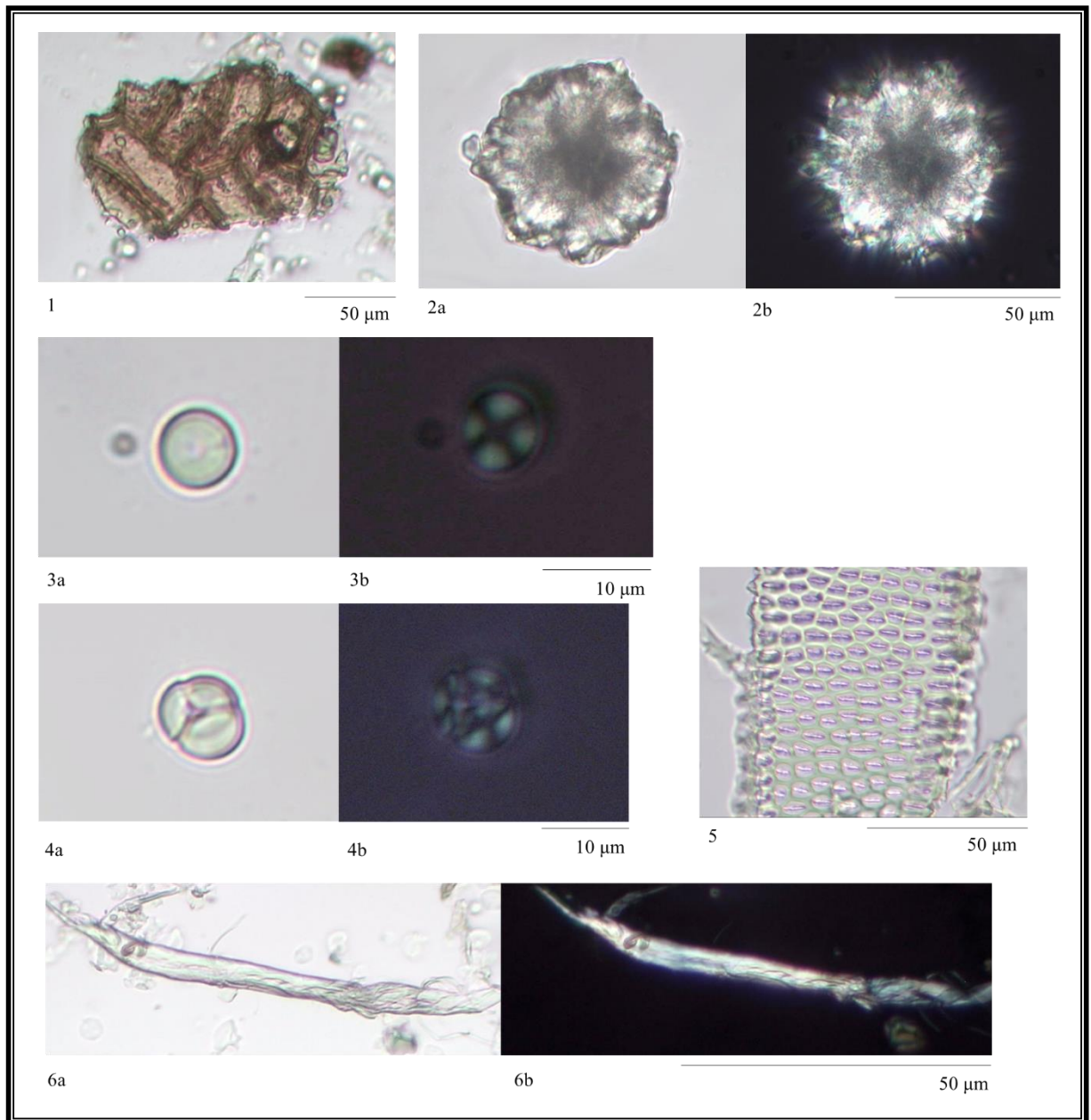


圖 3 虎杖粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 木栓層碎片 2. 草酸鈣簇晶 3. 澱粉粒單粒 4. 澱粉粒複粒 5. 有緣孔紋導管 6. 木纖維

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。台北市：衛生福利部。191~192 頁。
2. 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(2012)。香港中藥材標準第四冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。235~245 頁。
3. 肖培根等編輯(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。579~583 頁。
4. 陳士林、林余霖主編(2013)。中藥飲片標準圖鑑。福州：海峽出版發行集團·福建科學技術出版社。376 頁。
5. 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。208 頁。
6. 廣西壯族自治區醫藥研究所(1979)。南方中草藥栽培。人民衛生出版社 248~249 頁。
7. 蘇中武、喬傳卓主編(1989)。生藥學。上海醫科大學出版社。173~174 頁。

虎杖(POLYGONI CUSPIDATI RHIZOMA ET RADIX)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店虎杖藥材共 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、Autosampler 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 μ m, 1.7 μ m)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich Co.。

(二) 標準品

標準品虎杖苷(Polydatin)購自 普思生物科技股份有限公司、白藜蘆醇(Resveratrol)購自 TCI，純度皆 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 3 份，每份準確稱取 0.1 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 100 %乙醇、75 %乙醇、50 %乙醇各 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 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)，以所測得之標準品虎杖苷和白藜蘆醇最大波峰面積為最佳虎杖萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.1 g，置 50 mL 離心管中，準確加 50%乙醇 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 4000 x g)。取上清液轉移至 25 mL 定量瓶中，加 50%乙醇至刻度，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

1. 準確稱取標準品虎杖苷 1.0 mg，加 1 mL 的乙醇製成每 1 mL 含虎杖苷 1000 μg 的標準品儲備溶液，並以乙醇稀釋至 25 $\mu\text{g/mL}$ 製成虎杖苷對照標準品溶液。
2. 準確稱取標準品白藜蘆醇 1.0 mg，加 1 mL 的乙醇製成每 1 mL 含白藜蘆醇 1000 μg 的標準品儲備溶液，並以乙醇稀釋至 10 $\mu\text{g/mL}$ 製成白藜蘆醇對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.1 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 50%乙醇 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 4000 $\times g$)，取上清液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 50 mL 定量瓶中，加 50%乙醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。

(五) 測定法

準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 μL ，注入 HPLC，測定，分別用標準曲線計算溶液中虎杖苷與白藜蘆醇的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取虎杖苷標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)適量，以乙醇稀釋製成含虎杖苷分別為 200、100、50、40、25、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 。
2. 準確吸取白藜蘆醇標準品儲備溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)適量，以乙醇稀釋製成含白藜蘆醇分別為 50、40、20、10、4.0、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 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

以虎杖苷及白藜蘆醇濃度分別為 25 $\mu\text{g/mL}$ 與 10 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，分別以虎杖苷及白藜蘆醇的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售虎杖粉末，依虎杖檢品溶液製備方法平行製備 5 份虎杖檢品溶液，進樣測定，以虎杖苷及白藜蘆醇的含量(%)為指標，求

出相對標準差。

2. 穩定性：取同一批市售虎杖粉末，依虎杖檢品溶液製備方法製備虎杖檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以虎杖苷及白藜蘆醇的波峰面積為指標，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. 取已知虎杖苷含量的虎杖藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.05 g，分別加入 1 mL 的虎杖苷溶液(500 $\mu\text{g/mL}$)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知白藜蘆醇含量的虎杖藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.05 g，分別加入 1 mL 的白藜蘆醇溶液(90 $\mu\text{g/mL}$)，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 306 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)	乙腈(%)	水(%)
0	20	80
8	20	80
18	30	70
23	100	0
30	100	0

(十二) 臺灣市售虎杖含量測定

取 10 批市售虎杖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 公式計算樣品虎杖苷及白藜蘆醇的百分含量。

(十三) 虎杖檢品之 UPLC 層析條件

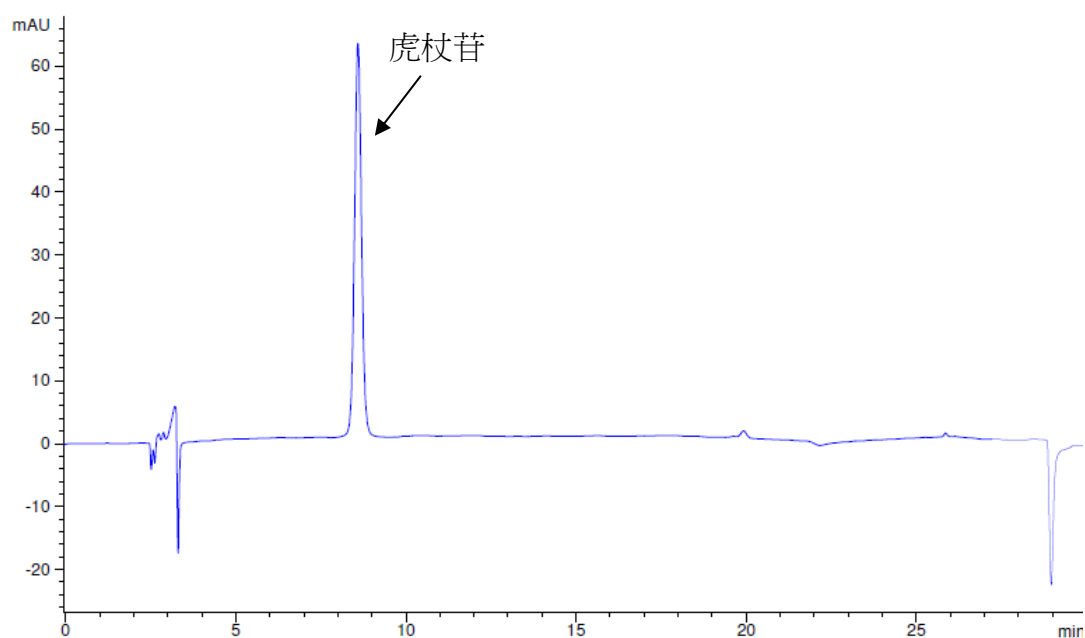
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 306 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}\text{C}$
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	20	80
1	20	80
3	30	70
6	100	0

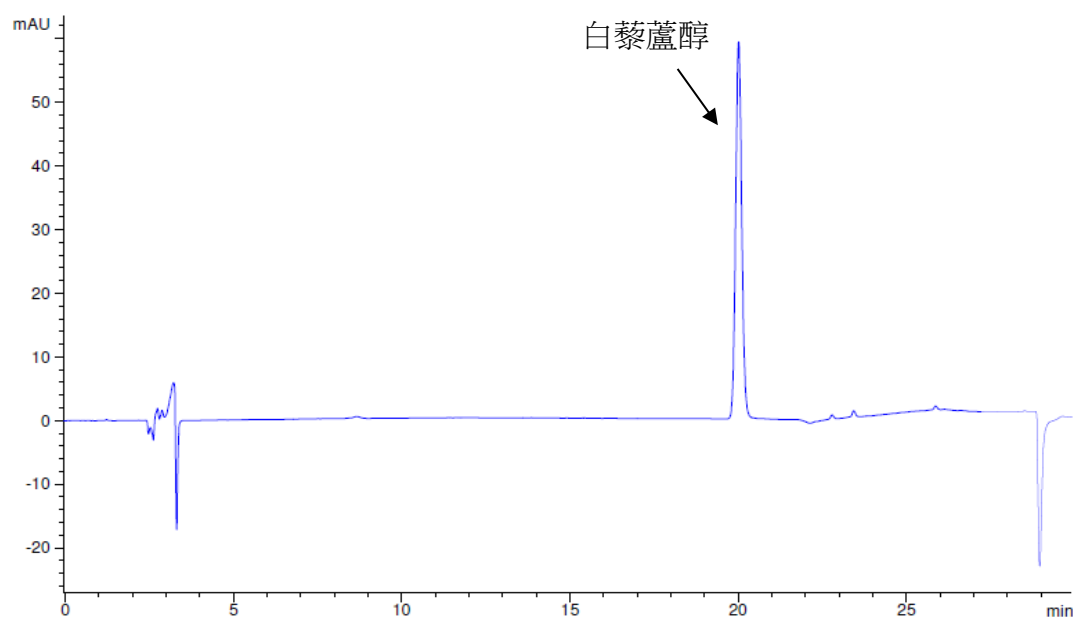
五、結果

(一) 標準品虎杖苷與白藜蘆醇之 HPLC 層析

於滯留時間 8.5 分鐘處顯示虎杖苷素標準品的波峰(圖一)。於滯留時間 20 分鐘處顯示白藜蘆醇標準品的波峰(圖二)。



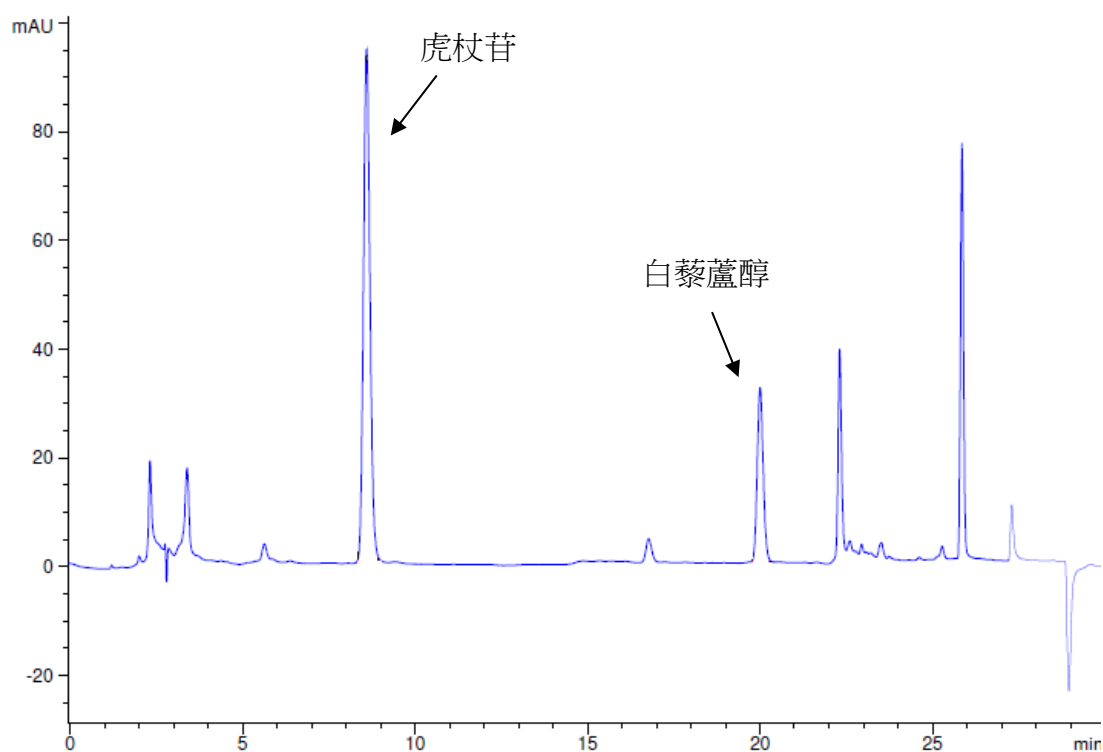
圖一、虎杖苷標準品溶液之 HPLC 層析圖



圖二、白藜蘆醇標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售虎杖檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 8.5 與 20 分鐘分別顯示虎杖苷及白藜蘆醇的波峰(圖三)，虎杖苷之分離率(R)為 9.98，托尾因子(T)為 1.13，白藜蘆醇分離率(R)為 9.22，托尾因子(T)為 1.09，均在系統適用性要求內。



圖三、市售虎杖檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

以 50%乙醇為溶媒時，每克藥材重量所得虎杖苷與白藜蘆醇的波峰加總面積最大，顯示 50%乙醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	虎杖苷波峰面積	白藜蘆醇波峰面積	最佳萃取
乙醇	1542.7	225.9	
75%乙醇	3078.7	470.3	
50%乙醇	3350.0	448.3	√

(四) 最佳萃取次數評估

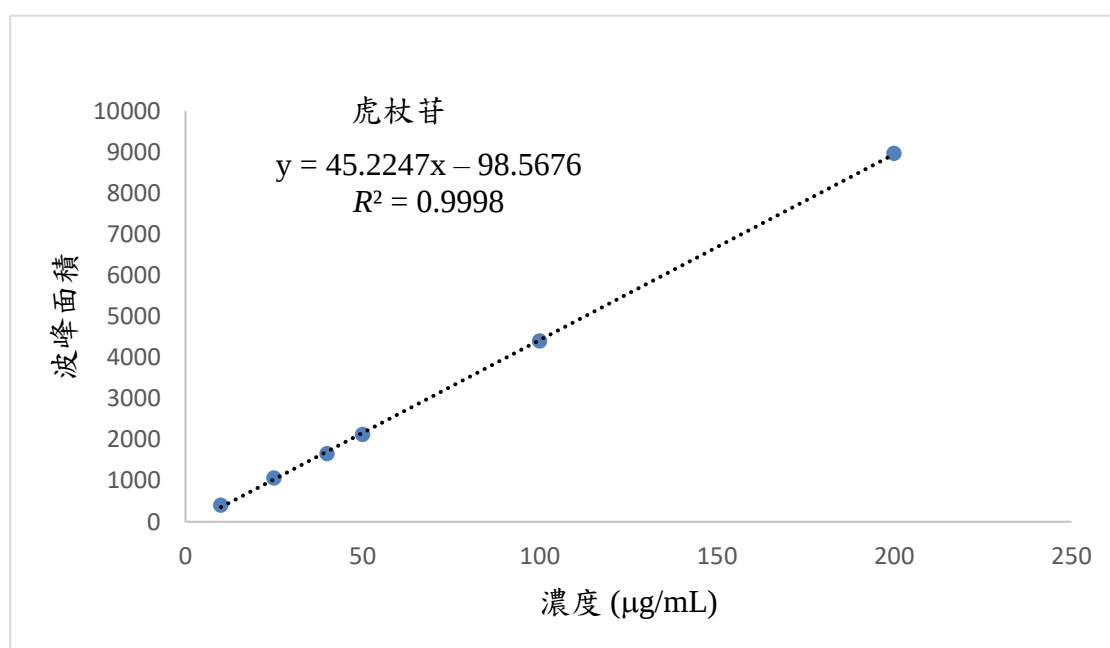
結果顯示萃取 2 次基本上已將虎杖苷與白藜蘆醇萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、虎杖檢品萃取次數評估

50%乙醇萃取次數	虎杖苷波峰面積	白藜蘆醇波峰面積
第 1 次	3350	448.3
第 2 次	127	18.5
第 3 次	N. D.	N. D.

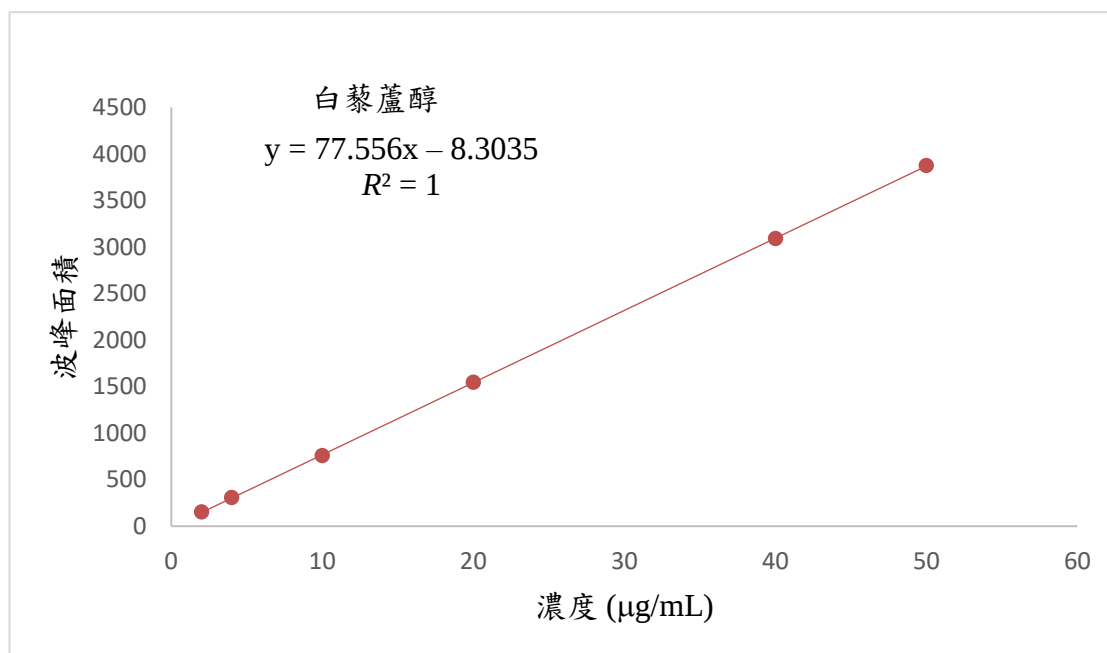
(五) 標準品虎杖苷與白藜蘆醇檢量線

經不同濃度虎杖苷(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 $y = 45.2247x - 98.5676$ ， $R^2 = 0.9998$ ，顯示濃度在 10 - 200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、標準品虎杖苷之檢量線圖

經不同濃度白藜蘆醇(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 $y = 77.556x - 8.3035$ ， $R^2 = 1$ ，顯示濃度在 2.0 - 50 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、標準品白藜蘆醇之檢量線圖

表三、虎杖苷與白藜蘆醇之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
虎杖苷	10 - 200	$y = 45.2247x - 98.5676$	0.9998
白藜蘆醇	2.0 - 50	$y = 77.556x - 8.3035$	1

(六) 精密度試驗

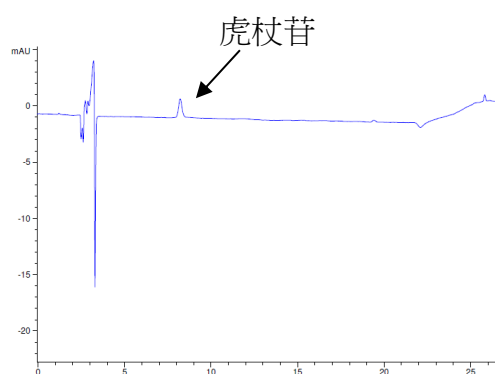
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，虎杖苷與白藜蘆醇精密度之相對標準差分別為 0.7%與 0.13%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

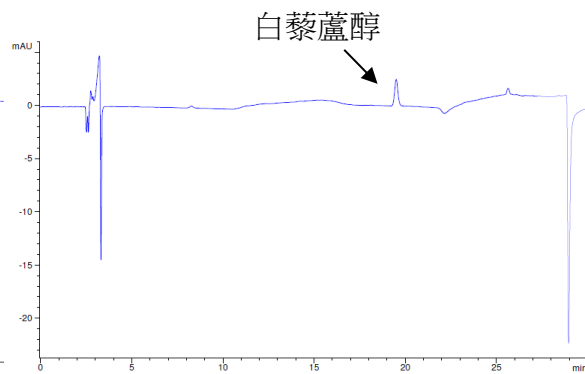
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，虎杖苷與白藜蘆醇重複性之相對標準差分別為 1.59%與 2.57%，均在系統適用性要求內。虎杖苷與白藜蘆醇在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差分別為 0.74%與 0.88%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

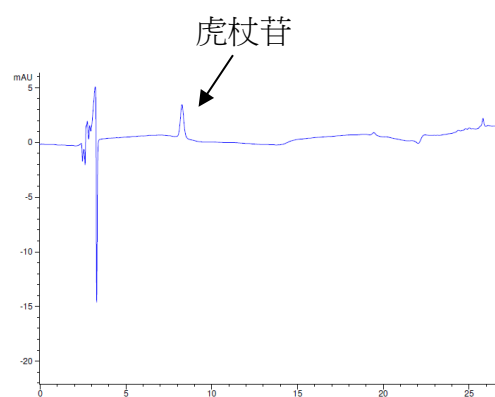
虎杖苷與白藜蘆醇偵測極限皆為 $0.08 \mu\text{g/mL}$ (圖六)(圖七)，定量極限皆為 $0.10 \mu\text{g/mL}$ (圖八)(圖九)。



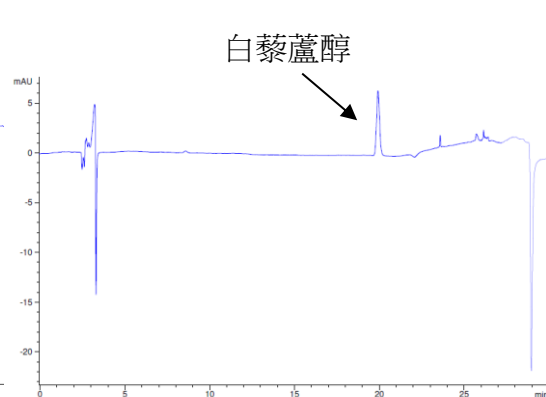
圖六、虎杖苷之偵測極限層析圖



圖七、白藜蘆醇之偵測極限層析圖



圖八、虎杖苷之定量極限層析圖



圖九、白藜蘆醇之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	虎杖苷		白藜蘆醇	
	濃度	R. S. D. (%)	濃度	R. S. D. (%)
精密度 (n=5)	$25 \mu\text{g/mL}$	0.70	$10 \mu\text{g/mL}$	0.13
重複性 (n=5)	檢品溶液(No. 10)	1.59	檢品溶液(No. 10)	2.57
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No. 10)	0.74	檢品溶液(No. 10)	0.88
偵測極限 (n=1)	$0.5 \mu\text{g/mL}$	—	$0.5 \mu\text{g/mL}$	
定量極限 (n=1)	$1.0 \mu\text{g/mL}$	—	$1.0 \mu\text{g/mL}$	

(九) 添加回收率試驗

虎杖苷平均添加回收率為 95.6%，相對標準偏差為 3.44%（表五）。白藜蘆醇平均添加回收率為 97.2%，相對標準偏差為 3.40%（表六）。

表五、虎杖苷添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 10)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R. S. D. (%)
1	0.053	0.74	0.50	1.23	97.7	95.64	3.44
2	0.050	0.71	0.50	1.19	96.0		
3	0.052	0.73	0.50	1.20	94.2		
4	0.052	0.74	0.50	1.23	99.4		
5	0.050	0.71	0.50	1.16	90.9		

表六、白藜蘆醇添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 10)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R. S. D. (%)
1	0.054	0.13	0.09	0.22	91.1	97.24	3.40
2	0.052	0.12	0.09	0.21	90.5		
3	0.051	0.12	0.09	0.21	91.2		
4	0.051	0.12	0.09	0.20	95.1		
5	0.050	0.12	0.09	0.20	99.5		

(十) 臺灣市售虎杖含量測定

10 批虎杖藥材之含量測定結果(乾燥品)如表七所示，虎杖苷的含量為 1.30% - 2.44%，白藜蘆醇的含量為 0.15% - 0.37%，虎杖苷與白藜蘆醇總含量為 1.53% - 2.60%。建議虎杖藥材指標成分虎杖苷含量不得少於 0.80%。建議虎杖藥材指標成分虎杖苷與白藜蘆醇含量總和不得少於 1.10%。建議理論板數按虎杖苷與白藜蘆醇波峰計算應不低於 5000（實際值為 10460（虎杖苷）、65163（白藜蘆醇））。

表七、臺灣市售虎杖檢品之虎杖苷素與白藜蘆醇含量

藥材編號(No.)	虎杖苷含量(%)	白藜蘆醇含量(%)	總量(%)
1 (NR)	2.00	0.15	2.15
2 (ND)	1.75	0.30	2.05
3 (SU-2)	1.50	0.37	1.87
4 (NF)	1.41	0.18	1.59
5 (SA)	1.80	0.20	2.00
6 (CAA)	1.30	0.23	1.53
7 (NJ)	1.79	0.20	1.99
8 (CA)	2.44	0.16	2.60
9 (SU-4)	1.55	0.30	1.85
10 (SAB)	1.56	0.26	1.82
平均值±S. D.	1.71±0.33	0.24±0.07	1.95±0.30

(十一) 虎杖藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售虎杖檢品溶液各 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 306 nm

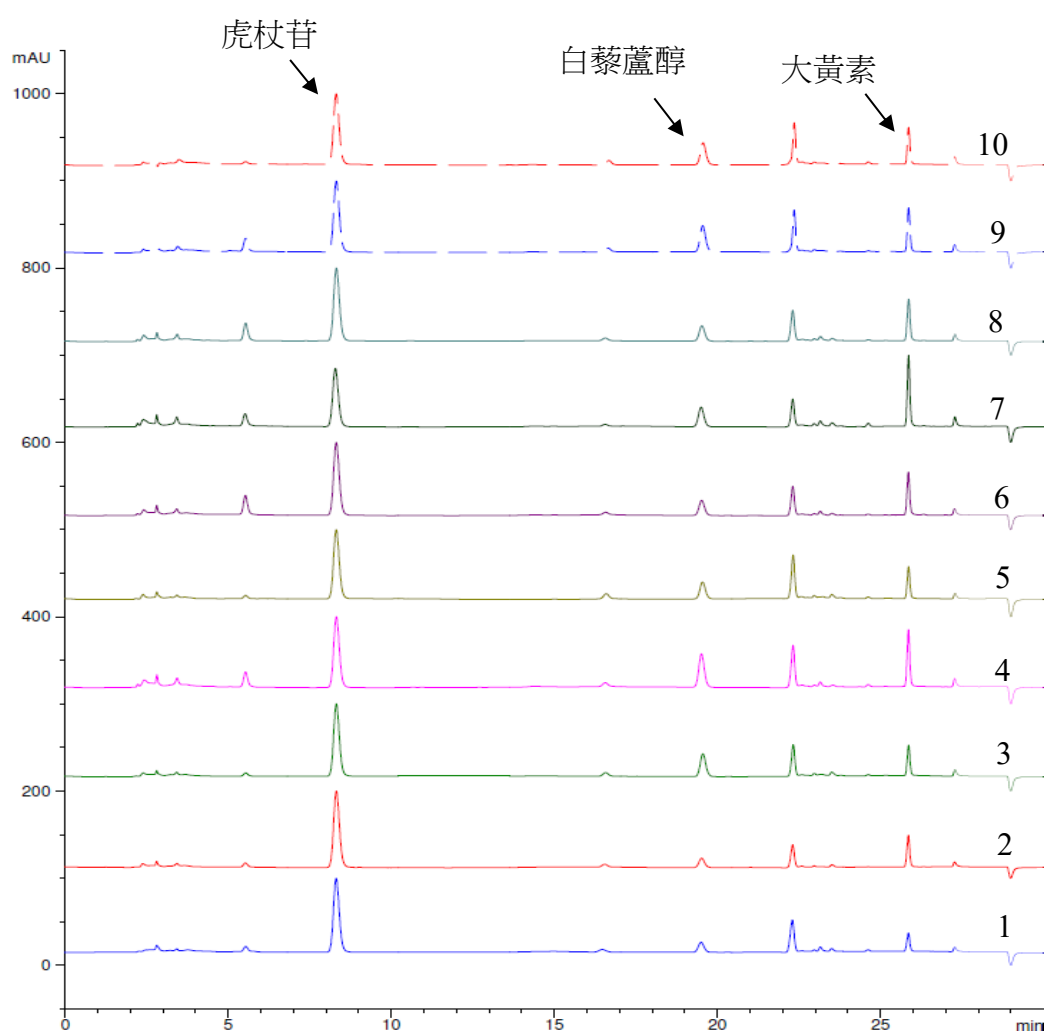
4. 管柱溫度：室溫

3. 流速：1.0 mL/min

5. 注入量：10 μ L

6. 移動相：

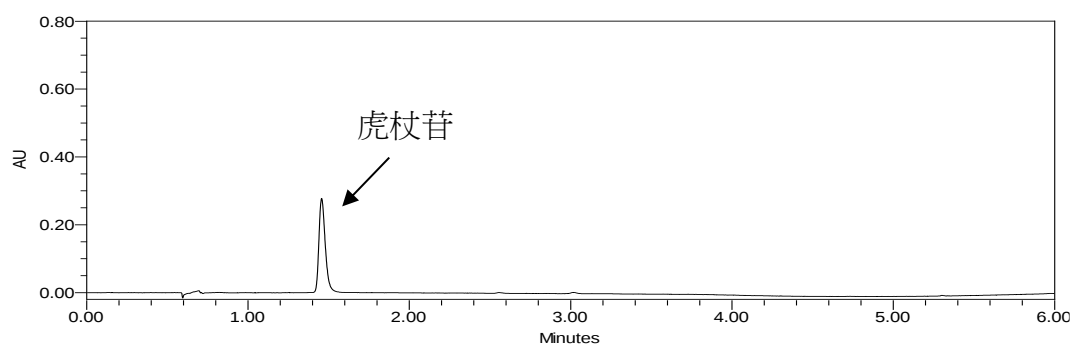
時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	20	80
8	20	80
18	30	70
23	100	0
30	100	0



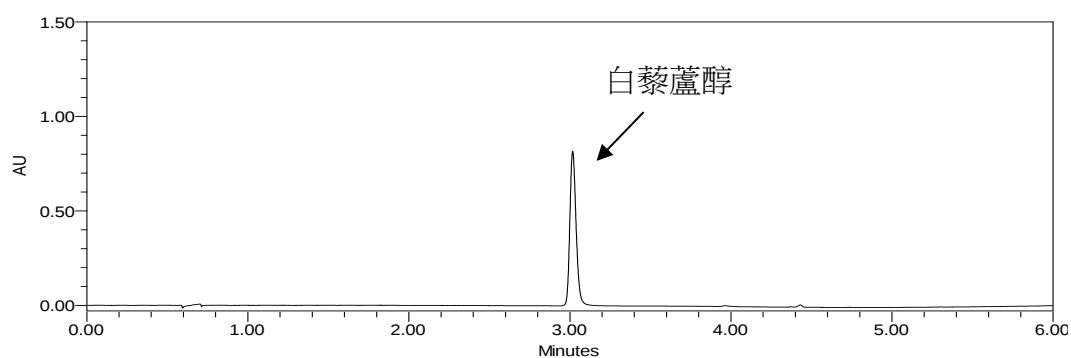
圖十、10 批虎杖藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品虎杖苷與白藜蘆醇之 UPLC 層析

於滯留時間 1.46 與 3.01 分鐘處分別顯示虎杖苷標準品的波峰(圖十一)與白藜蘆醇標準品的波峰(圖十二)。



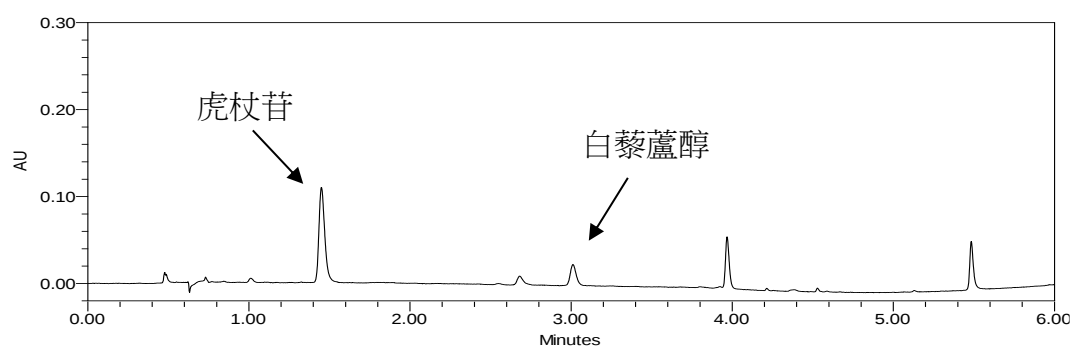
圖十一、虎杖苷標準品溶液之 UPLC 層析圖



圖十二、白藜蘆醇標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售虎杖檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 1.46 與 3.01 分鐘處分別顯示虎杖檢品中虎杖苷與白藜蘆醇的波峰(圖十三)。

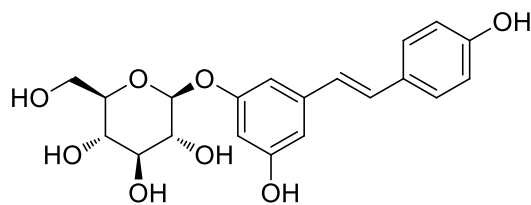


圖十三、市售虎杖檢品之 UPLC 層析圖

(十四) 虎杖苷的分子式、分子量與熔點

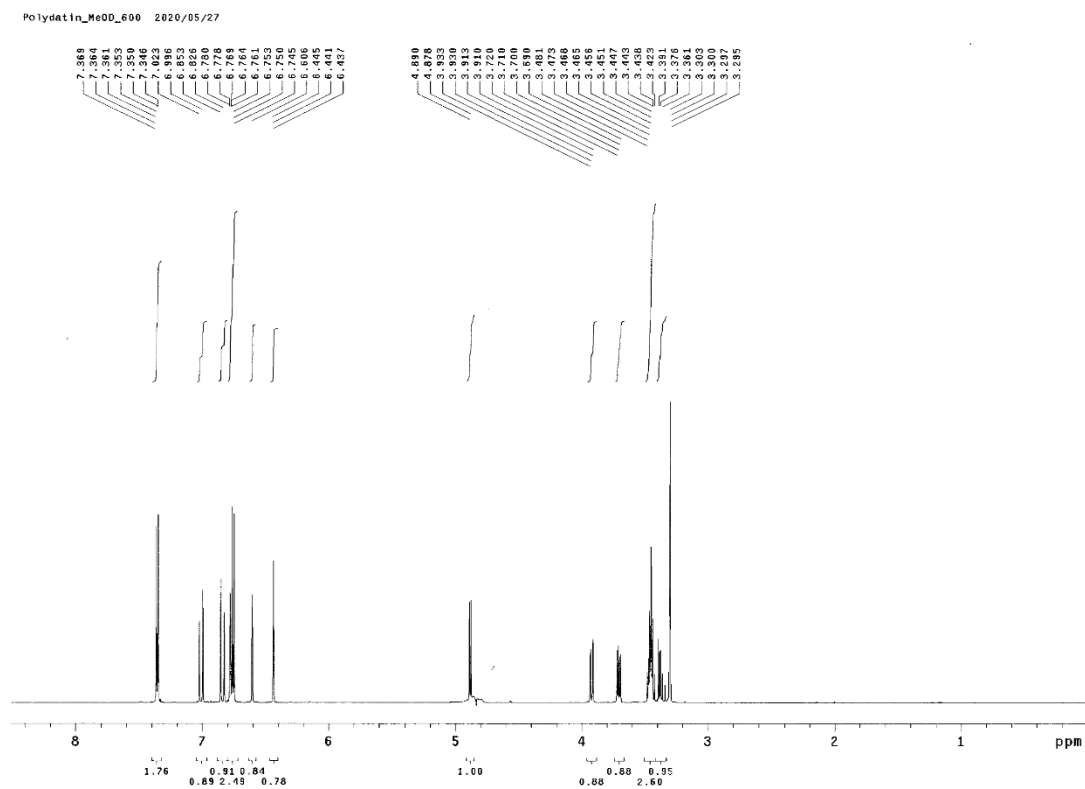
分子式： $C_{20}H_{22}O_8$ ；分子量：390.38；熔點：225 – 226 °C；白色固體。

(十五) 虎杖苷的結構



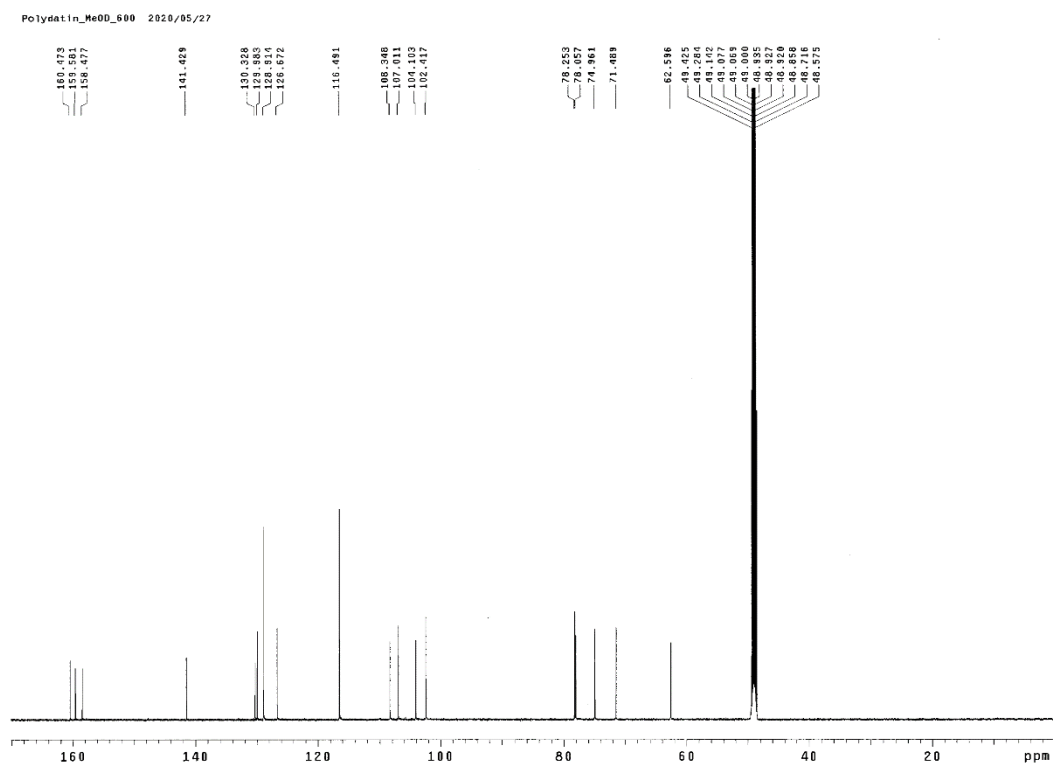
虎杖苷

(十六) 虎杖苷的 ^1H NMR 圖譜



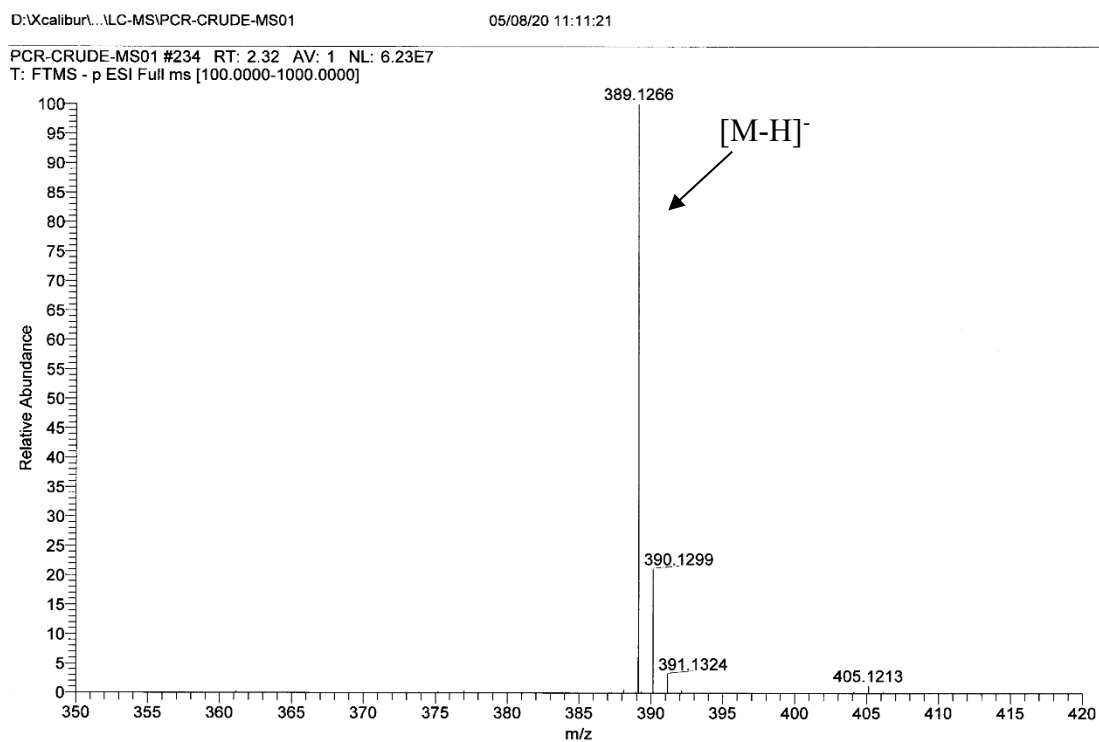
圖十四、虎杖苷的 ^1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七) 虎杖苷的 ^{13}C NMR 圖譜



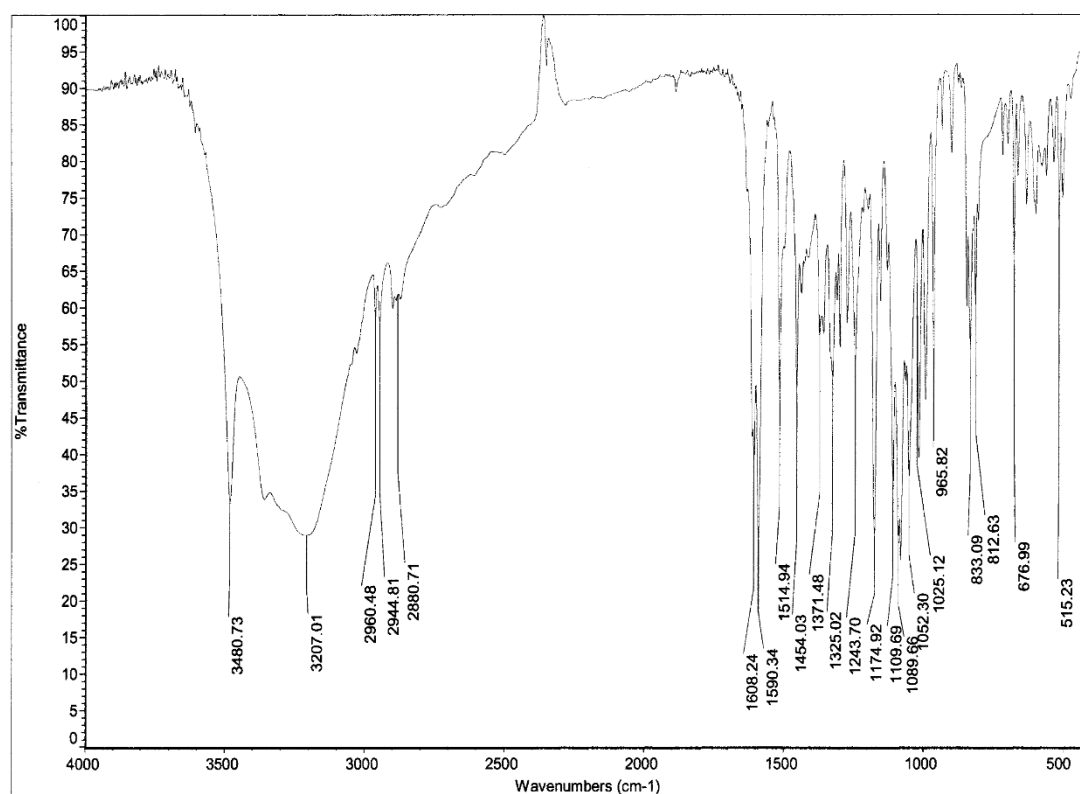
圖十五、虎杖苷的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 虎杖苷的 ESI-MS 圖譜



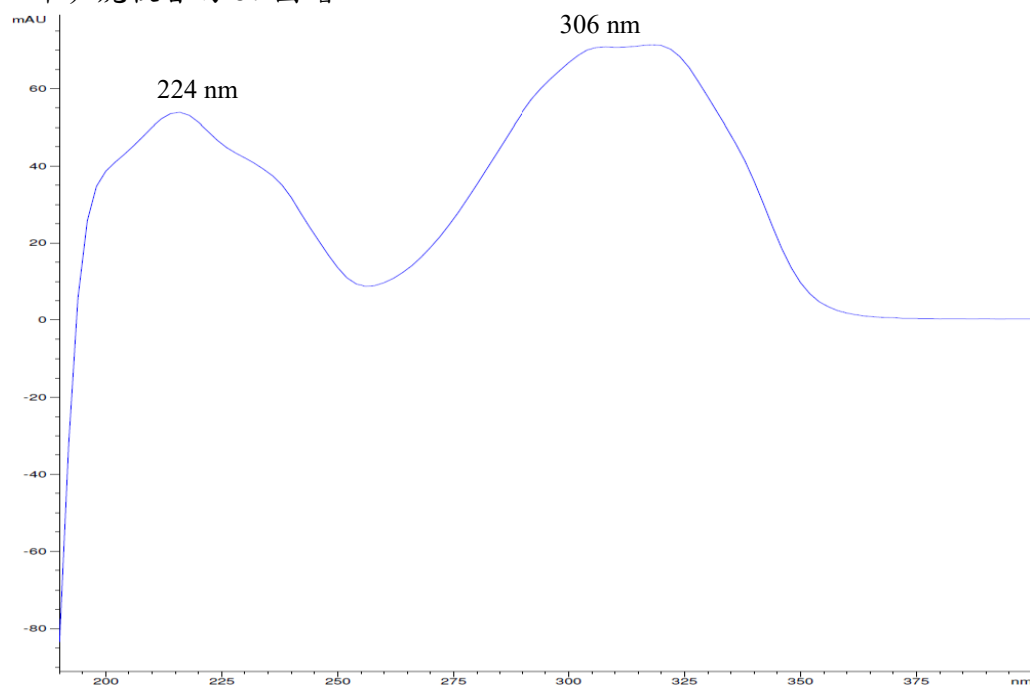
圖十六、虎杖苷的 ESI-MS 圖譜

(十九) 虎杖苷的 FTIR 圖譜



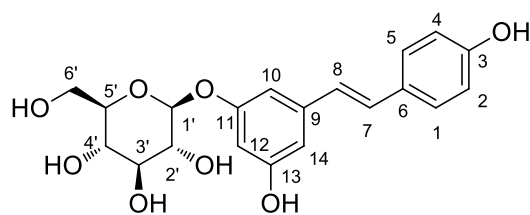
圖十七、虎杖苷的 FTIR 圖譜

(二十) 虎杖苷的 UV 圖譜



圖十八、虎杖苷的 UV 圖譜

(二十一) 虎杖苷的氫、碳化學位移



虎杖苷

表九、虎杖苷的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

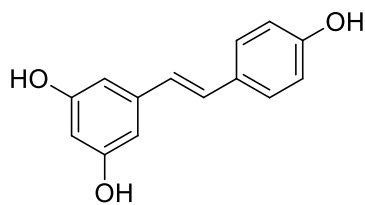
position	d _H (600 MHz)	d _C (150 MHz)
1, 5	7.36 (d, 8.4)	128.9
2, 4	7.76 (d, 8.4)	116.5
3	—	158.5
6	—	130.3
7	7.01 (d, 16.2)	130.0
8	6.84 (d, 16.2)	126.7
9	—	141.4
10	6.78 (d, 1.8)	107.0
11	—	160.5
12	6.44 (d, 1.8)	104.1
13	—	159.6
14	6.61 (d, 1.8)	108.3
1'	4.88 (d, 7.2)	102.4
2'	3.42 – 3.48 (m)	75.0
3'	3.42 – 3.48 (m)	78.1
4'	3.36 – 3.39 (m)	71.5
5'	3.42 – 3.48 (m)	78.3
6'	3.71 (dd, 12.0, 6.0), 3.92 (dd, 12.0, 1.8)	62.6

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

(二十二) 白藜蘆醇的分子式、分子量與熔點

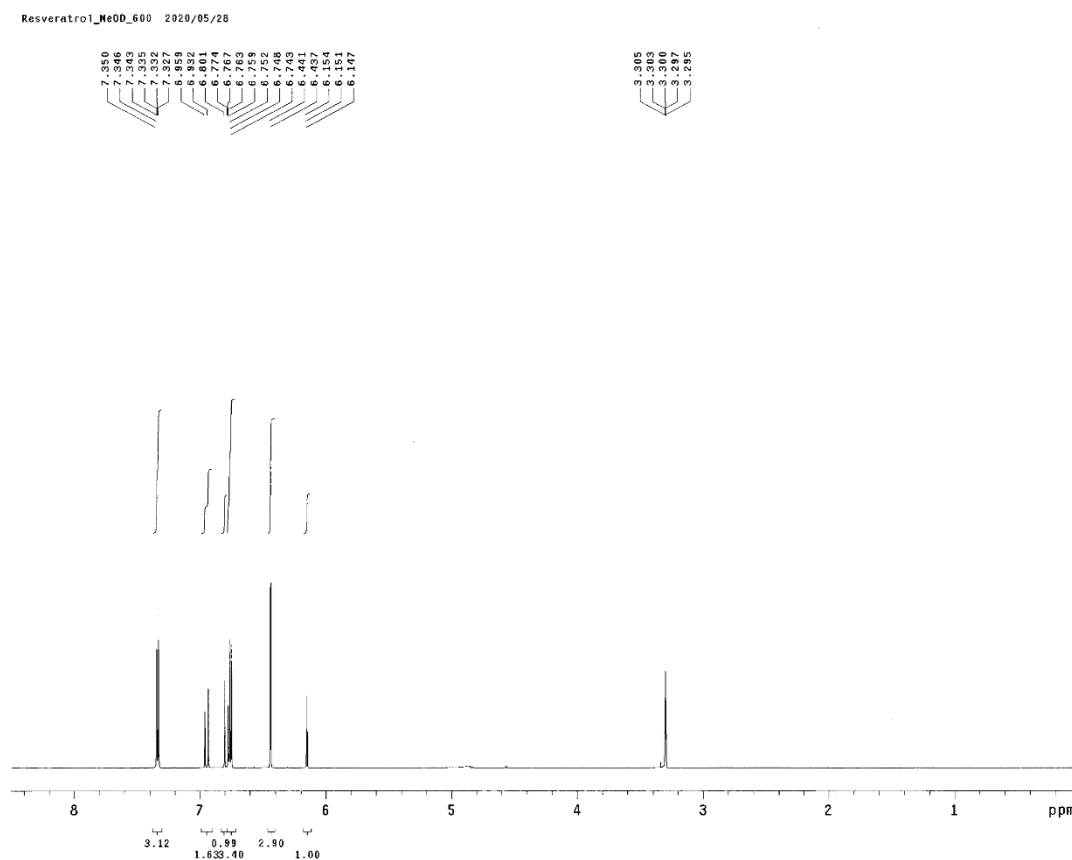
分子式： $C_{14}H_{12}O_3$ ；分子量：228.24；熔點：257 – 258 °C；白色固體。

(二十三) 白藜蘆醇的結構



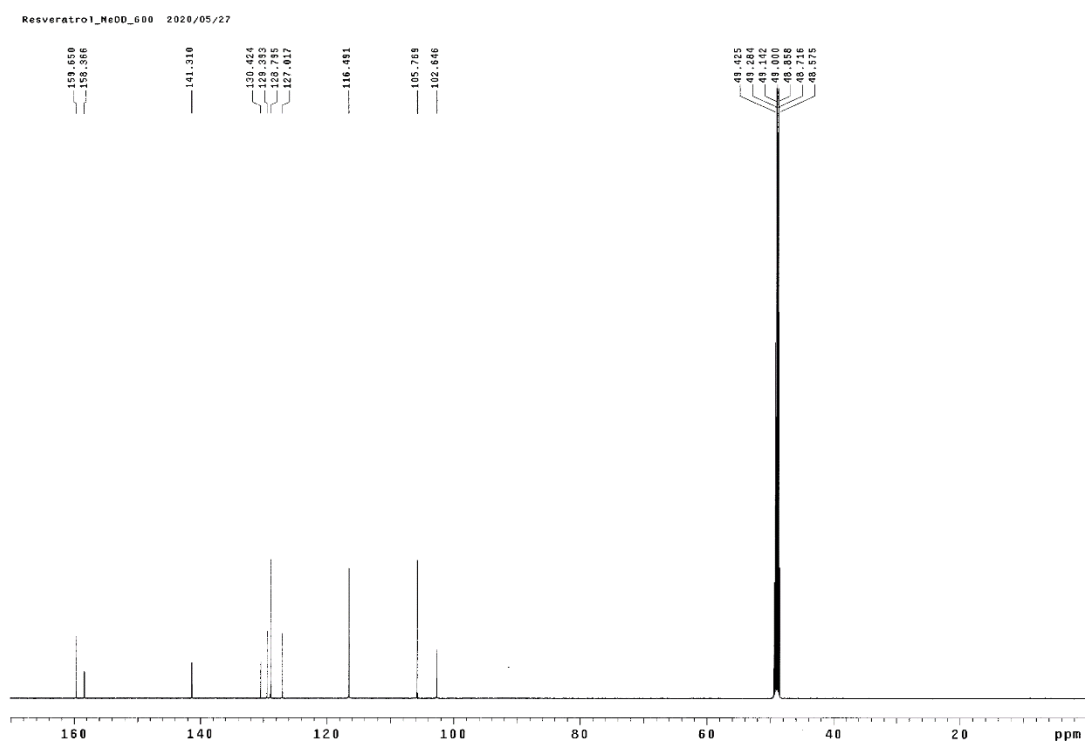
白藜蘆醇

(二十四) 白藜蘆醇的 ^1H NMR 圖譜



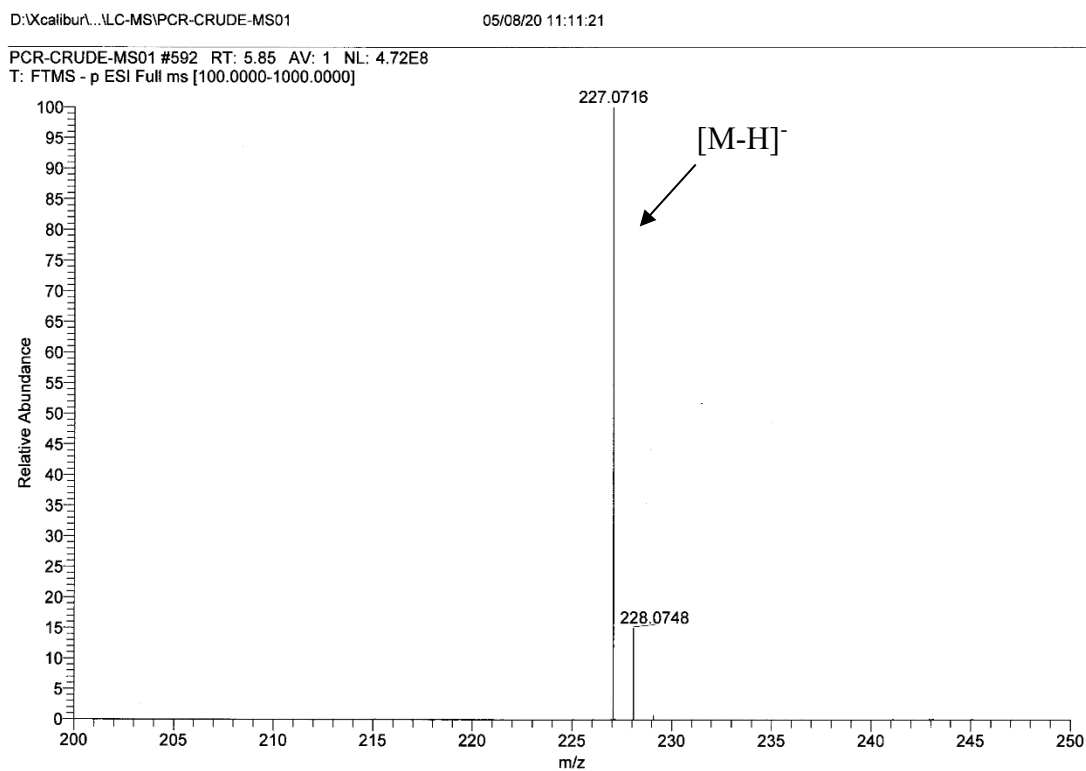
圖十九、白藜蘆醇的 ^1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(二十五) 白藜蘆醇的 ^{13}C NMR 圖譜



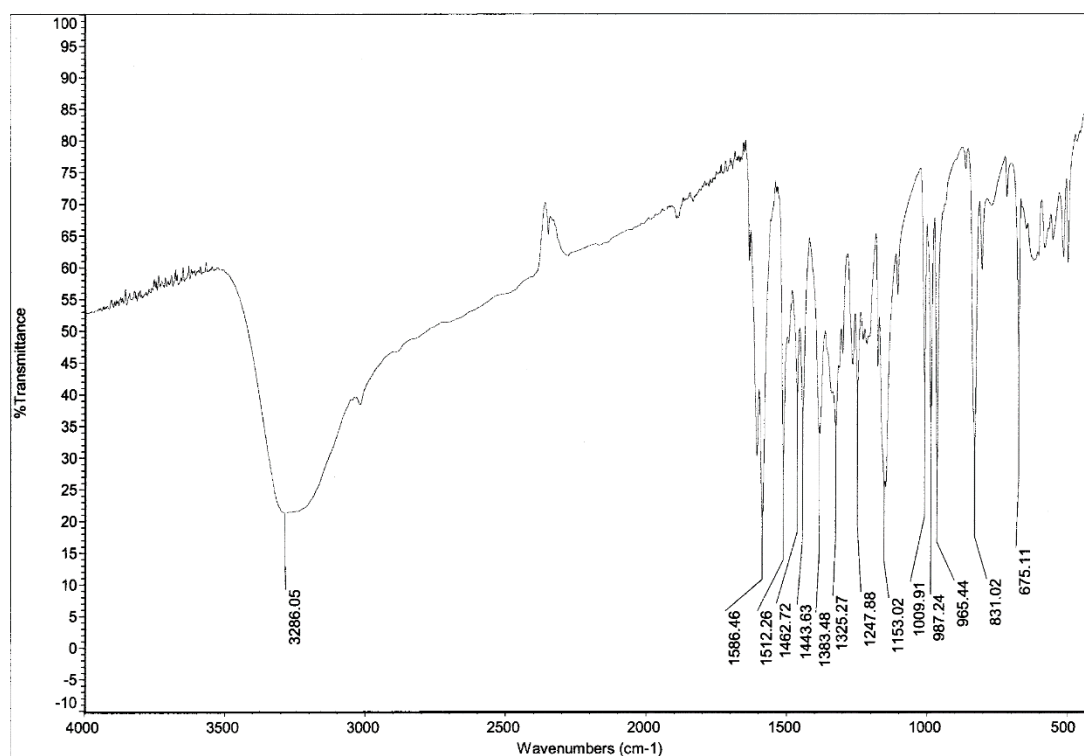
圖二十、白藜蘆醇的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(二十六) 白藜蘆醇的 ESI-MS 圖譜



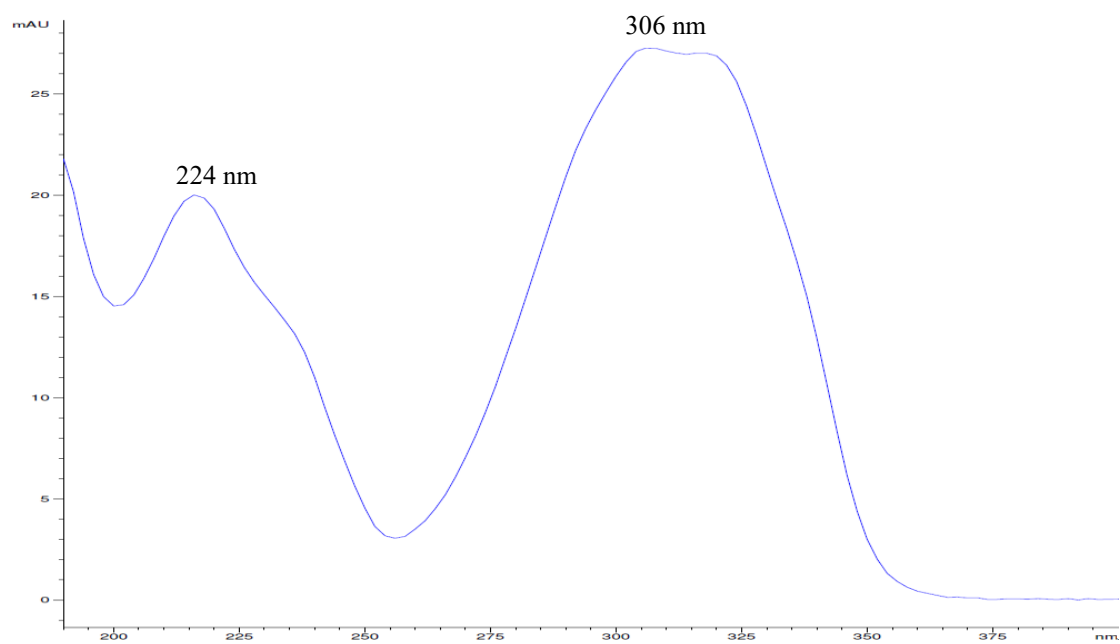
圖二十一、白藜蘆醇的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 白藜蘆醇的 FTIR 圖譜



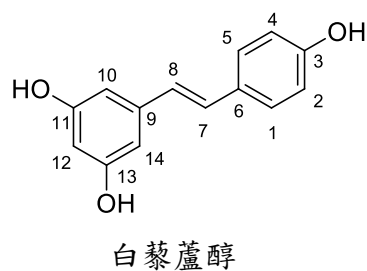
圖二十二、白藜蘆醇的 FTIR 圖譜

(二十八) 白藜蘆醇的 UV 圖譜



圖二十三、白藜蘆醇的 UV 圖譜

(二十九) 白藜蘆醇的氫、碳化學位移



表八、白藜蘆醇的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	d _H (600 MHz)	d _C (150 MHz)
1, 5	7.34 (d, 8.4)	128.8
2, 4	6.76 (d, 8.4)	116.5
3	—	158.4
6	—	130.4
7	6.95 (d, 16.2)	129.4
8	6.79 (d, 16.2)	127.0
9	—	141.3
10, 14	6.44 (d, 2.4)	105.8
11, 13	—	159.7
12	6.15 (t, 2.4)	102.6

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

虎杖

中文名：虎杖

生藥拉丁名：POLYGONI CUSPIDATI RHIZOMA ETNRADIX

英文名：Giant Knotweed Rhizome and Root

基 原：本品為蓼科 Polygonaceae 植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Siebold et Zucc. 之乾燥根莖及根。

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 0.2 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】(自行開發)
——取本品粉末 0.2 g，加乙醇 10 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
溶 液 取虎杖苷(Polydatin)及白藜蘆醇(Resveratrol)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 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)
——二氯甲烷：丙酮：冰乙酸：水 (4：4：0.5：0.2)
【展開劑 2】(自行開發 1)
——乙酸乙酯：丙酮：冰乙酸 (10：1：0.5)
【展開劑 3】(自行開發 2) ✓
——甲苯：丙酮：甲醇 (5：5：1)
- (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 層析板風乾後，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

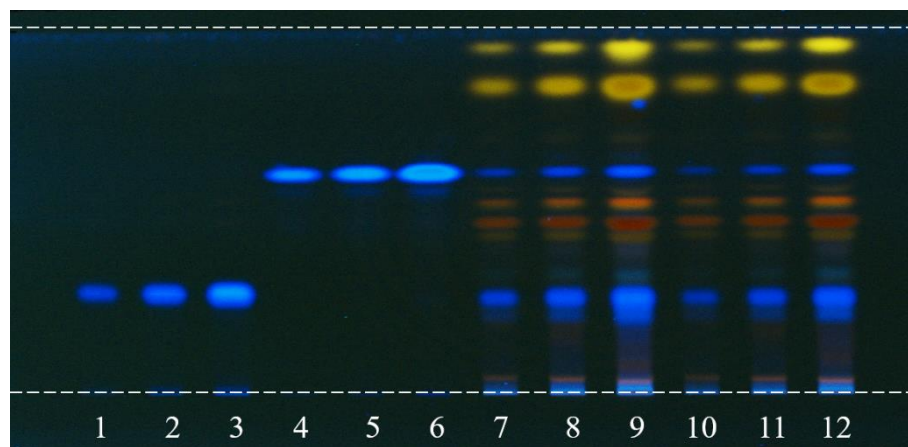
實驗日期：109/05/25

相對溼度(RH)：69%

溫度(RT)：22.4 °C

【展開劑 3】 (自行開發 2)——甲苯：丙酮：甲醇 (5：5：1)

—HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



編號	名稱	點注量
1，2，3	虎杖苷(1.0 mg/mL)	1，2，5 μ L
4，5，6	白藜蘆醇(1.0 mg/mL)	1，2，5 μ L
7，8，9	檢品溶液 4【萃取方法 1】	1，2，5 μ L
10，11，12	檢品溶液 4【萃取方法 2】	1，2，5 μ L

建議萃法：2 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出虎杖苷與白藜蘆醇，故採用臺灣中藥典第三版萃取方法【萃取方法 1】。

建議點注量：虎杖苷標準品溶液 1 μ L，白藜蘆醇標準品溶液 1 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】2 μ L。

三、溶媒系統選擇

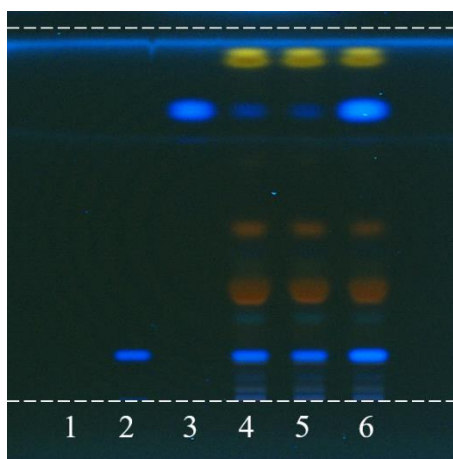
實驗日期：109/05/25

相對溼度(RH)：69%

溫度(RT)：22.4 °C

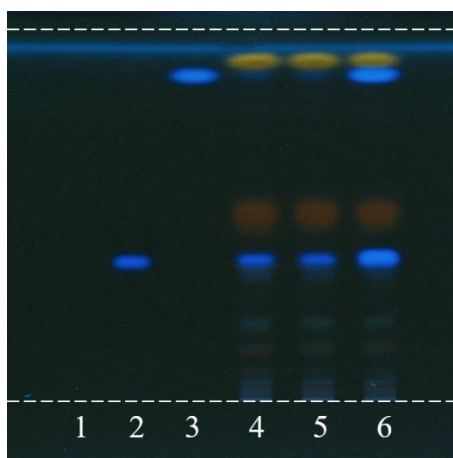
【展開劑 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——二氯甲烷：丙酮：冰乙酸：水 (4：4：0.5：0.2)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(虎杖苷 R_f 值為 0.11，白藜蘆醇 R_f 值為 0.82)



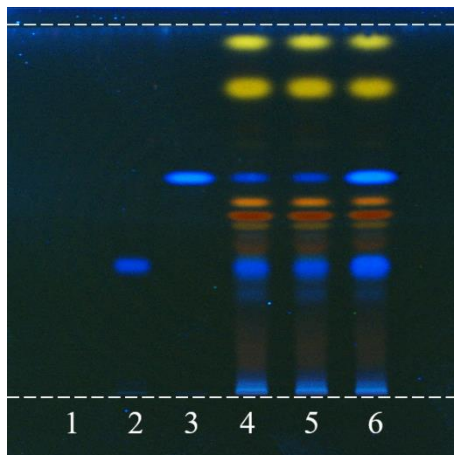
【展開劑 2】 (自行開發 1)——乙酸乙酯：丙酮：冰乙酸 (10：1：0.5)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(虎杖苷 R_f 值為 0.38，白藜蘆醇 R_f 值為 0.88)



【展開劑 3】 (自行開發 2)——甲苯：丙酮：甲醇 (5：5：1) ✓

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(虎杖苷 R_f 值為 0.35，白藜蘆醇 R_f 值為 0.59)



1：Blank

2：虎杖苷

3：白藜蘆醇

4，5：檢品溶液 5

6：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】及【展開劑 3】方式，虎杖苷與白藜蘆醇分離效果較佳，故採用自行開發之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：109/05/25

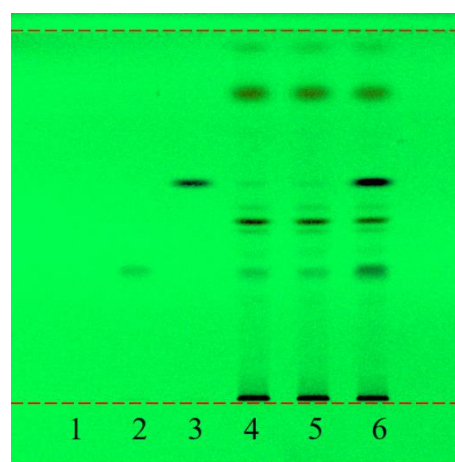
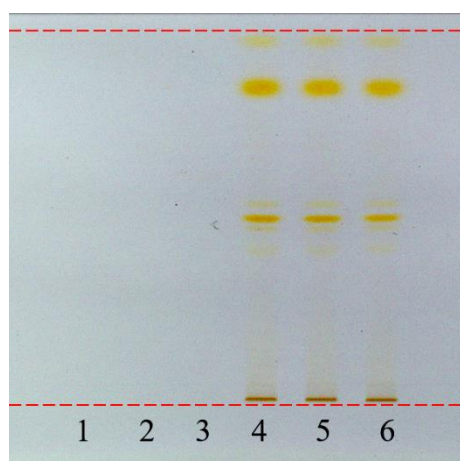
相對溼度(RH)：69%

溫度(RT)：22.4 °C

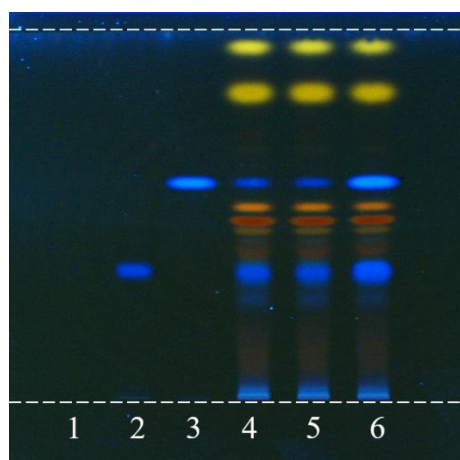
【展開劑 3】 (自行開發 2)——甲苯：丙酮：甲醇 (5：5：1)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)—HPTLC 可見光檢出

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) 紫外光(365 nm)檢出✓



1：Blank

2：虎杖苷

3：白藜蘆醇

4，5：檢品溶液 5

6：Spike

建議觀察方式：於紫外光(365 nm)照射下檢視，有較明顯分離之條帶。

五、十批虎杖樣品檢測(主要以虎杖苷及白藜蘆醇為指標)

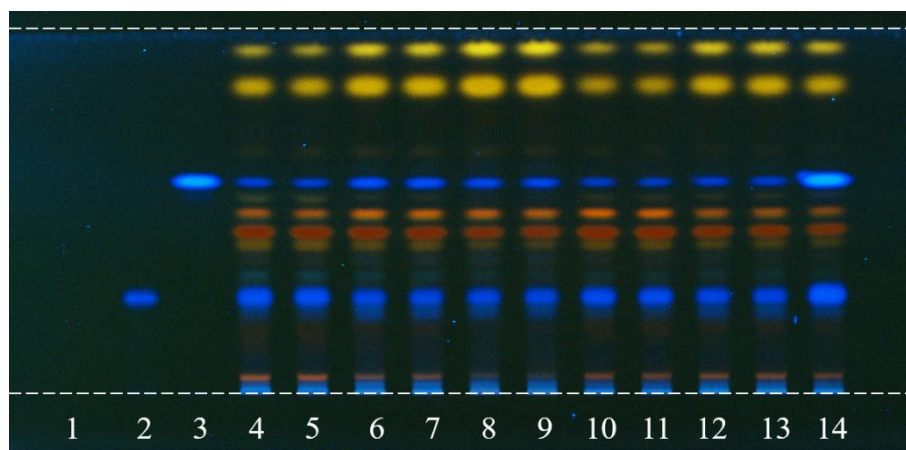
實驗日期：109/05/26

相對溼度(RH)：66%

溫度(RT)：21.6 °C

【展開劑 3】 (自行開發 2)——甲苯：丙酮：甲醇 (5：5：1)

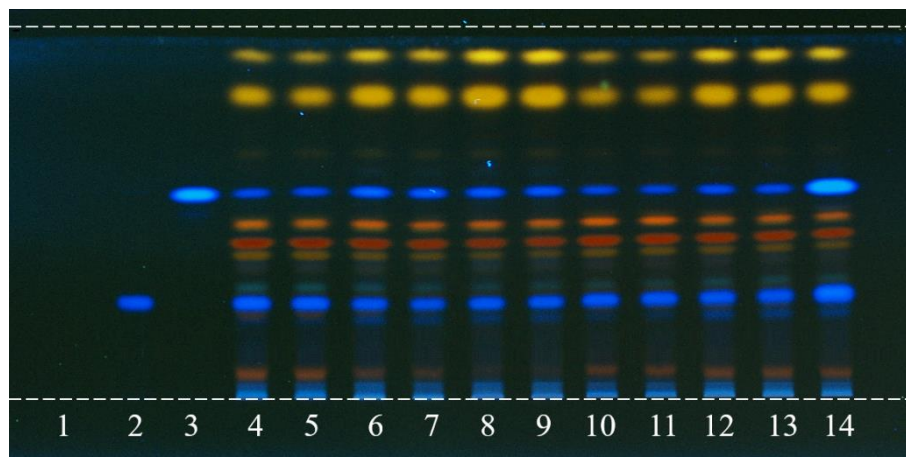
【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	8, 9	檢品溶液 3 (NJ)
2	虎杖苷(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 4 (NR)
3	白藜蘆醇(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 5 (CA)
4, 5	檢品溶液 1 (ND)	14	Spike (檢品溶液 5)
6, 7	檢品溶液 2 (NF)		

【展開劑 3】 (自行開發 2)——甲苯：丙酮：甲醇 (5：5：1)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	8，9	檢品溶液 8 (SAB)
2	虎杖苷(1.0 mg/mL)	10，11	檢品溶液 9 (SU2)
3	白藜蘆醇(1.0 mg/mL)	12，13	檢品溶液 10 (SU4)
4，5	檢品溶液 6 (CAA)	14	Spike (檢品溶液 5)
6，7	檢品溶液 7 (SA)		

結論與建議：以【萃取方法 1】方式，以自行開發之【展開劑 3】分離與檢出虎杖苷、白藜蘆醇較佳，以紫外光(365 nm)下檢視較佳。

六、觀察方式選擇(主要以大黃素及大黃素甲醚為指標)

實驗日期：109/07/16

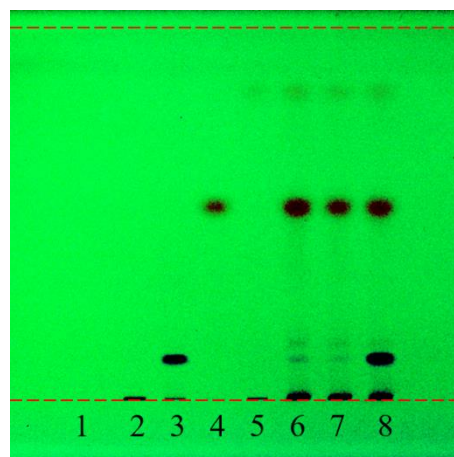
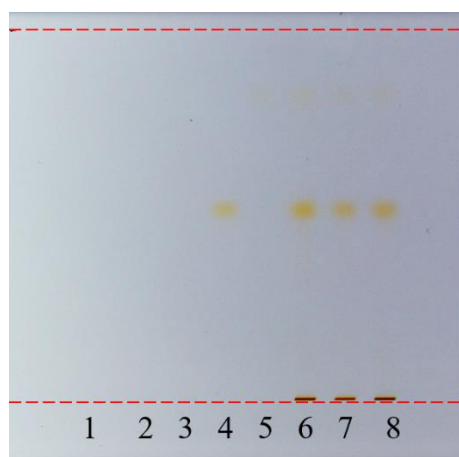
相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：25.8 °C

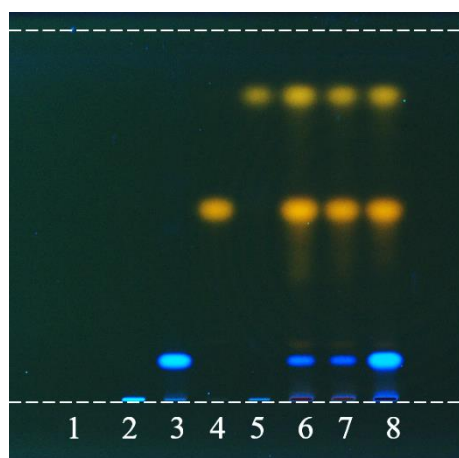
【展開劑 4】 (自行開發 3)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (15：5：0.3)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) —HPTLC 可見光檢出

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) —HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) 紫外光(365 nm)檢出✓



1：Blank

2：虎杖苷

3：白藜蘆醇

4：大黃素

5：大黃素甲醚

6，7：檢品溶液 5

8 : Spike

七、十批虎杖樣品檢測(主要以大黃素及大黃素甲醚為指標)

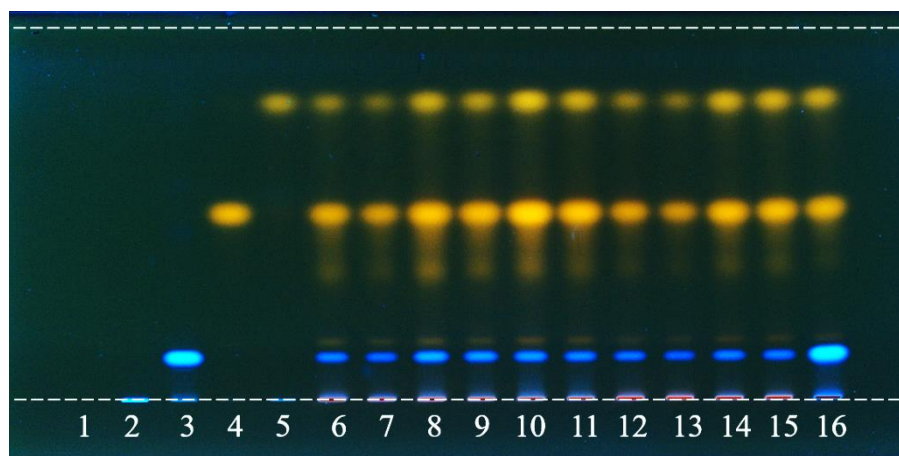
實驗日期：109/07/16

相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：25.8 °C

【展開劑 4】(自行開發 3)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (15：5：0.3)

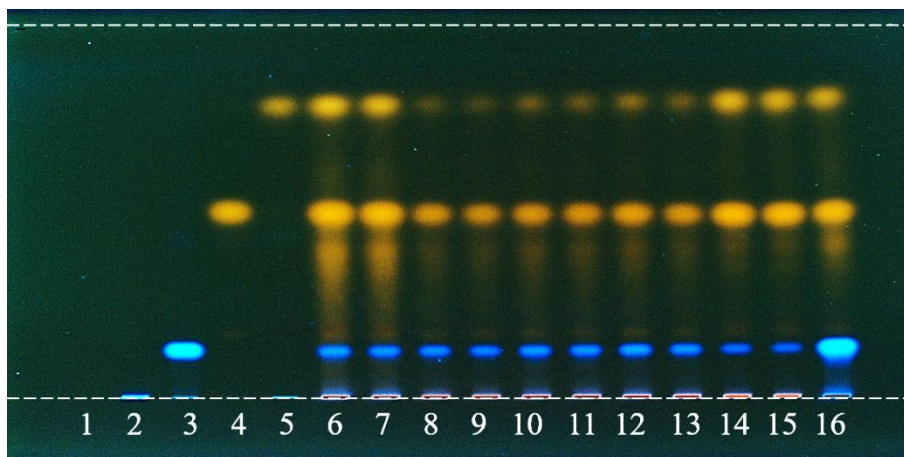
【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	8，9	檢品溶液 2 (NF)
2	虎杖苷(1.0 mg/mL)	10，11	檢品溶液 3 (NJ)
3	白藜蘆醇(1.0 mg/mL)	12，13	檢品溶液 4 (NR)
4	大黃素(1.0 mg/mL)	14，15	檢品溶液 5 (CA)
5	大黃素甲醚(1.0 mg/mL)	16	Spike (檢品溶液 5)
6，7	檢品溶液 1 (ND)		

【展開劑 4】(自行開發 3)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (15：5：0.3)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	8, 9	檢品溶液 7 (SA)
2	虎杖苷(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 8 (SAB)
3	白藜蘆醇(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 9 (SU2)
4	大黃素(1.0 mg/mL)	14, 15	檢品溶液 10 (SU4)
5	大黃素甲醚(1.0 mg/mL)	16	Spike (檢品溶液 5)
6, 7	檢品溶液 6 (CAA)		

結論與建議：以【萃取方法 1】方式，以自行開發之【展開劑 4】分離與檢出白藜蘆醇、大黃素、大黃素甲醚較佳，虎杖苷 R_f 值為 0，以紫外光(365 nm)下檢視較佳。