

首烏藤

(POLYGONI MULTIFLORI CAULIS)

首烏藤 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
首烏藤 HPLC	6
一、材料	6
二、儀器及層析管柱	6
三、實驗藥品及試劑來源	6
四、方法	6
五、結果	10
首烏藤 TLC	22
一、方法	22
二、萃法選擇及濃度測試	23
三、溶媒系統選擇	24
四、觀察方式選擇	26
五、十家樣品檢測	27

首烏藤 MI

一、藥材採購及鑑定

收集 10 批來自全臺北、中、南、東各地不同通路之中藥販賣業或中藥製造業的藥材樣品，確認所收集之藥材為何首烏的乾燥藤莖。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：首烏藤

生藥名：POLYGONI MULTIFLORI CAULIS

英文名：Tuber Fleece Flowers Stem

基原：蓼科 Polygonaceae 植物何首烏 *Polygonum multiflorum* Thunb. 的乾燥藤莖。

採收加工：秋、冬二季採割，除去細枝、殘葉，捆成把或趁新鮮切段，乾燥。

藥材性狀：本藥材為何首烏的乾燥藤莖。藤莖呈細長圓柱狀，稍扭曲，具分枝，長短不一，直徑 10~20 mm。切斷的藥材呈圓柱形。表面紫紅色至紫褐色，粗糙，有扭曲的縱皺紋和節。外皮薄，可剝離。質硬而脆，易折斷，斷面皮部呈紫紅色，木質部淡棕色，木質部呈放射狀，導管孔明顯，中央為白色疏鬆的髓部。氣微，味微苦澀。

生長分佈：多年生藤本植物，花期 8~10 月，果期 9~11 月。喜高溫高溼氣候，生於草坡、路邊、山坡石隙及灌木叢中，有栽種。分佈於華東、中南及河北、山西、陝西、甘肅、四川、貴州、雲南等地，以及臺灣。藥材主產於河南、廣西、湖北等地。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 表皮細胞有時殘存。
2. 栓皮層為數列木栓細胞，含有紅棕色色素。
3. 皮層較窄。
4. 石細胞成群，不規則狀，壁薄，胞腔大。
5. 形成層成環。
6. 木質部由木部纖維組成，導管大，類圓形，單個散在或數個成群。
7. 髓線 1~2 列，細胞內含草酸鈣簇晶。
8. 髓部較小。
9. 薄壁細胞含草酸鈣簇晶。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末紅棕色。
2. 纖維束呈片狀，直徑 5~26 μm ，較長，壁厚，胞腔狹窄，孔溝明顯。偏

光顯微鏡下呈亮白色。

3. 草酸鈣簇晶眾多，單個散在或數個成群，直徑 20~40 μm 。偏光顯微鏡下呈多彩狀。
4. 導管大，主要為有緣紋孔導管，紋孔排列緊密，紋孔口明顯。
5. 木栓細胞紅棕色，類方形或不規則狀，壁較厚，表面觀呈微波狀彎曲。
6. 石細胞多成群，淡黃色，呈長方形或不規則狀，直徑 15~50 μm ，胞腔大。
偏光顯微鏡下呈多彩狀。



圖 1 首烏藤藥材圖

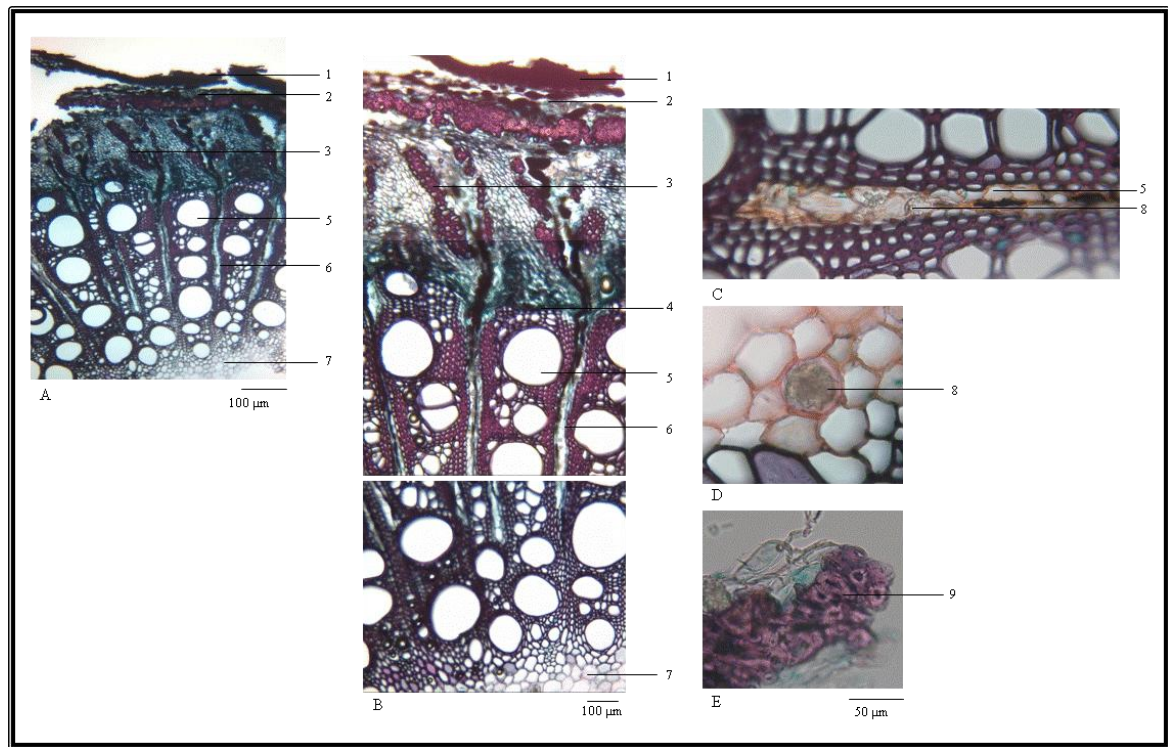


圖 2 首烏藤橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.局部組織放大圖 C.髓線及草酸鈣簇晶 D.草酸鈣簇晶

E.石細胞

1.栓皮層 2 皮層 3.韌皮纖維 4.形成層 5.木質部 6.髓線 7.髓部

8.草酸鈣簇晶 9.石細胞

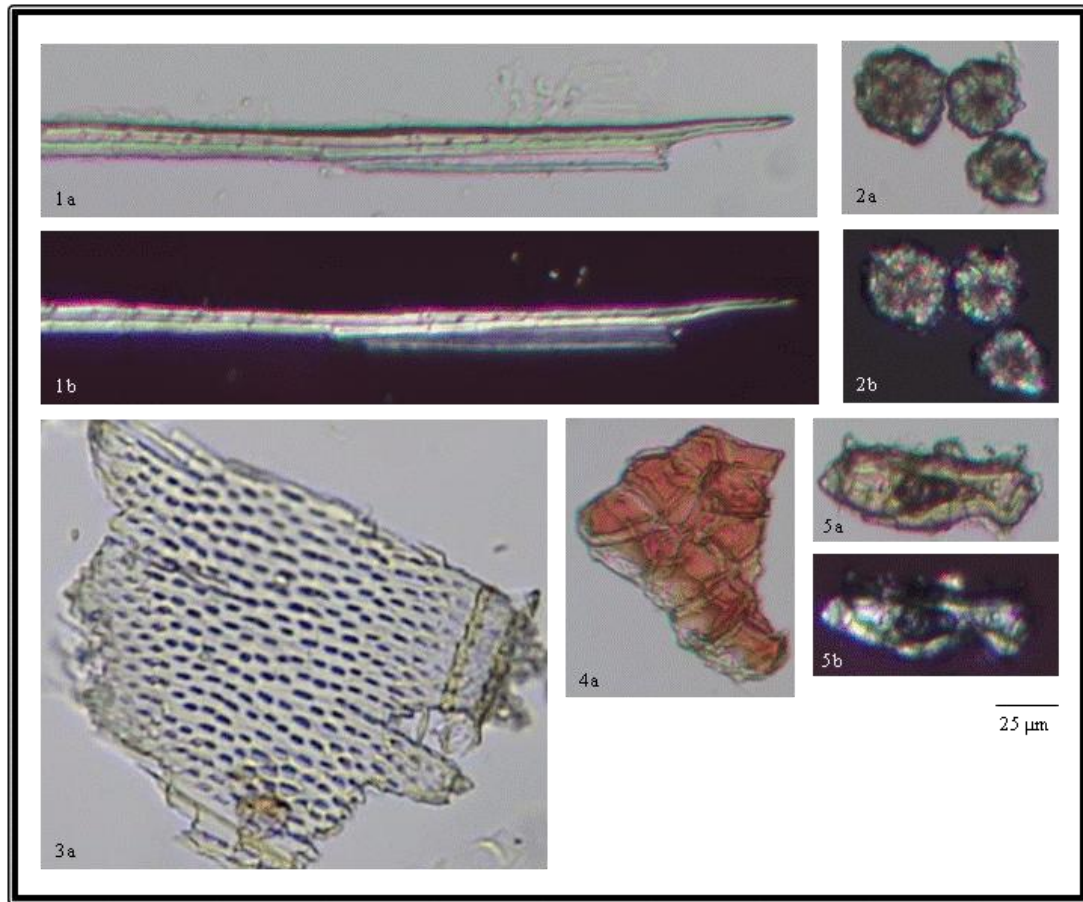


圖 3 首烏藤粉末顯微特徵圖

a.光學顯微鏡下特徵 b.偏光顯微鏡下特徵

1.纖維 2.草酸鈣簇晶 3.有緣紋孔導管碎片 4.木栓細胞 5.石細胞

首烏藤 (POLYGONI MULTIFLORI CAULIS)

一、材料

購自於台灣各地中藥店首烏藤藥材共 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 Zorbax SB-C₁₈ Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)。

(二) UPLC 儀器及層析管柱

Waters AcQuity Ultra Performance LC, 包含 Binary Solvent Manager、Sample Manager、PDA Detector; 層析管柱 Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ (100 × 2.1 mm, 1.7 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(99.9%)購自於 Duksan Pure Chemicals Co., Ltd.; 乙腈(99.9%)購自於 Mallinckrodt Baker Inc.; 甲酸購自於 Riedel-de Haën Inc.; 乙醇(95%)購自於景明化工股份有限公司。

(二) 標準品

何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)購自於昇漢公司, 純度在 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒開發

取本品粉末六份, 每份精確稱定 0.5 g, 置 50 mL 三角錐形瓶中, 精確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇、50%乙醇各 25 mL, 超音波震盪處理(功率 300 W, 頻率 40 kHz) 30 分鐘, 冷卻後以 No. 1 濾紙過濾, 取得濾液搖勻再過濾(syringe filter, 0.45 μm), 即得。每針 10 μL 注入高效能液相層析儀(HPLC), 以所測得之標準品何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)最大波峰面積為最佳首烏藤萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

取本品粉末約 0.5 g (過 20 號篩網), 精確稱定, 置 50 mL 三角錐形瓶中, 精確加入 75%甲醇 25 mL, 超音波震盪處理(功率 300 W, 頻率 40 kHz) 30 分鐘, 冷卻後以 No. 1 濾紙過濾, 濾液濃縮後加甲醇定容至

10 mL，搖勻再過濾(syringe filter, 0.45 μ m)，取濾液，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

取標準品何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)精確稱定 1.0 mg，加 2 mL 的甲醇製成每 1 mL 含何首烏苷 500 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 100 μ g/mL 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

取本品粉末(過 20 號篩網)約 0.5 g，精確稱定，置 50 mL 錐形瓶中，精確加入 75% 甲醇 25 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，以 No. 1 濾紙過濾，殘渣部分重複提取一次，合併濾液後將濾液濃縮後加甲醇定容至 10 mL，搖勻再過濾(syringe filter, 0.45 μ m)，即得。

(五) 測定法

分別精確吸取標準品溶液及檢品溶液各 10 μ L 注入 HPLC 測定，用標準曲線計算溶液中何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)的含量，即得。

(六) 檢量線

精確吸取何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)標準品儲備溶液適量(500 μ g/mL)，以甲醇稀釋製成含何首烏苷分別為 250、150、125、100、75、50、25 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 。

(七) 精密度試驗

以何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)濃度為 100 μ g/mL 之對照標準品溶液連續進樣五針，以何首烏苷波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 再現性與穩定性試驗

1. 再現性：取同一批市售首烏藤粉末，依首烏藤檢品溶液製備方法平行製備五份首烏藤檢品溶液，進樣測定，以何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)含量(%)為指標，求出相對標準

差。

2. 穩定性：取同一批市售首烏藤粉末，依首烏藤檢品溶液製備方法製備首烏藤檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)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

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；定量極限(limit of quantitation, LOQ): 將已知濃度之標準品溶液不斷稀釋，並以訊號雜訊比為 $\geq 10:1$ 時之濃度，作為定量極限估計值。

(十) 添加回收率試驗

取已知何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)含量的首烏藤藥材粉末約 0.25 g，精確稱定五份，分別加入 1 mL 的何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)溶液(500 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：Zorbax SB-C₁₈ Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：290 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	1%甲酸(%, v/v)
0	17	83
25	17	83
30	95	5
40	95	5

(十二) 臺灣市售首烏藤含量測定

取十批市售首烏藤藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μL 連續三針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)的百分含量。

(十三) 臺灣市售首烏藤 HPLC 指紋圖譜的建立

取十批市售首烏藤檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Zorbax SB-C₁₈ Column (250 $\times$ 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：290 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}$ C
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	1% 甲酸(%, v/v)
0	17	83
18	17	83
30	35	65
40	35	65
50	95	5
60	95	5

(十四) 首烏藤檢品之 UPLC 層析條件

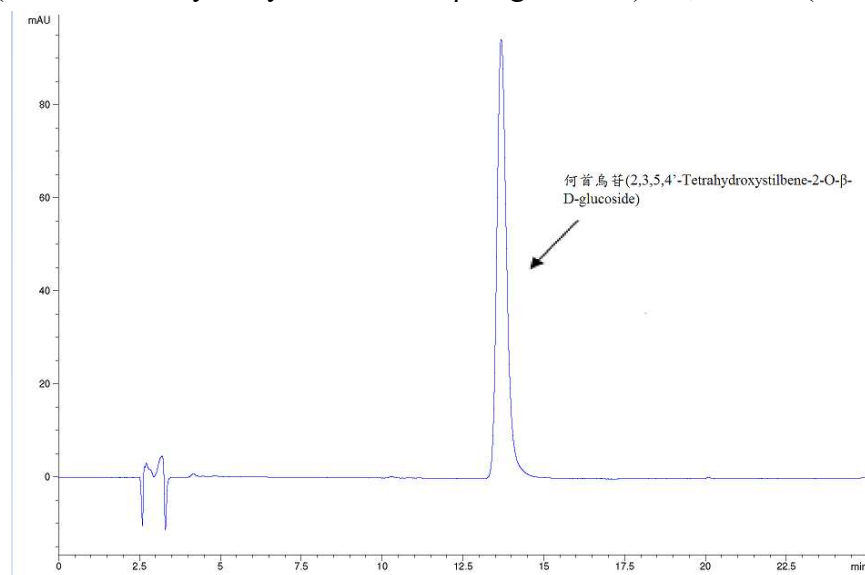
1. 層析管：Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ (100 $\times$ 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：290 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1.0 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	1% 甲酸(%, v/v)
0	17	83
3	17	83
6	35	65
8	35	65
11	95	5

五、結果

(一) 標準品何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)之 HPLC 層析

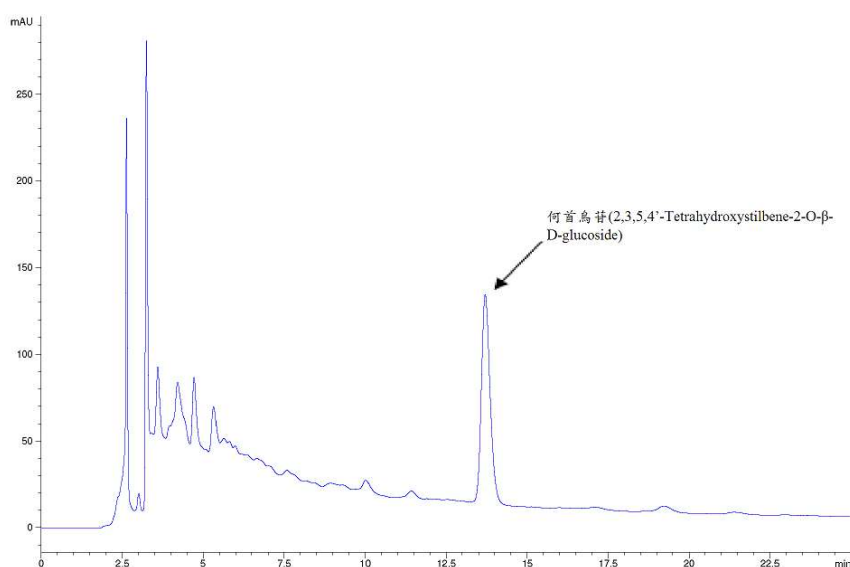
於滯留時間 13.2 分鐘處顯示何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)標準品波峰(圖一)。



圖一、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售首烏藤檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 13.2 分鐘處顯示首烏藤檢品中何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)波峰(圖二)。分離率為 $R > 2.6$ ，拖尾因子 $T = 1.1$ ，均在系統適用性要求內。



圖二、市售首烏藤檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒開發

以 75% 甲醇為溶媒時，每 0.5 g 藥材重量所得何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)的波峰面積最大，顯示 75% 甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	波峰面積	最佳萃取
甲醇	751.9	
75% 甲醇	871.3	√
50% 甲醇	826.7	
乙醇	344.3	
75% 乙醇	824.8	
50% 乙醇	864.9	

(四) 最佳萃取次數評估

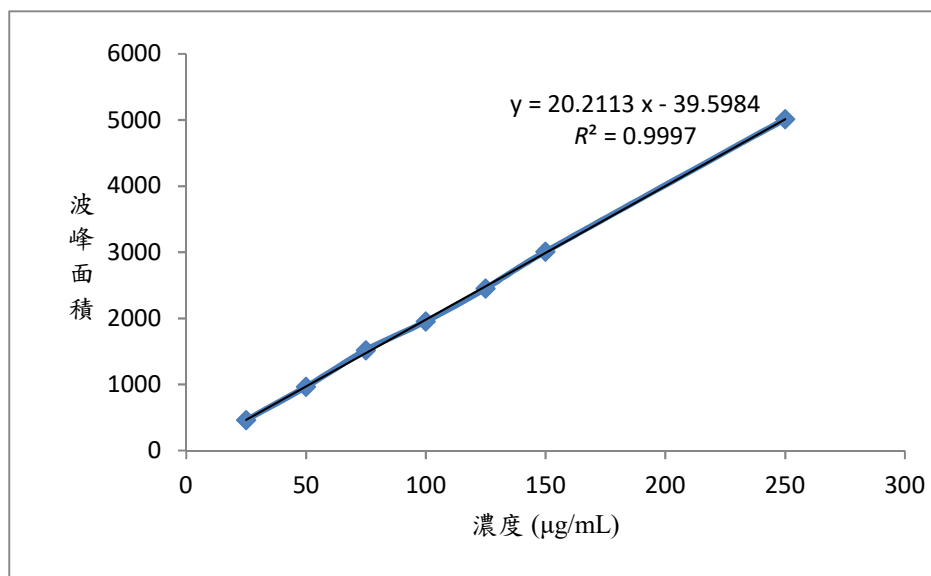
結果顯示萃取兩次基本上已將何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)萃取完全(萃取率大於 99%)

表二、首烏藤檢品萃取次數評估

75% 甲醇萃取 次數	何首烏苷 (2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)波峰面積
第一次	2267.1
第二次	236.14
第三次	ND

(五) 標準品何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)檢量線

經不同濃度何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)(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： $y = 20.2113x - 39.5984$ ， $R^2 = 0.9997$ ，顯示濃度在 25–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*-β-D-glucoside)之檢量線圖

表三、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*-β-D-glucoside)之檢量線方程式

對照標準品	濃度(μg/mL)	線性回歸方程式	R^2
何首烏苷 (2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2- <i>O</i> -β-D-glucoside)	25–250	$y = 20.2113x - 39.5984$	0.9997

(六) 精密度與再現性試驗

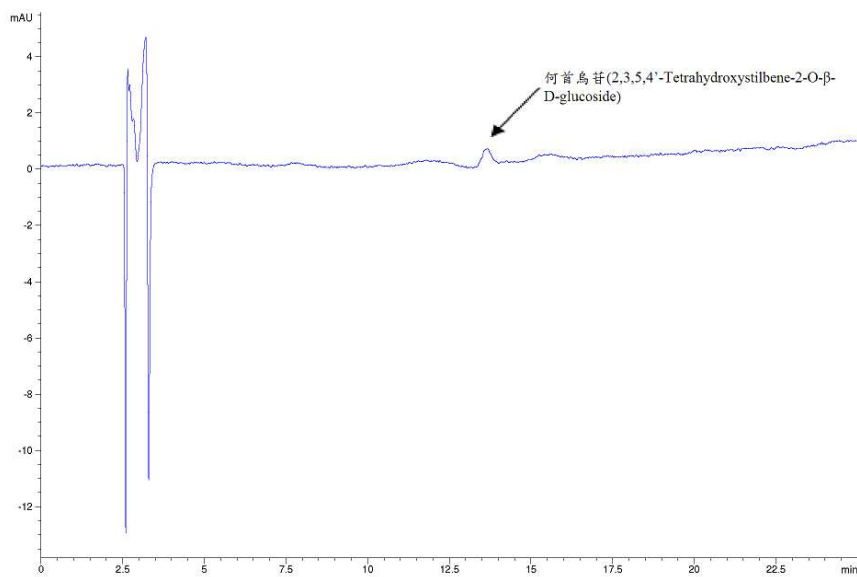
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*-β-D-glucoside)精密度之相對標準差為 1.26%，再現性之相對標準差為 1.94%，均在系統適用性要求內。

(七) 穩定性試驗

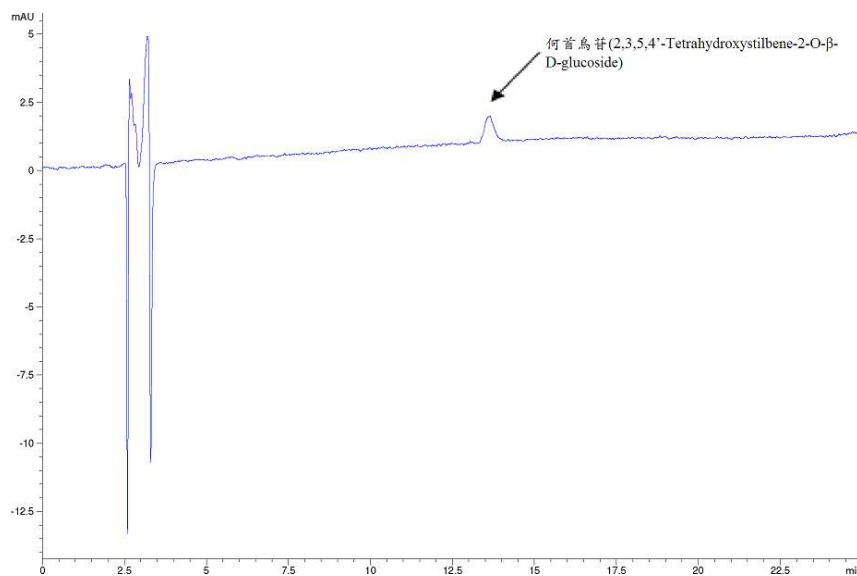
由結果可以得知，何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*-β-D-glucoside)在 24 小時內穩定，相對標準差為 2.02%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*-β-D-glucoside)偵測極限(limit of detection, LOD)為 0.5 μg/mL (圖四)，定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 1.0 μg/mL (圖五)。



圖四、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)之 LOD 層析圖



圖五、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)之 LOQ 層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	100 µg/mL	1.26
再現性 (n=5)	檢品溶液(No.7)	1.94
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.7)	2.02
偵測極限 (n=1)	0.5 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	1.0 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

添加何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)平均回收率 95.0%，相對標準偏差 2.21%。

表五、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)添加回收率

編號	藥材稱重 (g)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.256	0.577	0.5	1.049	94.4	95.0	2.21
2	0.249	0.561	0.5	1.022	92.3		
3	0.254	0.572	0.5	1.046	94.8		
4	0.249	0.561	0.5	1.038	95.5		
5	0.249	0.561	0.5	1.051	98.1		

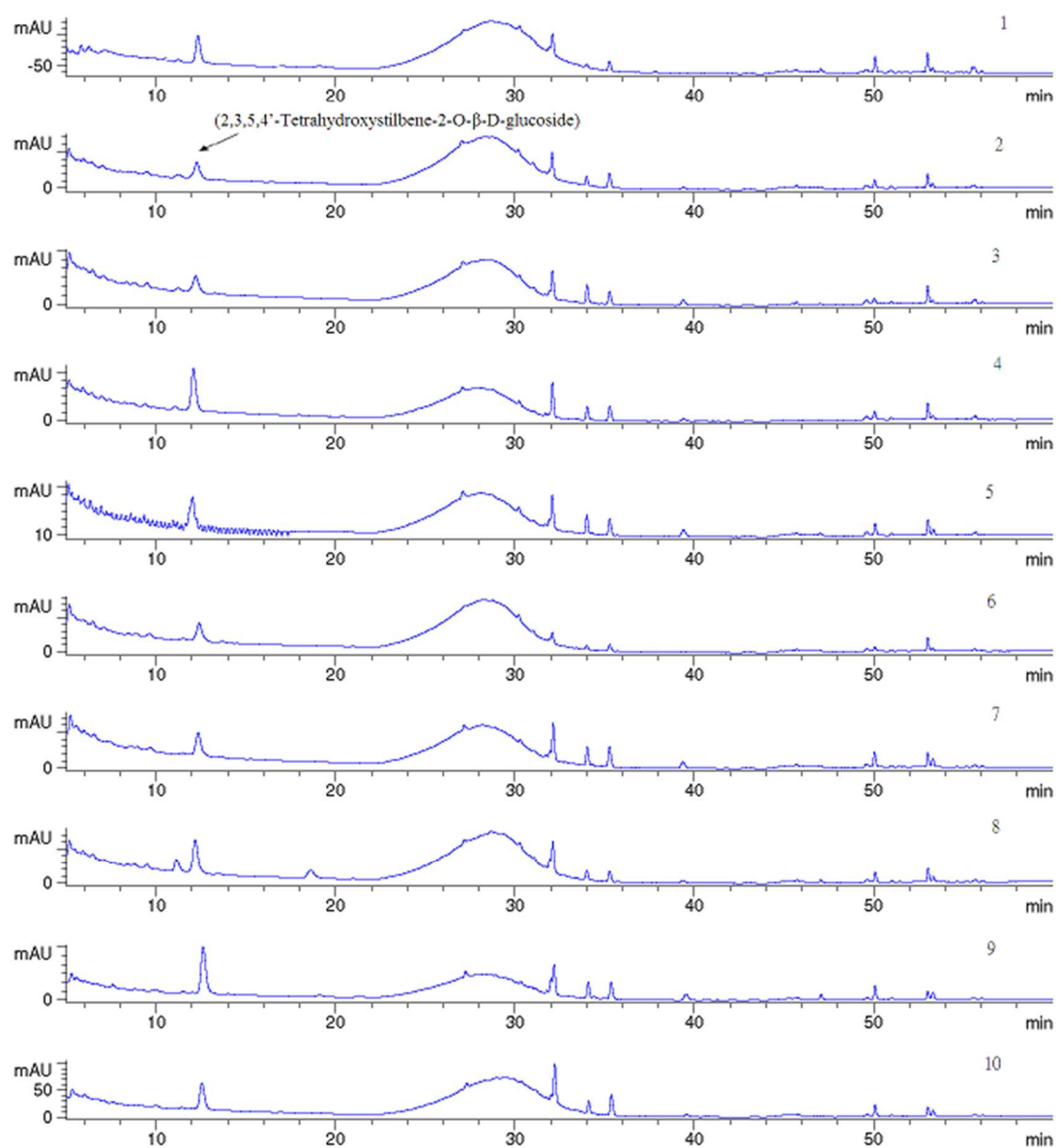
(十) 台灣市售首烏藤含量測定

10 批首烏藤藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)的含量為 0.06–0.24%。建議首烏藤藥材指標成分何首烏苷的含量不得少於 0.2%。理論板數按何首烏苷波峰計算應不低於 5000 (實際值為 10000)。

表六、台灣市售首烏藤檢品之何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)含量

中藥材編號 (No.)	何首烏苷 (2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene- 2-O-β-D-glucoside)含量(%)	中藥材編號 (No.)	何首烏苷 (2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene- 2-O-β-D-glucoside)含量(%)
1 (SR)	0.102	6 (SC)	0.109
2 (SG)	0.068	7 (SW)	0.246
3 (NF)	0.065	8 (NJ-2)	0.095
4 (NN)	0.124	9 (NR-2)	0.071
5 (NR)	0.118	10 (ST)	0.103

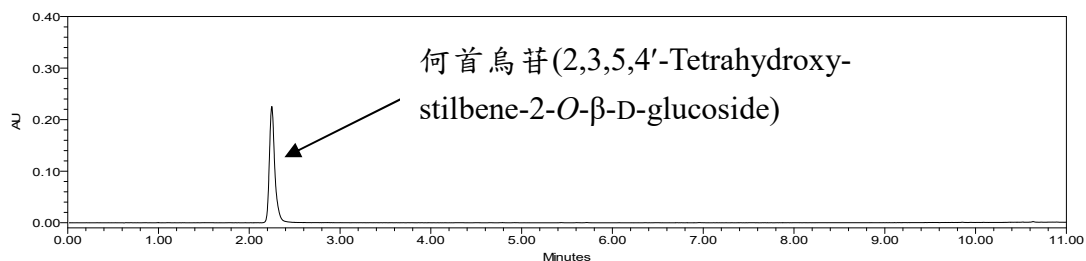
(十一) 台灣 10 批市售首烏藤藥材之 HPLC 指紋圖譜



圖六、10 批首烏藤藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)之 UPLC 層析

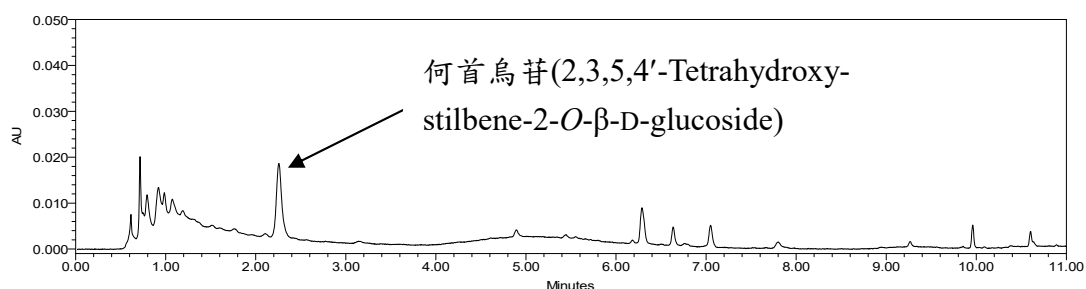
於滯留時間 2.3 分鐘處顯示何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)標準品的波峰(圖七)



圖七、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售首烏藤檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.3 分鐘顯示首烏藤檢品中何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)的波峰(圖八)。

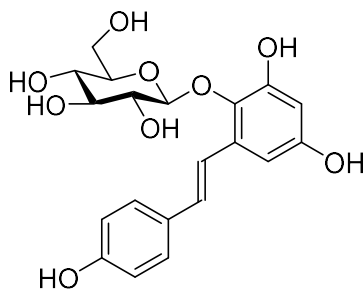


圖八、市售首烏藤檢品之 UPLC 層析圖

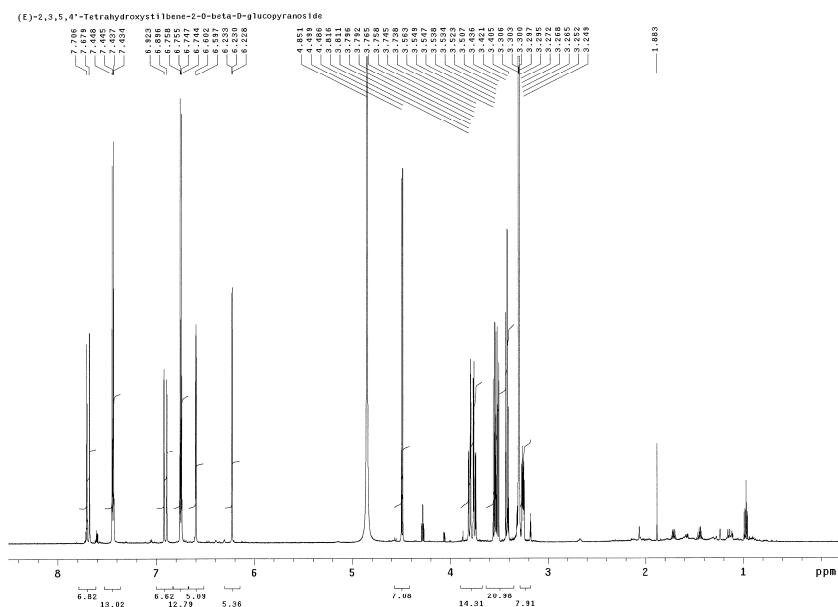
(十四) 何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{20}H_{22}O_9$ ；Mol. Wt.：406.39；熔點：137–139 °C；棕色固體。

(十五) 何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)的結構

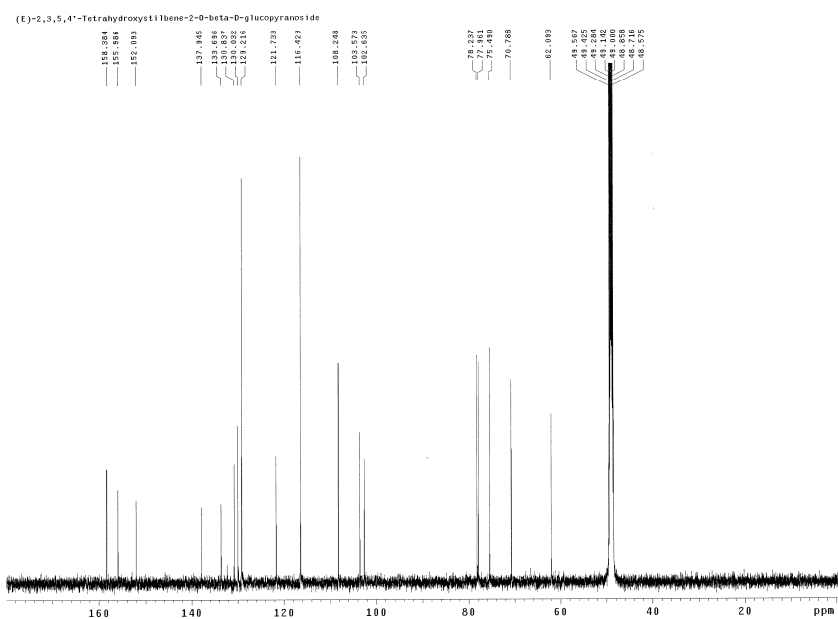


(十六) 何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)的 ¹H NMR 圖譜



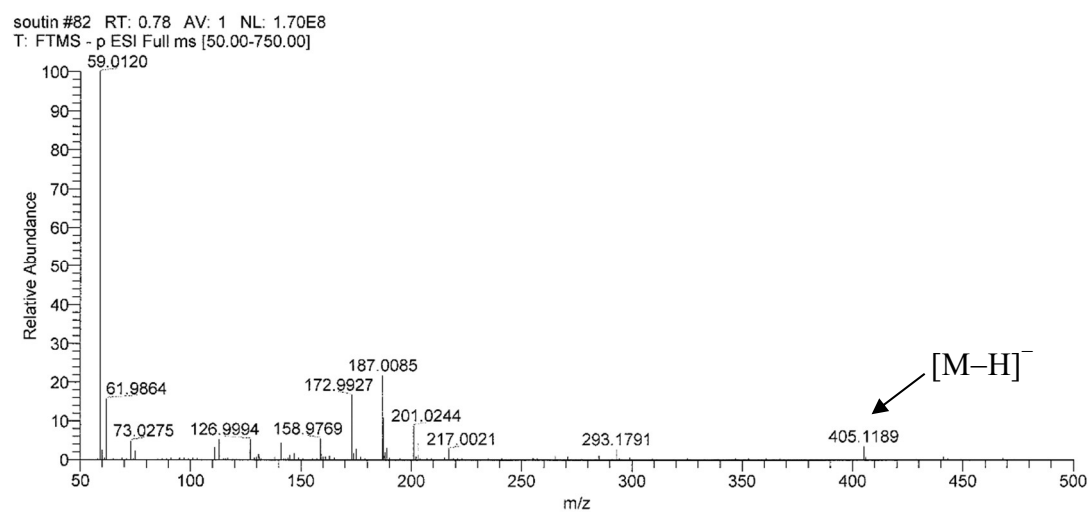
圖九、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)的 ^1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七)何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)的 ^{13}C NMR 圖譜



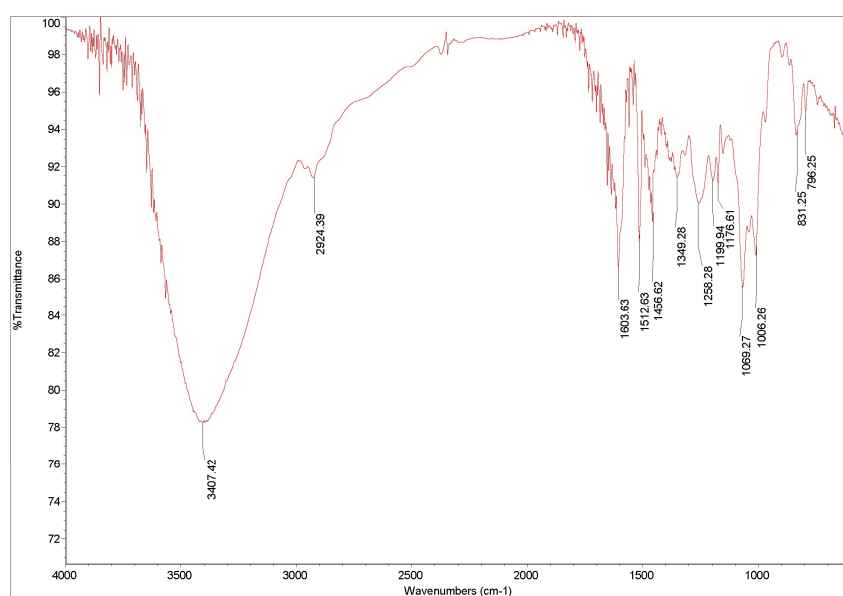
圖十、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)的 ^{13}C NMR 圖譜
(CD_3OD)

(十八)何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*- β -D-glucoside)的 ESI-MS 圖譜



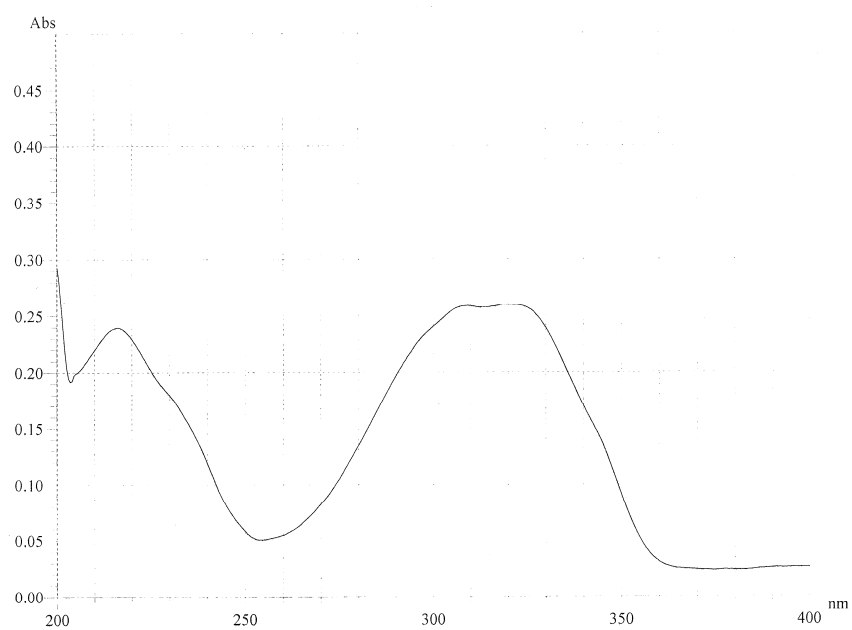
圖十一、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*- β -D-glucoside)的 ESI-MS 圖譜

(十九)何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*- β -D-glucoside)的 FTIR 圖譜



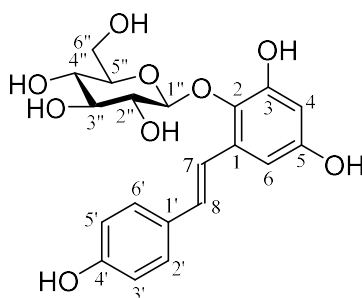
圖十二、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*- β -D-glucoside)的 FTIR 圖譜

(二十) 何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)的 UV 圖譜



圖十三、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside)的 UV 圖譜

(二十一) 何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*-β-D-glucoside)的氫、碳化學位移



表七、何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*-β-D-glucoside)之氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ _H (600 MHz)	δ _C (150 MHz)
1	-	133.70
2	-	137.95
3	-	152.09
4	6.23 (d, 3.0)	103.57
5	-	155.99
6	6.60 (d, 3.0)	102.64
7	7.69 (d, 16.2)	121.73
8	7.91 (d, 16.2)	130.03
1'	-	130.84
2'	7.44 (d, 8.4)	129.22
3'	8.75 (d, 8.4)	116.43
4'	-	158.38
5'	8.75 (d, 8.4)	116.43
6'	7.44 (d, 8.4)	129.22
1''	4.49 (d, 7.8)	108.25
2''	3.55 (dd, 9.6, 8.4)	75.49
3''	3.42 (t, 9.6)	77.96
4''	3.52 (t, 9.6)	70.79
5''	3.26 (ddd, 9.6, 4.2, 2.4)	78.24
6''	3.80 (dd, 12.0, 2.4)	62.09
	3.75 (dd, 12.0, 4.2)	

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

附錄 I、定量濃度及百分含量計算

用標準品的波峰面積與溶液中相應濃度($\mu\text{g/mL}$)作圖，進行線性迴歸分析得斜率與截距。

按下列公式計算溶液中待測成分的濃度：

$$A = \frac{I - b}{m}$$

其中

A：待測成分濃度($\mu\text{g/mL}$)

I：檢品中待測成分之波峰面積

b：檢量線的 y 軸截距

m：檢量線的斜率

$$C = \frac{A \times D \times V}{1000 W} \times 100\%$$

按下列公式計算樣品中待測成分的百分含量

其中

C：待測成分含量(%)

A：檢品濃度($\mu\text{g/mL}$)

D：稀釋倍數

V：定容體積(mL)

W：藥材重(mg)

首烏藤

中文名：首烏藤

生藥拉丁名：POLYGONI MULTIFLORI CAULIS

英文名：Tuber Fleeceflower Stem

基 原：本品為蓼科 Polygonaceae 植物何首烏 *Polygonum multiflorum* Thunb.之乾燥藤莖。秋、冬兩季採割，除去殘葉，捆成把或趁鮮切段，乾燥。

一、方法

- (一) 檢 品 溶 液 **【萃取方法 1】(臺灣中藥典第二版 2013)**
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波處理 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 2】(香港中藥材標準第七冊) ✓
——取本品粉末 1.0 g，加乙醇 10 mL，超音波處理 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 溶 液 取 何 首 烏 苷
(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside) 對照標準品，加乙醇製成每 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】(修飾臺灣中藥典第二版 2013)**
——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (15：5：1)
【展開劑 2】(香港中藥材標準第七冊) ✓
——二氯甲烷：乙醇：冰醋酸 (10：5：0.4)
【展開劑 3】(自行開發)
——乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (10：1：0.2)
- (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 於主波長 365 nm 之紫外燈照射下檢視。

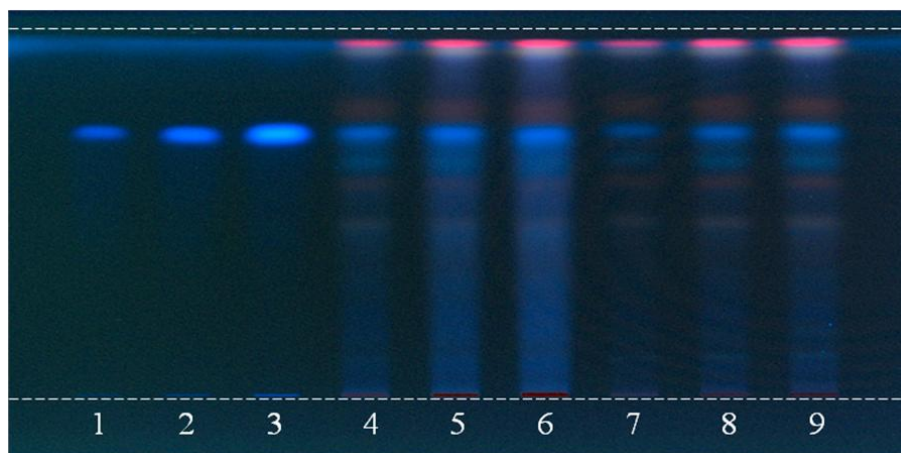
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：105/11/11

相對溼度(RH)：48%

溫度(RT)：25 °C

【展開劑 2】（香港中藥材標準第七冊）——二氯甲烷：乙醇：冰醋酸（10：5：0.4）



編號	名稱	含量
1，2，3	何首烏苷 (2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside) (0.1 mg/mL)	1，2，5 μL
4，5，6	檢品溶液 5【萃取方法 1】	2，5，8 μL
7，8，9	檢品溶液 5【萃取方法 2】	2，5，8 μL

建議萃法：2 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出標準品何首烏苷，而由於條帶顯示較清楚，且所使用的萃取溶劑較安全及廣用，故選擇【萃取方法 2】。

建議點注量：何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside)標準品溶液 1 μL，檢品溶液【萃取方法 2】5 μL。

三、溶媒系統選擇

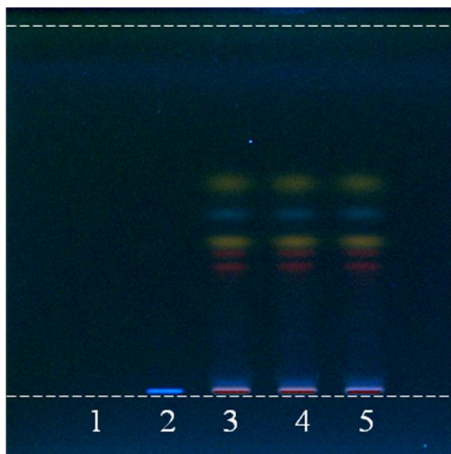
實驗日期：105/11/14

相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：26 °C

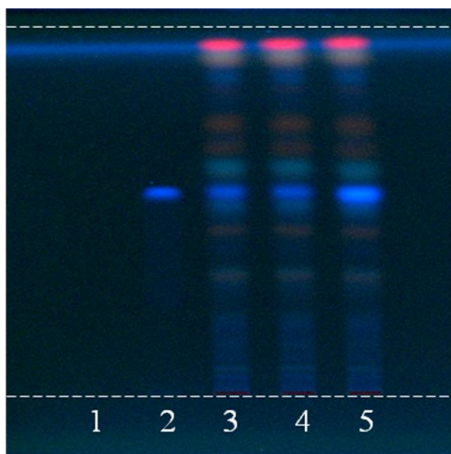
【展開劑 1】(修飾臺灣中藥典第二版 2013)——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (15：5：1)

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第七冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (何首烏苷 R_f 值為 0)



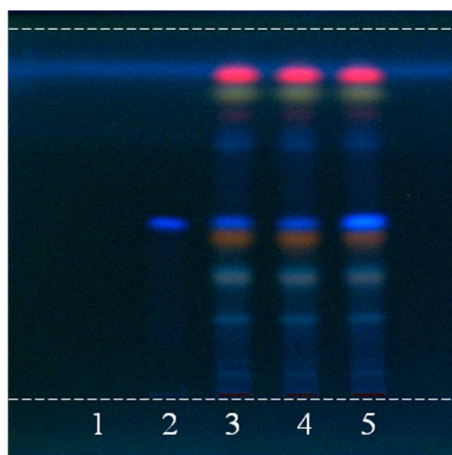
【展開劑 2】(香港中藥材標準第七冊)——二氯甲烷：乙醇：冰醋酸 (10：5：0.4)

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第七冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (何首烏苷 R_f 值為 0.55)



【展開劑 3】 (自行開發)——乙酸乙酯：甲醇：甲酸 (10：1：0.2)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第七冊) —— HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 (何首烏苷 R_f 值為 0.47)



1：Blank

2：何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*- β -D-glucoside)

3，4：檢品溶液

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 2】方式，唯【展開劑 2】及【展開劑 3】可從檢品溶液中分離與檢出何首烏苷，而由於條帶顯示較多，故採用香港中藥材標準第七冊之【展開劑 2】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：105/11/14

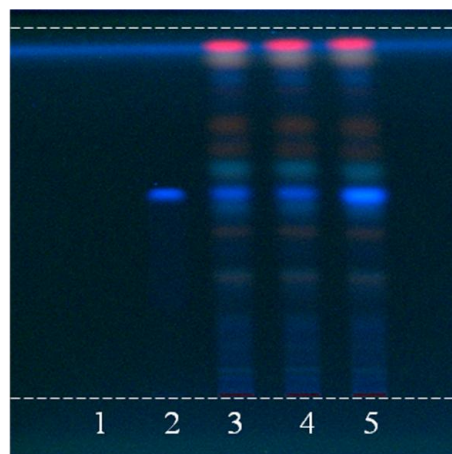
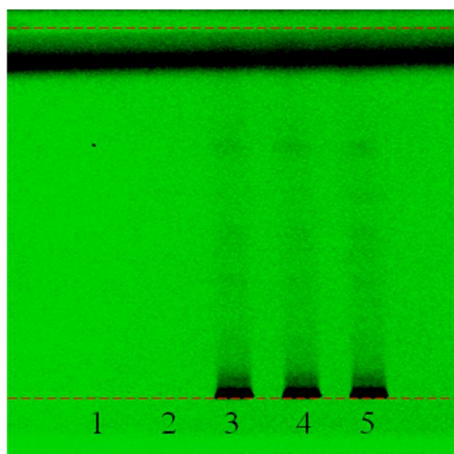
相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：26 °C

【展開劑 2】 (香港中藥材標準第七冊)——二氯甲烷：乙醇：冰醋酸 (10：5：0.4)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第七冊) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第七冊) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1：Blank

2：何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*- β -D-glucoside)

3，4：檢品溶液

5：Spike

建議觀察方式：於紫外光(365 nm)下顯示出較紫外光(254 nm)明顯之何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*- β -D-glucoside)標準品斑點。

五、十家樣品檢測

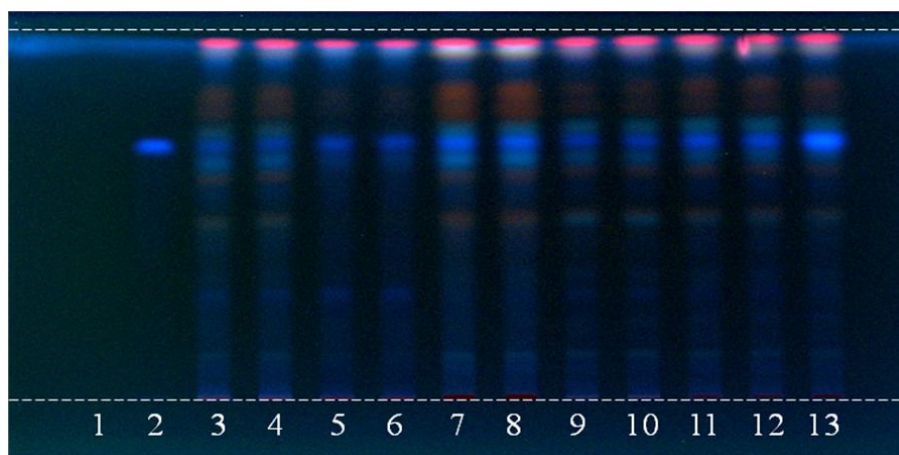
實驗日期：105/11/15

相對溼度(RH)：60%

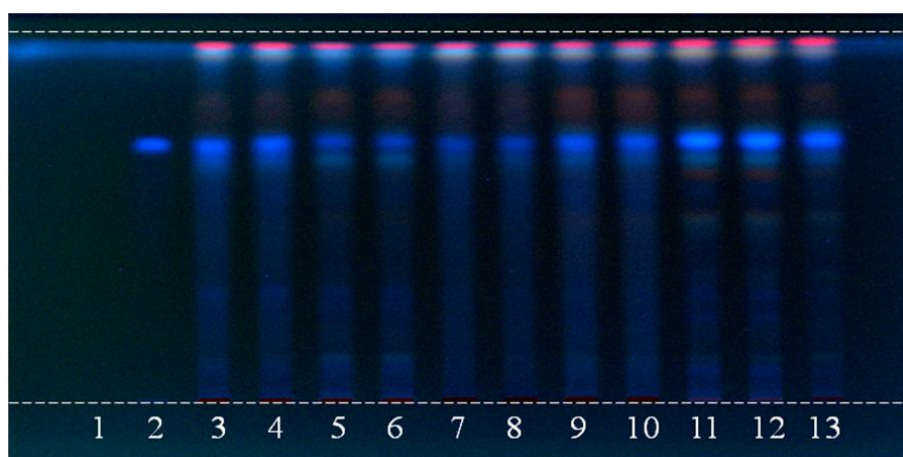
溫度(RT)：26 °C

【展開劑 2】 (香港中藥材標準第七冊)——二氯甲烷：乙醇：冰醋酸 (10：5：0.4)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第七冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2- <i>O</i> - β -D-glucoside) (0.1 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 1 (NF)
5, 6	檢品溶液 2 (NJ-2)
7, 8	檢品溶液 3 (NN)
9, 10	檢品溶液 4 (NR-1)
11, 12	檢品溶液 5 (NR-2)
13	Spike (檢品溶液 5)



1	Blank
2	何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2- <i>O</i> - β -D-glucoside) (0.1 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 6 (SC)
5, 6	檢品溶液 7 (SG)
7, 8	檢品溶液 8 (SR)
9, 10	檢品溶液 9 (ST)
11, 12	檢品溶液 10 (SW)
13	Spike (檢品溶液 5)

結論與建議：以香港中藥材標準第七冊之【萃取方法 2】方式，並以香港中藥材標準第七冊之【展開劑 2】分離與檢出何首烏苷(2,3,5,4'-Tetrahydroxystilbene-2-*O*- β -D-glucoside)條帶顯示較多，於紫外光(365 nm)下檢視較佳。