

白朮

(ATRACYLODIS MACROCEPHALAE RHIZOMA)

白朮 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

白朮 藥材 HPLC

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

白朮 飲片 HPLC

一、材料.....	21
二、儀器及層析管柱.....	21
三、實驗藥品及試劑來源.....	21
四、方法.....	21
五、結果.....	24

白朮 TLC

一、方法.....	29
二、萃法選擇及濃度測試.....	30
三、溶媒系統選擇.....	31
四、觀察方式選擇.....	33
五、十批白朮藥材樣品檢測.....	34
六、十批白朮飲片檢測.....	36

白朮

(ATRACTYLODIS MACROCEPHALAE 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白朮的乾燥塊莖。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：白朮

生藥名：ATRACTYLODIS MACROCEPHALAE RHIZOMA

英文名：White Atractylodes Rhizome

基原：菊科 Compositae 植物白朮 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的乾燥根莖。

採收加工：冬季莖稈由綠色轉枯黃，下部葉枯黃、上部葉已硬化變脆時採挖，除去泥沙及莖葉，烘乾或曬乾，再除去鬚根。將新鮮塊莖曬乾或切片曬乾，稱生曬朮。

藥材性狀：本藥材為類圓錐形，表面淡棕色或黃棕色，有不規則瘤狀突起及縱皺紋明顯的鬚根痕。質堅硬，不易折斷，橫斷不平坦，皮層、髓線及髓部皆可明顯看見多數黃棕色油室散在，多孔隙。木質部具放射狀紋理，導管和纖維均發達。氣清香，味甘微辛，嚼之略帶黏性。

生長分佈：多年生草本。花期 9~10 月，果期 10~11 月。野生於山坡林邊或灌木林中。喜涼爽氣候，怕高溫高濕。中國各地多有栽培，主產浙江、安徽、江蘇。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 木栓層為數列木栓細胞，扁長方形，其間常夾有間斷的石細胞帶。
2. 石細胞方形或類圓形，單個或成群，胞腔明顯。
3. 皮層、韌皮部及木質部髓線散在油室，含有棕色油滴。
4. 形成層環明顯。
5. 木質部外側的導管多 1~3 列呈放射性排列。
6. 薄壁細胞中含草酸鈣針晶和菊糖。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末為淡黃棕色，有香氣，味甘辛。
2. 木栓細胞為多角形，微木化，內含淡黃色物質，常連結石細胞。

3. 導管可見網紋導管、孔紋導管，直徑達 10~60 μm 。
4. 石細胞類圓形至多角形或方形，胞腔明顯，直徑達 20~100 μm 。偏光顯微鏡下呈多彩狀。
5. 菊糖多見，散在於薄壁細胞內外，表面呈放射狀紋理。偏光顯微鏡下呈亮白色或多彩狀。
6. 草酸鈣針晶細小，不規則散在或成束的分布於薄壁細胞中。偏光顯微鏡下呈亮白色。



圖 1 白朮藥材圖

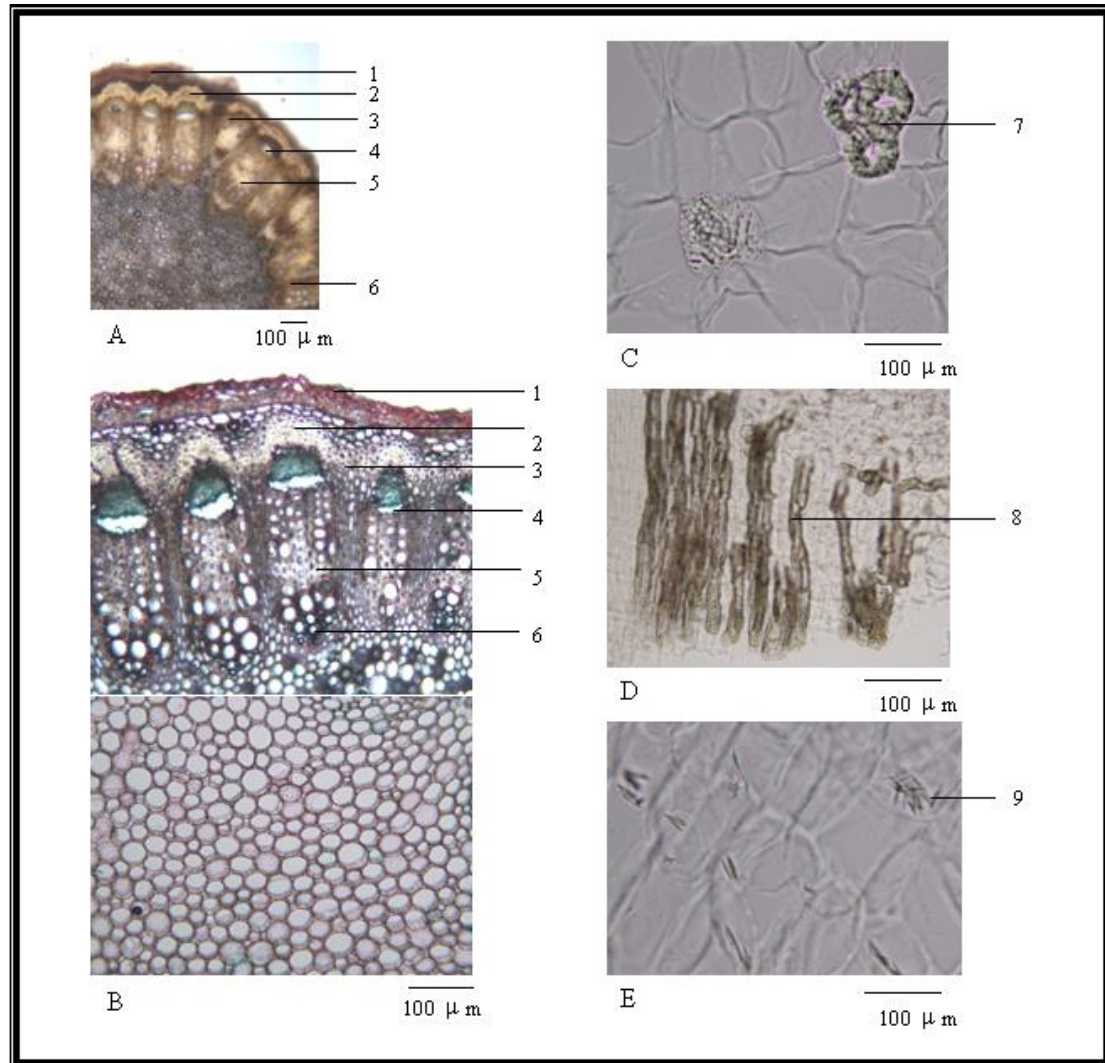


圖 2 白朮橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.局部組織放大圖 C.石細胞 D.纖維 E.草酸鈣針晶

1.木栓層 2.石細胞群 3.皮層 4.油室 5.韌皮部 6.木質部

7.石細胞 8.纖維 9.草酸鈣針晶

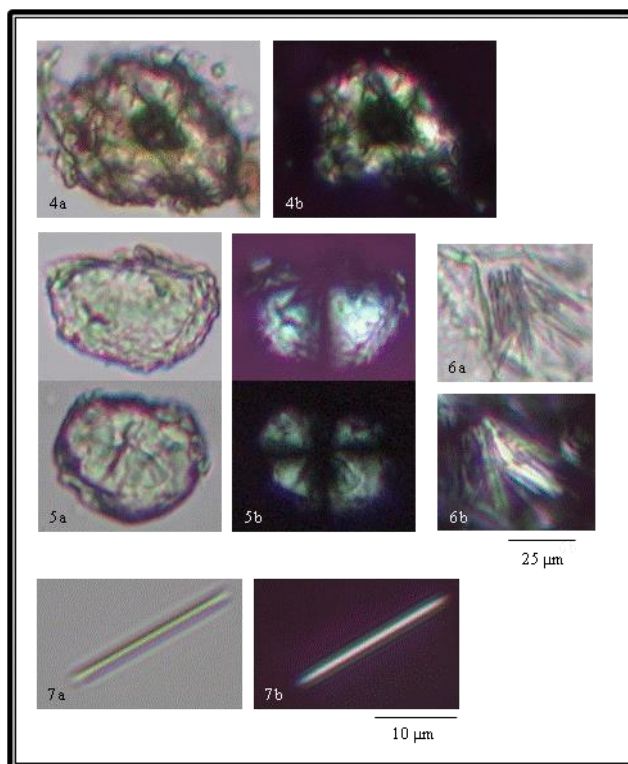
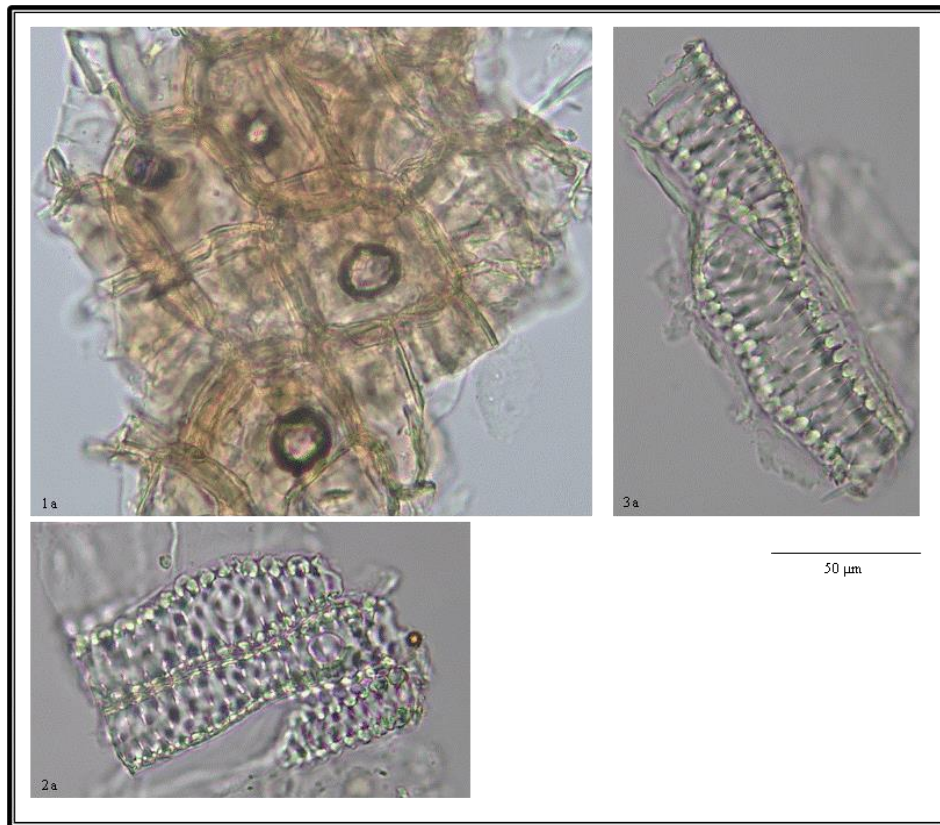


圖 3 白朮粉末顯微特徵圖

a.光學顯微鏡下特徵 b.偏光顯微鏡下特徵

1.木栓細胞 2.孔紋導管 3.網紋導管 4.石細胞 5.菊糖

6.草酸鈣針晶束 7.草酸鈣針晶

參考文獻

1. 行政院衛生署中華藥典中藥集編修小組編輯 (2004)。中華中藥典第一版。台北市：行政院衛生署。51-52 頁。
2. 行政院衛生署中醫藥委員會 (1999)。中藥材品質管制—組織形態學鑑定。台北：行政院衛生署中醫藥委員會。317-318 頁。
3. 張永勳、何玉玲等編輯 (2009)。中藥彩色圖鑑。台北：行政院衛生署中醫藥委員會。47-48 頁。
4. 張永勳、何玉玲總編輯 (2013)。臺灣中藥典圖鑑。台北：衛生福利部。65 頁。
5. 張賢哲、蔡貴花編著 (2010)。中藥炮製學。台中：中國醫藥大學。278-281 頁。
6. 中國藥品生物製品檢定所、廣東省藥品檢驗所編著 (2011)。中國中藥材真偽鑑別圖典 2：常用根及根莖藥材分冊。廣東：廣東科技出版社。71-72 頁。
7. 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)。香港中藥材標準第三冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。263-272 頁。
8. 徐國鈞、何宏賢、徐珞珊、金蓉鸞等編輯 (1996)。中國藥材學上冊。北京：中國醫藥科技出版社。575-577 頁。
9. 國家中醫藥管理局《中華本草》編委會編輯 (1999)。中華本草第 7 冊。上海：上海科學技術出版社。715-722 頁。
10. 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。153 頁。
11. 國家藥典委員會編輯 (2010)。中華人民共和國藥典 2010 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。95-96 頁。
12. 趙中振、陳虎彪等編著 (2010)。常用中藥材鑑別圖典。香港：萬里機構·萬里書店。97 頁。
13. 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。78-79 頁。

白朮(ATRACTYLODIS MACROCEPHALAE RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店白朮藥材共 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)、Quat Pump (G1311A)、DAD (G1315B)、Autosampler (G1329A)，Column Oven H-650 (Chrom Tech, TNC.)；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈-AR-II 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

甲醇(99.9%)購自於默克股份有限公司；乙醇(95%)購自於大欣酒精股份有限公司；乙晴(99.9%)購自於友和貿易股份有限公司。

(二) 標準品

標準品白朮內酯 III (Atractylenolide III)購自於昇漢科技有限公司，純度 98% 以上。

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 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇、50%乙醇各 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液轉移至 25 mL 之定量瓶中，加入溶媒至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，取濾液，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得每克重量之標準品白朮內酯 III 最大峰面積為最佳白朮萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 75%乙醇 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液轉移至 25 mL 之定量瓶中，加入 75%乙醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，取濾液，即得。每針 10 μL 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

準確稱取標準品白朮內酯 III 2.0 mg，加 10 mL 甲醇製成每 1 mL 含白朮內酯 III 200 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 1.0 g，置 50 mL 離心管中，加入 75%乙醇 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 $3000 \times g$)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 50 mL 定量瓶中，加 75%乙醇至刻度，搖勻再過濾(Syring filter，PTFE 0.45 μm)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取標準品溶液、檢品溶液各 10 μL 注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中白朮內酯 III 的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取白朮內酯 III 標準品儲備溶液適量(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，以甲醇稀釋製成含白朮內酯 III 分別為 200、100、50、20、10、5.0、2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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

以白朮內酯 III 濃度為 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以白朮內酯 III 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：取同一批市售白朮粉末，依白朮檢品溶液製備方法平行製備 5 份白朮檢品溶液，進樣測定，以白朮內酯 III 的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售白朮粉末，依白朮檢品溶液製備方法製備白朮檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以白朮內酯 III 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

取已知白朮內酯 III 含量的白朮材料粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 1 mL 的白朮內酯 III (300 $\mu\text{g/mL}$)，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：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 $\times$ 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 220 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：30 $^{\circ}\text{C}$
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	20	80
3	20	80
6	50	50
15	80	20
25	100	0
35	100	0

(十二) 臺灣市售白朮含量測定

取 10 批市售白朮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 公式計算樣品白朮內酯 III 的百分含量。

(十三) UPLC 層析條件

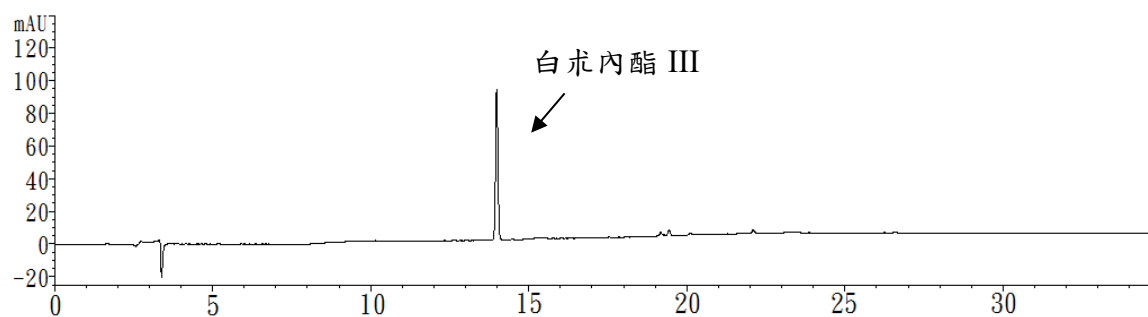
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：220 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	45	55
1	45	55
5	65	35
8	65	35
10	90	10
12	100	0

五、結果

(一) 標準品白朮內酯 III 之 HPLC 層析

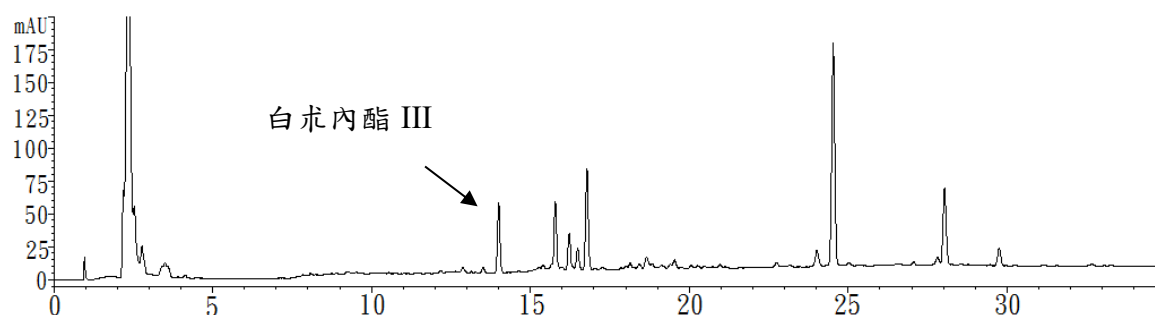
於滯留時間 13.9 分鐘處顯示白朮內酯 III 標準品波峰 (圖一)。



圖一、白朮內酯 III 標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售白朮檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 13.9 分鐘處顯示白朮檢品中白朮內酯 III 波峰(圖二)。分離率(R)為 3.25，托尾因子(T)為 1.05，均在系統適用性要求內。



圖二、市售白朮檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

以 75%乙醇為溶媒時，每克藥材重量所得白朮內酯 III 的峰面積最大，顯示 75%乙醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	波峰面積	最佳萃取
甲醇	389.2	
75% 甲醇	398.6	
50% 甲醇	350.2	
乙醇	383.3	
75% 乙醇	415.0	√
50% 乙醇	350.3	

(四) 最佳萃取次數評估

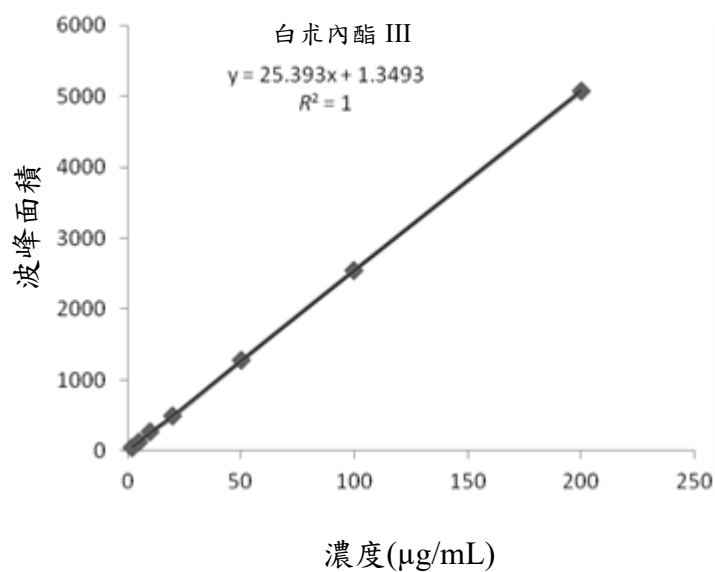
結果顯示萃取 2 次基本上已將白朮內酯 III 萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、白朮檢品萃取次數評估

75%乙醇萃取次數	白朮內酯 III 波峰面積
第 1 次	377.3
第 2 次	30.3
第 3 次	N.D.

(五) 標準品白朮內酯 III 檢量線

經不同濃度白朮內酯 III (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 $y = 25.393x + 1.3493$, $R^2 = 1$, 顯示濃度在 2.0–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、白朮內酯 III 之檢量線圖

表三、白朮內酯 III 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
白朮內酯 III	2.0–200	$y = 25.393x + 1.3493$	1

(六) 精密度試驗

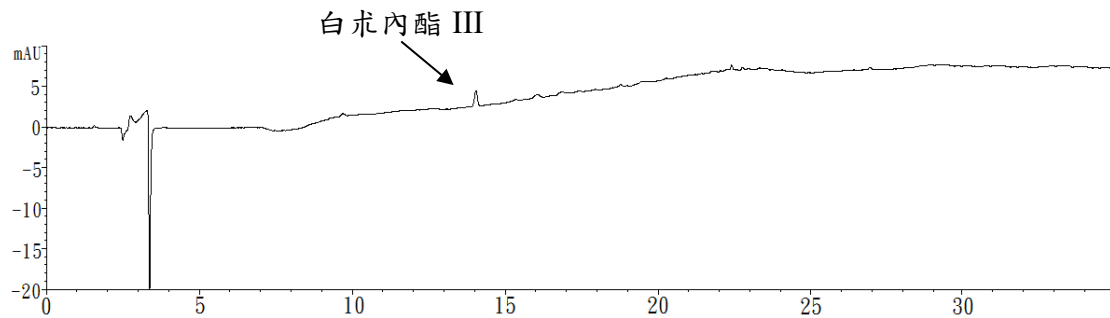
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，白朮內酯 III 精密度之相對標準差為 0.73%，在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

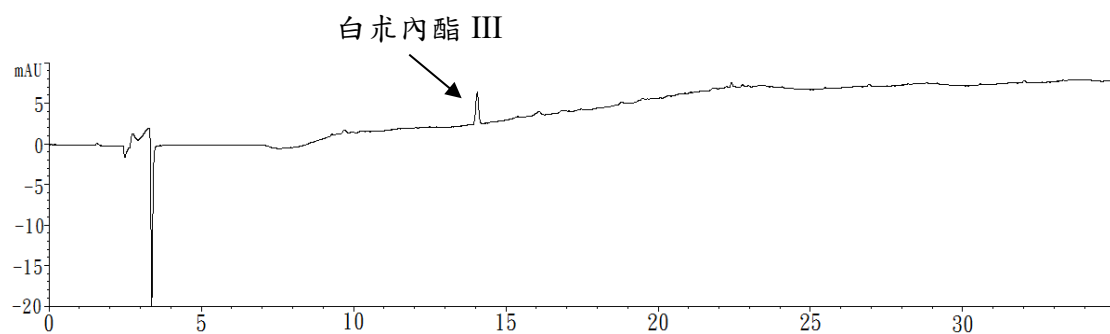
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，白朮內酯 III 重複性之相對標準差為 2.41%，在系統適用性要求內。白朮內酯 III 在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差為 0.94%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

白朮內酯 III 偵測極限為 0.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、白朮內酯 III 之偵測極限層析圖



圖五、白朮內酯 III 之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	白朮內酯 III	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 µg/mL	0.73
重複性 (n=5)	檢品溶液 (No.6)	2.41
穩定性 (n=6)	檢品溶液 (No.6)	0.94
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

白朮內酯 III 平均添加回收率為 98.3%，相對標準偏差為 4.50%。

表五、白朮內酯 III 添加回收率試驗

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	0.501	0.280	0.300	0.594	104.67	98.33	4.50
2	0.501	0.280	0.300	0.563	94.33		
3	0.500	0.280	0.300	0.563	94.33		
4	0.501	0.280	0.300	0.567	95.67		
5	0.501	0.280	0.300	0.588	102.67		

(十) 臺灣市售白朮含量測定

10 批白朮藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，白朮內酯 III 的含量為 0.03–0.09%。建議白朮藥材指標成分白朮內酯 III 的含量不得少於 0.04%。理論板數按白朮內酯 III 波峰計算應不低於 10000（實際值為 160000）。

表六、臺灣市售白朮檢品之白朮內酯 III 含量

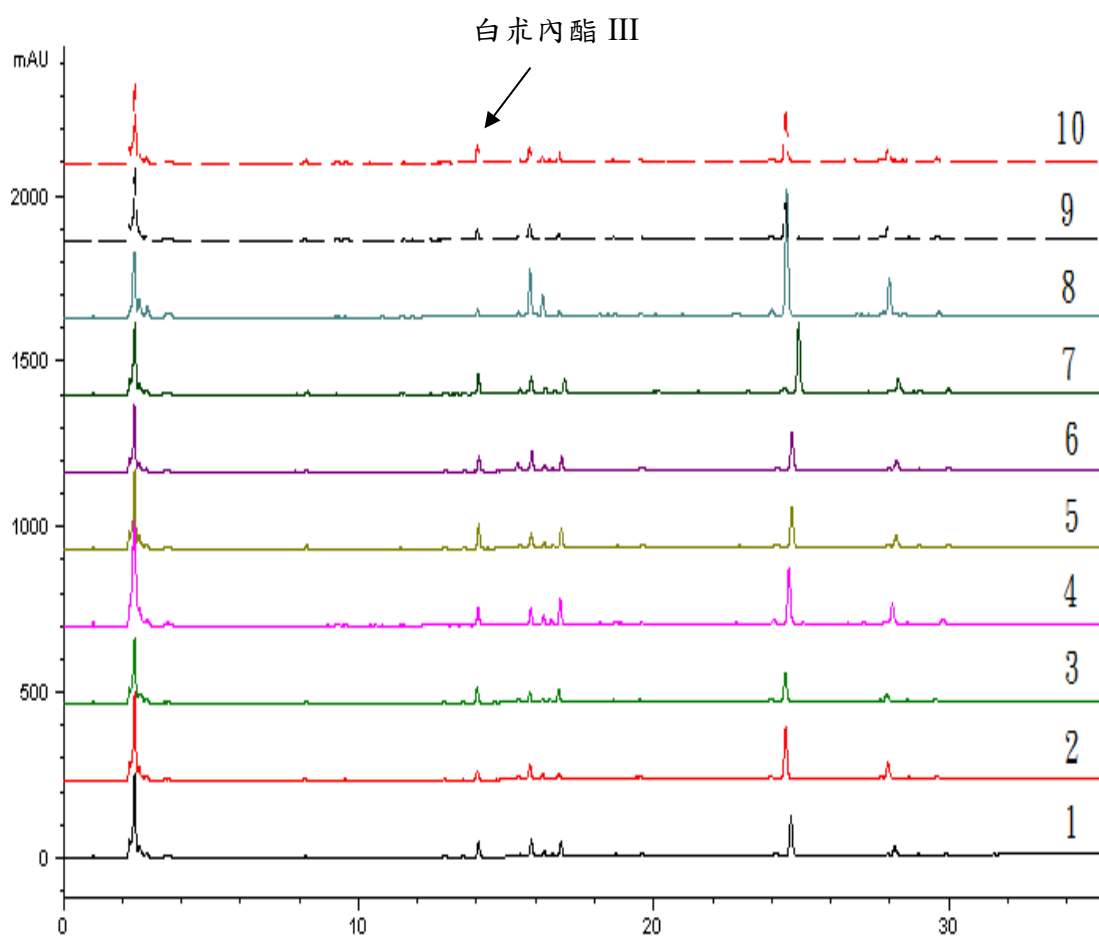
藥材編號(No.)	白朮內酯 III 含量(%)	藥材編號(No.)	白朮內酯 III 含量(%)
1 (NC)	0.05	6 (CA)	0.05
2 (NF)	0.03	7 (CE)	0.08
3 (NR)	0.06	8 (SA)	0.03
4 (NY)	0.06	9 (SP)	0.04
5 (CB)	0.09	10 (SS)	0.06

(十一) 白朮藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售白朮檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 $\times$ 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 220 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：30 $^{\circ}$ C
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

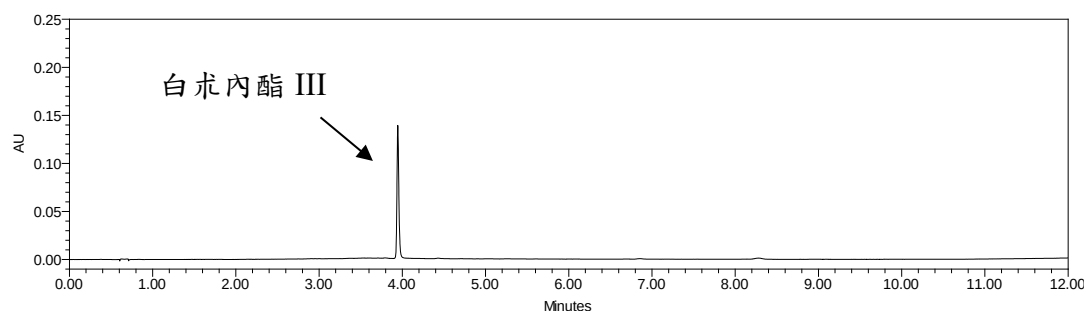
時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	20	80
3	20	80
6	50	50
15	80	20
25	100	0
35	100	0



圖六、10 批市售白朮藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品白朮內酯 III 之 UPLC 層析

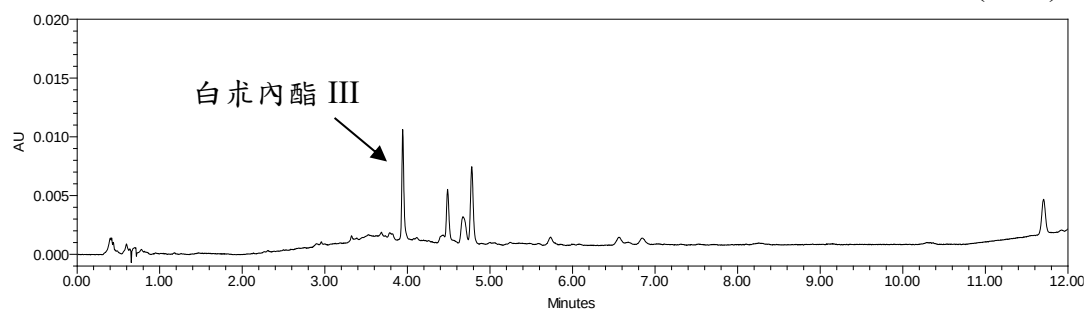
於滯留時間 3.94 分鐘處顯示白朮內酯 III 標準品的波峰 (圖七)。



圖七、白朮內酯 III 標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售白朮檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 3.94 分鐘處顯示白朮檢品中白朮內酯 III 的波峰(圖八)。

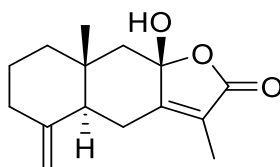


圖八、市售白朮檢品之 UPLC 層析圖

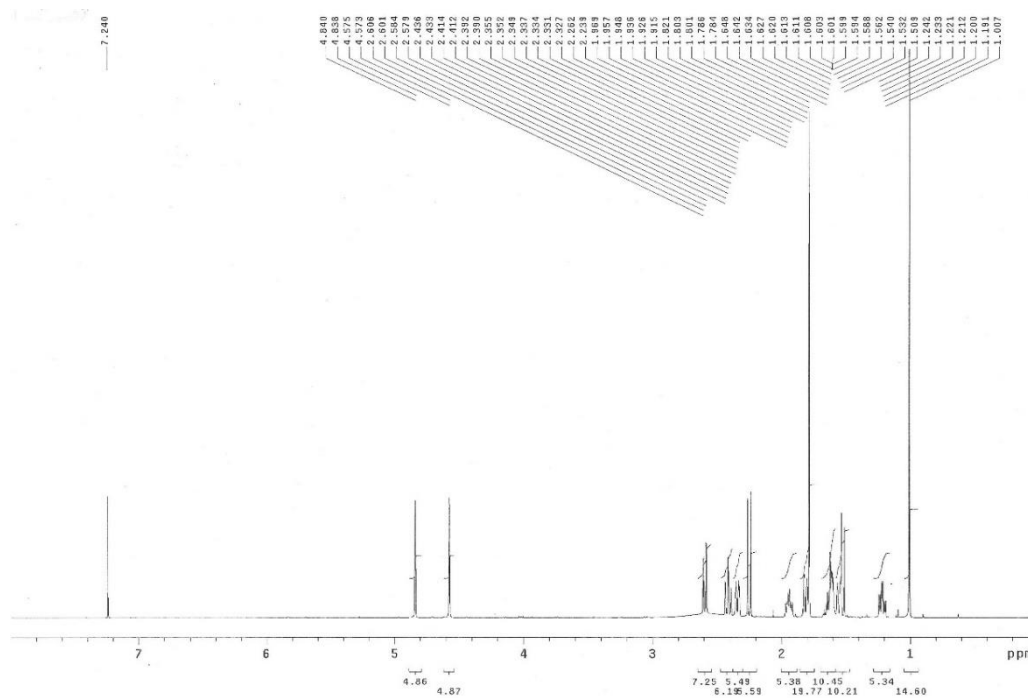
(十四) 白朮內酯 III 的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{20}O_3$ ；分子量：248.32 熔點：200–201 °C；白色粉狀。

(十五) 白朮內酯 III 的結構

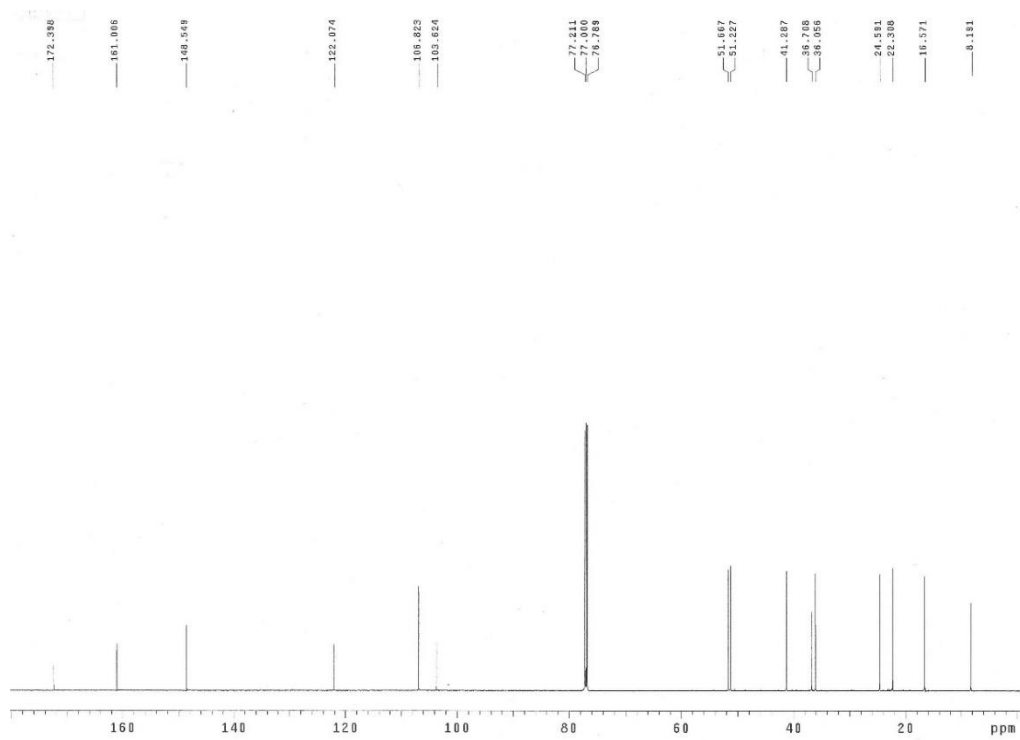


(十六) 白朮內酯 III 的 ^1H NMR 圖譜



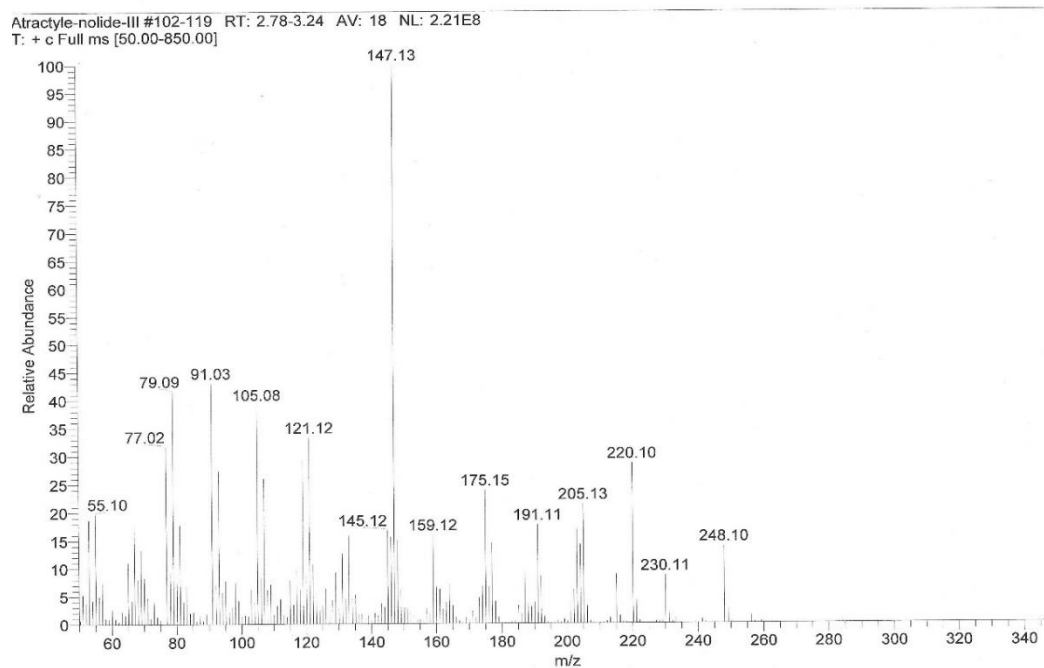
圖九、白朮內酯 III 的 ^1H NMR 圖譜(CDCl_3)

(十七) 白朮內酯 III 的 ^{13}C NMR 圖譜



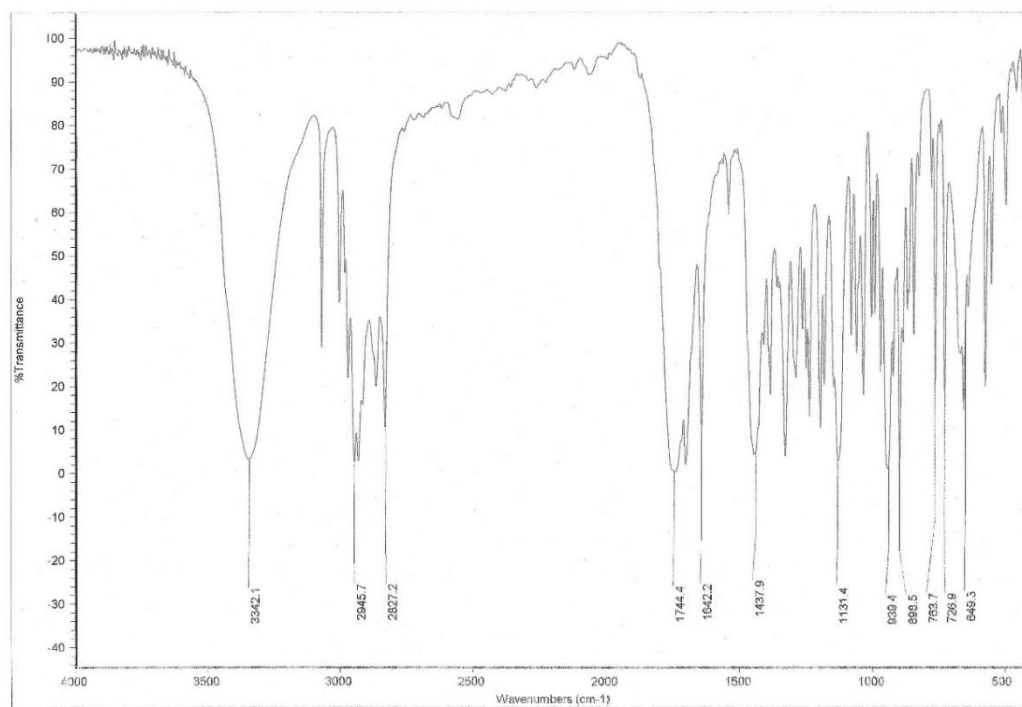
圖十、白朮內酯 III 的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(十八) 白朮內酯 III 的 EI-MS 圖譜



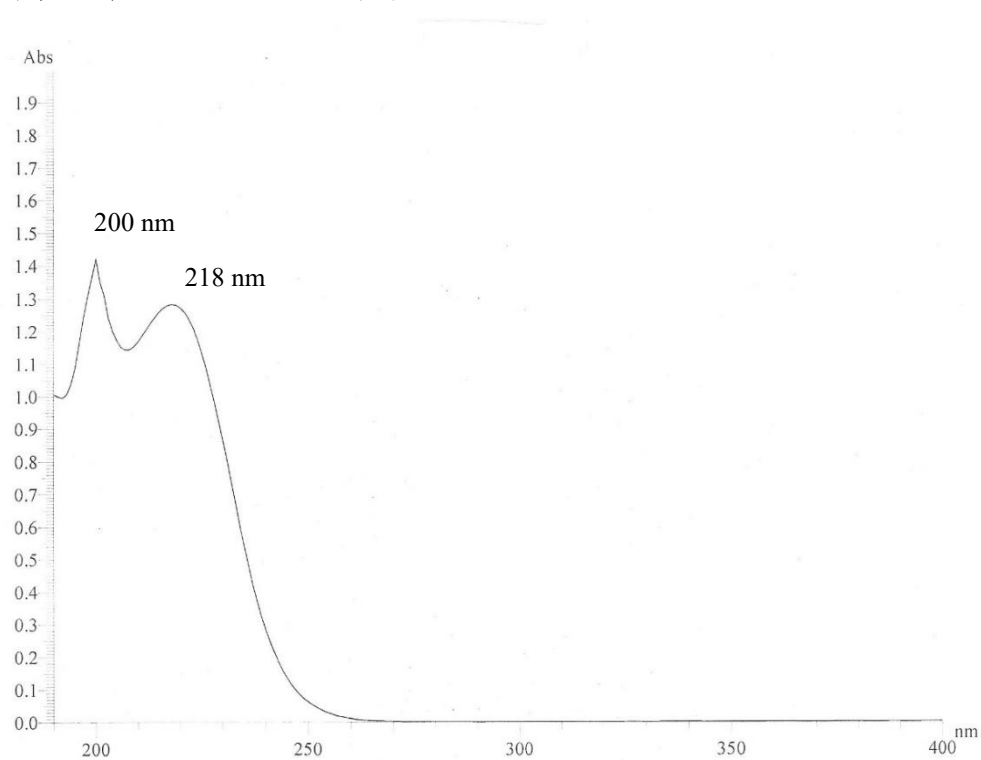
圖十一、白朮內酯 III 的 EI-MS 圖譜

(十九) 白朮內酯 III 的 FTIR 圖譜



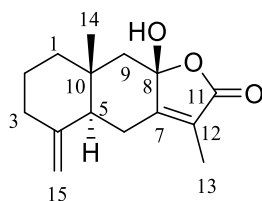
圖十二、白朮內酯 III 的 FTIR 圖譜

(二十) 白朮內酯 III 的 UV 圖譜



圖十三、白朮內酯 III 的 UV 圖譜

(二十一) 白朮內酯 III 的氫、碳化學位移



白朮內酯 III

表七、白朮內酯 III 的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_{H} (600 MHz)	δ_{C} (150 MHz)
1	1.22 (dt, 5.4, 12.6), 1.54–1.56 (m)	41.3
2	1.59–1.65 (m)	22.3
3	1.94 (dt, 7.2, 12.6), 2.33–2.36 (m)	36.1
4	-	148.5
5	1.80–1.82 (m)	51.7
6	2.41 (t, 13.2), 2.59 (dd, 13.2, 3.0)	24.6
7	-	161.0
8	-	103.6
9	1.52 (d, 13.8), 2.25 (d, 13.8)	51.2
10	-	36.7
11	-	172.4
12	-	122.1
13	1.78 (s)	8.2
14	1.01 (s)	16.6
15	4.57 (d, 1.2), 4.84 (d, 1.2)	106.8

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

白朮飲片(ATRACTYLODIS MACROCEPHALAE RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥廠與中藥店白朮飲片共 14 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)、Quat Pump (G1311A)、DAD (G1315B)、Autosampler (G1329A)，Column Oven H-650 (Chrom Tech, TNC.)；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈-AR-II 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 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(99.9%)購自於默克股份有限公司；乙醇(95%)購自於大欣酒精股份有限公司；乙晴(99.9%)購自於友和貿易股份有限公司。

(二) 標準品

標準品白朮內酯 III (Atractylenolide III)購自於昇漢科技有限公司，純度 98% 以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

白朮飲片最佳萃取溶媒同白朮藥材。

(二) 最佳萃取次數評估

白朮飲片最佳萃取次數同白朮藥材。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品白朮內酯 III 2.0 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含白朮內酯 III 200 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 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 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 75%乙醇 25 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部分

重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 50 mL 之定量瓶中，加 75%乙醇至刻度，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白朮內酯 III 的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取白朮內酯 III 標準品儲備溶液適量(200 μ g/mL)，以甲醇稀釋製成含白朮內酯 III 分別為 100、50、25、10、5.0、2.5 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

以白朮內酯 III 濃度為 20 μ g/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以白朮內酯 III 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：取同一批市售白朮飲片粉末，依白朮飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份白朮飲片檢品溶液，進樣測定，以白朮內酯 III 的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售白朮飲片粉末，依白朮飲片檢品溶液製備方法製備白朮飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以白朮內酯 III 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

取已知白朮內酯 III 含量的白朮飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 0.2 mg 的白朮內酯 III，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 Column (250 x 4.6 mm, 5 µm)
2. 檢測波長：UV 220 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：30 °C
5. 注入量：10 µL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	20	80
3	20	80
6	50	50
15	80	20
25	100	0
35	100	0

(十二) 臺灣市售白朮飲片含量測定

取 10 批市售白朮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 公式計算樣品白朮內酯 III 的百分含量。

(十三) 白朮飲片檢品之 UPLC 層析條件

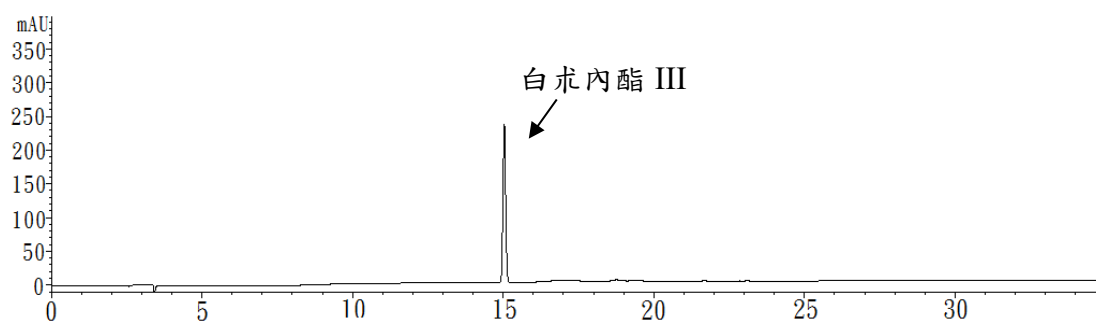
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 µm)
2. 檢測波長：UV 220 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 µL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈	水
0	45	55
1	45	55
5	65	35
8	65	35
10	90	10
12	100	0

五、結果

(一) 標準品白朮內酯 III 之 HPLC 層析

於滯留時間 15.0 分鐘處顯示白朮內酯 III 標準品波峰(圖一)。

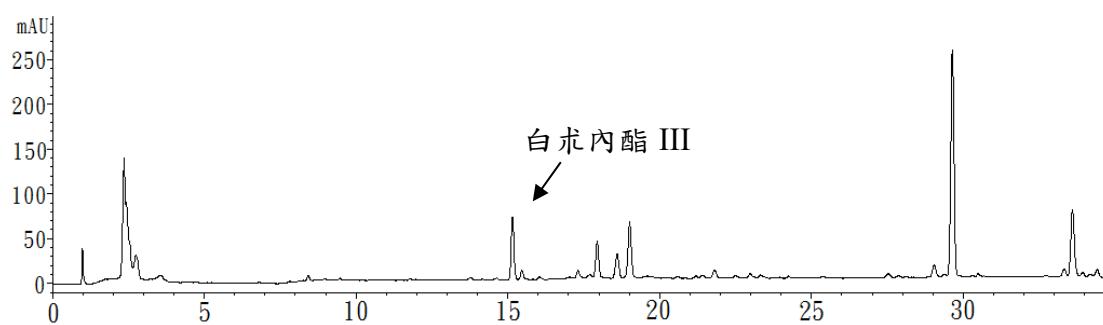


圖一、白朮內酯 III 標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售白朮飲片檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 15.1 分鐘處顯示白朮飲片檢品中白朮內酯 III 波峰(圖二)。

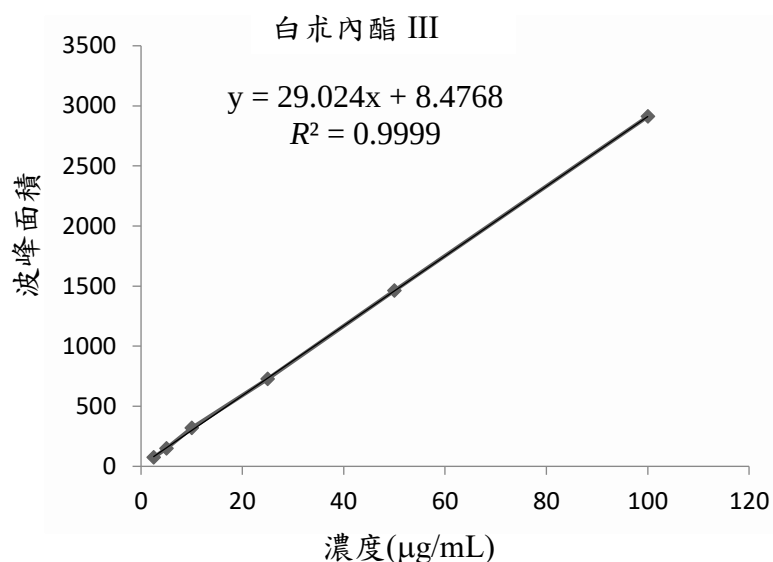
分離率(R)為 3.3，托尾因子(T)為 1.05，均在系統適用性要求內。



圖二、市售白朮飲片檢品之 HPLC 層析圖

(三) 標準品白朮內酯 III 檢量線

經不同濃度白朮內酯 III (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 $y = 29.024x + 8.4768$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 2.5–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、白朮內酯 III 之檢量線圖

表一、白朮內酯 III 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
白朮內酯 III	2.5–100	$y = 29.024x + 8.4768$	0.9999

(四) 精密度試驗

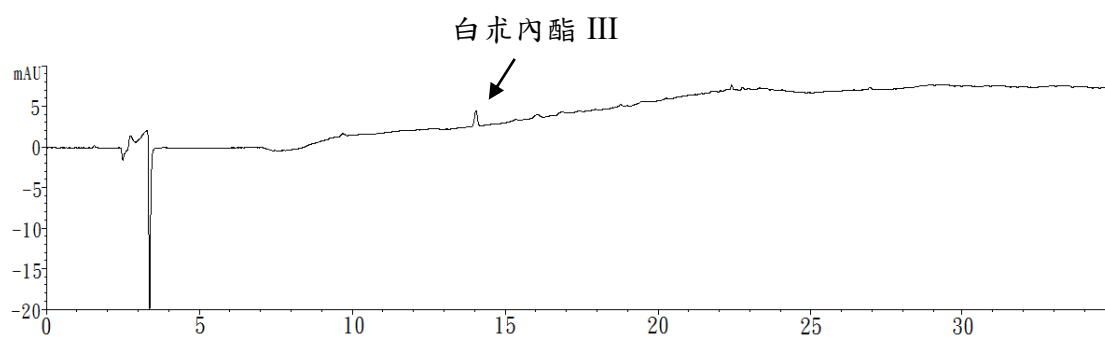
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，白朮內酯 III 精密度之相對標準差為 0.77%，在系統適用性要求內。

(五) 重複性與穩定性試驗

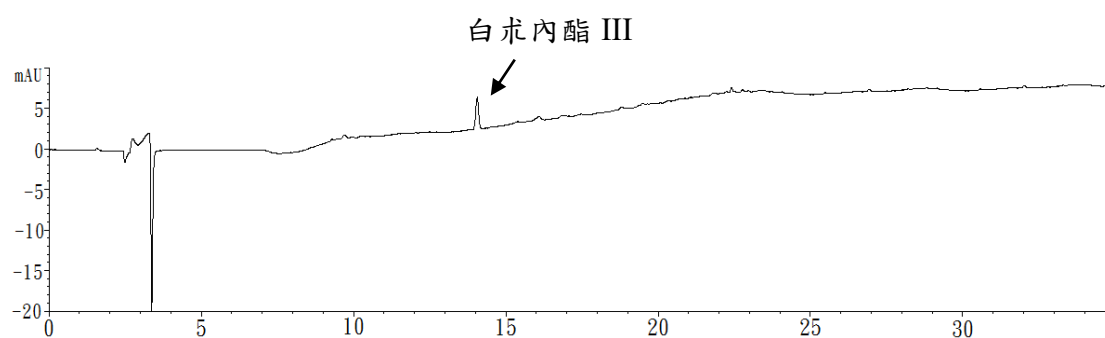
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，白朮內酯 III 重複性之相對標準差為 0.45%，在系統適用性要求內。白朮內酯 III 在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差為 1.34%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

白朮內酯 III 偵測極限為 0.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、白朮內酯 III 之偵測極限層析圖



圖五、白朮內酯 III 之定量極限層析圖

表二、各項檢驗分析

檢測項目	白朮內酯 III	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 $\mu\text{g/mL}$	0.77
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.2)	0.45
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.2)	1.34
偵測極限 (n=1)	0.5 $\mu\text{g/mL}$	-
定量極限 (n=1)	1.0 $\mu\text{g/mL}$	-

(七) 添加回收率試驗

白朮內酯 III 平均添加回收率為 107.6%，相對標準偏差為 2.60%。

表三、白朮內酯 III 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	0.501	0.231	0.20	0.447	108.00	107.60	2.60
2	0.501	0.231	0.20	0.450	109.50		
3	0.500	0.231	0.20	0.436	102.50		
4	0.500	0.231	0.20	0.452	110.50		
5	0.500	0.231	0.20	0.446	107.50		

(八) 臺灣市售白朮飲片含量測定

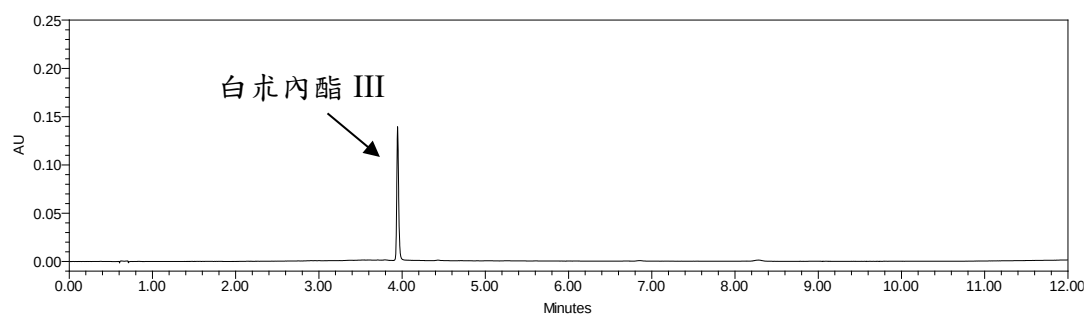
10 批白朮飲片之含量測定結果(乾燥品)如表四所示，白朮內酯 III 的含量為 0.039–0.066%。建議白朮飲片指標成分白朮內酯 III 的含量不得少於 0.04%。理論板數按白朮內酯 III 波峰計算應不低於 30000 (實際值為 160000)。

表四、臺灣市售白朮飲片檢品之白朮內酯 III 含量

藥材編號(No.)	白朮內酯 III 含量(%)	藥材編號(No.)	白朮內酯 III 含量(%)
1 (NF)	0.066	8 (SE)	0.048
2 (NF-1)	0.060	9 (SH)	0.060
3 (NJ)	0.064	10 (SL)	0.063
4 (NJ-1)	0.039	11 (NSTP)	0.042
5 (NN)	0.054	12 (NSCH)	0.043
6 (NR)	0.058	13 (NKOD)	0.042
7 (SC)	0.051	14 (SCSZ)	0.043

(九) 標準品白朮內酯 III 之 UPLC 層析

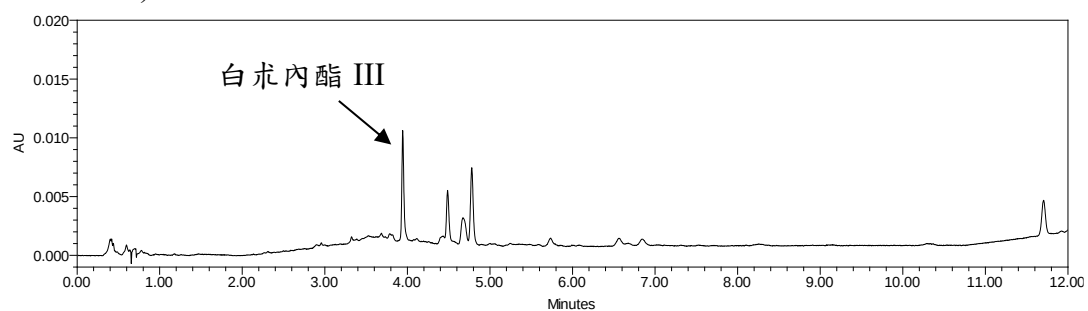
於滯留時間 4.13 分鐘處顯示白朮內酯 III 標準品的波峰(圖六)



圖六、白朮內酯 III 標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售白朮飲片檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 4.16 分鐘處顯示白朮飲片檢品中白朮內酯 III 的波峰(圖七)。



圖七、市售白朮飲片檢品之 UPLC 層析圖

白朮

中文名：白朮

生藥拉丁名：ATRACYLODIS MACROCEPHALAE RHIZOMA

英文名：White Atractylodes Rhizome

基 原：本品為菊科 Compositae 植物白朮 *Atractylodes macrocephala* Koidz.之乾燥根莖。

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，加正己烷 10 mL，超音波振盪處理 30 分鐘，過濾，濾液定容至 10 mL，作為檢品溶液。
【萃取方法 2】(中華人民共和國藥典 2015)
——取本品粉末 0.5 g，加正己烷 2 mL，超音波振盪處理 15 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 3】(臺灣中藥典第三版 2018，香港中藥材標準第三冊) ✓
——取本品粉末 2.5 g，加乙醇 30 mL，超音波振盪處理 30 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加乙醇 5 mL 使之溶解，作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取白朮內酯 III (Atractylenolide III)對照標準品，加乙醇製成每 1 mL 含 0.2 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】(臺灣中藥典第二版 2013)**
——正己烷
【展開劑 2】(修飾中華人民共和國藥典 2015)
——正己烷：乙酸乙酯 (50：1)
【展開劑 3】(修飾香港中藥材標準第三冊)
——正己烷：異丙醇 (8：1)
【展開劑 4】(臺灣中藥典第三版 2018) ✓
——正己烷：乙酸乙酯 (7：3)
- (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 以 10%硫酸乙醇試液(H₂SO₄/EtOH TS)噴霧後，105 °C 加熱至條帶顯色清晰，於主波長 365 nm 之紫外燈照射下檢視。

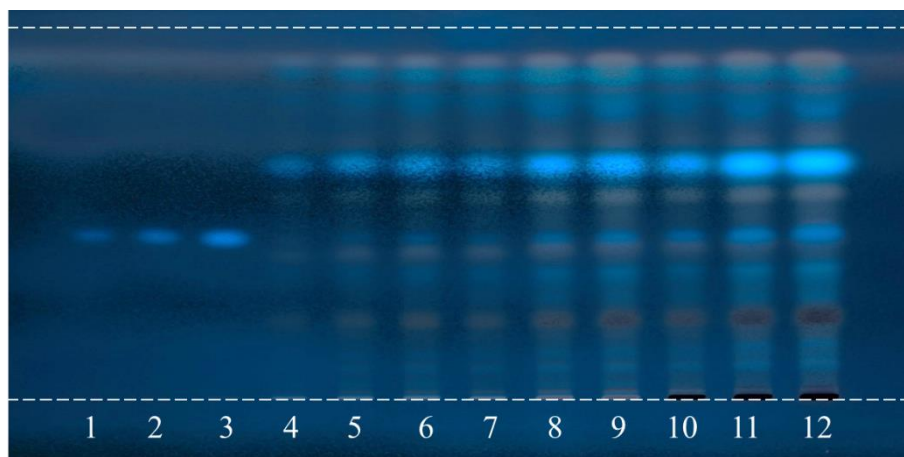
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：105/11/30

相對溼度(RH)：49%

溫度(RT)：26 °C

【展開劑 4】 (臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯 (7：3)



編號	名稱	含量
1, 2, 3	白朮內酯 III (0.2 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	檢品溶液 5 【萃取方法 1】	2, 5, 8 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 5 【萃取方法 2】	2, 5, 8 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 5 【萃取方法 3】	2, 5, 8 μ L

建議萃法：3 種萃法之檢品溶液皆有分離與檢出白朮內酯 III，而由於指標成分所顯示的條帶較清楚，且所使用的萃取溶劑較廣用，故選擇【萃取方法 3】。

建議點注量：白朮內酯 III 標準品溶液 5 μ L，檢品溶液【萃取方法 3】5 μ L。

三、溶媒系統選擇

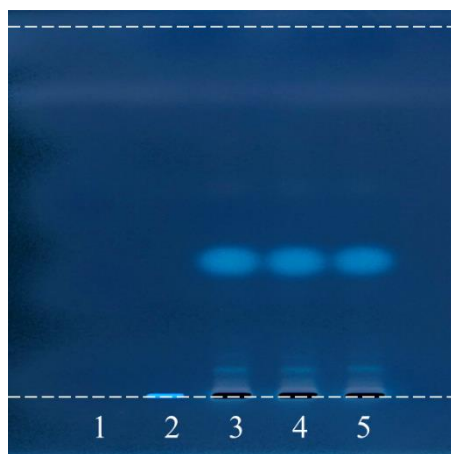
實驗日期：105/12/01

相對溼度(RH)：51%

溫度(RT)：27 °C

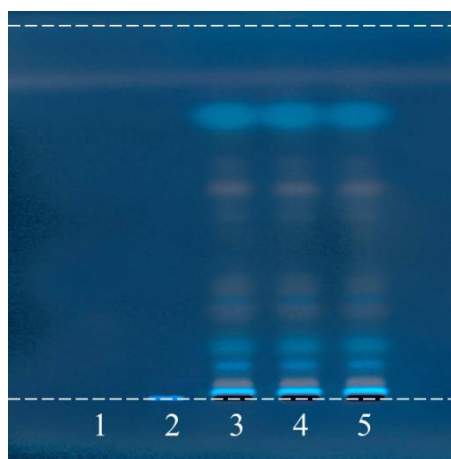
【展開劑 1】 (臺灣中藥典第二版 2013)——正己烷

【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊)——HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(白朮內酯 III R_f 值為 0)



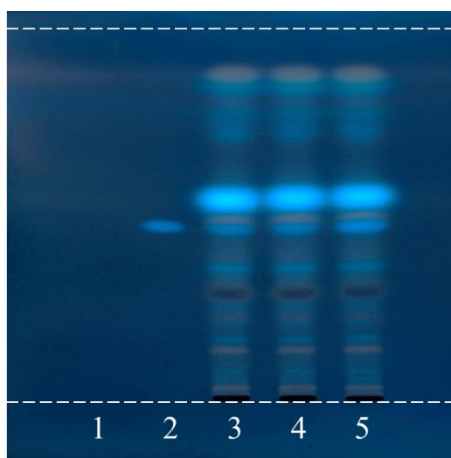
【展開劑 2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015)——正己烷：乙酸乙酯 (50：1)

【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊)——HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(白朮內酯 III R_f 值為 0)



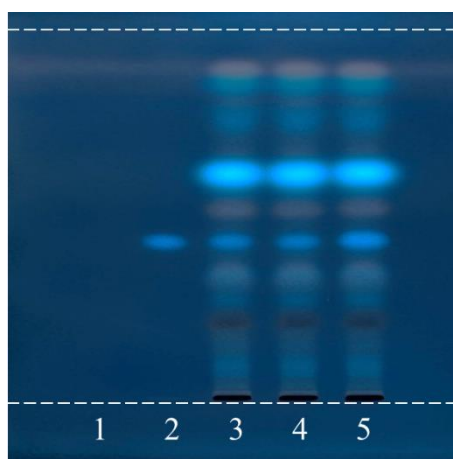
【展開劑 3】 (修飾香港中藥材標準第三冊)——正己烷：異丙醇 (8：1)

【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊)—— HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(白朮內酯 III R_f 值為 0.46)



【展開劑 4】 (臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯 (7：3) ✓

【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊)—— HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(白朮內酯 III R_f 值為 0.42)



1：Blank

2：白朮內酯 III

3，4：檢品溶液 5

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 3】方式，唯【展開劑 3】及【展開劑 4】可從檢品溶液中分離與檢出白朮內酯 III，而由於分離效果較佳，且使用溶劑較廣用，故採用自行開發之【展開劑 4】。

四、觀察方式選擇

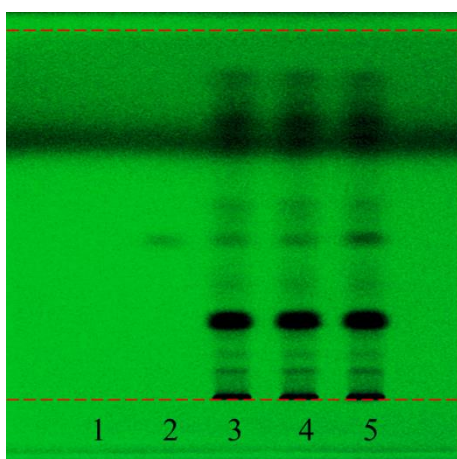
實驗日期：105/12/01

相對溼度(RH)：51%

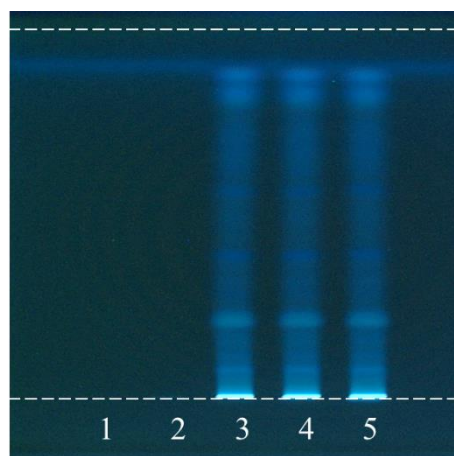
溫度(RT)：27 °C

【展開劑 4】 (臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯 (7：3)

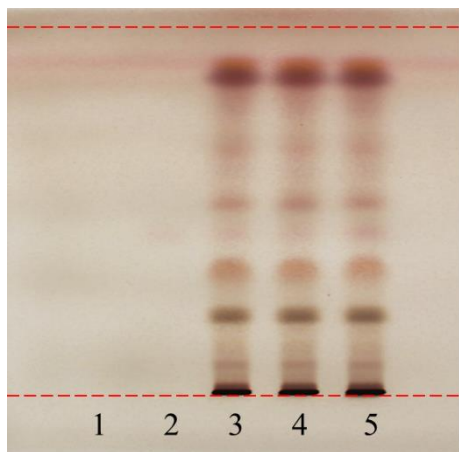
【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



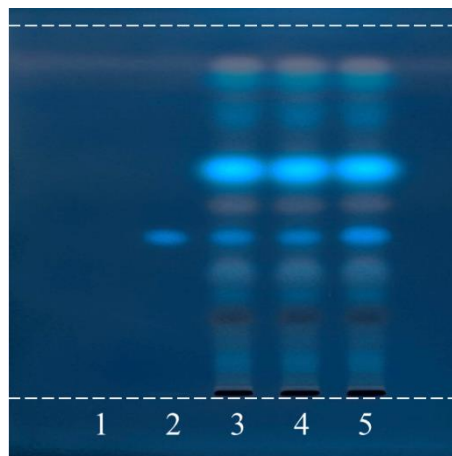
【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊) — HPTLC 顯色/可見光檢出



【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊) — HPTLC 顯色/紫外光(365 nm)檢出✓



1：Blank

2：白朮內酯 III

3，4：檢品溶液 5

5：Spike

建議觀察方式：經 10%硫酸乙醇顯色後，於紫外光(365 nm)檢視較其他觀察方式有明顯之白朮內酯 III 標準品斑點。

五、十批白朮藥材樣品檢測

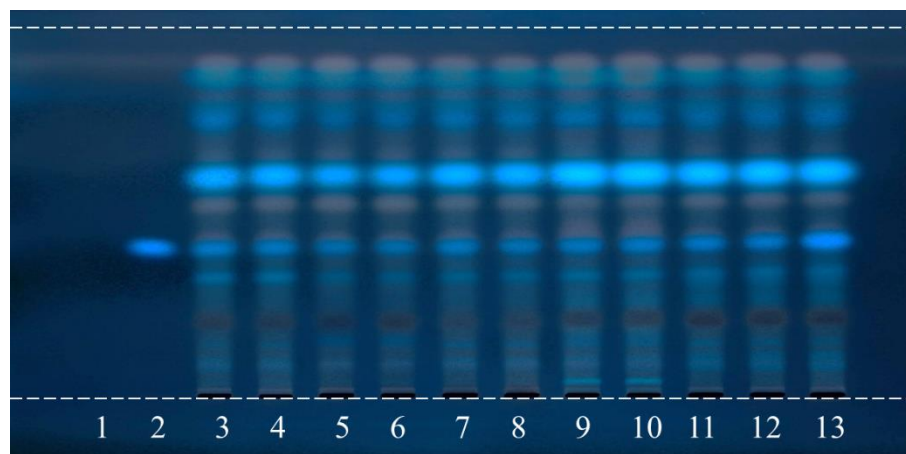
實驗日期：105/12/02

相對溼度(RH)：50%

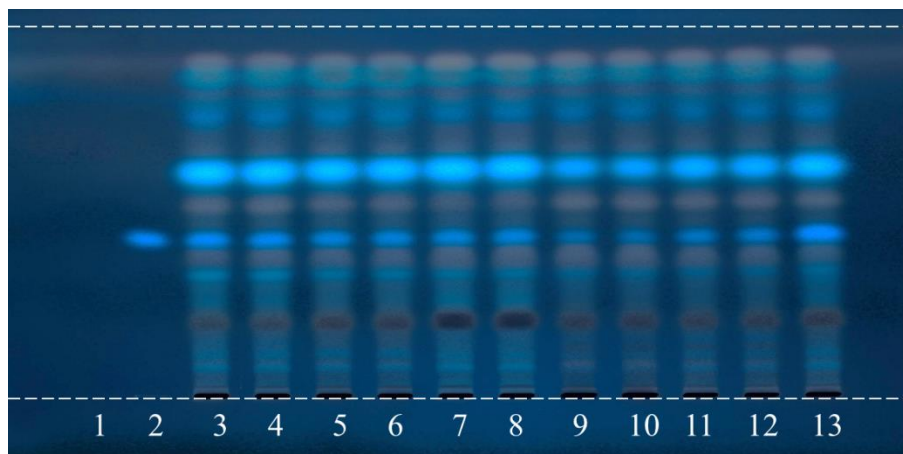
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 4】 (臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯 (7：3)

【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊)－HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後紫外光 (365 nm)檢出



1	Blank
2	白朮內酯 III (Atractylenolide III) (0.2 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NC)
5 , 6	檢品溶液 2 (NF)
7 , 8	檢品溶液 3 (NR)
9 , 10	檢品溶液 4 (NY)
11 , 12	檢品溶液 5 (CA)
13	Spike (檢品溶液 5)



1	Blank
2	白朮內酯 III (Atractylenolide III) (0.2 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 6 (CB)
5, 6	檢品溶液 7 (CE)
7, 8	檢品溶液 8 (SA)
9, 10	檢品溶液 9 (SP)
11, 12	檢品溶液 10 (SS)
13	Spike (檢品溶液 5)

結論與建議：以臺灣中藥典第三版 2018 之【萃取方法 3】方式，並以臺灣中藥典第三版 2018 之【展開劑 4】分離與檢出白朮內酯 III 較佳，以 10%硫酸乙醇顯色後，於紫外光(365 nm)下檢視較佳。

白朮(飲片)

六、十批白朮飲片檢測

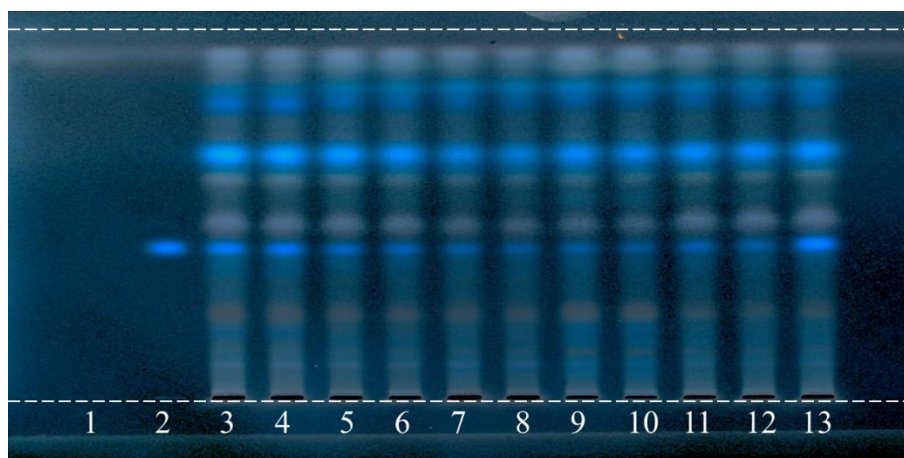
實驗日期：107/11/06

相對溼度(RH)：60%

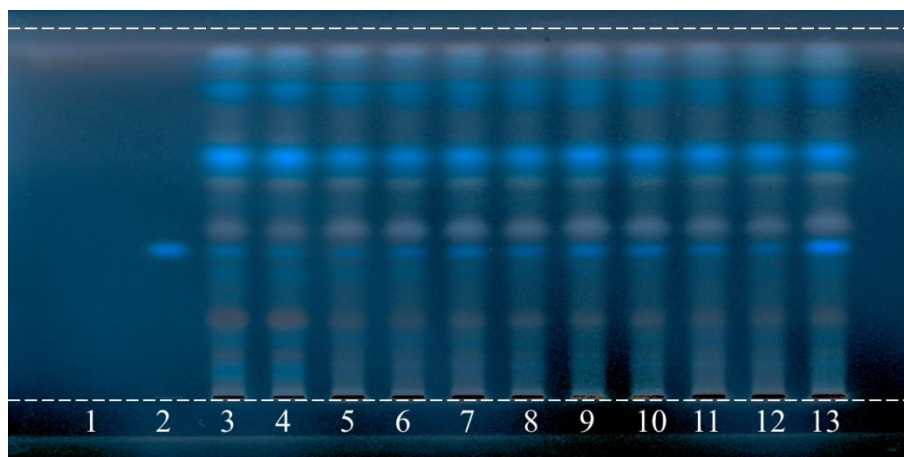
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 4】 (自行開發)——正己烷：乙酸乙酯 (7：3)

【萃取方法 3】 (香港中藥材標準第三冊)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	白朮內酯 III (Atractylenolide III) (0.2 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NF)
5 , 6	檢品溶液 2 (NF-1)
7 , 8	檢品溶液 3 (NJ)
9 , 10	檢品溶液 4 (NJ-1)
11 , 12	檢品溶液 5 (NN)
13	Spike (檢品溶液 5)



1	Blank
2	杯莧甾酮(0.5 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 6 (NR)
5 , 6	檢品溶液 7 (SC)
7 , 8	檢品溶液 8 (SE)
9 , 10	檢品溶液 9 (SH)
11 , 12	檢品溶液 10 (SL)
13	Spike (檢品溶液 5)

結論與建議：飲片鑑別同藥材。