

射干

(BELAMCANDAE RHIZOMA)

射干 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).....	3
四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3).....	3

射干(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.....	12

射干(飲片)HPLC

一、材料.....	23
二、儀器及層析管柱.....	23
三、實驗藥品及試劑來源.....	23
四、方法.....	23
五、結果.....	26

射干(藥材+飲片)TLC

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.....	34
五、十批射干樣品檢測.....	35
六、十批射干飲片樣品檢測.....	37

射干

(BELAMCANDAE 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射干的乾燥根莖。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：射干

生藥名：BELAMCANDAE RHIZOMA

英文名：Blackberry-lily Rhizome

基原：本品為鳶尾科 Iridaceae 植物射干 *Belamcanda chinensis* (L.) DC. 之乾燥根莖。

採收加工：春初剛發芽或秋末莖葉枯萎時採挖，除去莖葉，曬至半乾，以火燎去鬚根，再曬乾。

藥材性狀：本品呈不規則結節狀，有短分枝，分枝頂端不膨大。長短不定，一般長約 5 cm，直徑 1.0~1.5 cm；表面皺縮，上側有數個大型皿狀凹陷的莖痕，直徑約 1.5 cm，並有環狀葉痕，有時在頂端處留有莖基及葉基部分；根莖的下側及左右兩側，散有多數殘留的鬚根疤痕；鬚根頗堅韌，直徑約 1~2 mm，外表棕黃色，有蠟狀光澤。質堅硬，折斷面顆粒狀，呈黃色，氣微，味稍辣。

飲片性狀：本品呈不規則形或長條形的薄片。外表皮黃褐色、棕褐色或黑褐色，邊緣凹凸不平，可見殘留的鬚根和鬚根痕，有的可見環紋。斷面淡黃色或鮮黃色，可見維管束點痕。氣微，味苦、微辛。

生長分佈：多年生草本植物，莖高 50~110 cm，生於海拔較低的地方，但在雲南地區可在 2000~2200 m 生長。常見於林緣或山坡草地、溝谷及河灘，喜陽光乾燥，但在半蔭蔽處也能生長，宜腐植質砂質壤土。花期 7~9 月，果期 8~10 月。主產於中國湖北、河南、江蘇、安徽等地，以河南產量大，湖北質量好。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 表皮細胞 1 列，內、外壁增厚角質化，有時表皮脫落。
2. 木栓層為數列扁平類長方形或多角形的木栓細胞。
3. 皮層細胞壁微厚，呈類圓形或不規則形。
4. 內皮層常不明顯，為 1 列扁平長圓形之細胞。亦有細胞壁增厚而木栓化者。
5. 中柱維管束為外木包圍型或並立型，散列。
6. 薄壁細胞含澱粉粒，少數細胞含油滴。
7. 草酸鈣柱晶散佈於整個薄壁組織中，以皮層內最多。
8. 其組織性狀與川射干相似，惟可見淡黃色油滴分布於薄壁細胞中。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末黃色。
2. 草酸鈣柱晶常碎斷，完整者長 49~315 μm ，直徑 15~49 μm ，呈四面或多面稜柱體，末端尖或平鈍，偏光顯微鏡下呈亮粉色、亮黃白色或多彩色。
3. 澱粉粒多糊化。未糊化的單粒圓形或橢圓形，直徑 2~14 μm ，臍點點狀或人字狀，較大者隱約可見層紋；複粒稀少，由 2~5 分粒組成，偏光顯微鏡下呈黑十字狀。
4. 導管主要為網紋導管、有緣紋孔導管及螺紋導管，直徑 15~49 μm 。
5. 木栓細胞黃色或淡黃色，表面觀多角形，壁薄，微波狀彎曲。
6. 纖維多成束，較長，末端鈍圓或平截，直徑 9~43 μm ，壁厚約 3 μm ，木質化，偏光顯微鏡下呈亮黃白色。



圖 1A 射干藥材圖



圖 1B 射干飲片藥材圖

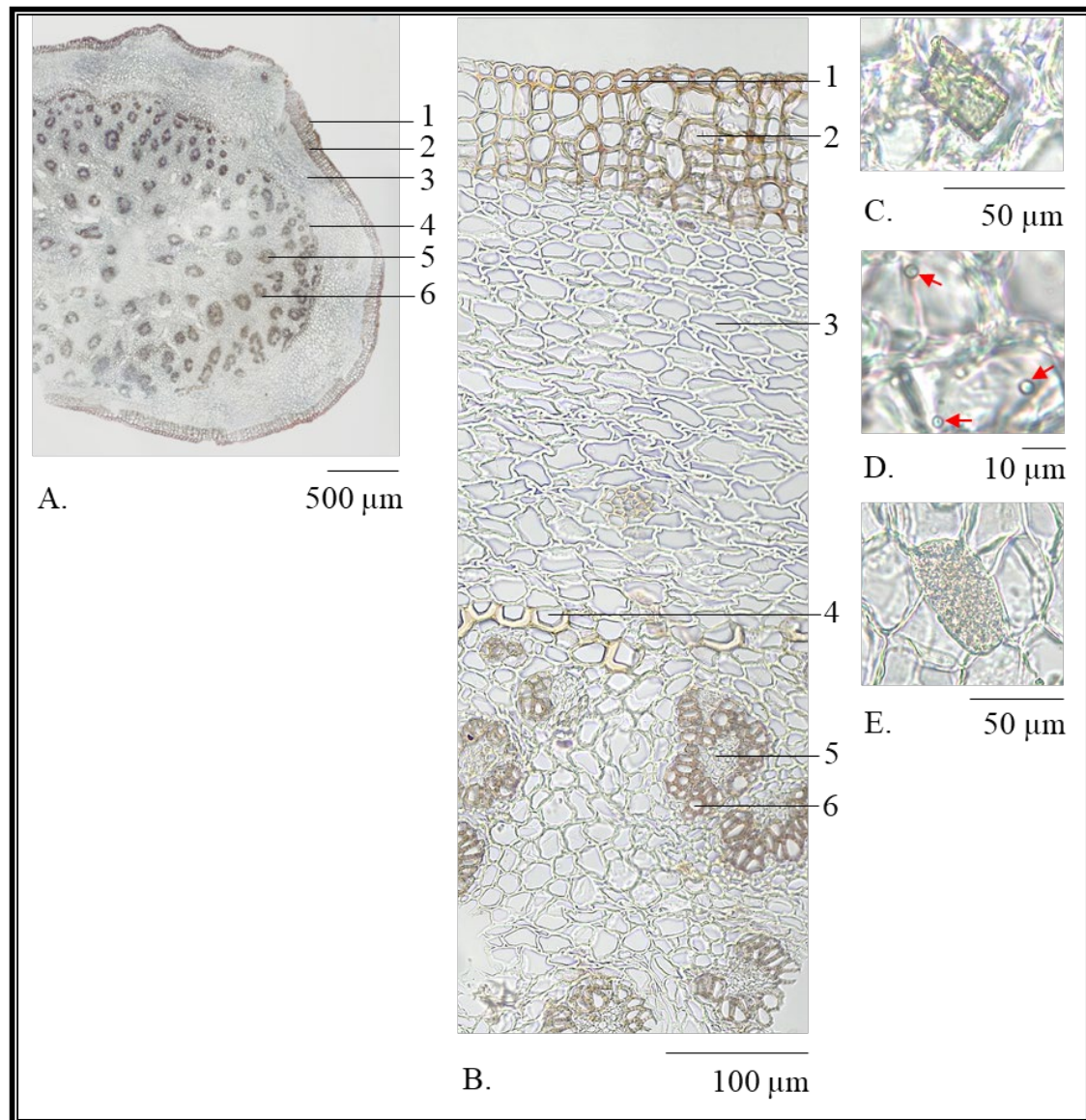


圖 2 射干根莖橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.草酸鈣柱晶 D.澱粉粒 E.油滴

1.表皮 2.木栓層 3.皮層 4.內皮層 5.韌皮部 6.木質部

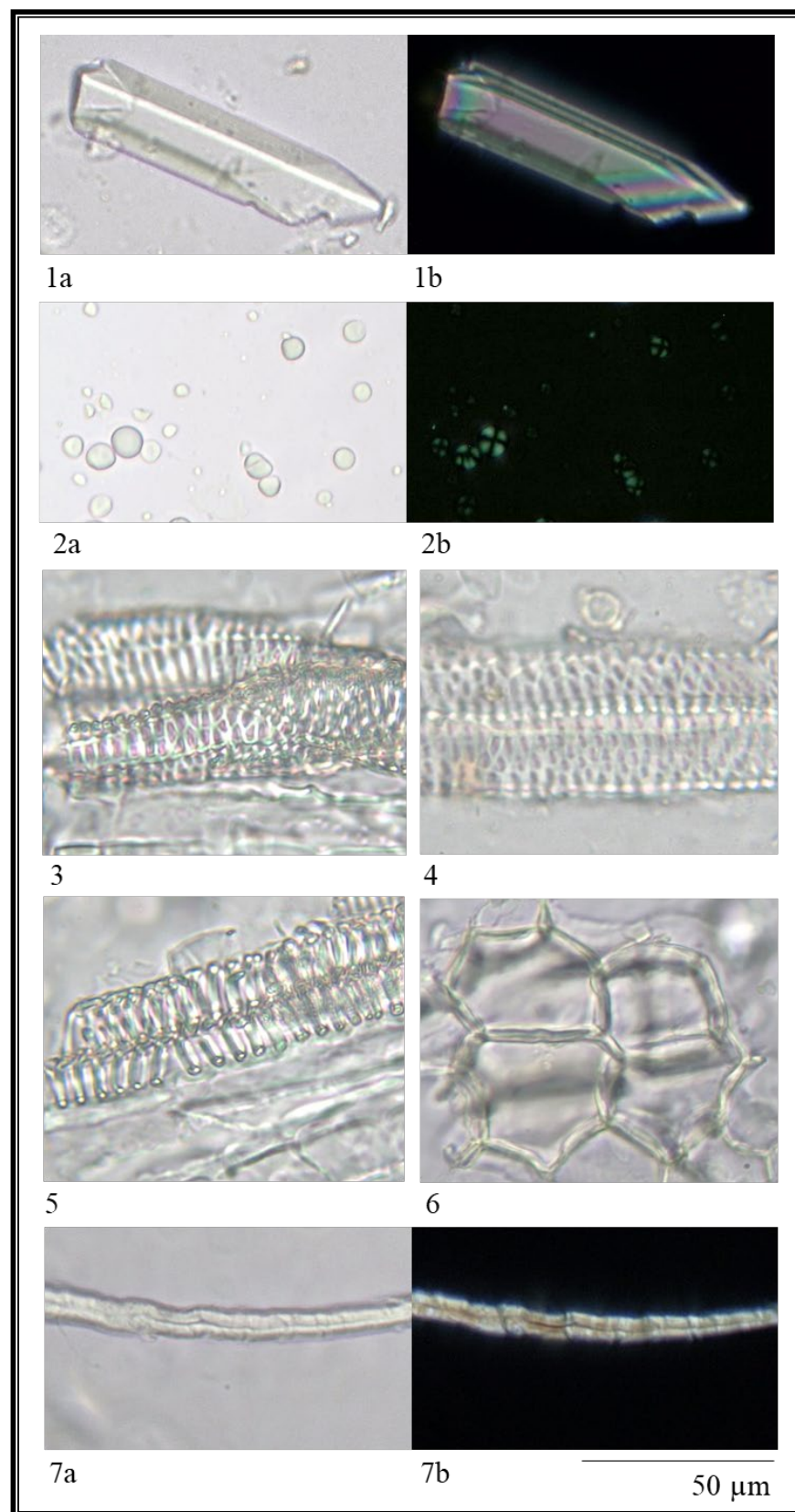


圖 3 射干根莖粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 草酸鈣柱晶 2. 澱粉粒 3. 網紋導管 4. 有緣紋孔導管 5. 螺旋導管

6. 木栓細胞 7. 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。244~245 頁。
2. 行政院衛生署中醫藥委員會編(1999)。中藥材品質管制：組織型態學鑑定。台北市：行政院衛生署中醫藥委員。275~276 頁。
3. 戴新民(1987)。現代本草中國藥材學上冊。啟業書局。485~487 頁。
4. 戴新民(1985)。中藥鑑別手冊。啟業書局。514~517 頁。
5. 戴新民(1978)。中藥栽培法。啟業書局。264 頁。
6. 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(2010)。香港中藥材標準第三冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。273~277 頁。
7. 肖培根等編輯(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。821~827 頁。
8. 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。518 頁。
9. 國家藥典委員會編輯(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。297~298 頁。
10. 趙中振、陳虎彪主編(2016)。中藥顯微鑑定圖典。福建科學技術出版社。172~173 頁。
11. 李家實主編(1993)。中藥鑑定學。貴州科技出版社。175~176 頁。
12. 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。211~212 頁。
13. 蔡少青、王璇主編(2003)。常用中藥材品種整理和質量研究第六冊。北京大學醫學出版社。335~353 頁。

射干(BELAMCANDAE RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店射干藥材共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Waters 2695 Separation Module，包含 Waters 2996、Photodiode Array Detector；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈ AR-II-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)。

(二) UPLC 儀器及層析管柱

Waters AcQuity Ultra Performance LC，包含 Binary Solvent Manager、Sampler Manager、PDA Detector；層析管柱 Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich；甲醇(HPLC grade)購自於 Merck；85% 磷酸購自於 Sigma。

(二) 標準品

標準品次野鳶尾黃素(Irisflorentin)，購自於普思生物科技股份有限公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取條件評估

取本品粉末 2 份，每份準確稱取 0.1 g，分別置 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、

1 小時；另取本品粉末 1 份置 100 mL 圓底瓶中，準確加入甲醇 25 mL，加熱迴流 1 小時，以 No. 1 濾紙過濾，取濾液移入 25 mL 容量瓶中，加入溶媒至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μ m)，即得。每針 10 μ L 注入高效能液相層析儀(HPLC)，以所測得每克重量之標準品次野鳶尾黃素最大波峰面積為最佳射干萃取溶媒。

(二) 最佳萃取時間評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)4 份，每份準確稱取 0.1 g，置 100 mL 圓底瓶中，準確加入甲醇 25 mL，加熱迴流 1 小時、2 小時、3 小時、4 小時，冷卻後以 No. 1 濾紙過濾，取濾液移入 25 mL 容量瓶中，加入甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μ m)，即得。每針 10 μ L 注入 HPLC，並選出最佳萃取時間。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品次野鳶尾黃素 2.0 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含次野鳶尾黃素 200 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 10 μ g/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 0.1 g，置 100 mL 圓底瓶中，準確加入甲醇 25 mL，加熱迴流 1 小時，冷卻後以 No.1 濾紙過濾，取濾液移入 25 mL 容量瓶中，加入甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 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，用標準曲線分別計算溶液中次野鳶尾黃素的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取次野鳶尾黃素標準品儲備溶液適量(200 μ g/mL)，以甲醇稀釋成含次野鳶尾黃素分別為 100、50、20、10、5.0 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 。

(七) 精密度試驗

以次野鳶尾黃素為 10 μ g/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以次野鳶尾黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售射干藥材粉末，依射干藥材檢品溶液製備方法平行製備 5 份射干檢品溶液，進樣測定，以次野鳶尾黃素的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售射干藥材粉末，依射干藥材檢品溶液製備方法製備射干檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以次野鳶尾黃素的波峰面積為指標，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 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

取已知次野鳶尾黃素含量的射干藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.1 g，分別加入 1.0 mL 的次野鳶尾黃素溶液(0.2 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十一) HPLC 分析條件

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈ AR-II-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 266 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.2%磷酸(v/v, %)
0	53	47
30	53	47

(十二) 臺灣市售射干藥材含量測定

取 10 批市售射干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 公式計算樣品次野鳶尾黃素的百分含量。

(十三) 射干檢品之 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 266 nm

3. 流速：0.4 mL/min

4. 管柱溫度：35 °C

5. 注入量：1 μL

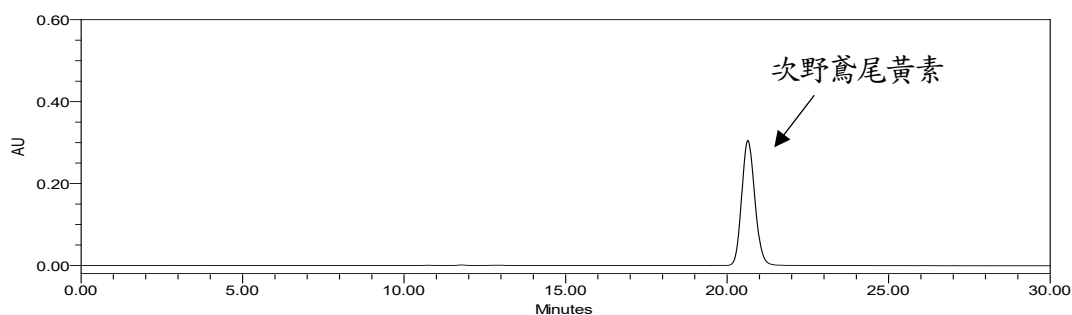
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.2%磷酸(v/v, %)
0	53	47
10	53	47

五、結果

(一) 標準品次野鳶尾黃素之 HPLC 層析

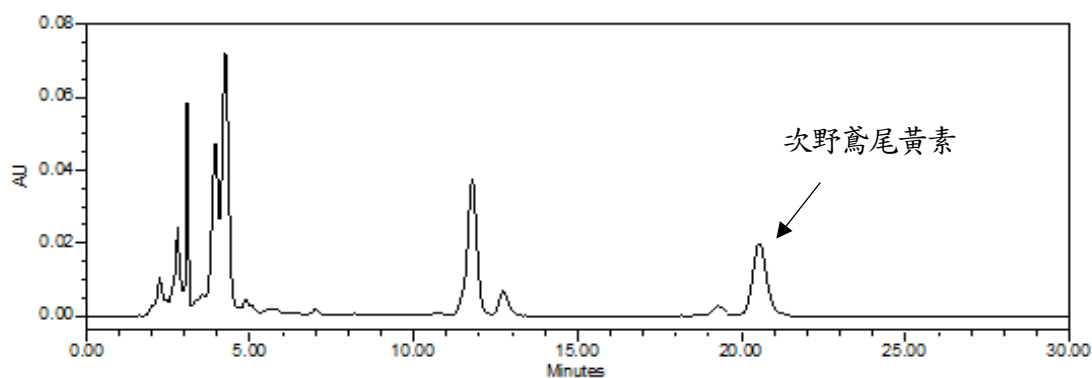
於滯留時間 20.64 分鐘處顯示次野鳶尾黃素標準品波峰(圖一)。



圖一、次野鳶尾黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售射干藥材檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 20.64 分鐘處顯示射干藥材檢品中次野鳶尾黃素波峰(圖二)。次野鳶尾黃素分離率(R)為 2.68，拖尾因子(T)為 1.09，均在系統適用性要求內。



圖二、市售射干藥材檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取條件評估

加熱迴流處理 1 小時條件下，每克藥材重量所得次野鳶尾黃素的波峰面積比超音波振盪 1 小時為大，顯示加熱迴流處理 1 小時為最佳萃取條件。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	次野鳶尾黃素波峰面積	最佳萃取
超音波振盪 30 分鐘	201603	

超音波振盪 1 小時	218816	
加熱迴流 1 小時	237612	√

(四) 最佳萃取時間評估

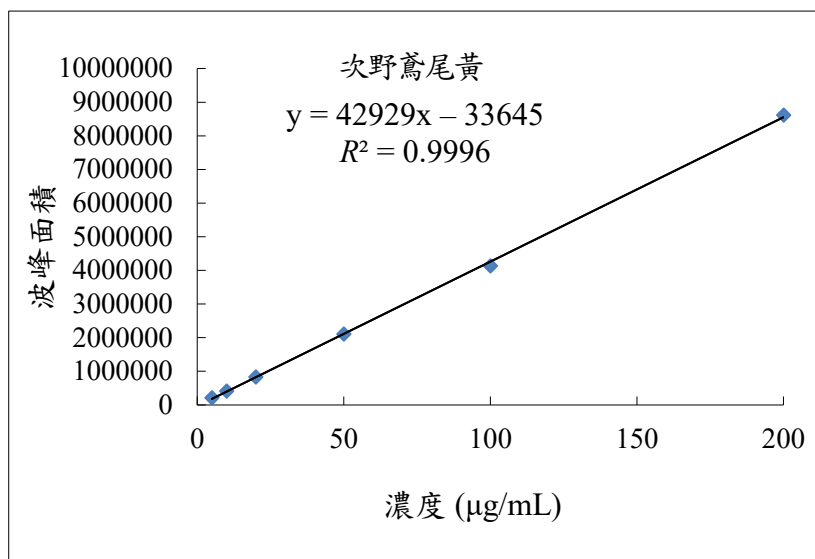
結果顯示萃取 1 小時所得次野鳶尾黃素的波峰面積最大，基本上已將次野鳶尾黃素萃取完全，因此選擇萃取 1 小時是最佳萃取時間。

表二、射干藥材檢品萃取時間評估

加熱迴流	次野鳶尾黃素波峰面積
1 小時	269477
2 小時	255731
3 小時	227625
4 小時	220844

(五) 標準品次野鳶尾黃素檢量線

經不同濃度次野鳶尾黃素(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 $y = 42929x - 33645$ ， $R^2 = 0.9996$ ，顯示濃度在 5.0–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、次野鳶尾黃素之檢量線圖

表三、次野鳶尾黃素之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
次野鳶尾黃素	5.0–200	$y = 42929x - 33645$	0.9996

(六) 精密度試驗

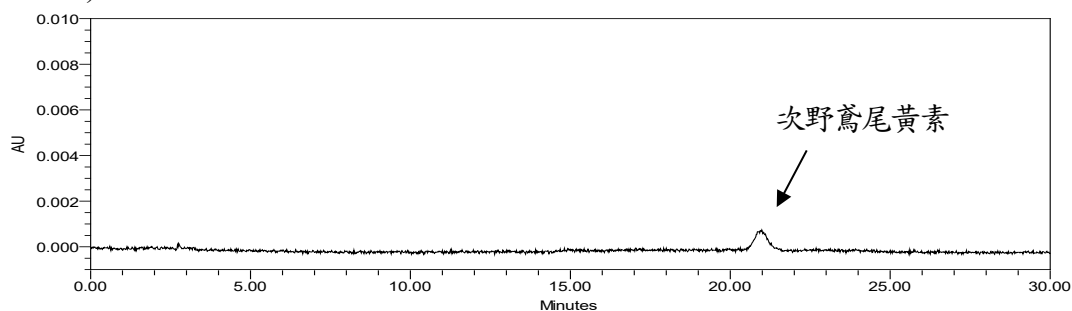
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，次野鳶尾黃素精密度之相對標準差為 0.45%，在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

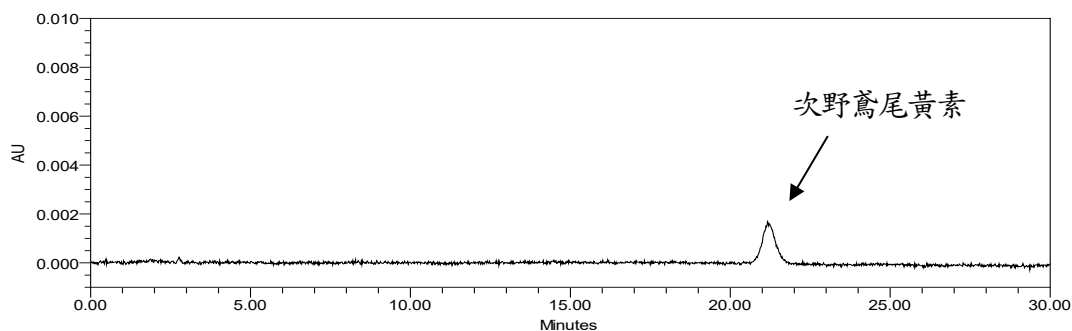
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，次野鳶尾黃素重複性之相對標準差為 2.67%，在系統適用性要求內。次野鳶尾黃素在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準為 1.86%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

次野鳶尾黃素偵測極限為 $0.3 \mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 $1.0 \mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、次野鳶尾黃素之偵測極限層析圖



圖五、次野鳶尾黃素之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	次野鳶尾黃素	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	10 µg/mL	0.45
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.7)	2.67
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.7)	1.86
偵測極限 (n=3)	0.3 µg/mL	-
定量極限 (n=3)	1.0 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

次野鳶尾黃素平均添加回收率為 97.84%，相對標準偏差為 2.44%。

表五、次野鳶尾黃素添加回收率

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	0.10	0.2005	0.2	0.3937	96.59	97.84	2.44
2	0.10	0.2005	0.2	0.3942	96.83		
3	0.10	0.2005	0.2	0.4037	101.61		
4	0.10	0.2005	0.2	0.3915	95.52		
5	0.10	0.2005	0.2	0.3978	98.66		

(十) 臺灣市售射干藥材含量測定

10 批射干藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，次野鳶尾黃素的含量為 0.118–0.232%，建議射干藥材指標成分次野鳶尾黃素的含量不得少於 0.1%。理論板數按次野鳶尾黃素波峰計算應不低於 8000 (實際值為 12926)。

表六、臺灣市售射干檢品之次野鳶尾黃素的含量

藥材編號(No.)	次野鳶尾黃素含量(%)
1 (NA)	0.168
2 (ND)	0.118
3 (NFB)	0.171
4 (NJ)	0.231
5 (NR)	0.171
6 (CAB)	0.199
7 (CA-1)	0.203
8 (CA-2)	0.225

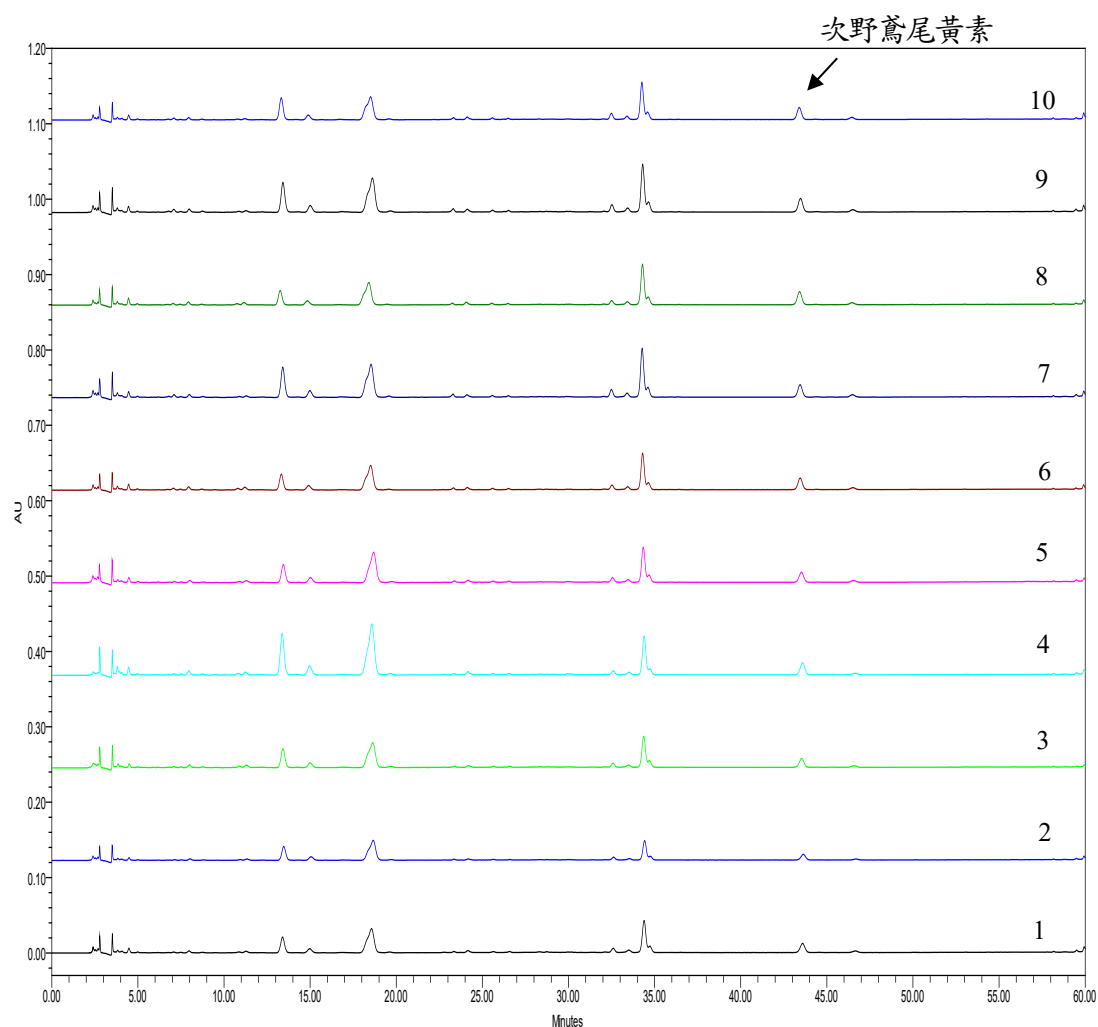
9 (CA-3)	0.232
10 (SU-2)	0.205
平均值±S.D.	0.192±0.036

(十一) 射干藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售射干藥材檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈ AR-II-C18 Column (250 $\times$ 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 266 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35 $^{\circ}$ C
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

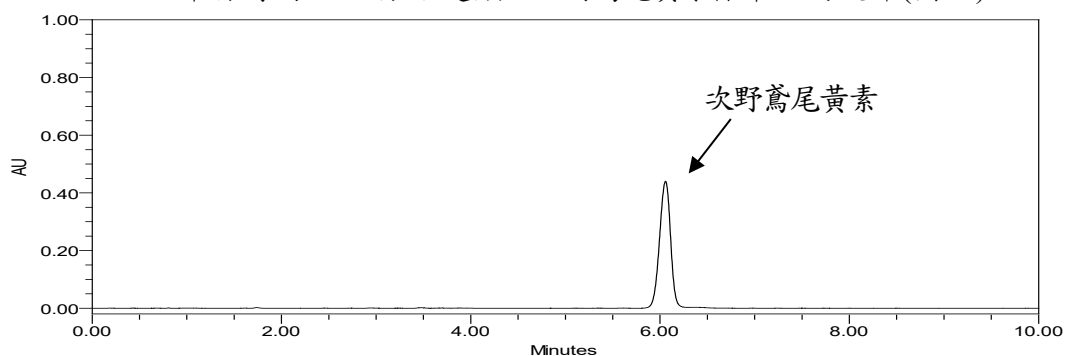
時間(min)	乙腈(%)	0.2%磷酸(v/v, %)
0	18	82
15	20	80
25	33	67
45	40	60
50	53	47
60	100	0



圖六.、10 批射干藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品次野鳶尾黃素之 UPLC 層析

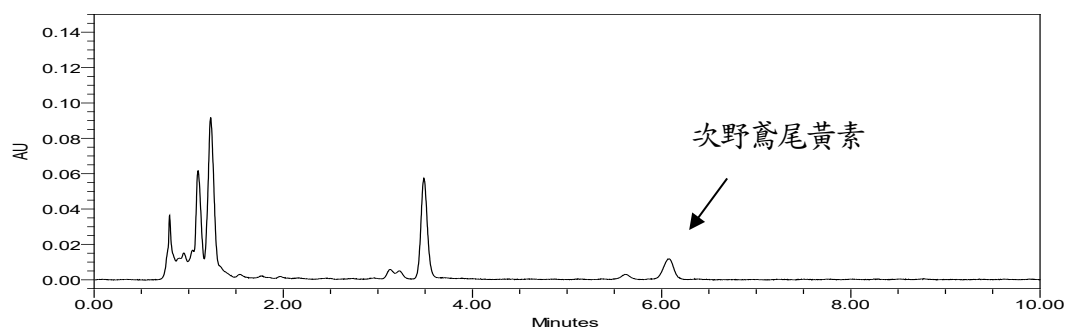
於滯留時間 6.05 分鐘處顯示次野鳶尾黃素標準品的波峰(圖七)。



圖七、次野鳶尾黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售射干藥材檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 6.08 分鐘處顯示射干藥材檢品中次野鳶尾黃素的波峰(圖八)。

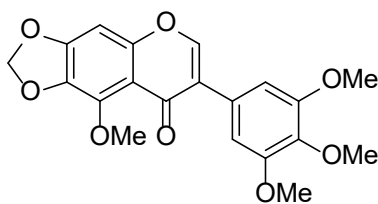


圖八、市售射干藥材檢品之 UPLC 層析圖

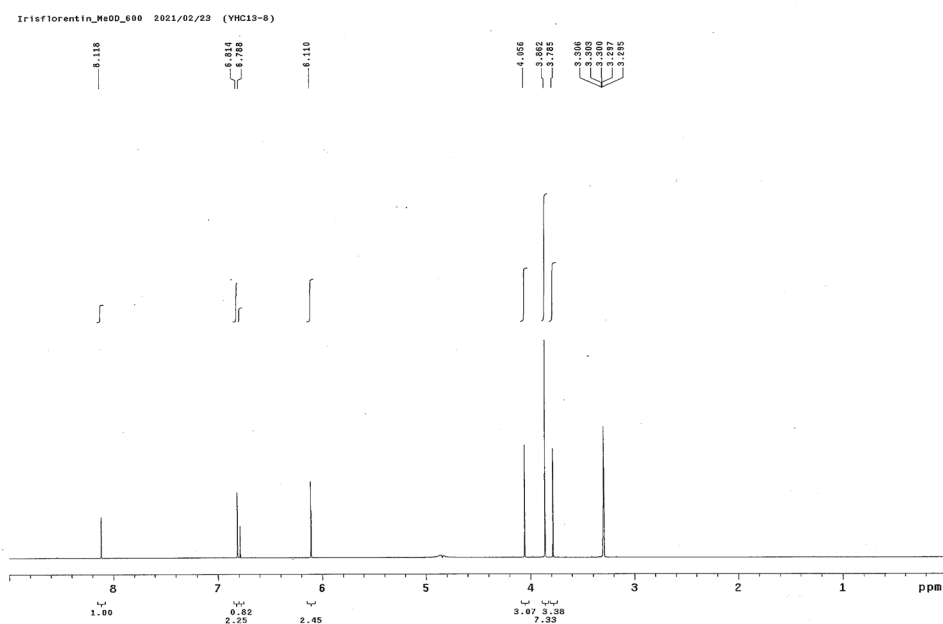
(十四) 次野鳶尾黃素的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{20}H_{18}O_8$ ；分子量：386.4；熔點：173–175 °C；白色粉末。

(十五) 次野鳶尾黃素的結構

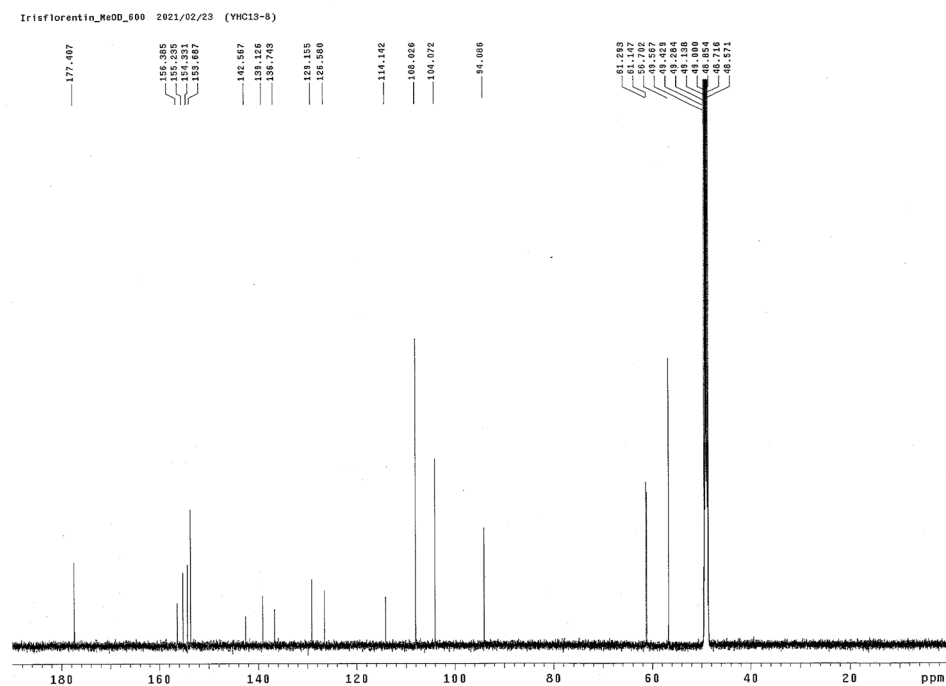


(十六) 次野鳶尾黃素的 ^1H NMR 圖譜



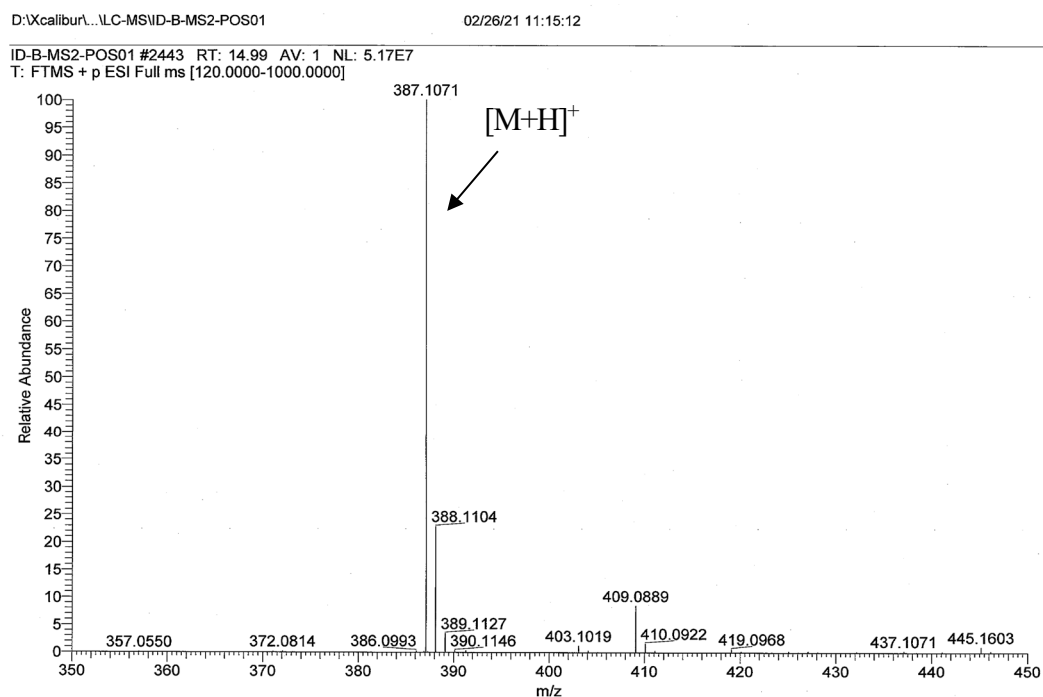
圖九、次野鳶尾黃素的 ^1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七) 次野鳶尾黃素的 ^{13}C NMR 圖譜



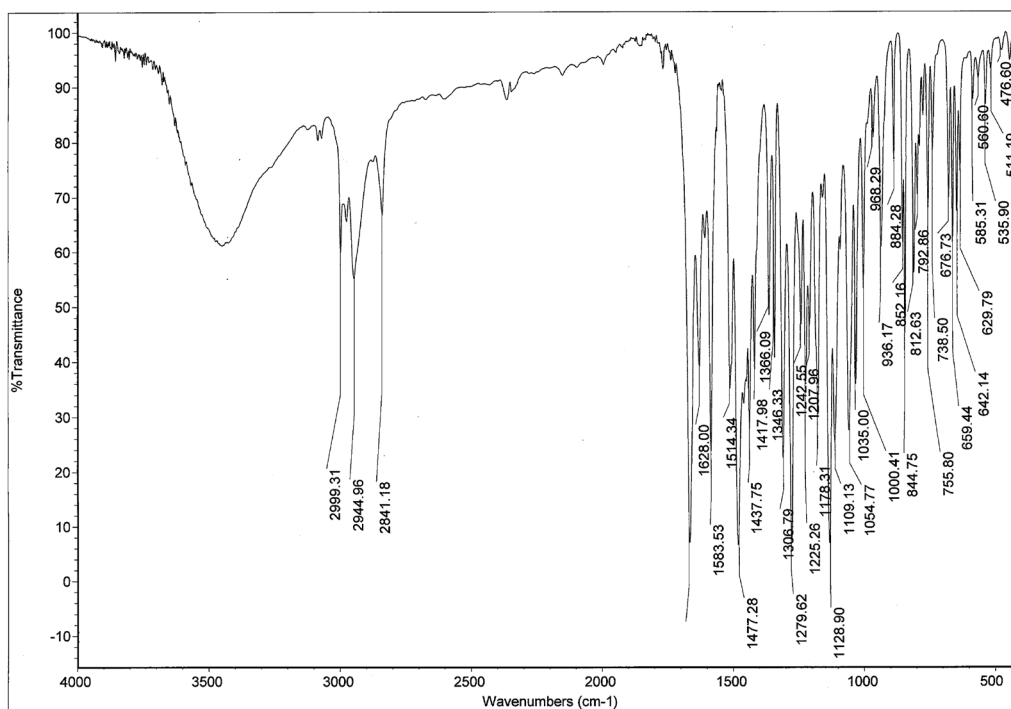
圖十、次野鳶尾黃素的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 次野鳶尾黃素的 ESI-MS 圖譜



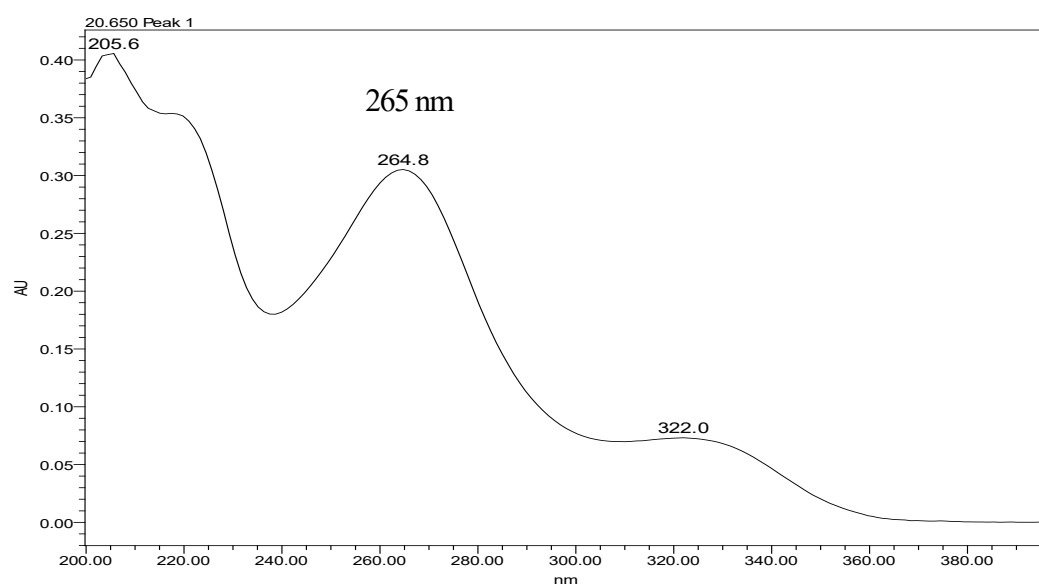
圖十一、次野鳶尾黃素的 ESI-MS 圖譜

(十九) 次野鳶尾黃素的 FTIR 圖譜



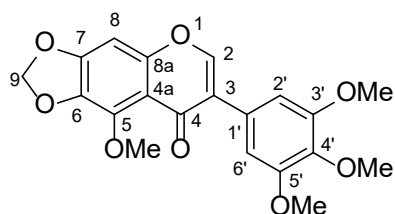
圖十二、次野鳶尾黃素的 FTIR 圖譜

(二十) 次野鳶尾黃素的 UV 圖譜



圖十三、次野鳶尾黃素的 UV 圖譜

(二十一) 次野鳶尾黃素的氫、碳化學位移



次野鳶尾黃素

表七、次野鳶尾黃素的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	8.12 (s)	153.7
3	-	126.6*
4	-	177.4
4a	-	114.1
5	-	142.6
6	-	136.7
7	-	155.2
8	6.79 (s)	94.1
8a	-	156.4
9	6.11 (s)	104.1
1'	-	129.2*
2',6'	6.81 (s)	108.0
3',5'	-	154.3
4'	-	139.1
5-OMe	4.06 (s)	61.3
3',5'-OMe	3.86 (s)	56.7
4'-OMe	3.79 (s)	61.1

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

射干飲片(BELAMCANDAE RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店射干飲片共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Waters 2695 Separation Module，包含 Waters 2996、Photodiode Array Detector；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈ AR-II-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)。

(二) UPLC 儀器及層析管柱

Waters AcQuity Ultra Performance LC，包含 Binary Solvent Manager、Sampler Manager、PDA Detector；層析管柱 Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich；甲醇(HPLC grade)購自於 Merck；85% 磷酸購自於 Sigma。

(二) 標準品

標準品次野鳶尾黃素(Irisflorentin)，購自於普思生物科技股份有限公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取條件評估

射干飲片最佳萃取條件同射干藥材。

(二) 最佳萃取時間評估

射干飲片最佳萃取時間同射干藥材。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品次野鳶尾黃素 2.0 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含次野鳶尾黃素 200 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 10 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 0.1 g，置 100 mL 圓底瓶中，準確加入甲醇 25 mL，加熱迴流 1 小時，冷卻後以 No.1 濾紙過濾，取濾液移入 25 mL 容量瓶中，加入甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 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，用標準曲線分別計算溶液中次野鳶尾黃素的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取次野鳶尾黃素標準品儲備溶液適量(200 μ g/mL)，以甲醇稀釋成含次野鳶尾黃素分別為 100、50、20、10、5.0 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 。

(七) 精密度試驗

以次野鳶尾黃素為 10 μ g/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以次野鳶尾黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售射干飲片粉末，依射干飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份射干飲片檢品溶液，進樣測定，以次野鳶尾黃素的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售射干飲片粉末，依射干飲片檢品溶液製備方法製備射干飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以次野鳶尾黃素的波峰面積為指標，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 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

取已知次野鳶尾黃素含量的射干飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.1 g，分別加入 1 mL 的次野鳶尾黃素溶液(0.2 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十一) HPLC 分析條件

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈ AR-II-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 266 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.2%磷酸(v/v, %)
0	53	47
30	53	47

(十二) 臺灣市售射干飲片含量測定

取 10 批市售射干飲片依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μL 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品次野鳶尾黃素的百分含量。

(十三) 射干飲片檢品之 UPLC 層析條件

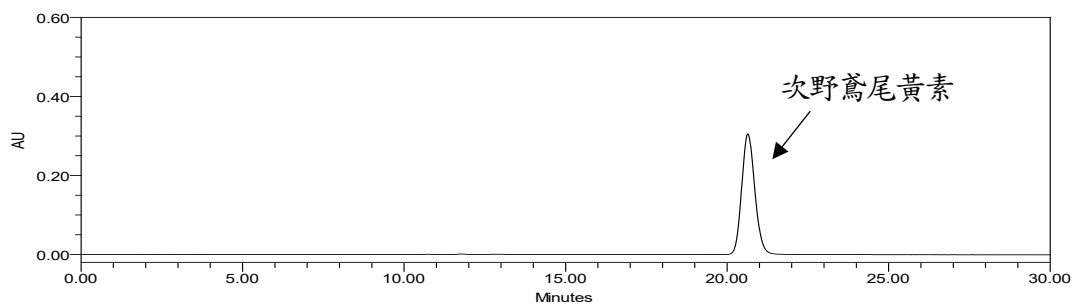
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 266 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	0.2%磷酸(v/v, %)
0	53	47
10	53	47

五、結果

(一) 標準品次野鳶尾黃素之 HPLC 層析

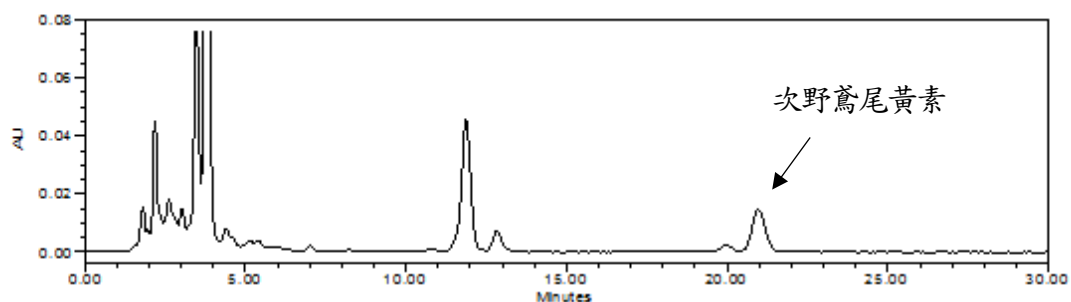
於滯留時間 20.64 分鐘處顯示次野鳶尾黃素標準品波峰(圖一)。



圖一、次野鳶尾黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售射干飲片檢品之 HPLC 層析

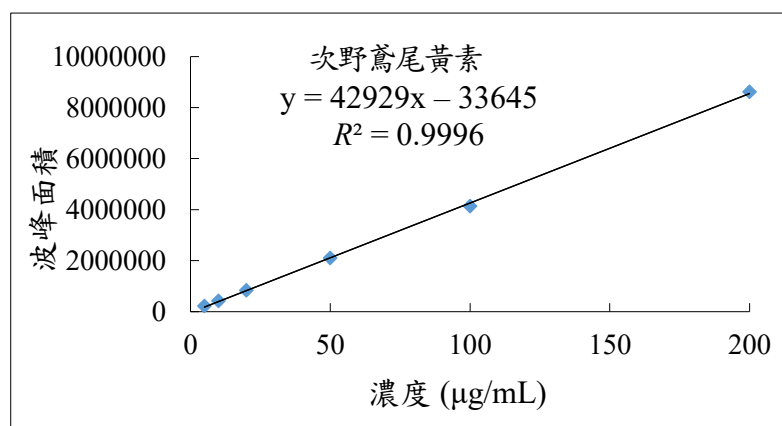
於滯留時間 20.91 分鐘處顯示射干檢品中次野鳶尾黃素波峰(圖二)。次野鳶尾黃素分離率(R)為 1.85, 拖尾因子(T)為 1.08, 均在系統適用性要求內。



圖二、市售射干飲片檢品之 HPLC 層析圖

(三) 標準品次野鳶尾黃素檢量線

經不同濃度次野鳶尾黃素(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 $y = 42929x - 33645$, $R^2 = 0.9996$, 顯示濃度在 5.0–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、次野鳶尾黃素之檢量線圖

表一、次野鳶尾黃素之檢量線方程式

對照標準品	濃度(µg/mL)	線性回歸方程式	R^2
次野鳶尾黃素	5.0–200	$y = 42929x - 33645$	0.9996

(四) 精密度試驗

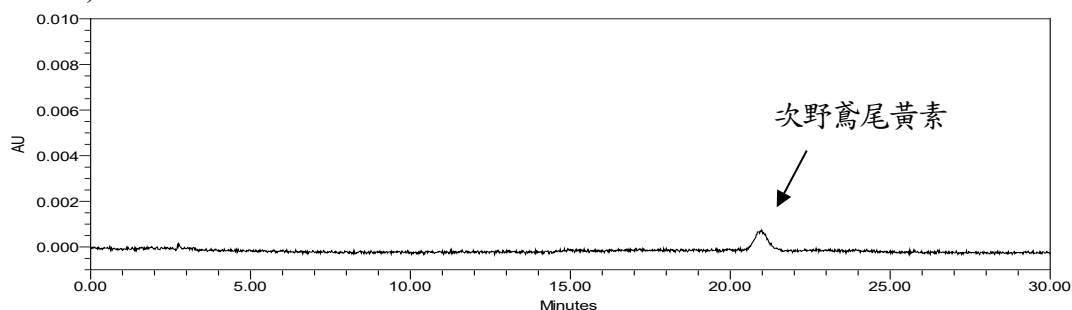
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，次野鳶尾黃素精密度之相對標準差為 0.45%，在系統適用性要求內。

(五) 重複性與穩定性試驗

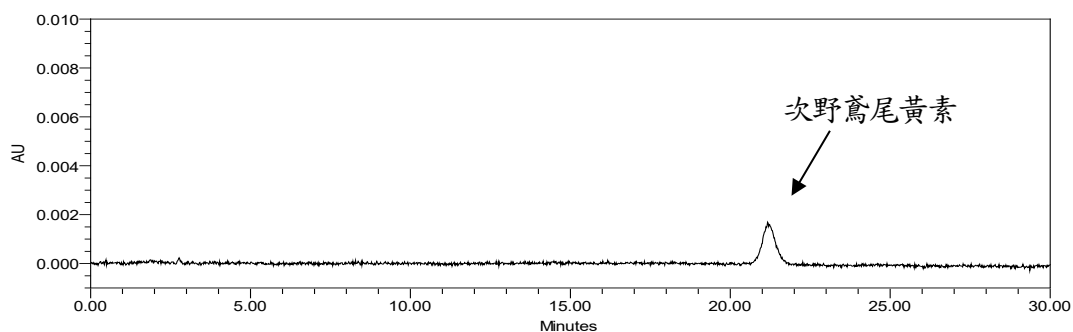
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，次野鳶尾黃素重複性之相對標準差為 2.84%，在系統適用性要求內。次野鳶尾黃素在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準為 1.51%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

次野鳶尾黃素偵測極限為 0.3 µg/mL (圖四)，定量極限為 1.0 µg/mL (圖五)。



圖四、次野鳶尾黃素之偵測極限層析圖



圖五、次野鳶尾黃素之定量極限層析圖

表二、各項檢驗分析

檢測項目	次野鳶尾黃素	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	10 µg/mL	0.45
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.5)	2.84
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.5)	1.51
偵測極限 (n=3)	0.3 µg/mL	-
定量極限 (n=3)	1.0 µg/mL	-

(七) 添加回收率試驗

次野鳶尾黃素平均添加回收率為 94.08%，相對標準偏差為 2.81%。

表三、次野鳶尾黃素添加回收率

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	0.102	0.1924	0.2	0.3762	91.92	94.08	2.81
2	0.102	0.1924	0.2	0.3782	92.91		
3	0.102	0.1924	0.2	0.3894	98.48		
4	0.102	0.1924	0.2	0.3815	94.55		
5	0.102	0.1924	0.2	0.3775	92.54		

(八) 臺灣市售射干飲片含量測定

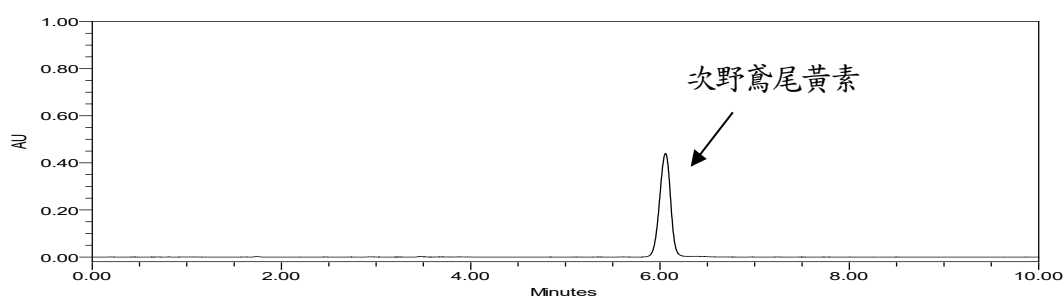
10 批射干飲片之含量測定結果(乾燥品)如表四所示，次野鳶尾黃素的含量為 0.129–0.205%，建議射干飲片指標成分次野鳶尾黃素的含量不得少於 0.1%。理論板數按次野鳶尾黃素波峰計算應不低於 5000 (實際值為 11483)。

表四、臺灣市售射干飲片檢品之次野鳶尾黃素的含量

藥材編號(No.)	次野鳶尾黃素含量(%)
1 (NF)	0.171
2 (NN)	0.205
3 (NJ)	0.129
4 (CA)	0.159
5 (CD)	0.201
6 (SA)	0.151
7 (SC)	0.192
8 (SE)	0.152
9 (SD)	0.156
10 (SJ)	0.158
平均值±S.D.	0.167±0.025

(九) 標準品次野鳶尾黃素之 UPLC 層析

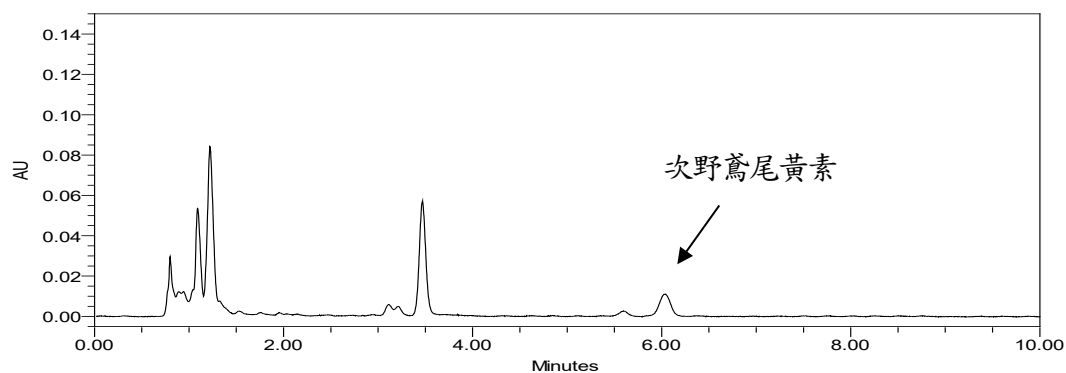
於滯留時間 6.05 分鐘處顯示次野鳶尾黃素標準品的波峰(圖六)。



圖六、次野鳶尾黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售射干飲片檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 6.04 分鐘處顯示射干飲片檢品中次野鳶尾黃素的波峰(圖七)。



圖七、市售射干飲片檢品之 UPLC 層析圖

射干

中文名：射干

生藥拉丁名：BELAMCANDAE RHIZOMA

英文名：Blackberry-lily Rhizome

基 原：本品為鳶尾科 Iridaceae 植物射干 *Belamcanda chinensis* (L.) DC.之乾燥根莖。

一、方法

- (一) 檢 品 溶 液 【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》✓
——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】《中華人民共和國藥典 2020》
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濃縮至 1.5 mL 作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取次野鳶尾黃素(Irisflorentin)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液，作為對照標準品溶液。
- (三) 薄 層 板 HPTLC silica gel 60 F₂₅₄，10 cm × 10 cm、20 cm × 10 cm
- (四) 展 開 劑 【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》
——乙酸乙酯：甲醇：水 (10：2：1)
【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》
——三氯甲烷：丁酮：甲醇 (3：1：1)
【展開劑 3】《香港中藥材標準第三冊》
——石油醚(60～80℃)：乙酸乙酯 (1：1)
【展開劑 4】(自行開發)✓
——正己烷：乙酸乙酯：無水乙酸 (10：9：1)
- (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 風乾後，置於紫外光(254 nm)下檢視。

二、萃法選擇及濃度測試

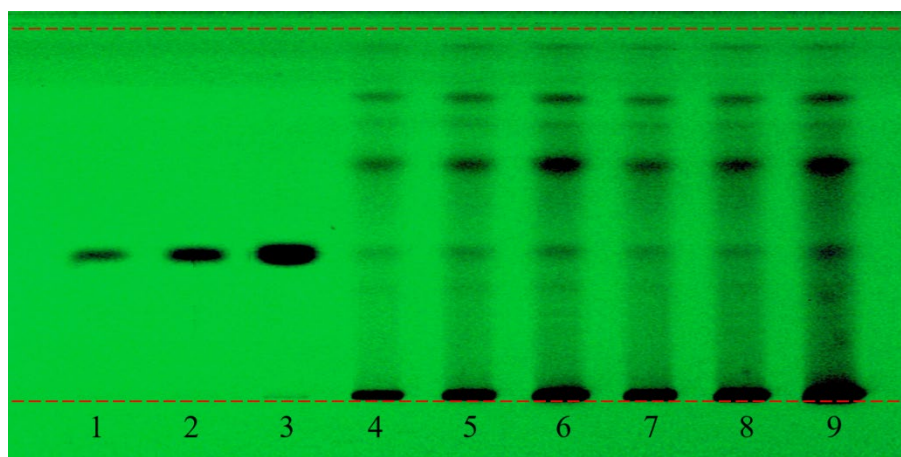
實驗日期：110/03/04

相對溼度(RH)：42%

溫度(RT)：23.2 °C

【展開劑 4】(自行開發)——正己烷：乙酸乙酯：無水乙酸 (10：9：1)

—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



編號	名稱	點注量
1，2，3	次野鳶尾黃素(0.5 mg/mL)	1，2，5 μ L
4，5，6	檢品溶液 8【萃取方法 1】	2，5，8 μ L
7，8，9	檢品溶液 8【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標準品次野鳶尾黃素，因萃取方法簡便，故維持臺灣中藥典萃取法採用【萃取方法 1】。

建議點注量：次野鳶尾黃素 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】8 μ L。

三、溶媒系統選擇

實驗日期：110/03/04

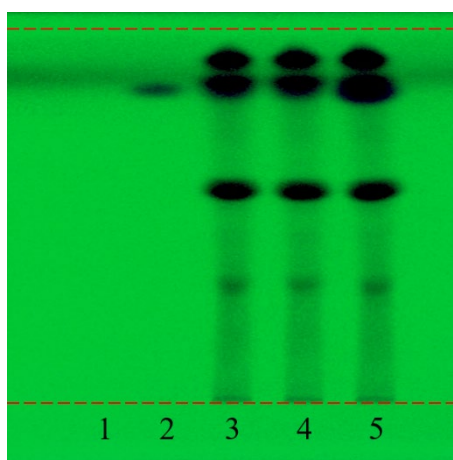
相對溼度(RH)：42%

溫度(RT)：23.2 °C

【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——乙酸乙酯：甲醇：水 (10：2：1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》

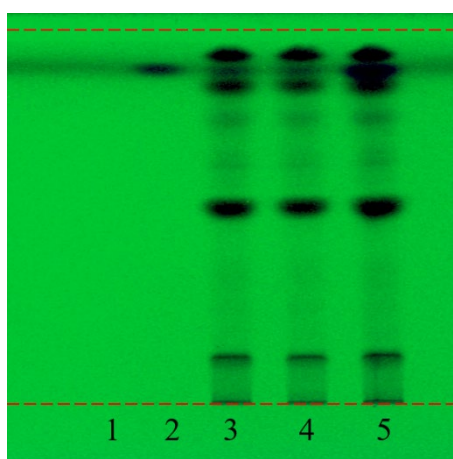
——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(次野蔴尾黃素 R_f 值為 0.89)



【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》——三氯甲烷：丁酮：甲醇 (3：1：1)

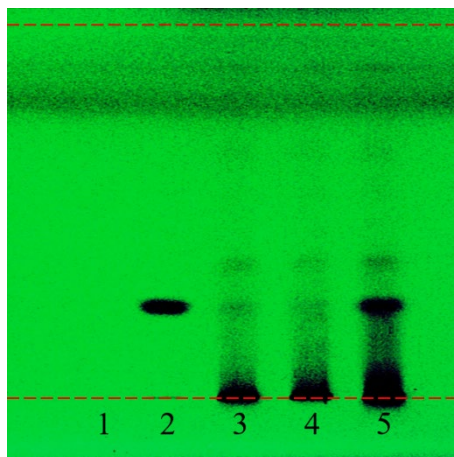
【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》

——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(次野蔴尾黃素 R_f 值為 0.95)



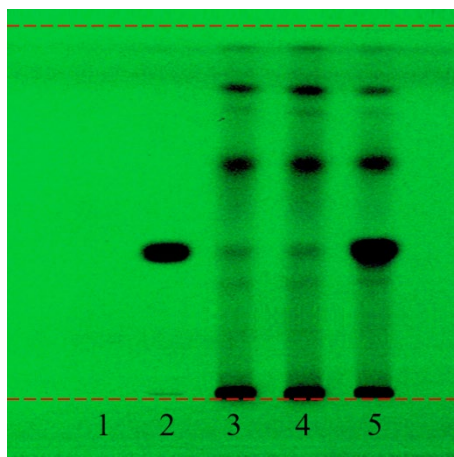
【展開劑 3】《香港中藥材標準第三冊》——石油醚(60~80℃)：乙酸乙酯
(1：1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》
——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(次野鳶尾黃素 R_f 值為 0.25)



【展開劑 4】(自行開發)——正己烷：乙酸乙酯：無水乙酸 (10：9：1) ✓

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》
——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(次野鳶尾黃素 R_f 值為 0.39)



1：Blank

2：次野鳶尾黃素

3，4：檢品溶液 8

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式，以自行開發之【展開劑 4】展開，次野鳶尾黃素之 R_f 值適中，且方法簡單分離較佳，故採用自行開發之【展開劑 4】。

四、觀察方式選擇

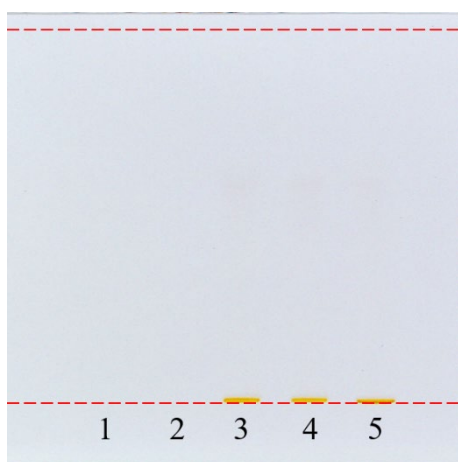
實驗日期：110/03/04

相對溼度(RH)：42%

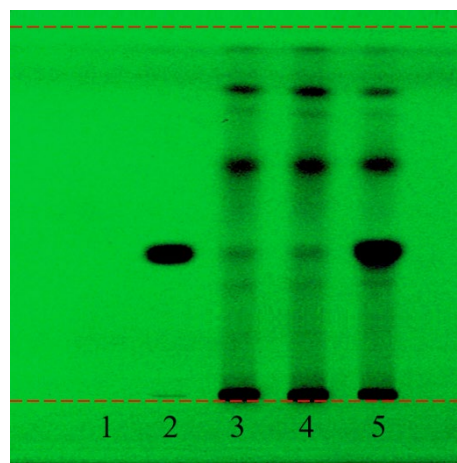
溫度(RT)：23.2 °C

【展開劑 4】(自行開發)——正己烷：乙酸乙酯：無水乙酸 (10：9：1)

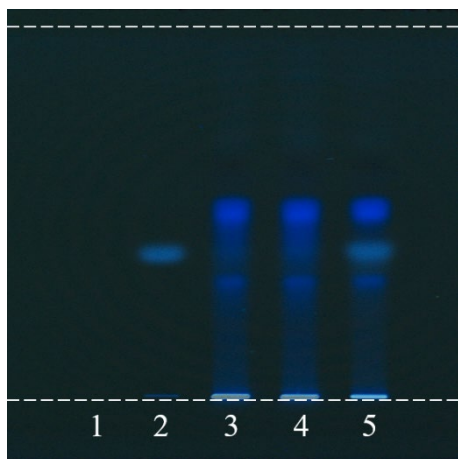
【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》——HPTLC 可見光檢出



【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出✓



【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1：Blank

2：次野鳶尾黃素

3，4：檢品溶液 8

5：Spike

建議觀察方式：於紫外光(254 nm)，有較明顯分離之條帶。

五、十批射干樣品檢測

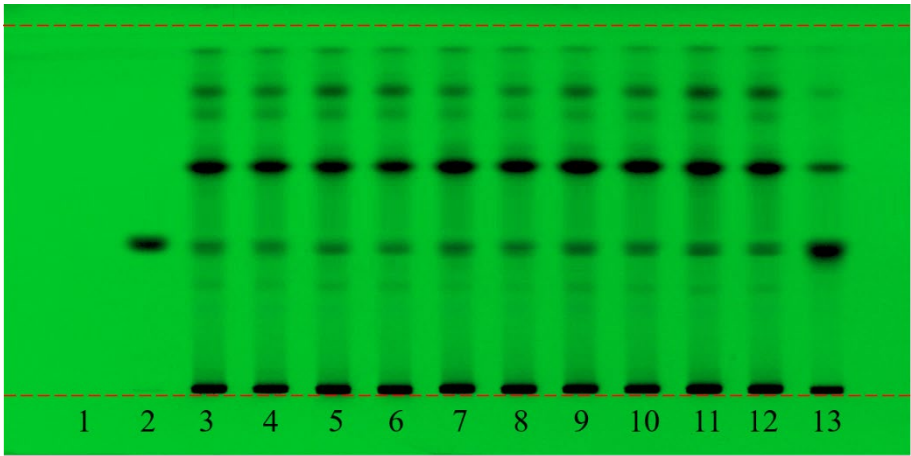
實驗日期：110/03/04

相對溼度(RH)：42%

溫度(RT)：23.2 °C

【展開劑 4】(自行開發)——正己烷：乙酸乙酯：無水乙酸 (10：9：1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》
——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

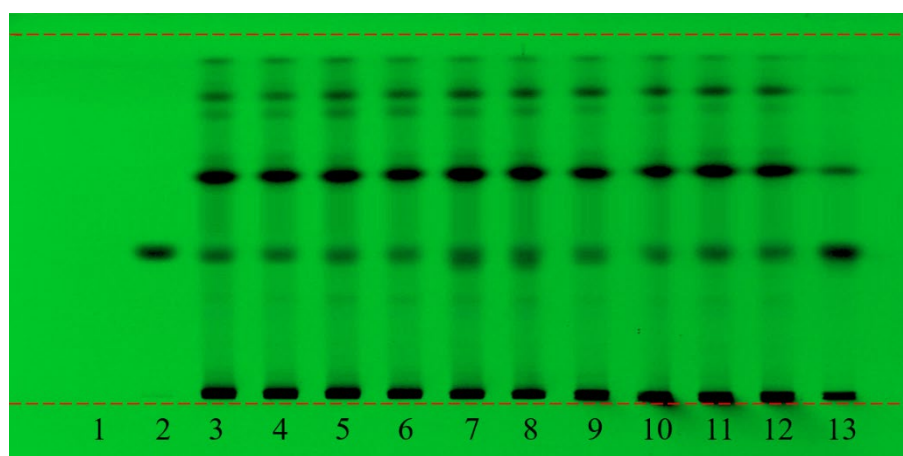


1	Blank
2	次野鳶尾黃素(0.5 mg/mL)
3，4	檢品溶液 1 (NA)
5，6	檢品溶液 2 (ND)
7，8	檢品溶液 3 (NFB)
9，10	檢品溶液 4 (NJ)
11，12	檢品溶液 5 (NR)
13	Spike (檢品溶液 8)

【展開劑 4】(自行開發)——正己烷：乙酸乙酯：無水乙酸 (10：9：1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》

——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



1	Blank
2	次野鳶尾黃素(0.5 mg/mL)
3，4	檢品溶液 6 (CA1)
5，6	檢品溶液 7 (CA3)
7，8	檢品溶液 8 (CA3)
9，10	檢品溶液 9 (CAB)
11，12	檢品溶液 10 (SU2)
13	Spike (檢品溶液 8)

結論與建議：以臺灣中藥典，香港中藥材標準之【萃取方法 1】方式，以自行開發之【展開劑 4】分離與檢出次野鳶尾黃素較佳，於紫外光(2545 nm)下檢視較佳。

射干(飲片)

六、十批射干飲片樣品檢測

實驗日期：110/03/04

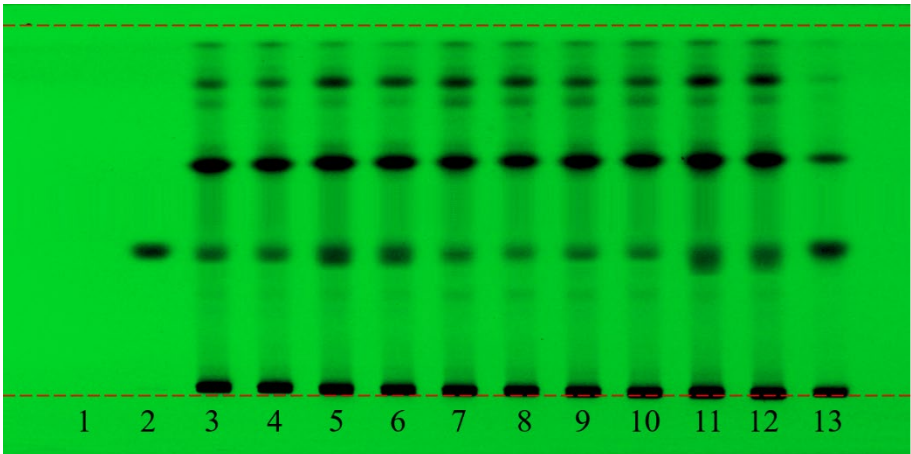
相對溼度(RH)：42%

溫度(RT)：23.2 °C

【展開劑 4】(自行開發)——正己烷：乙酸乙酯：無水乙酸 (10：9：1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》

——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

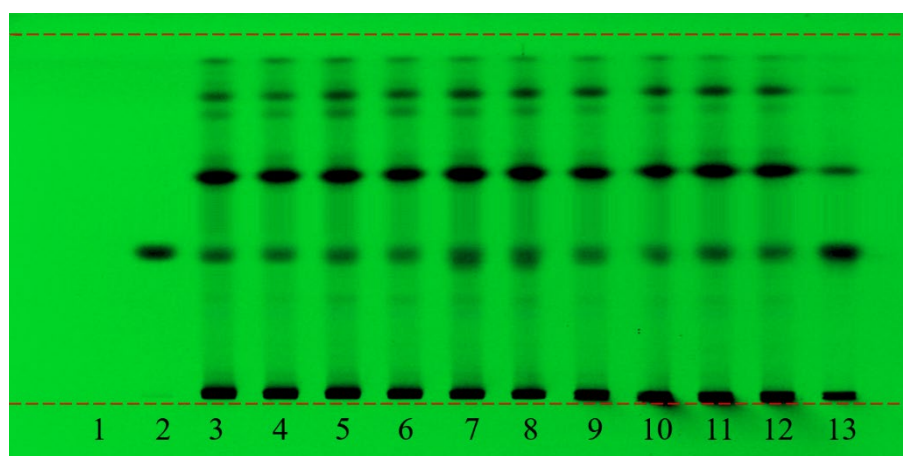


1	Blank
2	次野鳶尾黃素(0.5 mg/mL)
3，4	檢品溶液 1 (NF)
5，6	檢品溶液 2 (NN)
7，8	檢品溶液 3 (NJ)
9，10	檢品溶液 4 (CA)
11，12	檢品溶液 5 (CD)
13	Spike (檢品溶液 1)

【展開劑 4】(自行開發)——正己烷：乙酸乙酯：無水乙酸 (10：9：1)

【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，《香港中藥材標準第三冊》

——HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



1	Blank
2	次野鳶尾黃素(0.5 mg/mL)
3，4	檢品溶液 6 (SA)
5，6	檢品溶液 7 (SE)
7，8	檢品溶液 8 (SC)
9，10	檢品溶液 9 (SD)
11，12	檢品溶液 10 (SJ)
13	Spike (檢品溶液 1)

結論與建議：飲片鑑別同藥材。