

羌活

(NOTOPTERYGH RHIZOMA ET RADIX)

羌活 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）.....	3

羌活 HPLC

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

羌活 TLC

一、方法.....	28
二、萃法選擇及濃度測試.....	29
三、溶媒系統選擇.....	30
四、觀察方式選擇.....	32
五、十批樣品檢測.....	33

羌活

(NOTOPTERYGH 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羌活的乾燥根莖和根。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：羌活

生藥名：NOTOPTERYGH RHIZOMA ET RADIX

英文名：Notopterygium Rhizome and Root

基原：繖形科 Umbelliferae 植物羌活 *Notopterygium incisum* Ting. ex H. T.Chang 的乾燥根莖和根。

採收加工：春、秋二季採挖，除去鬚根及泥沙，曬乾。

藥材性狀：本藥材為羌活的乾燥根莖和根。根莖圓柱形略彎曲，少數分叉，長 4~13 cm，直徑 0.6~2.5 cm，頂端殘留圓形莖痕。表面暗棕色或黑棕色，外皮脫落處呈黃色。節間縮短，呈緊密隆起的環狀。節上有多數圓點狀或瘤狀突起的根痕及棕色破碎鱗片。體輕，質脆，易折斷，折斷面不平整，有多數放射狀裂隙，皮部棕黃色至暗棕色，油潤，有棕色油點散在，木部黃白色，髓線明顯，髓部黃色至黃棕色。有氣香，味微苦而辛。

生長分佈：多年生草本植物，喜涼爽濕潤氣候，耐寒。生於高山灌木林或草叢中，花期 7~9 月，果期 8~10 月。主產於四川、甘肅、青海、陝西、雲南、新疆、西藏、河南、湖北等地。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 木栓層為 10 餘列木栓細胞，外側細胞常因擠壓而脫落，細胞多皺褶而形狀不規則。
2. 皮層狹窄極薄。
3. 韌皮部寬廣，髓線細胞大多破碎形成較大裂隙。
4. 韌皮部、髓和髓線均有多數分泌道，類圓形或不規則長圓形，大小不一。
5. 形成層成環。
6. 木質部髓線破碎形成裂隙，導管較多。
7. 髓部寬闊，壁薄。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末棕黃色。
2. 分泌道碎片易見，常有黃棕色條狀分泌物。
3. 塊狀分泌物黃棕色，大小不等。
4. 木栓細胞側面觀細胞多列，扁平，外側有落皮層細胞，充滿黃棕色物；表面觀多角形或不規則形，壁薄，微彎曲。
5. 薄壁細胞多縱長條形，多數含淡黃色分泌物及油滴。
6. 導管多為網紋導管，紋孔較密，偶見有緣紋孔導管。

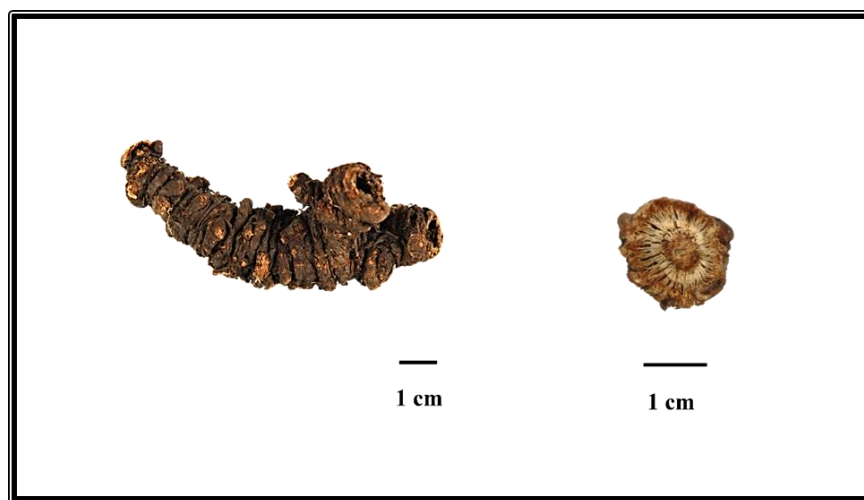


圖 1 羌活藥材圖與橫切面圖

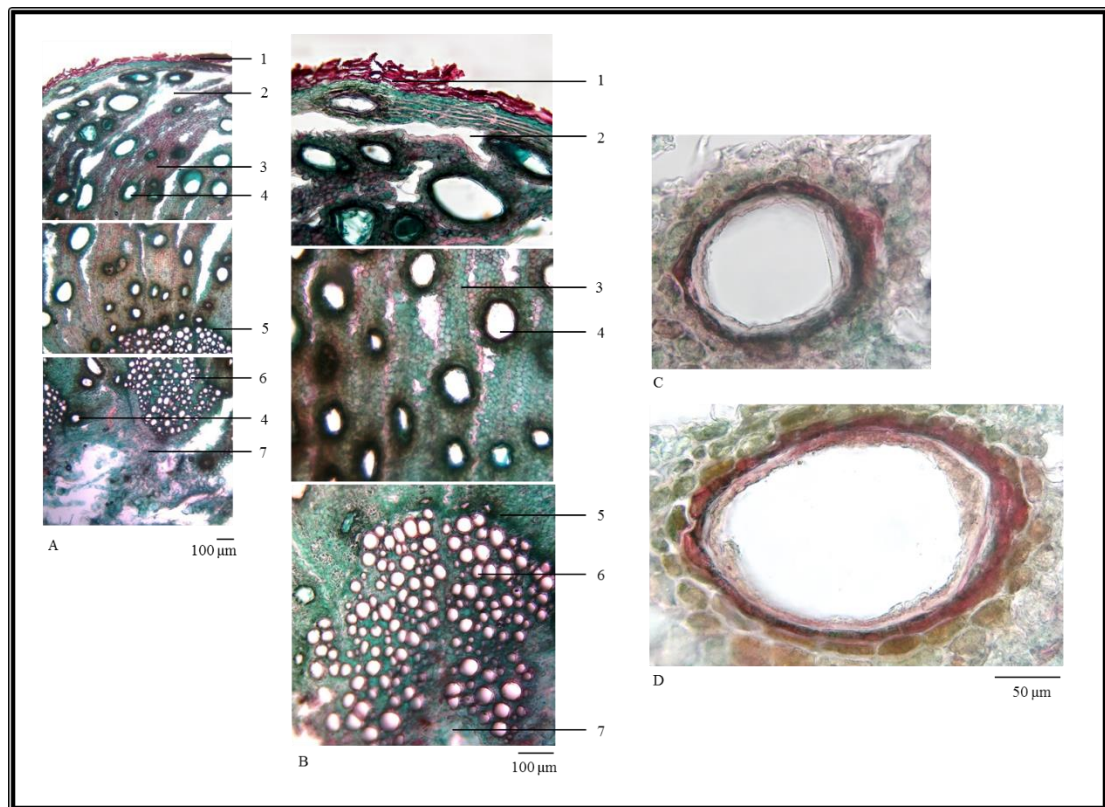


圖 2 羌活橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.橫切面放大圖 C.分泌道(小) D.分泌道(大)

1.木栓層 2.裂隙 3.韌皮部 4.分泌道 5.形成層 6.木質部 7.髓部

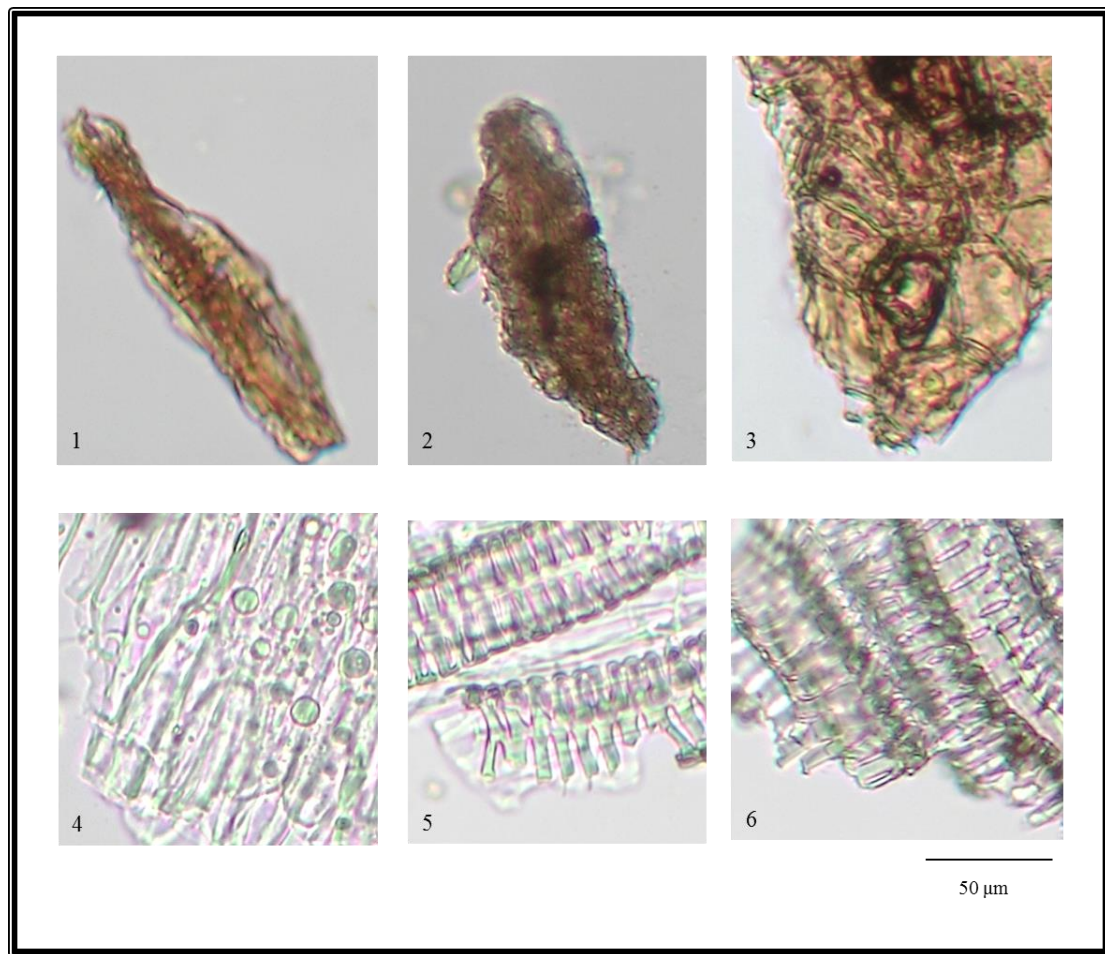


圖 3 羌活粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡)

- 1.分泌道碎片 2.塊狀分泌物 3.木栓細胞 4.薄壁細胞 5.網紋導管
6.有緣紋孔導管

羌活(*Notopterygii Rhizoma et Radix*)

一、材料

購自於台灣各地中藥店羌活藥材共 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 Agilent ZORBAX Eclipse Plus 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 mm, 1.7 μ m)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(HPLC Grade)購自於 DUKSAN PURE CHEMICALS；乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich Co.；乙醇(95%)購自於國韶實業有限公司。

(二) 標準品

標準品羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)由中醫藥司提供，純度 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 1.0 g，置 50 mL 離心管中，精確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、95%乙醇、75%乙醇、50%乙醇各 25 mL，漩渦震盪 30 秒，超音波震盪處理(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)，以所測得每克重量之標準品羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)最大波峰面積為最佳羌活萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

取本品粉末約 1.0 g (過第 20 號篩網)，精確稱定，置 50 mL 離心管中，精確加入甲醇 25 mL，漩渦震盪 30 秒，超音波震盪處理(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，加入甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 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

取標準品羌活醇(Notopterol)精確稱定 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含羌活醇(Notopterol) 1000 µg/mL 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 50 µg/mL 製成對照標準品溶液。

取標準品異歐前胡素(Isoimperatorin) 精確稱定 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含異歐前胡素(Isoimperatorin) 1000 µg/mL 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 50 µg/mL 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

取本品粉末(過第 20 號篩網)約 1.0 g，精確稱定，置 50 mL 離心管中，精確加入甲醇 25 mL，漩渦震盪 30 秒，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 x g)，取得上清液，殘渣部分重複提取一次，合併濾液，至 50 mL 之定量瓶中，加甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 µm)，即得。

(五) 測定法

分別精確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 µL，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)的含量，即得。

(六) 檢量線

精確吸取羌活醇(Notopterol)標準品儲備溶液適量(1000 µg/mL)，以甲醇稀釋製成含羌活醇(Notopterol)分別為 250、100、50、25、10 µg/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 。

精確吸取異歐前胡素(Isoimperatorin)標準品儲備溶液適量(1000 µg/mL)，以甲醇稀釋製成含異歐前胡素(Isoimperatorin)分別為 125、100、50、25、10 µg/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) 精確度試驗

以羌活醇(Notopterol)濃度為 50 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣五針，以羌活醇(Notopterol)的波峰面積為指標，求出相對標準差。

以異歐前胡素(Isoimperatorin) 濃度為 50 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣五針，以異歐前胡素(Isoimperatorin)的波峰面積為指標，求出相對標準

差。

(八) 再現性與穩定性試驗

1. 再現性：取同一批市售羌活粉末，依羌活檢品溶液製備方法平行製備五份羌活檢品溶液，進樣測定，以羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售羌活粉末，依羌活檢品溶液製備方法製備羌活檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)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

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

取已知羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)含量的羌活藥材粉末約 0.5 g，精確稱定五份，分別加入 1 mL 的羌活醇(Notopterol) 溶液(1.30 mg/mL)及異歐前胡素(Isoimperatorin)溶液(1.20 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：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 249 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(%)	水(%)
0	40	60
10	50	50
25	50	50
30	95	5
40	95	5

(十二) 臺灣市售羌活含量測定

取 10 批市售羌活藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μ L 連續三針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)的百分含量。

(十三) 羌活檢品之 UPLC 層析條件

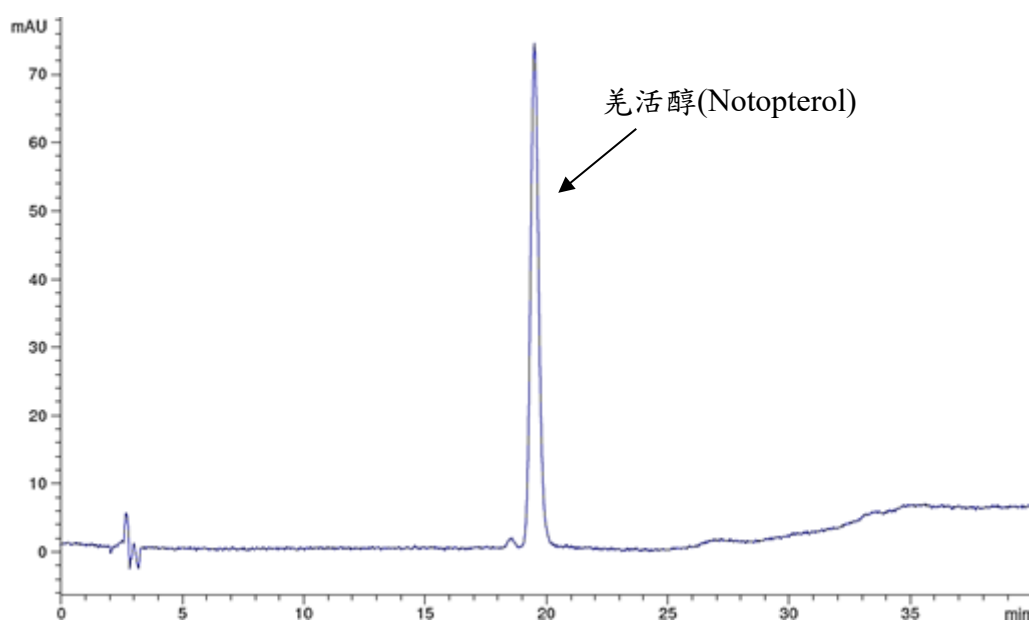
1. 層析管：Waters Acquity UPLC BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：UV 249 nm
3. 流速：0.3 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1.0 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	40	85
2	40	80
12	70	10
14	100	0

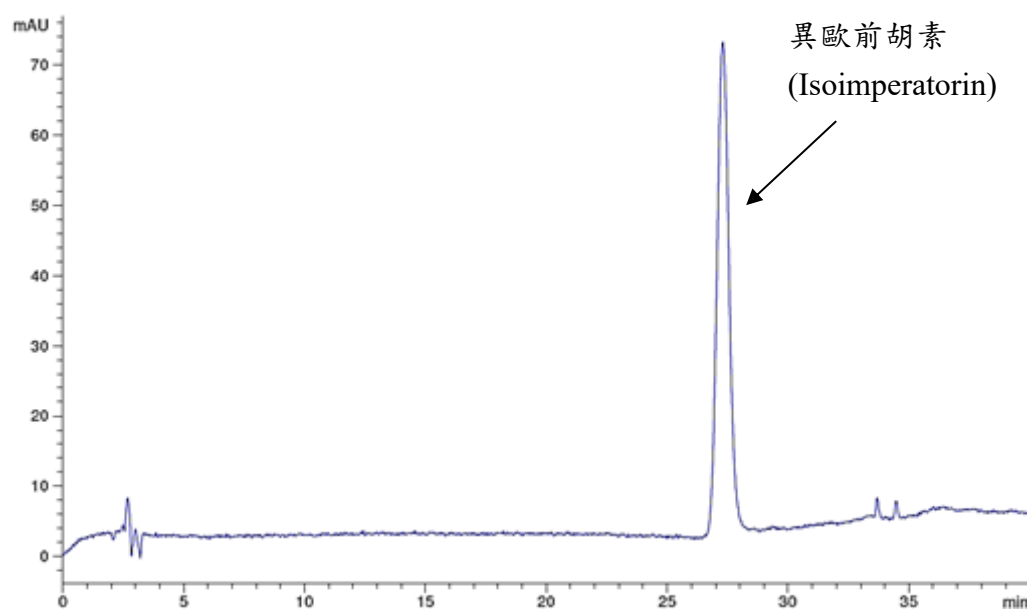
五、結果

(一) 標準品羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)之 HPLC 層析

於滯留時間 19.5 分鐘處及 27.4 分鐘處分別顯示羌活醇(Notopterol)與異歐前胡素(Isoimperatorin)標準品的波峰(圖一、圖二)。



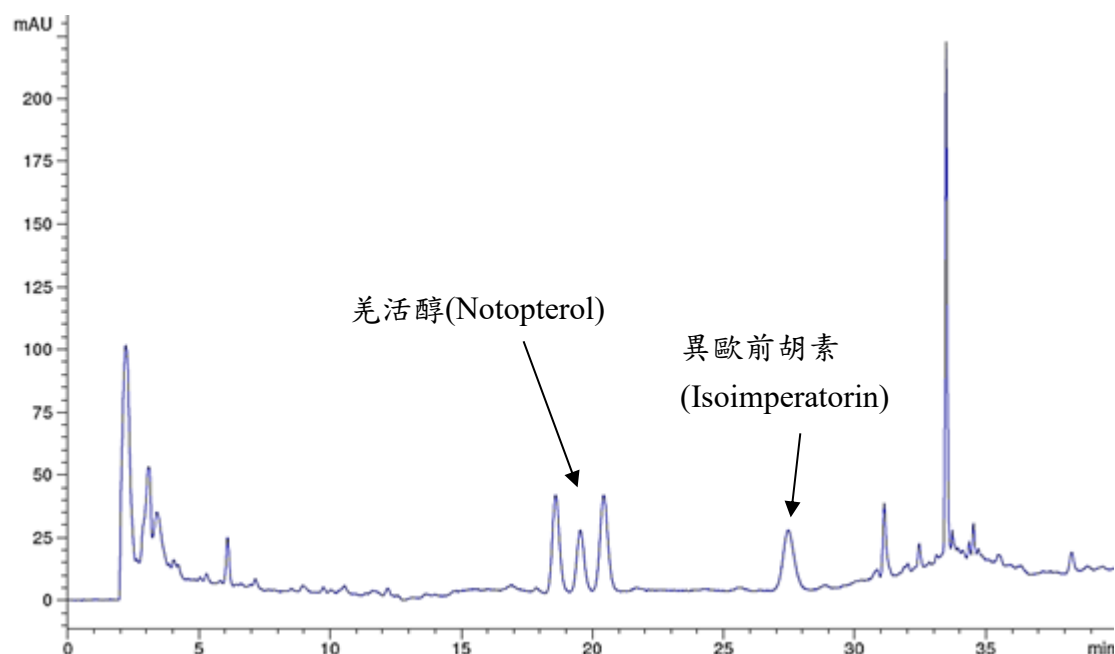
圖一、羌活醇(Notopterol)標準品溶液之 HPLC 層析圖



圖二、異歐前胡素(Isoimperatorin)標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售羌活檢品之 HPLC 層析

羌活檢品中，於滯留時間 19.5 分鐘處顯示羌活醇(Notopterol) 標準品的波峰，分離率為 $R = 1.825$ ，托尾因子為 $T = 1.126$ ；另於滯留時間 27.4 分鐘處顯示異歐前胡素(Isoimperatorin)標準品的波峰，分離率為 $R = 10.322$ ，托尾因子為 $T = 1.154$ ，皆在系統適用性要求內。(圖三)



圖三、市售羌活檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒開發

以 75% 甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得羌活醇(Notopterol)的波峰面積最大；以甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得異歐前胡素(Isoimperatorin)的波峰面積最大。參考大陸藥典及港標之萃取溶媒，選擇以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
	羌活醇 (Notopterol)	異歐前胡素 (Isoimperatorin)	
甲醇	666.4	1146.7	√
75% 甲醇	675.4	1142.6	
50% 甲醇	494.0	659.2	
95% 乙醇	595.5	1014.2	
75% 乙醇	662.7	1059.0	
50% 乙醇	611.9	975.3	

(四) 最佳萃取次數評估

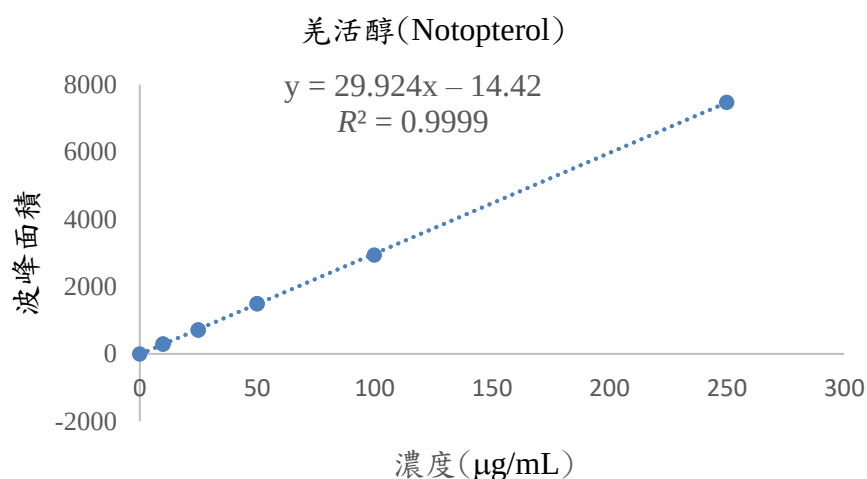
結果顯示萃取兩次基本上已將羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)萃取完全(>98%)。

表二、羌活檢品萃取次數評估

甲醇 萃取次數	羌活醇(Notopterol) 波峰面積	異歐前胡素(Isoimperatorin) 波峰面積
第一次	666.4	1146.7
第二次	95.2	154.6
第三次	N.D.	N.D.

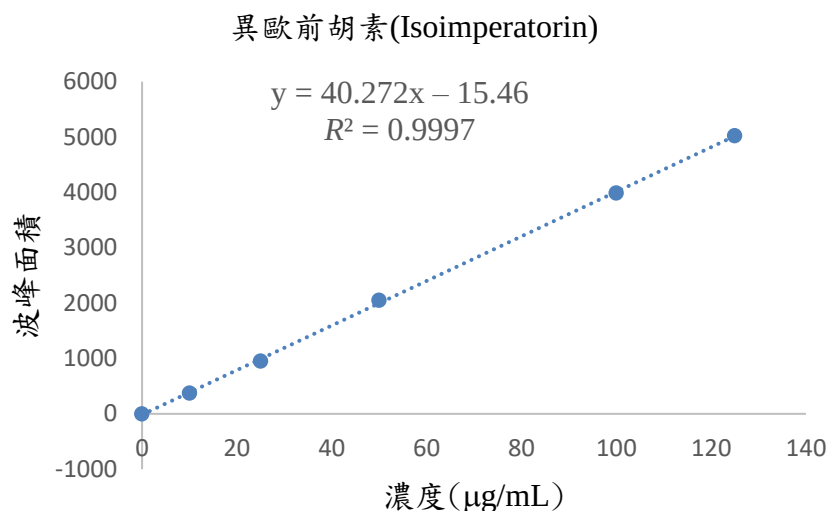
(五) 標準品羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)檢量線

經不同濃度羌活醇(Notopterol) (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 $y = 29.924x - 14.42$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 10–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、羌活醇(Notopterol)之檢量線圖

經不同濃度異歐前胡素(Isoimperatorin) (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 $y = 40.272x - 15.46$ ， $R^2 = 0.9997$ ，顯示濃度在 10–125 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、異歐前胡素(Isoimperatorin)之檢量線圖

表三、羌活醇(Notoptrol)與異歐前胡素(Isoimperatorin)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
羌活醇(Notoptrol)	10–250	$y = 29.924x - 14.42$	0.9999
異歐前胡素(Isoimperatorin)	10–125	$y = 40.272x - 15.460$	0.9997

(六) 再現性與精確度試驗

實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精確度良好，羌活醇(Notoptrol)精確度之相對標準差為 0.80%，再現性之相對標準差為 1.31%，均在系統適用性要求內。

實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精確度良好，異歐前胡素(Isoimperatorin)精確度之相對標準差為 0.64%，再現性之相對標準差為 0.76%，均在系統適用性要求內。

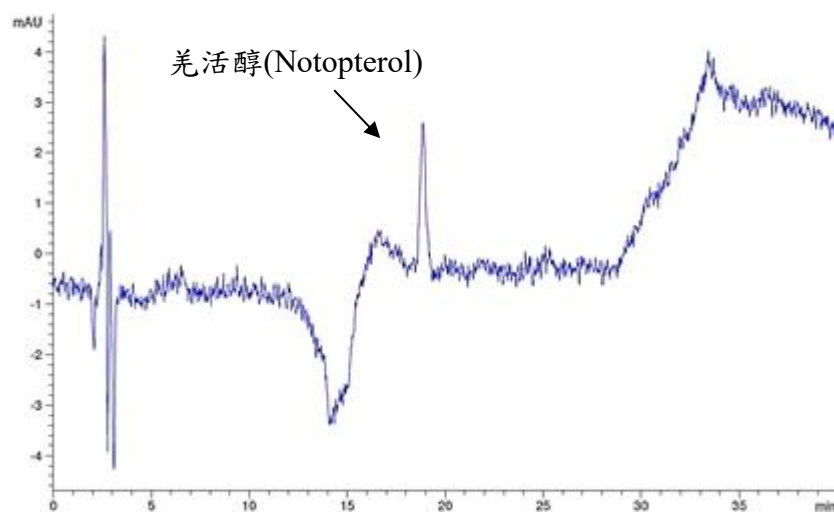
(七) 穩定性試驗

由結果可以得知羌活醇(Notoptrol)在 24 小時內穩定性，相對標準差為 2.93%，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。

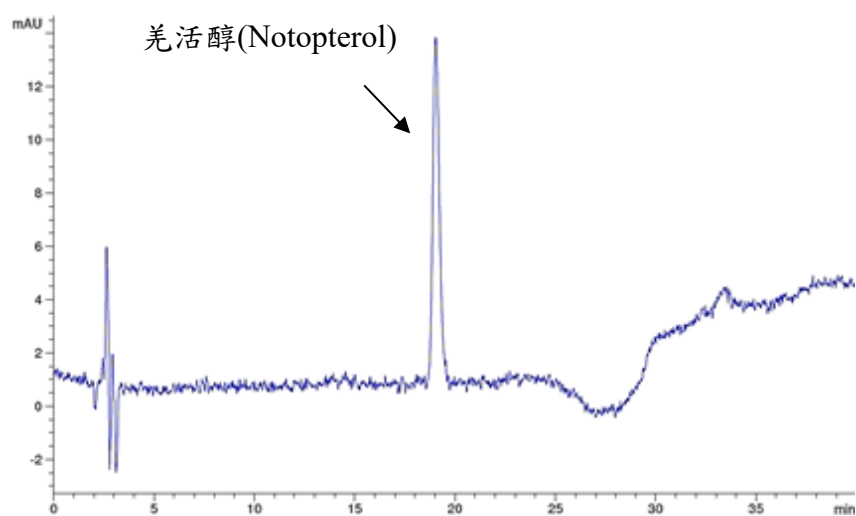
由結果可以得知異歐前胡素(Isoimperatorin)在 24 小時內穩定性，相對標準差為 2.33%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

羌活醇(Notopterol)偵測極限(limit of detection, LOD)為 2.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖六),
定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 10 $\mu\text{g/mL}$ (圖七)。

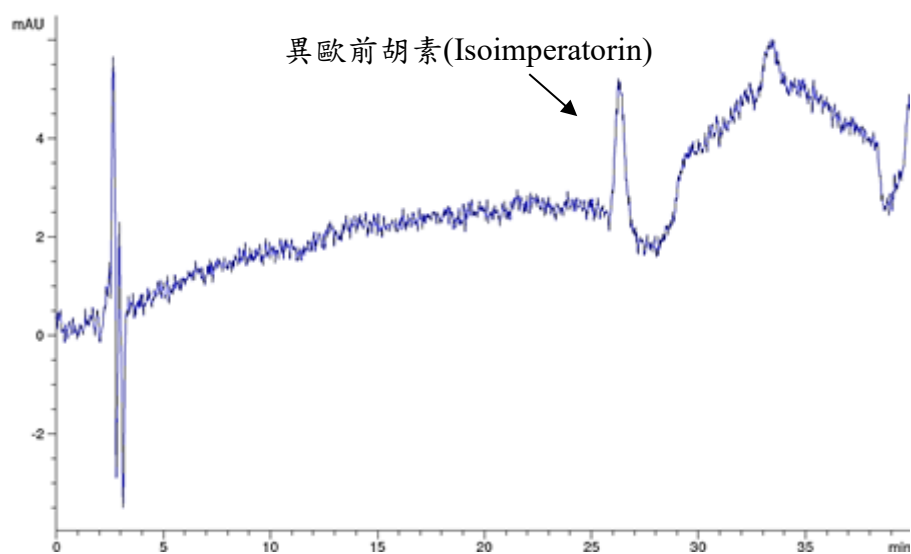


圖六、羌活醇(Notopterol)之 LOD 層析圖

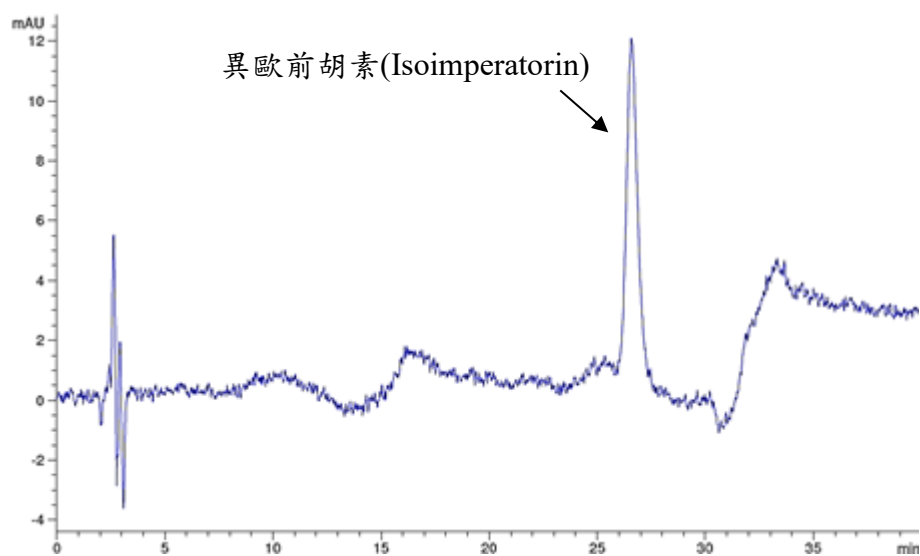


圖七、羌活醇(Notopterol)之 LOQ 層析圖

異歐前胡素(Isoimperatorin)偵測極限(limit of detection, LOD)為 2.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 10 $\mu\text{g/mL}$ (圖九)。



圖八、異歐前胡素(Isoimperatorin)之 LOD 層析圖



圖九、異歐前胡素(Isoimperatorin)之 LOQ 層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	羌活醇(Notopterol)		異歐前胡素(Isoimperatorin)	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精確度 (n=5)	50 µg/mL	0.80	50 µg/mL	0.64
再現性 (n=5)	檢品溶液(No.10)	1.31	檢品溶液(No.10)	0.76
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.10)	2.93	檢品溶液(No.10)	2.33
偵測極限 (n=1)	2.5 µg/mL	-	2.5 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	10 µg/mL	-	10 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

添加羌活醇(Notopterol)平均回收率 99.2%，相對標準偏差 5.63%。

表五、羌活醇(Notopterol)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	0.500	1.16	1.3	2.38	93.9	99.2	5.63
2	0.516	1.20	1.3	2.51	101.3		
3	0.530	1.23	1.3	2.62	107.2		
4	0.515	1.19	1.3	2.49	99.7		
5	0.500	1.16	1.3	2.38	93.8		

添加異歐前胡素(Isoimperatorin) 平均回收率 94.2%，相對標準偏差 4.53%。

表六、異歐前胡素(Isoimperatorin)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	0.500	1.15	1.2	2.23	90.7	94.2	4.53
2	0.516	1.18	1.2	2.31	93.7		
3	0.530	1.21	1.2	2.40	99.2		
4	0.515	1.18	1.2	2.35	97.9		
5	0.500	1.15	1.2	2.22	89.5		

(十) 台灣市售羌活含量測定

10 批羌活藥材之含量測定結果(乾燥品)如表七所示，羌活醇(Notopterol)含量為 0.21%–1.19%，異歐前胡素(Isoimperatorin)含量為 0.15%–0.58%，總量為 0.41%–1.77%。大陸藥典規範羌活藥材之羌活醇(Notopterol)與異歐前胡素(Isoimperatorin)含量總和不得少於 0.40%。港標規範羌活藥材之異歐前胡素(Isoimperatorin)不得少於 0.21%。由於羌活醇(Notopterol)與相鄰波峰有可能混淆，本計畫建議與港標一致，只訂異歐前胡素(Isoimperatorin)含量不得少於 0.21%。建議理論板數按異歐前胡素(Isoimperatorin)波峰計算應不低於 10000 (實際值為 19741)。

表七、台灣市售羌活檢品之羌活醇(Notopterol)與異歐前胡素(Isoimperatorin)含量

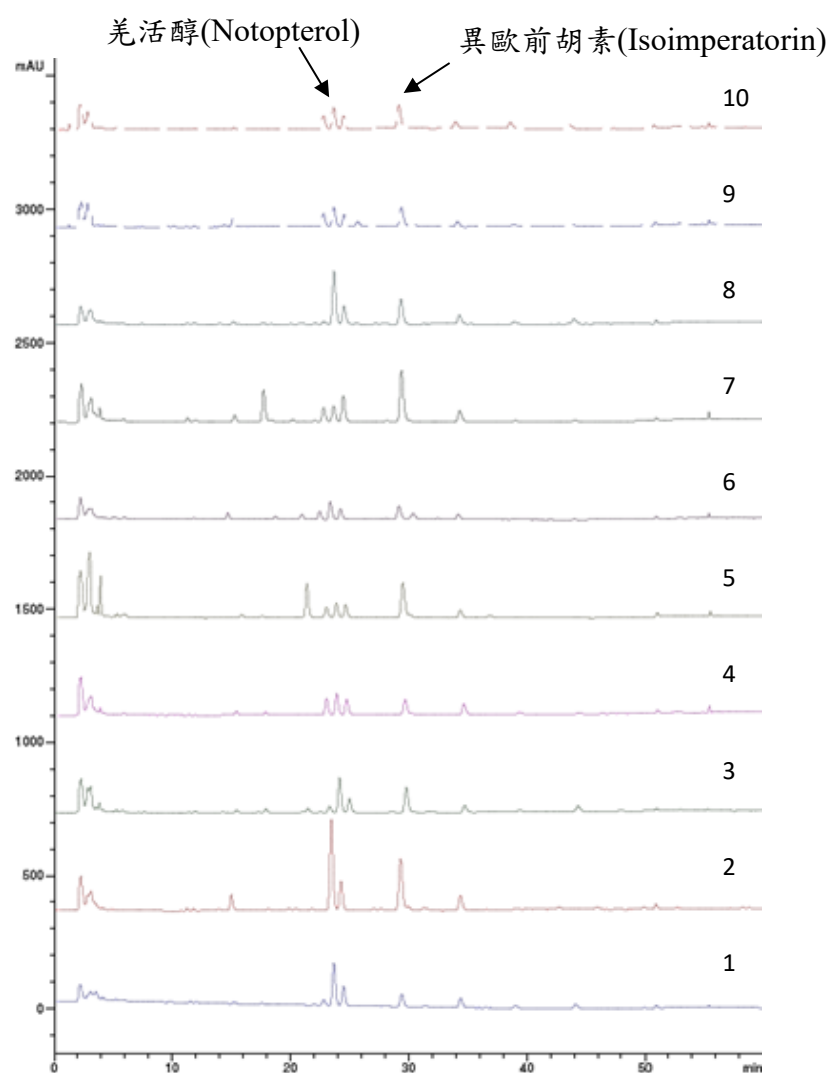
中藥店編號 (No.)	羌活醇(Notopterol) 含量(%)	異歐前胡素(Isoimperatorin) 含量(%)	總量(%)
1 (NF)	0.55	0.23	0.78
2 (ND)	1.19	0.58	1.77
3 (CA)	0.43	0.27	0.70
4 (NR)	0.28	0.19	0.47
5 (CG)	0.18	0.39	0.57
6 (SE)	0.26	0.15	0.41
7 (NI)	0.21	0.56	0.77
8 (NN)	0.72	0.28	1.00
9 (SJ)	0.26	0.22	0.48
10 (NJ)	0.29	0.26	0.55

(十一) 市售羌活藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取十批市售羌活檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

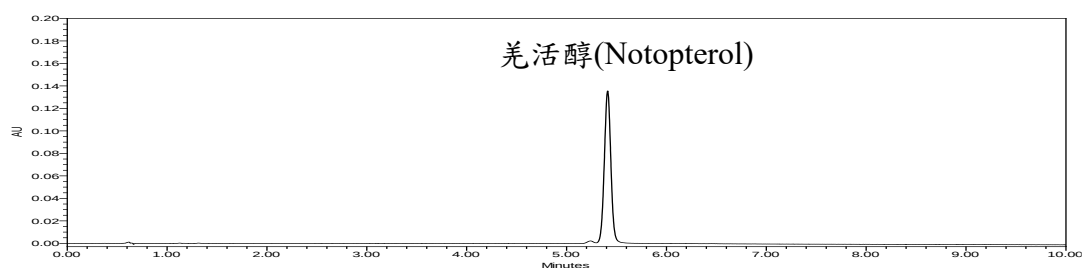
1. 層析管：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 249 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	40	60
5	40	60
45	70	30
50	100	0
60	100	0



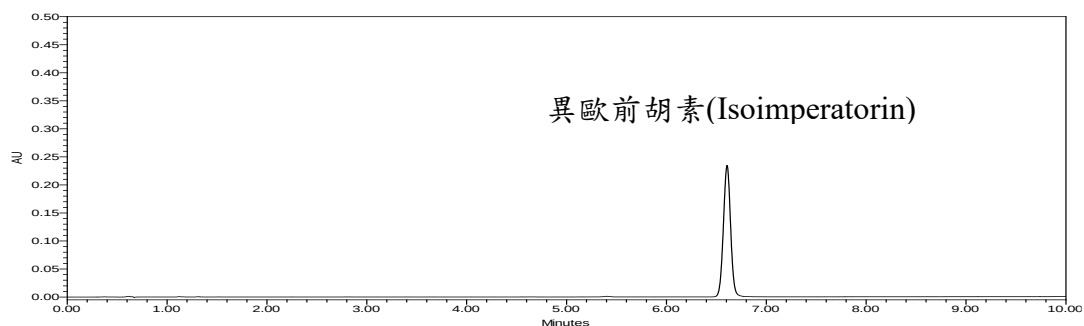
圖十、10 批羌活藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品羌活醇(Notopterol)及異歐前胡素(Isoimperatorin)之 UPLC 層析
於滯留時間 4.1 分鐘處顯示羌活醇(Notopterol)標準品的波峰(圖十一)。



圖十一、羌活醇(Notopterol)標準品溶液之 UPLC 層析圖

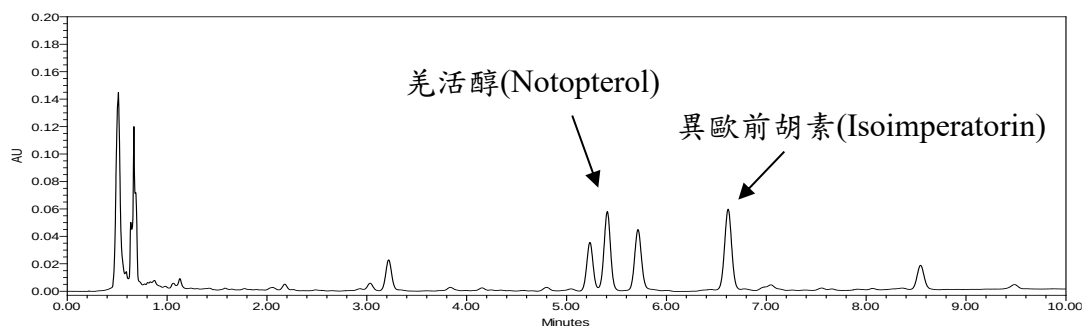
於滯留時間 6.8 分鐘處顯示異歐前胡素(Isoimperatorin)標準品的波峰(圖十二)。



圖十二、異歐前胡素(Isoimperatorin)標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售羌活檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 4.1 分鐘顯示羌活檢品中羌活醇(Notopterol)的波峰，且於滯留時間 6.8 分鐘顯示羌活檢品中異歐前胡素(Isoimperatorin)的波峰(圖十三)。

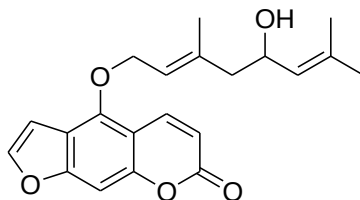


圖十三、市售羌活檢品之 UPLC 層析圖

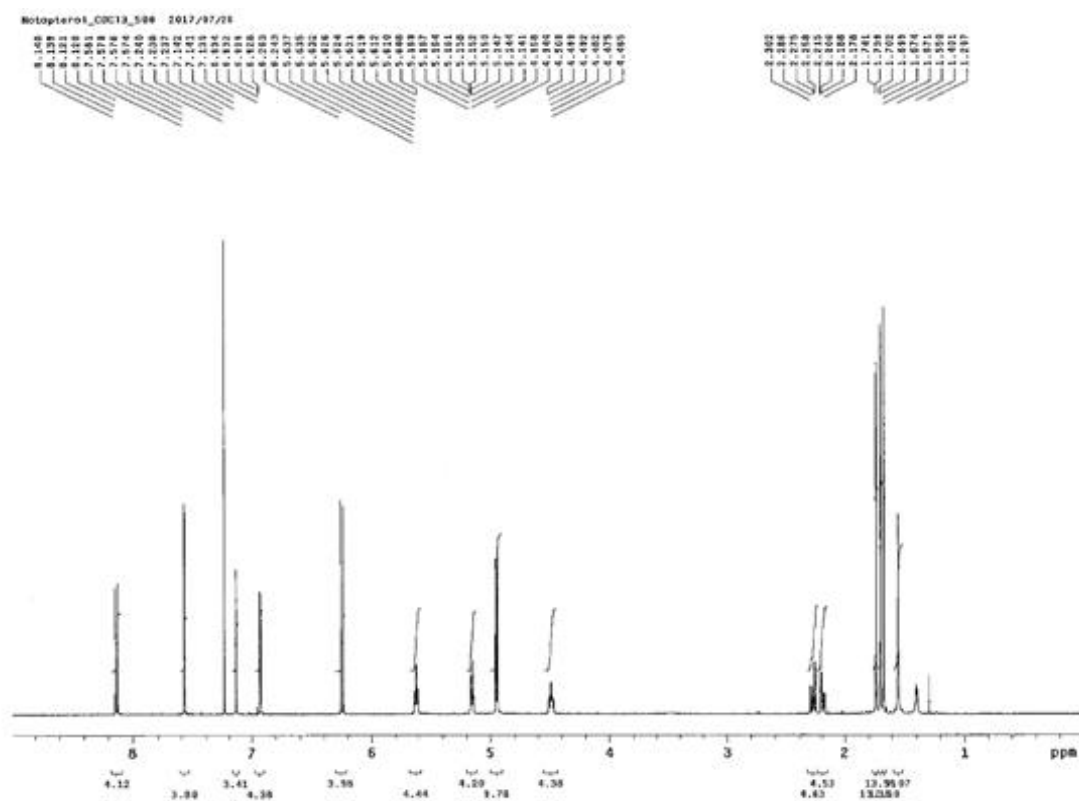
(十四) 羌活醇(Notopterol)的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{21}H_{22}O_5$ ；Mol. Wt.：354.1；mp：90 °C；白色固體。

(十五) 羌活醇(Notopterol)的結構

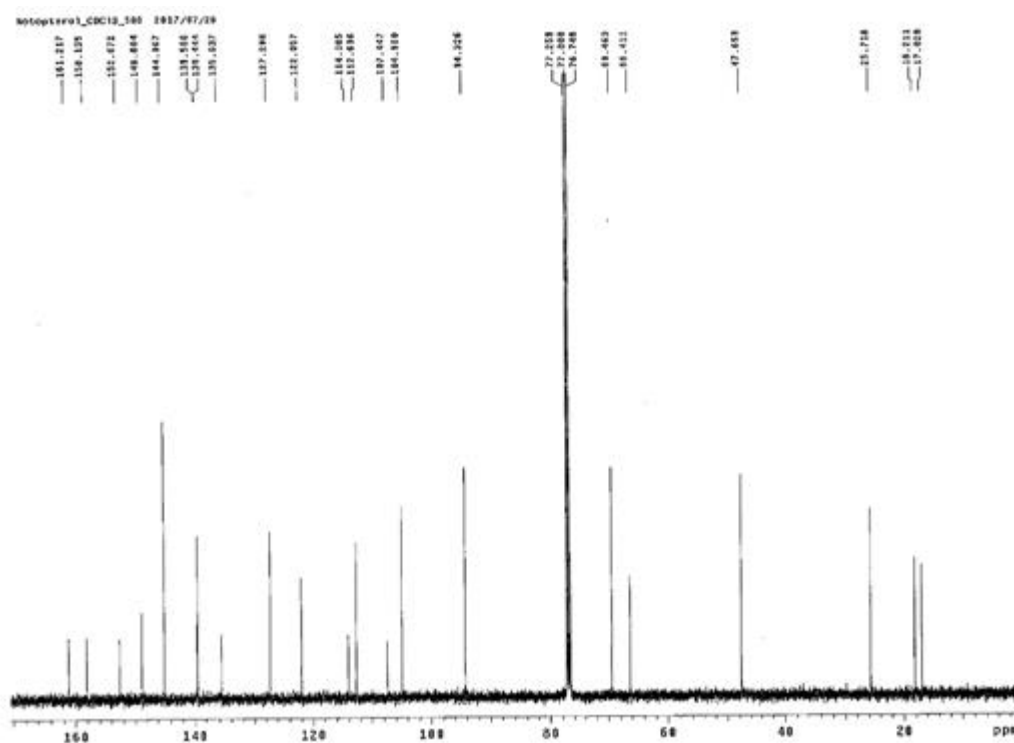


(十六) 羌活醇(Notopterol)的 1H NMR 圖譜



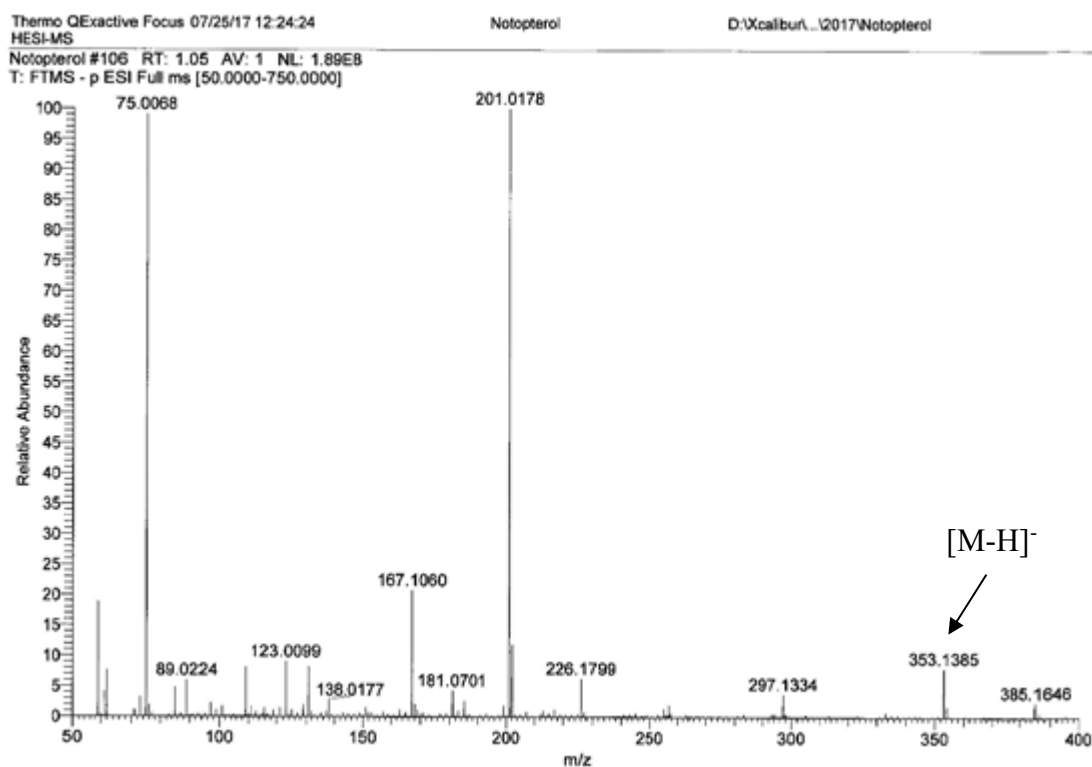
圖十四、羌活醇(Notopterol)的 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

(十七) 羌活醇(Notopterol)的 ^{13}C NMR 圖譜



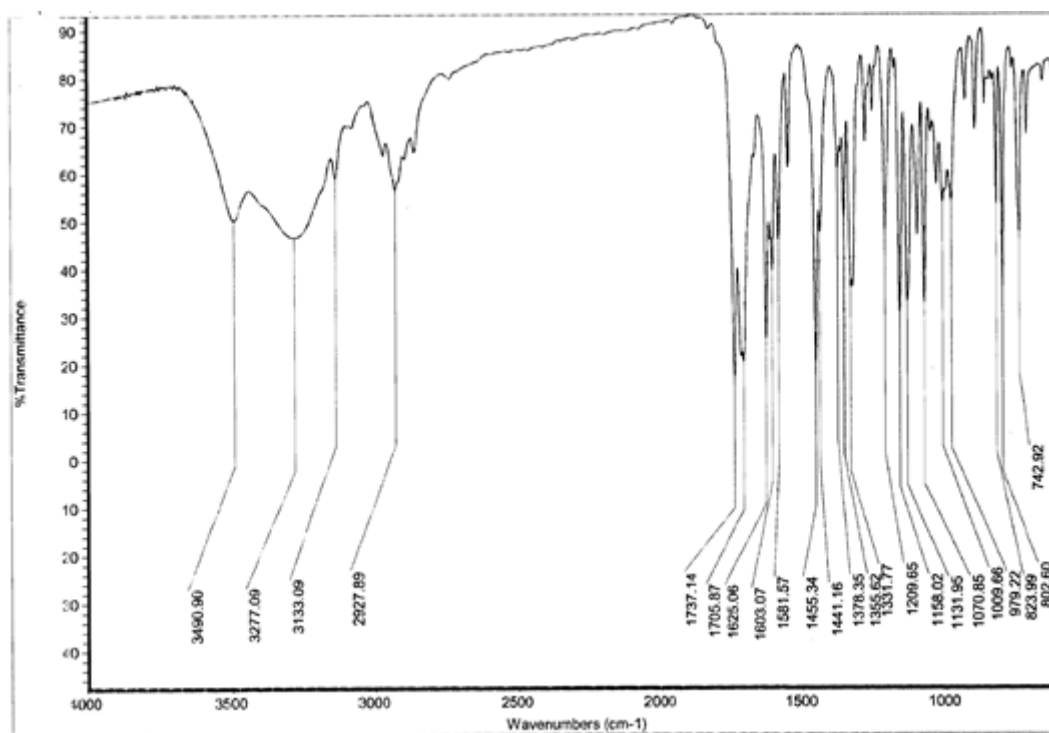
圖十五、羌活醇(Notopterol)的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(十八) 羌活醇(Notopterol)的 ESI-MS 圖譜



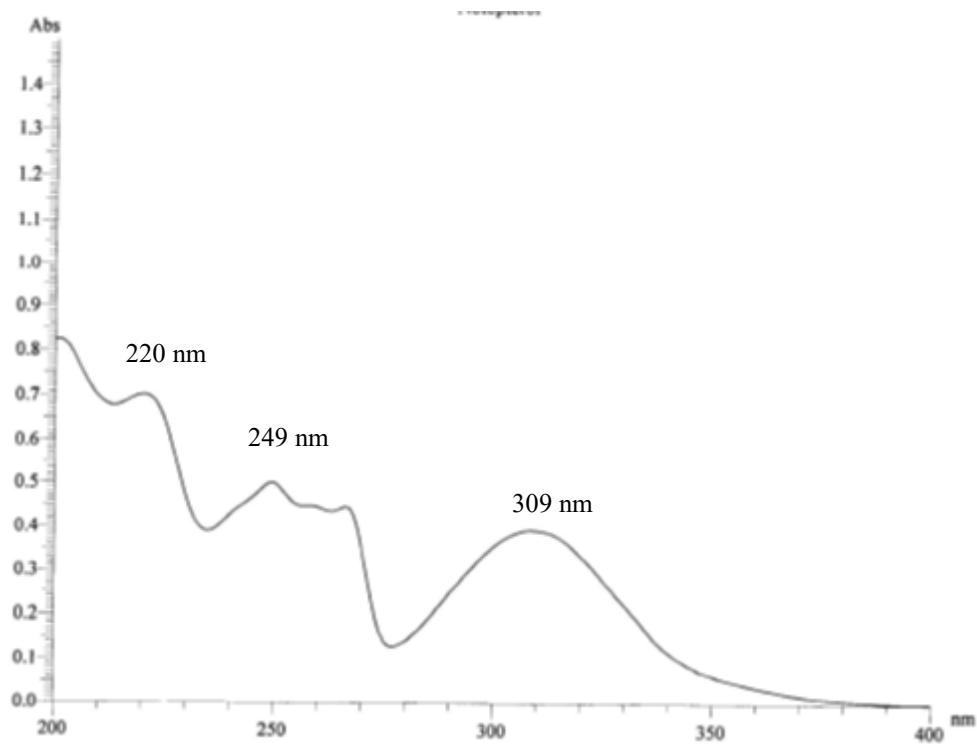
圖十六、羌活醇(Notopterol)的 ESI-MS 圖譜

(十九) 羌活醇(Notopterol)的 FTIR 圖譜



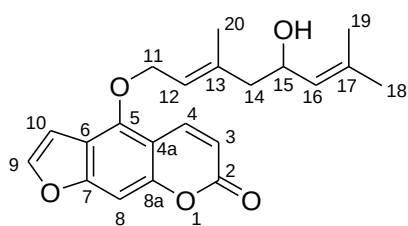
圖十七、羌活醇(Notopterol)的 FTIR 圖譜

(二十) 羌活醇(Notopterol)的 UV 圖譜



圖十八、羌活醇(Notopterol)的 UV 圖譜

(二十一) 羌活醇(Notopterol)的氫、碳化學位移



羌活醇(Notopterol)

表八、羌活醇(Notopterol)的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

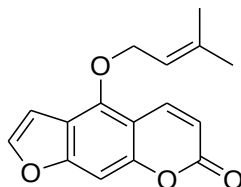
position	δ_H (500 MHz)	δ_C (125 MHz)
2	-	161.2
3	6.25 (d, 10.0)	112.7
4	8.13 (d, 10.0)	139.4
4a	-	107.4
5	-	148.8
6	-	114.1
7	-	158.1
8	7.14 (s)	94.3
8a	-	152.7
9	7.58 (d, 3.0)	145.0
10	6.93 (d, 3.0)	105.0
11	4.95 (d, 7.0)	69.5
12	5.61–5.64 (m)	122.1
13	-	139.6
14	2.20 (dd, 13.5, 4.5) 2.28 (dd, 13.5, 8.0)	47.7
15	4.47–4.51 (m)	66.4
16	5.14–5.17 (m)	127.3
17	-	135.6
18	1.70 (d, 1.5))	25.7*
19	1.67 (d, 1.5)	18.2*
20	1.74 (d, 1.0)	17.0

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

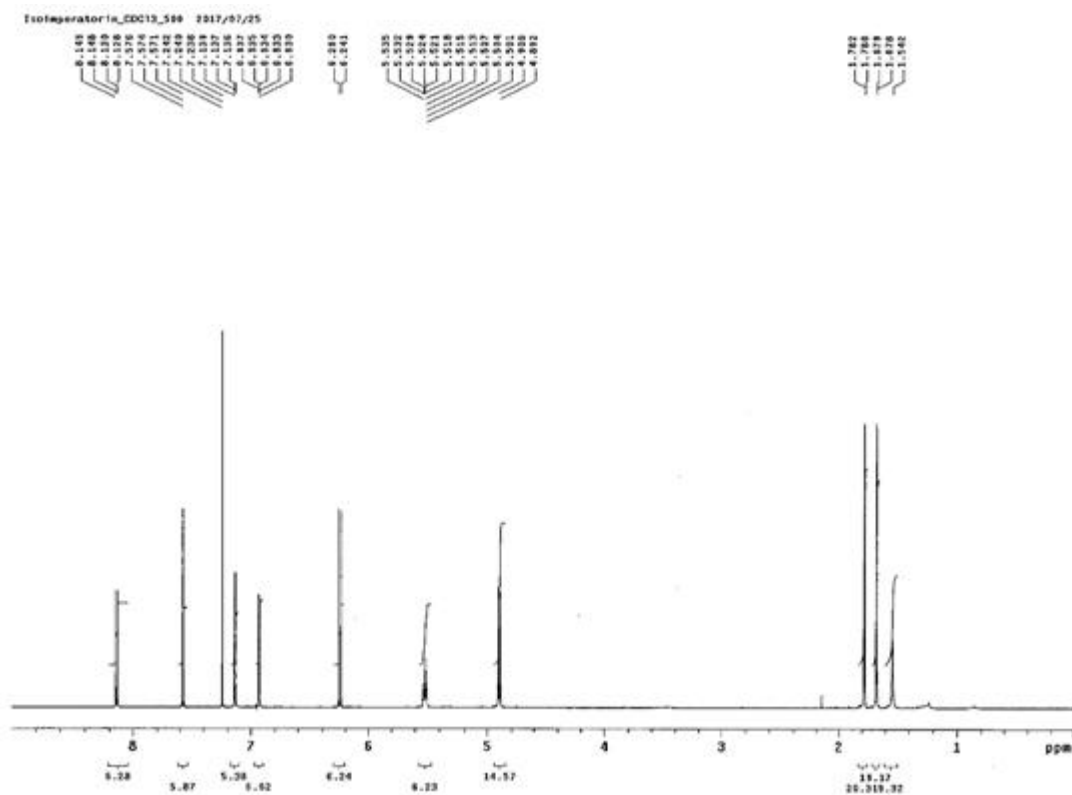
(二十二) 異歐前胡素(Isoimperatorin)的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{16}H_{14}O_4$ ；Mol. Wt.：270.3；mp：97 °C；白色固體。

(二十三) 異歐前胡素(Isoimperatorin)的結構

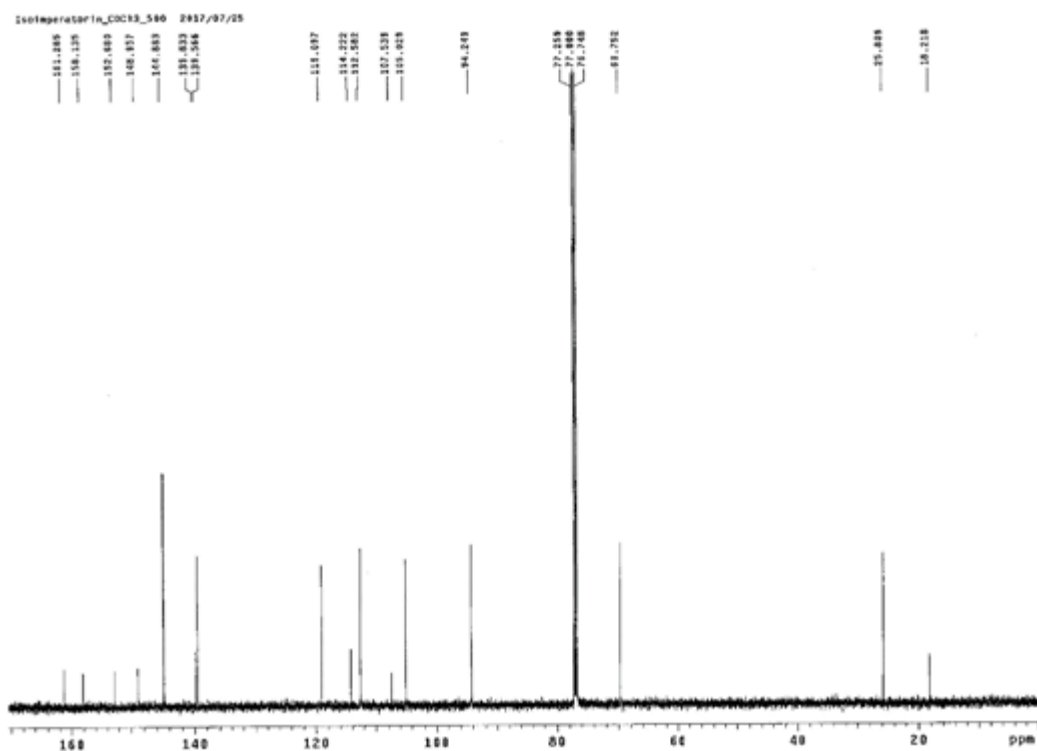


(二十四) 異歐前胡素(Isoimperatorin)的 1H NMR 圖譜



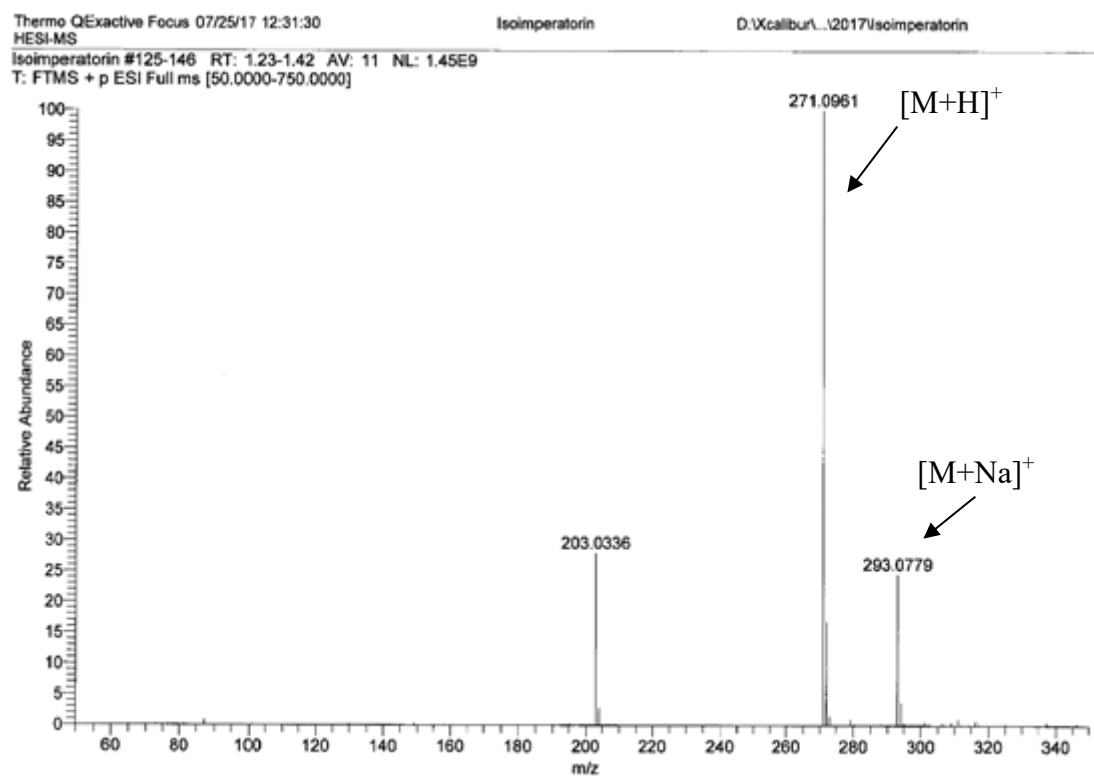
圖十九、異歐前胡素(Isoimperatorin)之 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

(二十五) 異歐前胡素(Isoimperatorin)的 ^{13}C NMR 圖譜



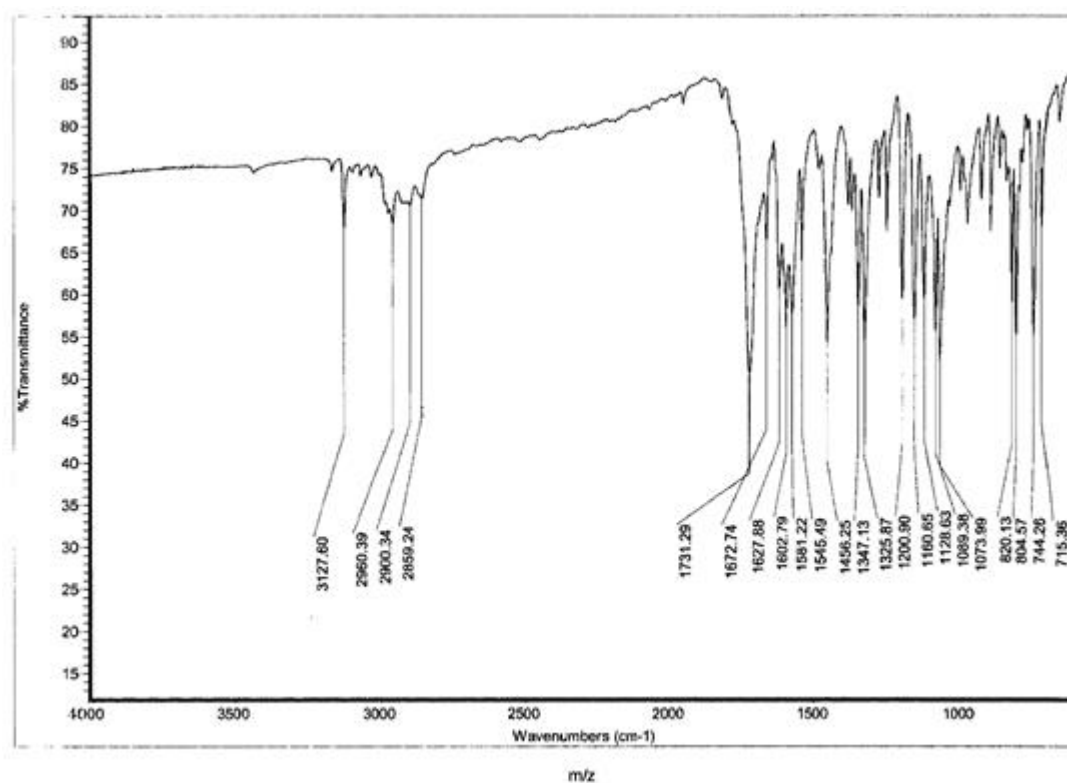
圖二十、異歐前胡素(Isoimperatorin)之 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(二十六) 異歐前胡素(Isoimperatorin)的 ESI-MS 圖譜



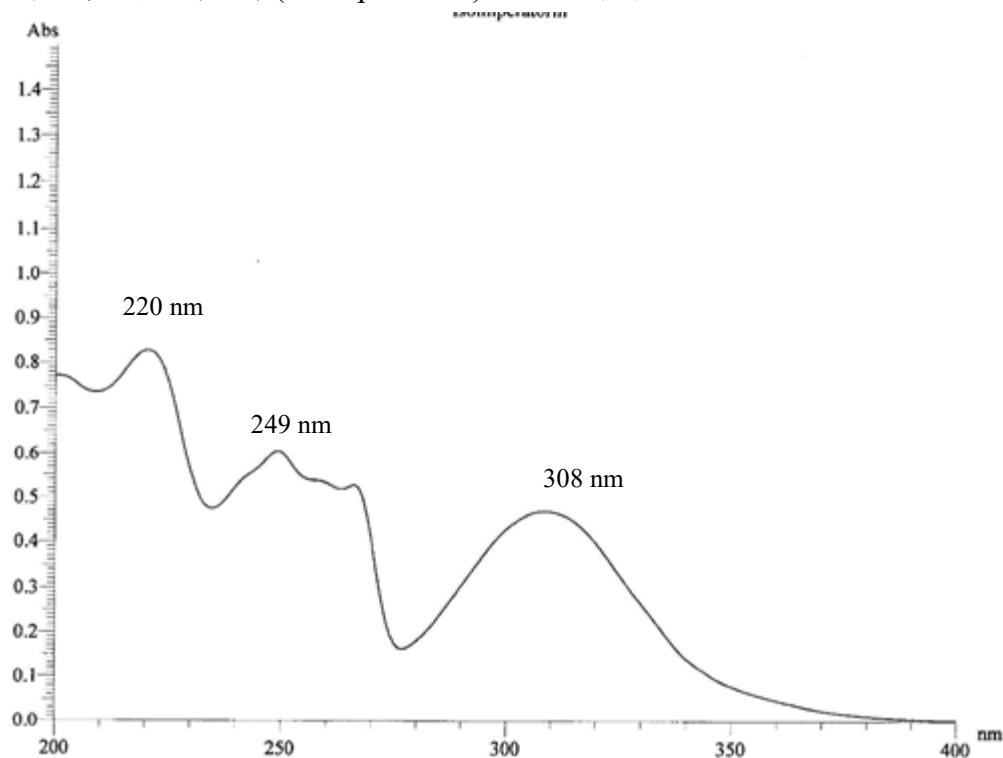
圖二十一、異歐前胡素(Isoimperatorin)之 ESI-MS 圖譜

(二十七) 異歐前胡素(Isoimperatorin)的 FTIR 圖譜



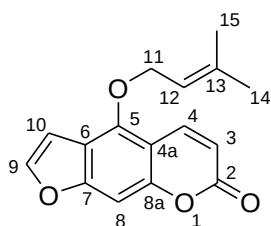
圖二十二、異歐前胡素(Isoimperatorin)之 FTIR 圖譜

(二十八) 異歐前胡素(Isoimperatorin)的 UV 圖譜



圖二十三、異歐前胡素(Isoimperatorin)之 UV 圖譜

(二十九) 異歐前胡素(Isoimperatorin)的氫、碳化學位移



異歐前胡素(Isoimperatorin)

表九、異歐前胡素(Isoimperatorin)的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (500 MHz)	δ_C (125 MHz)
2	-	161.3
3	6.25 (d, 9.5)	112.6
4	8.14 (d, 9.5)	139.6
4a	-	107.5
5	-	149.0
6	-	114.2
7	-	158.1
8	7.14(s)	94.2
8a	-	152.7
9	7.57 (d, 2.5)	144.9
10	5.93 (d, 2.5)	105.0
11	4.90 (d, 7.0)	69.8
12	5.50-5.54 (m)	119.1
13	-	139.8
14	1.78 (d, 10)	25.8*
15	1.68 (d, 10)	18.2*

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

羌活

生藥名：NOTOPTERYGII RHIZOMA ET RADIX

英文名：Notopterygium Rhizome and Root

基 原：本品為繖形科 Umbelliferae 植物羌活 *Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang 之乾燥根莖和根。

一、方法

(一) 檢 品 溶 液 【萃取方法 1】(修飾臺灣中藥典第二版 2013；修飾中華人民共和國藥典 2015)

——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 5 mL，超音波處理 20 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第二冊) ✓

——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。

(二) 對照標準品 溶 液 取異歐前胡素(Isoimperatorin)及羌活醇(Notopteron)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】(修飾臺灣中藥典第二版 2013；修飾中華人民共和國藥典 2015)

——二氯甲烷：甲醇 (4：1)

【展開劑 2】(香港中藥材標準第二冊)

——甲苯：乙酸乙酯 (4：1)

【展開劑 3】(自行開發) ✓

——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)

(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 於主波長 365 nm 之紫外燈照射下檢視。

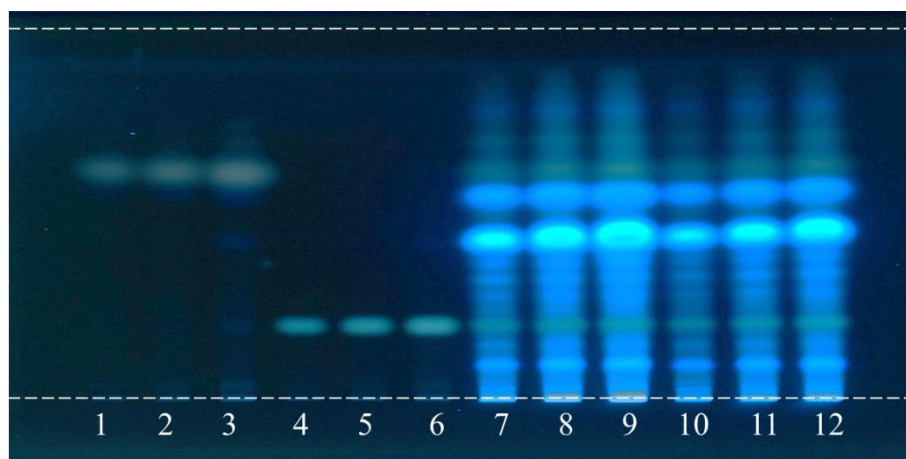
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：106/09/18

相對溼度(RH)：56%

溫度(RT)：24 °C

【展開劑 3】 (自行開發)——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)



編號	名稱	點注量
1，2，3	異歐前胡素(Isoimperatorin) (0.5 mg/mL)	1，2，5 µL
4，5，6	羌活醇(Notopterol) (0.5 mg/mL)	1，2，5 µL
7，8，9	檢品溶液 4 【萃取方法 1】	2，5，8 µL
10，11，12	檢品溶液 4 【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異歐前胡素及羌活醇，而由於檢品溶液濃度較合適，故選擇【萃取方法 2】。

建議點注量：異歐前胡素(Isoimperatorin)標準品溶液 1 µL，羌活醇(Notopterol)標準品溶液 1 µL，檢品溶液【萃取方法 2】2 µL。

三、溶媒系統選擇

實驗日期：106/09/18

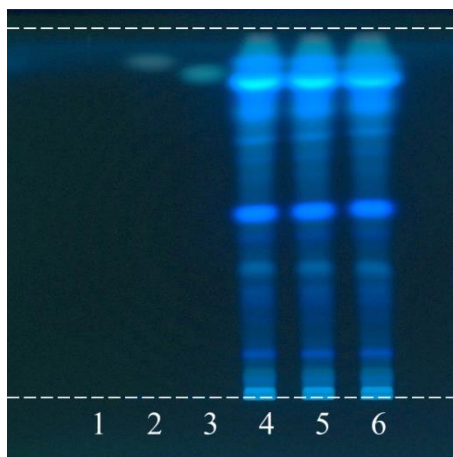
相對溼度(RH)：56%

溫度(RT)：24 °C

【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第二版 2013；修飾中華人民共和國藥典 2015)

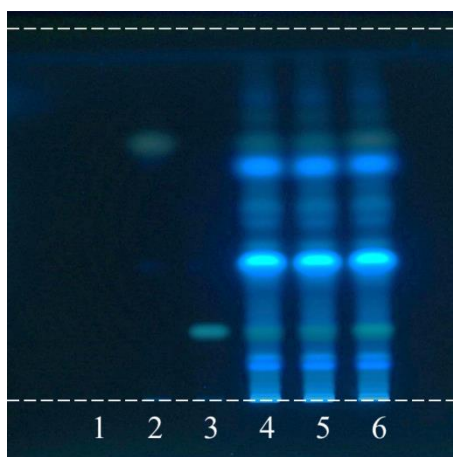
——二氯甲烷：甲醇 (4：1)

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(異歐前胡素 R_f 值為 0.91，羌活醇 R_f 值為 0.88；兩者 R_f 值皆> 0.7)



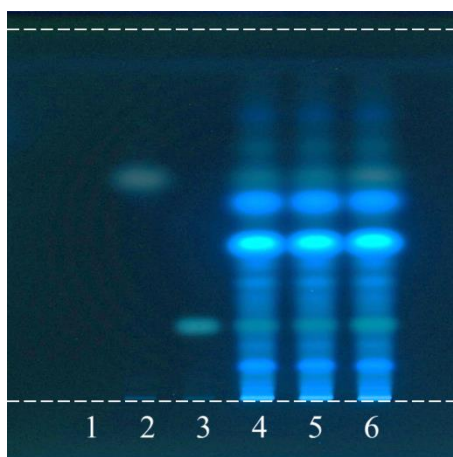
【展開劑 2】 (香港中藥材標準第二冊)——甲苯：乙酸乙酯 (4：1)

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(異歐前胡素 R_f 值為 0.69，羌活醇 R_f 值為 0.18)



【展開劑 3】 (自行開發)——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)

【萃取方法 2】(香港中藥材標準第二冊)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(異歐前胡素 R_f 值為 0.60，羌活醇 R_f 值為 0.19)



1：Blank

2：異歐前胡素(Isoimperatorin)

3：羌活醇(Notopterol)

4，5：檢品溶液 4

6：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】展開可從檢品溶液中分離與檢出異歐前胡素及羌活醇，而由於指標成分 R_f 值較趨近於中間值，且展開溶媒較廣用，故採用自行開發之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：106/09/18

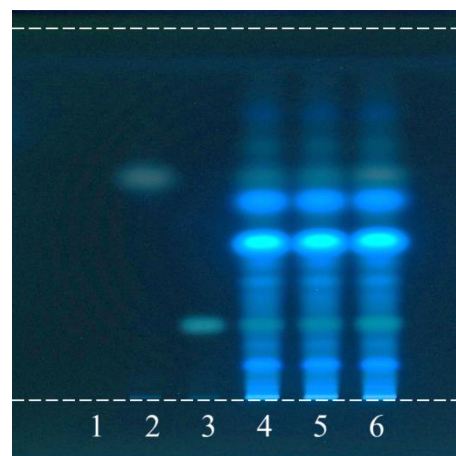
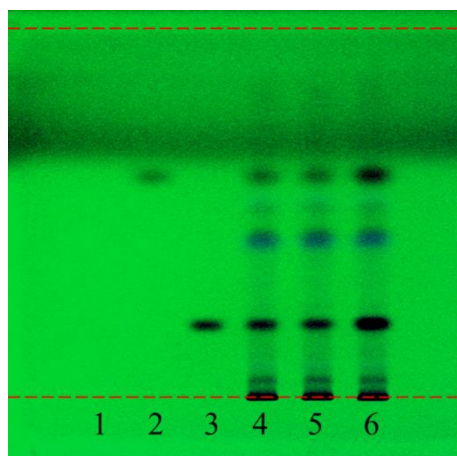
相對溼度(RH)：56%

溫度(RT)：24 °C

【展開劑 3】 (自行開發)——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第二冊) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第二冊) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出 ✓



1：Blank

2：異歐前胡素(Isoimperatorin)

3：羌活醇(Notopterol)

4，5：檢品溶液 4

6：Spike

建議觀察方式：於紫外光(365 nm)下顯示出較紫外光(254 nm)有較多明顯之條帶及異歐前胡素(Isoimperatorin)與羌活醇(Notopterol)標準品斑點。

五、十批樣品檢測

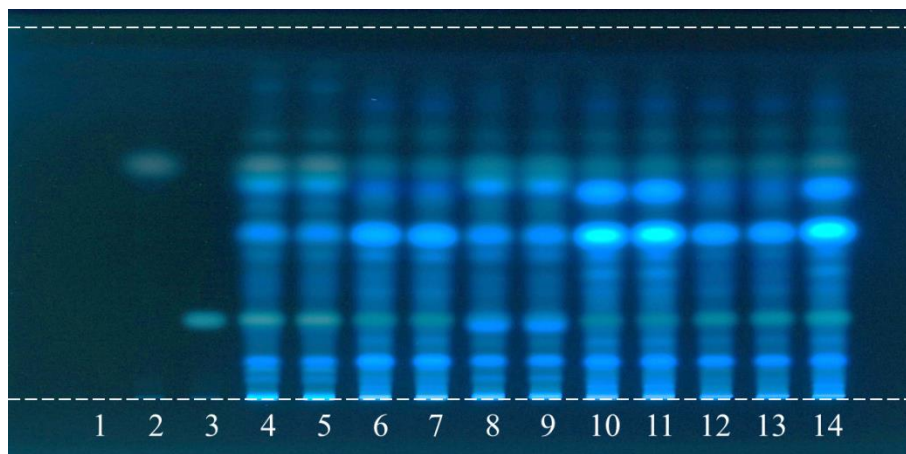
實驗日期：106/09/18

相對溼度(RH)：56%

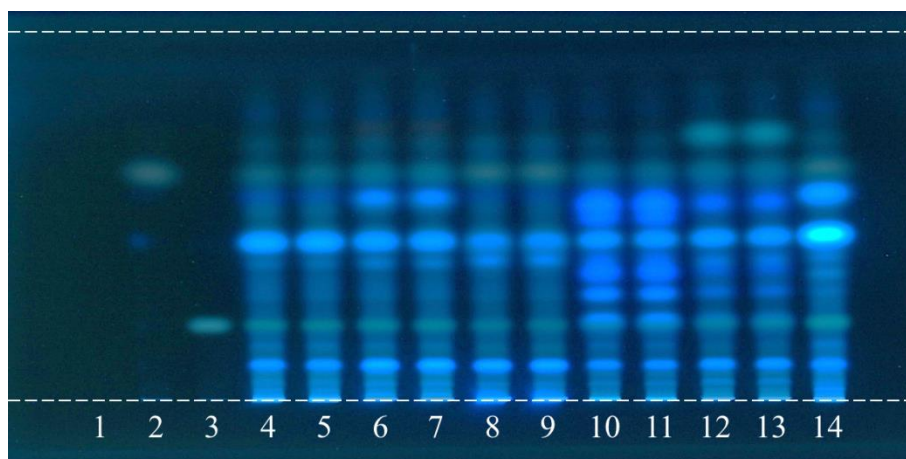
溫度(RT)：24 °C

【展開劑 3】 (自行開發)——正己烷：乙酸乙酯 (2：1)

【萃取方法 2】 (香港中藥材標準第二冊) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	異歐前胡素(Isoimperatorin) (0.5 mg/mL)
3	羌活醇(Notopterol) (0.5 mg/mL)
4, 5	檢品溶液 1 (ND)
6, 7	檢品溶液 2 (NF)
8, 9	檢品溶液 3 (NI)
10, 11	檢品溶液 4 (NJ)
12, 13	檢品溶液 5 (NN)
14	Spike (檢品溶液 4)



1	Blank
2	異歐前胡素(Isoimperatorin) (0.5 mg/mL)
3	羌活醇(Notopteronol) (0.5 mg/mL)
4, 5	檢品溶液 6 (NR)
6, 7	檢品溶液 7 (CA)
8, 9	檢品溶液 8 (CG)
10, 11	檢品溶液 9 (SE)
12, 13	檢品溶液 10 (SJ)
14	Spike (檢品溶液 4)

結論與建議：以香港中藥材標準第二冊之【萃取方法 2】方式，並以自行開發之【展開劑 3】分離與檢出異歐前胡素(Isoimperatorin)及羌活醇(Notopteronol)較佳，於紫外光(365 nm)下檢視較佳。