

山豆根

(SOPHORAE TONKINENSIS RADIX ET RHIZOMA)

山豆根 MI

一、藥材採購及鑑定.....	3
二、藥材性狀描述 (圖 1).....	3
三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2).....	3
四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3).....	4

山豆根 HPLC

一、材料.....	10
二、儀器及層析管柱.....	10
三、實驗藥品及試劑來源.....	10
四、方法.....	10
五、結果.....	14

山豆根飲片 HPLC

一、材料.....	31
二、儀器及層析管柱.....	31
三、實驗藥品及試劑來源.....	31
四、方法.....	31
五、結果.....	35

山豆根 TLC

一、方法.....	41
二、萃法選擇及濃度測試.....	42
三、溶媒系統選擇.....	43
四、觀察方式選擇.....	45

五、十批山豆根藥材樣品檢測.....	46
六、十批山豆根飲片樣品檢測.....	48

山豆根

(SOPHORAE TONKINENSIS RADIX ET 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山豆根的乾燥根及根莖。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：山豆根

生藥名：SOPHORAE TONKINENSIS RADIX ET RHIZOMA

英文名：Vietnamese Sophora Root and Rhizome

基原：本品為豆科 Leguminosae 植物越南槐 *Sophora tonkinensis* Gagnep. 之乾燥根及根莖。

採收加工：種植 3~4 年後於秋季採挖，除去地上部後，洗淨，曬乾。

藥材性狀：本品細長或粗壯圓柱形，常扭曲，長 30~50 cm，直徑 1~5 cm。有稀疏細根、細根痕或芽痕，頂端有地上莖殘基，具縱皺，皮孔少，外表黃至棕黑色，木栓易剝落，具縱皺，斷面平坦，呈纖維性，木質部深黃色，分列成束，輻射如輪，無臭，味甚苦。

飲片性狀：本品藥材已切為斜切成片或圓切小段，形狀大小不規則。斷面平坦，皮部淺棕色，木部淡黃色，有細微放射狀紋路，木心有時脫落。質堅硬，難折斷。具豆腥氣，味苦。

生長分佈：小灌木，喜溫暖濕潤環境，不耐寒、忌積水，需較深厚的土壤，常生長於山林中，主產於江西、廣東、貴州、雲南等地。花期 5~6 月，果期 7~8 月。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

根：

1. 木栓層為數列至十餘列木栓細胞，呈類方形，黃棕色。
2. 栓內層由 1~4 列細胞組成，細胞扁平，散有草酸鈣方晶。
3. 韌皮部及皮層薄壁細胞散有纖維束及草酸鈣方晶。

4. 篩管群於近形成層處較明顯。
5. 形成層斷續成環。
6. 木質部發達，木纖維與導管相間排列，導管單個散在或數個排列，直徑約 10~50 μm 。
7. 射線 1~6 列細胞寬，細胞方形或長方形，孔溝明顯，呈放射狀排列。
8. 薄壁細胞含大量澱粉粒，直徑 5~20 μm 。

根莖：

1. 木栓層為數列至十餘列木栓細胞，呈類方形，黃棕色。
2. 栓內層由 1~4 列細胞組成，細胞扁平，散有草酸鈣方晶。
3. 韌皮部及皮層薄壁細胞散有纖維束及草酸鈣方晶。
4. 形成層斷續成環。
5. 木質部寬廣且發達，木纖維眾多，與導管相間排列，導管單個散在或數個排列，直徑約 10~30 μm 。
6. 有髓，髓線明顯，寬 1~6 列細胞，細胞方形或長方形，呈放射狀排列。
7. 薄壁細胞含大量澱粉粒，直徑 5~20 μm 。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末淡黃色。
2. 木栓細胞淡棕色或黃色，呈多角形，壁具紋孔。
3. 纖維成束或單個散在，直徑 10~40 μm ，壁級厚。偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。
4. 部分纖維周圍細胞含草酸鈣方晶，形成結晶纖維。偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。
5. 石細胞少見，淡黃色，呈類長方形或類圓形，壁厚，孔溝明顯。偏光顯微鏡下呈亮白色。
6. 導管主要為網紋導管及有緣紋孔導管，直徑約 10~50 μm 。
7. 草酸鈣方晶多，直徑約 5~30 μm 。偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。
8. 澱粉粒單粒球形，直徑 5~20 μm ，臍點星狀、裂縫狀或點狀，層紋不甚明顯；複粒由 2~8 分粒組成。偏光顯微鏡下呈黑十字。



圖 1A 山豆根藥材圖



圖 1B 山豆根飲片藥材圖

a. 藥材圖 b. 橫切面圖

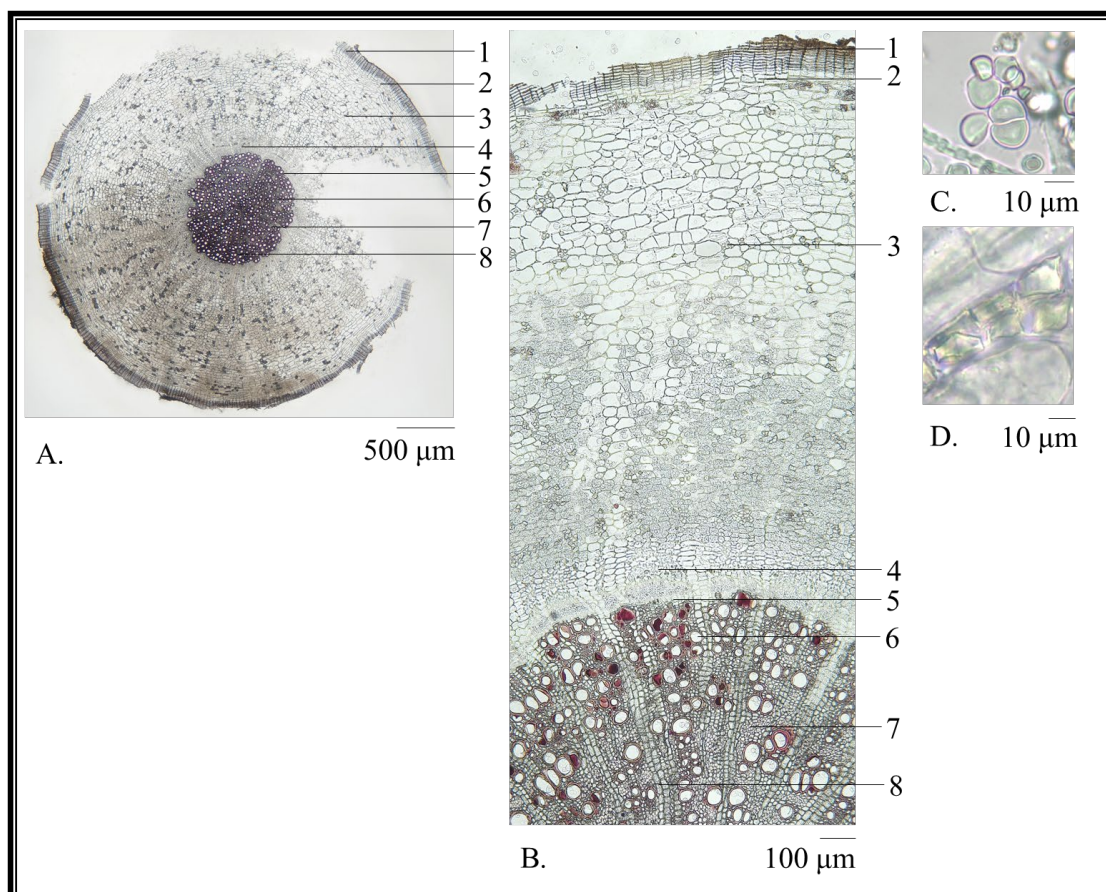


圖 2A 山豆根根橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.澱粉粒 D.草酸鈣方晶

1.木栓層 2.栓內層 3.纖維束 4.韌皮部 5.形成層 6.導管 7.木纖維 8.射線

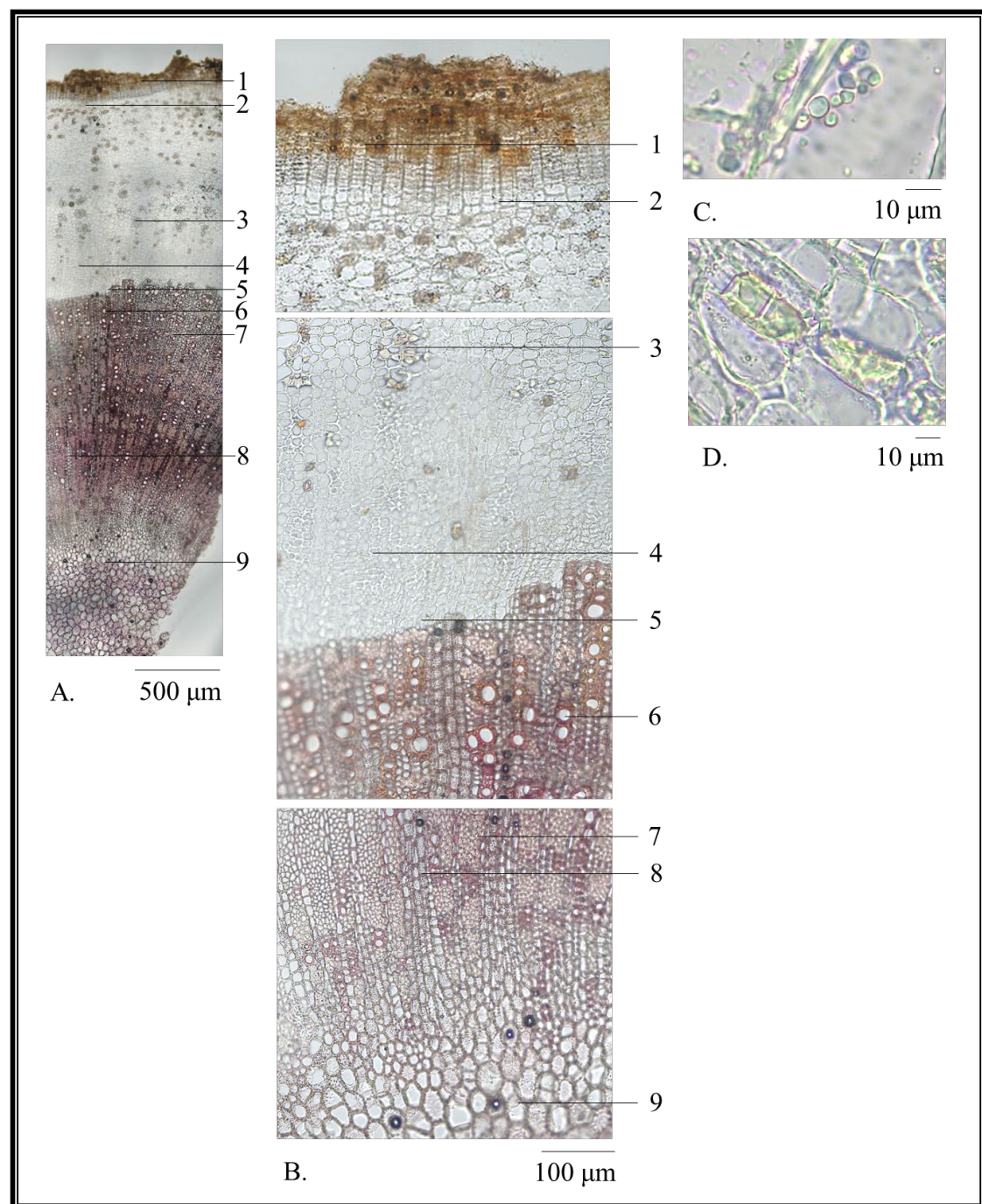


圖 2B 山豆根根莖橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.澱粉粒 D.草酸鈣方晶

1.木栓層 2.栓內層 3.纖維束 4.韌皮部 5.形成層 6.導管 7.木纖維 8.髓線
9.髓

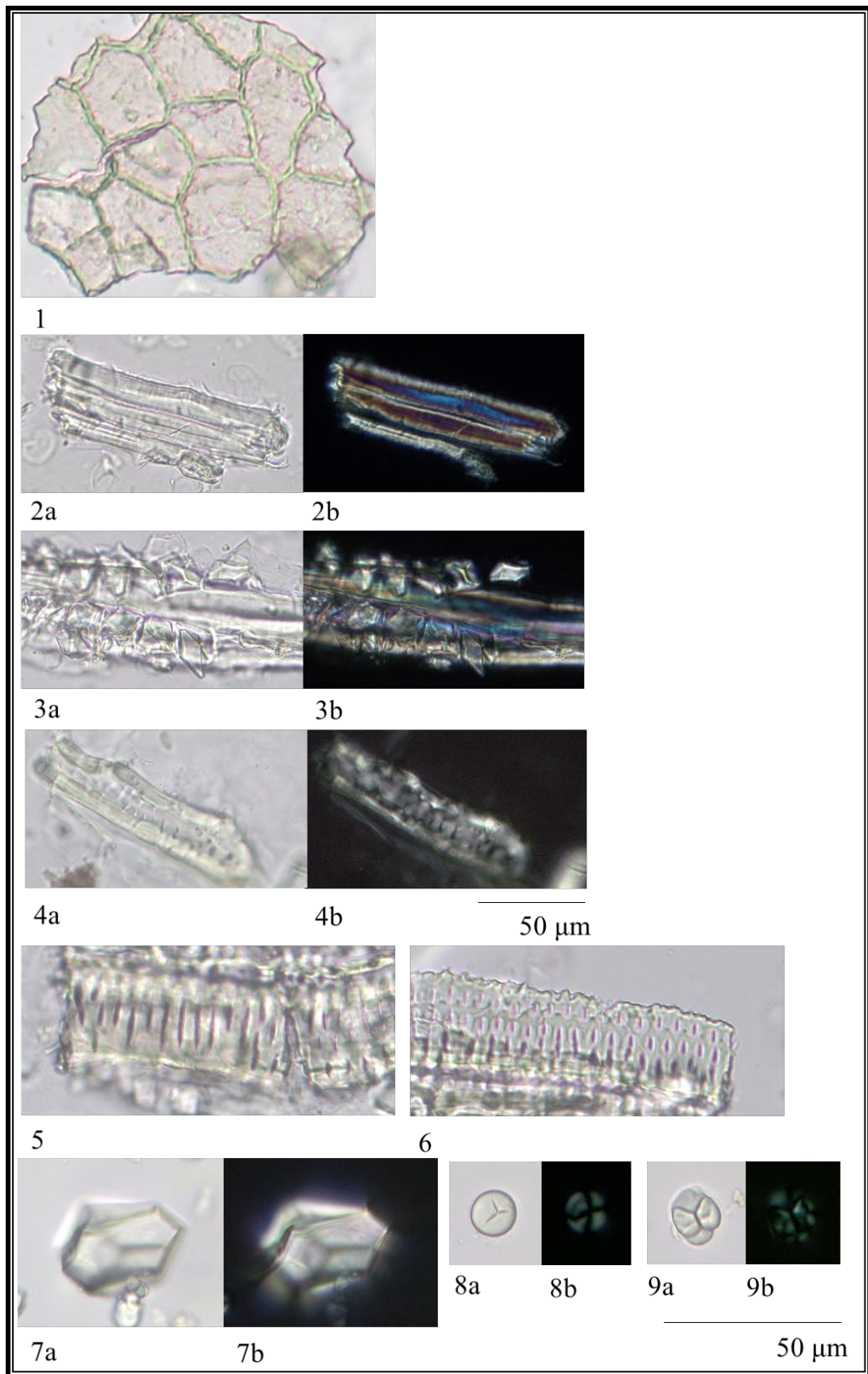


圖 3 山豆根根及根莖粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 木栓層碎片 2. 纖維 3. 結晶纖維 4. 石細胞 5. 網紋導管 6. 有緣紋孔導管

7. 草酸鈣方晶 8. 澱粉粒單粒 9. 澱粉粒複粒

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。21~22 頁。
2. 戴新民(1985)。中藥鑑別手冊。啟業書局。63~75 頁。
3. 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(2017)。香港中藥材標準第八冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。475~480 頁。
4. 肖培根等編輯(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。82~85 頁。
5. 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。66~67 頁。
6. 徐國鈞、徐珞珊主編(1994)。常用中草藥品種整理和質量研究第一冊。福建科學技術出版社。264~296 頁。
7. 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。40 頁。
8. 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。28~29 頁。
9. 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。34~35 頁。

山豆根(SOPHRAE TONKINENSIS RADIX ET RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店山豆根藥材共 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、Sample Manager、PDA Detector；層析管柱 Agilent Poroshell 120 EC-C18 Column (100 × 4.6 mm, 2.7 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

乙腈(99.9%)購自於友和貿易股份有限公司；磷酸(≥85%)購自於 Merck；二乙胺購自於 Merck；氨水(25%)購自於 Merck。

(二) 標準品

標準品苦參鹼(Matrine)與氧化苦參鹼(Oxymatrine)購自於昇漢科技有限公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取條件評估

取本品粉末 5 份，每份準確稱取 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 50% 甲醇 25 mL、50% 甲醇 25 mL 和 25% (v/v) 氨溶液 0.5 mL、30% 甲醇 25 mL 和 25% (v/v) 氨溶液 0.5 mL、50% 乙醇 25 mL 和 25% (v/v) 氨溶液 0.5 mL、30% 乙醇 25 mL 和 25% (v/v) 氨溶液 0.5 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 4000 × g)，以 No.1 濾紙過

濾，取濾液移入 25 mL 容量瓶中，加溶媒至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, Minisart RC 0.45 μ m)，即得。每針 10 μ L 注入 HPLC，以所測得每克重量之標準品苦參鹼與氧化苦參鹼最大峰面積為最佳山豆根萃取溶媒。

(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 50% 甲醇 25 mL 和 25% (v/v) 氨溶液 0.5 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 4000 $\times$ g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液移入 25 mL 容量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, Minisart RC 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. 準確稱取標準品苦參鹼 2.0 mg，加 10 mL 的 HPLC 沖提液(乙腈-0.3%磷酸含 0.3% 二乙胺(3:97, v/v)製成每 1 mL 含苦參鹼 200 μ g 的標準品儲備溶液，並以 HPLC 沖提液稀釋至 20 μ g/mL 製成對照標準品溶液。
2. 準確稱取標準品氧化苦參鹼 10.0 mg，加 10 mL 的 HPLC 沖提液製成每 1 mL 含氧化苦參鹼 1000 μ g 的標準品儲備溶液，並以 HPLC 沖提液稀釋至 150 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 1.0 g，置 50 mL 離心管中，加入 50% 甲醇 25 mL 和 25% (v/v) 氨溶液 0.5 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 4000 $\times$ g)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部分重複提取 2 次，合併濾液，減壓濃縮至少量，移入 50 mL 容量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, Minisart RC 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苦參鹼與氧化苦參鹼的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取苦參鹼標準品儲備液適量(200 μ g/mL)，以 HPLC 沖提液稀釋成含苦參鹼分別為 200、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 。

2. 準確吸取氧化苦參鹼標準品儲備液適量(1000 $\mu\text{g/mL}$)，以 HPLC 沖提液稀釋成含氧化苦參鹼分別為 1000、750、500、250、150、80、40 $\mu\text{g/mL}$ 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

1. 以苦參鹼為 20 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以苦參鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。
2. 以氧化苦參鹼為 150 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以氧化苦參鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售山豆根粉末，依山豆根檢品溶液製備方法平行製備 5 份山豆根檢品溶液，進樣測定，以苦參鹼與氧化苦參鹼的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售山豆根粉末，依山豆根檢品溶液製備方法製備山豆根檢品溶液，分別在 0、2、4、8、24 小時進樣測定，以苦參鹼與氧化苦參鹼的含量為指標，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

1. 取已知苦參鹼含量的山豆根藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 1.0 mL 的苦參鹼溶液(0.3 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知氧化苦參鹼含量的山豆根藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入氧化苦參鹼 9.0 mg，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 × 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：35°C

5. 注入量：10 μ L

6. 移動相：

時間(min)	乙腈-0.3%磷酸含 0.3%二乙胺(3:97, v/v)*
0	100
20	100

*取 3 mL 磷酸及 3 mL 二乙胺加水至 1000 mL，取 970 mL 的此溶液與 30 mL 乙腈配成 1000 mL 的混合液(pH 值約 2.4)。

(十二) 臺灣市售山豆根藥材含量測定

取 10 批市售山豆根藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μ L 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品苦參鹼與氧化苦參鹼的百分比含量。

(十三) 山豆根檢品之 UPLC 分析條件

1. 層析管：Agilent Poroshell 120 EC-C18 Column(100 x 4.6 mm, 2.7 μ m)。

2. 檢測波長：UV 220 nm

3. 流速：1 mL/min

4. 管柱溫度：35 $^{\circ}$ C

5. 注入量：1 μ L

6. 移動相：

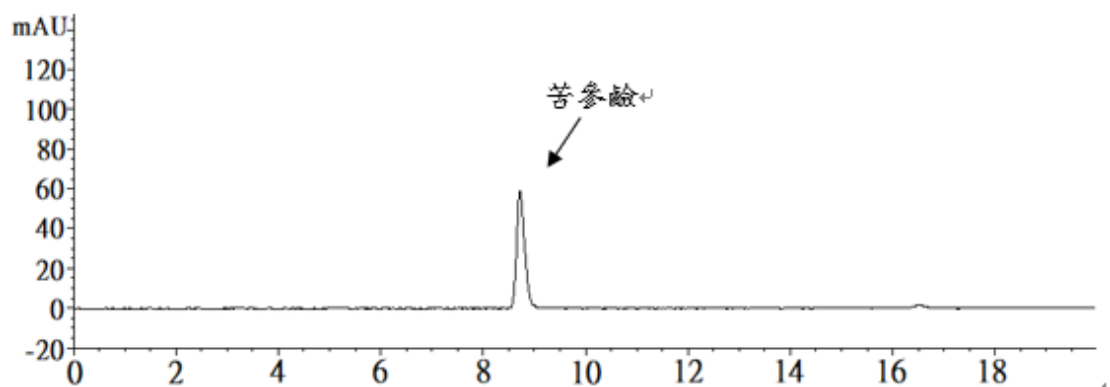
時間(min)	乙腈-0.1%磷酸含 0.1%二乙胺(3:97, v/v)*
0	100
10	100

*取 3 mL 磷酸及 3 mL 二乙胺加水至 1000 mL，取 970 mL 的此溶液與 30 mL 乙腈配成 1000 mL 的混合液(pH 值約 2.4)。

五、結果

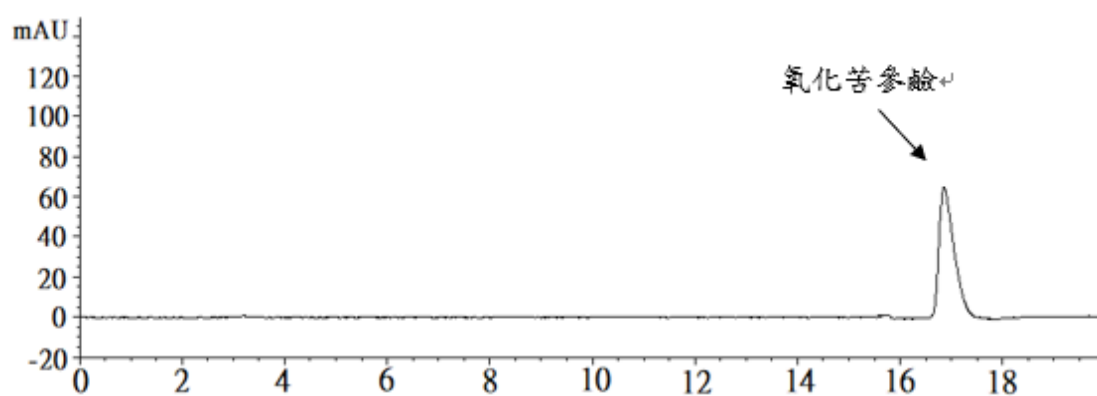
(一) 標準品苦參鹼與氧化苦參鹼之 HPLC 層析

於滯留時間 8.70 分鐘處顯示苦參鹼標準品波峰(圖一)。



圖一、苦參鹼標準品溶液之 HPLC 層析圖

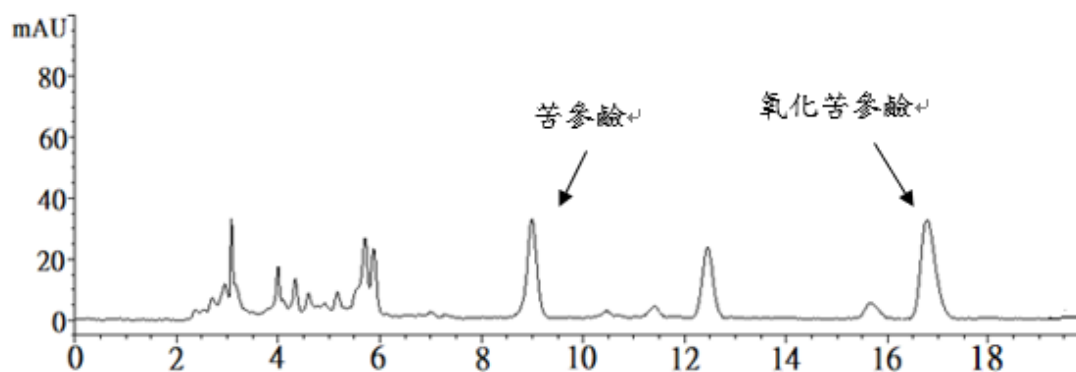
於滯留時間 16.90 分鐘處顯示氧化苦參鹼標準品波峰(圖二)。



圖二、氧化苦參鹼標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售山豆根檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 8.99 與 16.76 分鐘處分別顯示苦參鹼與氧化苦參鹼波峰(圖三)。苦參鹼分離率(R)為 1.9，拖尾因子(T)為 1.1；氧化苦參鹼分離率(R)為 1.9，拖尾因子(T)為 1.3。



圖三、市售山豆根檢品之 HPLC 層析圖

表一、苦參鹼與氧化苦參鹼之分離率與拖尾因子

	苦參鹼	氧化苦參鹼
分離率	1.9	1.9
拖尾因子	1.1	1.3

(三) 最佳萃取條件評估

以 50% 甲醇加 0.5 mL 25% (v/v) 氨溶液為溶媒時，每克藥材重量所得苦參鹼與氧化苦參鹼的波峰面積最大，顯示 50% 甲醇加 0.5 mL 25% (v/v) 氨溶液為最佳萃取溶媒。

表二、山豆根檢品萃取條件評估

溶媒	苦參鹼 波峰面積	氧化苦參鹼 波峰面積	最佳萃取
50% 甲醇	42.4	497.2	
50% 甲醇加 0.5 mL 25% (v/v) 氨溶液	106.3	974.4	√
30% 甲醇加 0.5 mL 25% (v/v) 氨溶液	58.7	437.9	
50% 乙醇加 0.5 mL 25% (v/v) 氨溶液	104.9	662.0	
30% 乙醇加 0.5 mL 25% (v/v) 氨溶液	78.26	579.3	

(四) 最佳萃取次數評估

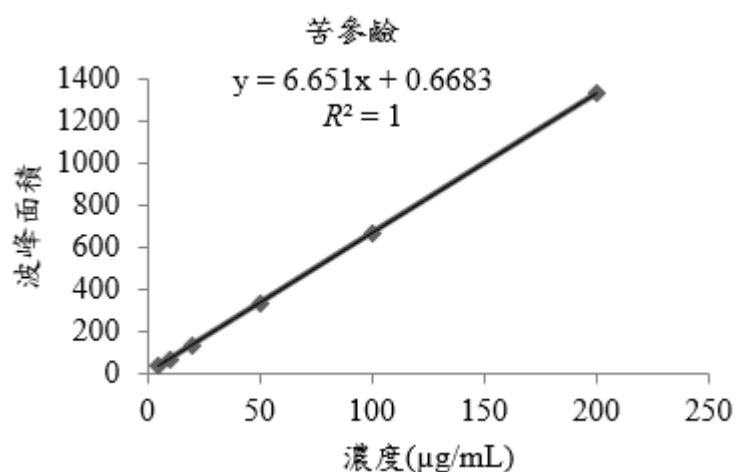
結果顯示萃取 3 次基本上已將苦參鹼與氧化苦參鹼萃取完全(萃取率大於 98%)。

表三、山豆根檢品萃取次數評估

50% 甲醇加 0.5 mL 25% (v/v) 氨溶液	苦參鹼 波峰面積	氧化苦參鹼 波峰面積
第 1 次	105.4	960.7
第 2 次	70.5	568.2
第 3 次	14.5	83.3
第 4 次	N.D	N.D

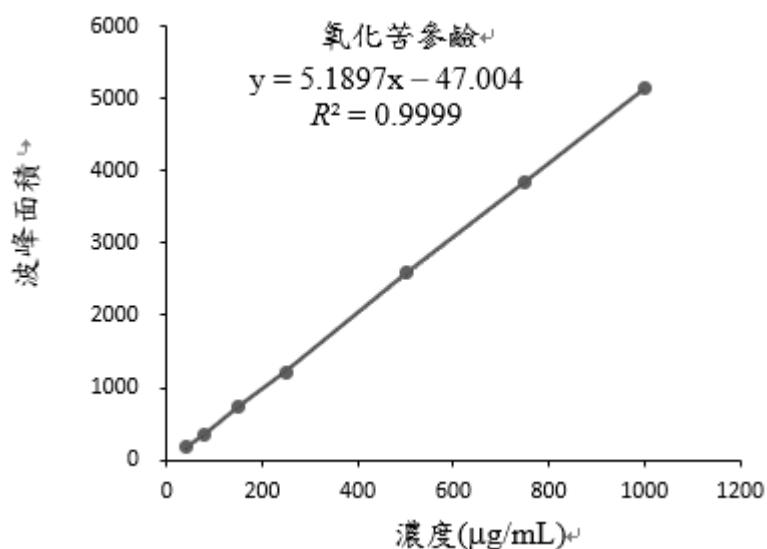
(五) 標準品苦參鹼與氧化苦參鹼檢量線

1. 經不同濃度苦參鹼(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 $y = 6.651x + 0.6683$ ， $R^2 = 1$ ，顯示濃度在 5.0–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、苦參鹼之檢量線圖

2. 經不同濃度氧化苦參鹼(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 $y = 5.1897x - 47.004$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 40–1000 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、氧化苦參鹼之檢量線圖

表四、苦參鹼與氧化苦參鹼之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
苦參鹼	5.0–200	$y = 6.651x + 0.6683$	1
氧化苦參鹼	40–1000	$y = 5.1897x - 47.004$	0.9999

(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，苦參鹼與氧化苦參鹼精密度之相對標準差分別為 1.30%與 0.38%，在系統適用性要求內。

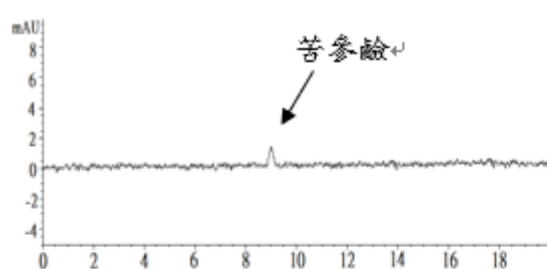
(七) 重複性與穩定性試驗

實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，苦參鹼與氧化苦參鹼重複性之相對標準差分別為 2.64%與 1.22%，在系統適用性要求內。苦參鹼與氧化苦參鹼在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差分別為 4.54%、與 0.80%，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。

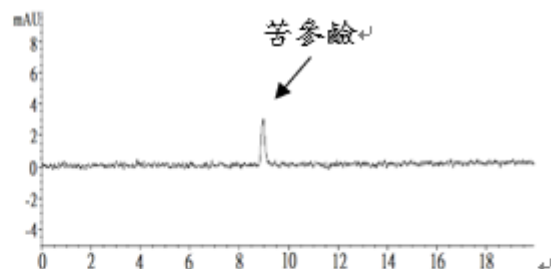
(八) 偵測極限與定量極限試驗

苦參鹼偵測極限為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖六)，定量極限為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖七)。

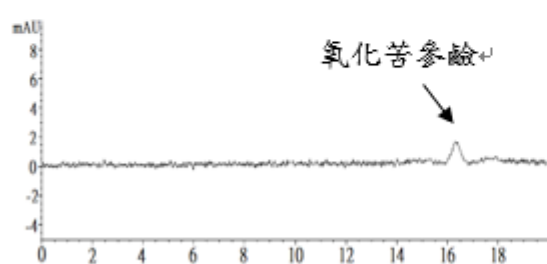
氧化苦參鹼偵測極限為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限為 15 $\mu\text{g/mL}$ (圖九)。



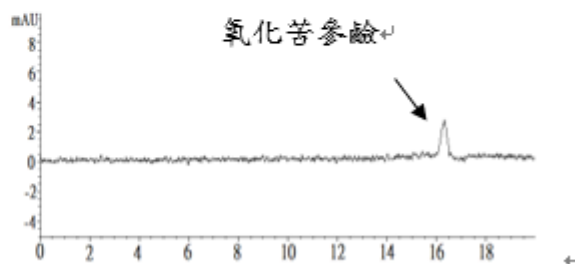
圖六、苦參鹼之偵測極限層析圖



圖七、苦參鹼之定量極限層析圖



圖八、氧化苦參鹼之偵測極限層析圖



圖九、氧化苦參鹼之定量極限層析圖

表五、各項檢驗分析

檢測項目	苦參鹼		氧化苦參鹼	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 $\mu\text{g/mL}$	1.30	150 $\mu\text{g/mL}$	0.38
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.2)	2.64	檢品溶液(No.2)	1.22
穩定性 (n=5)	檢品溶液(No.2)	4.54	檢品溶液(No.2)	0.80
偵測極限(n=1)	2.0 $\mu\text{g/mL}$	-	5.0 $\mu\text{g/mL}$	-
定量極限(n=1)	5.0 $\mu\text{g/mL}$	-	15 $\mu\text{g/mL}$	-

(九) 添加回收率試驗

苦參鹼平均添加回收率為 101.5 標準偏差為 3.29% (表六)。氧化苦參鹼平均添加回收率為 102.9%，相對標準偏差為 2.54% (表七)。

表六、苦參鹼添加回收率

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	0.50	0.391	0.3	0.694	101.00	101.5	3.29
2	0.50	0.391	0.3	0.699	102.67		
3	0.50	0.391	0.3	0.686	98.33		
4	0.50	0.391	0.3	0.686	98.33		
5	0.50	0.391	0.3	0.713	107.33		

表七、氧化苦參鹼添加回收率

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	0.50	9.537	9.0	18.766	102.54	102.9	2.54
2	0.50	9.537	9.0	18.396	98.43		
3	0.50	9.537	9.0	18.955	104.64		
4	0.50	9.537	9.0	18.793	102.84		
5	0.50	9.537	9.0	19.097	106.22		

(十) 臺灣市售山豆根含量測定

10 批山豆根藥材之含量測定結果(乾燥品)如表八所示，苦參鹼的含量為 0.030–1.047%，氧化苦參鹼的含量為 0.653–2.123%。建議山豆根藥材指標成分苦參鹼與氧化苦參鹼的總含量不得少於 0.7%。理論板數按苦參鹼波峰計算應不低於 5000 (實際值為 16000)，氧化苦參鹼波峰計算應不低於 5000 (實際值為 14000)。

表八、臺灣市售山豆根檢品之苦參鹼與氧化苦參鹼的含量

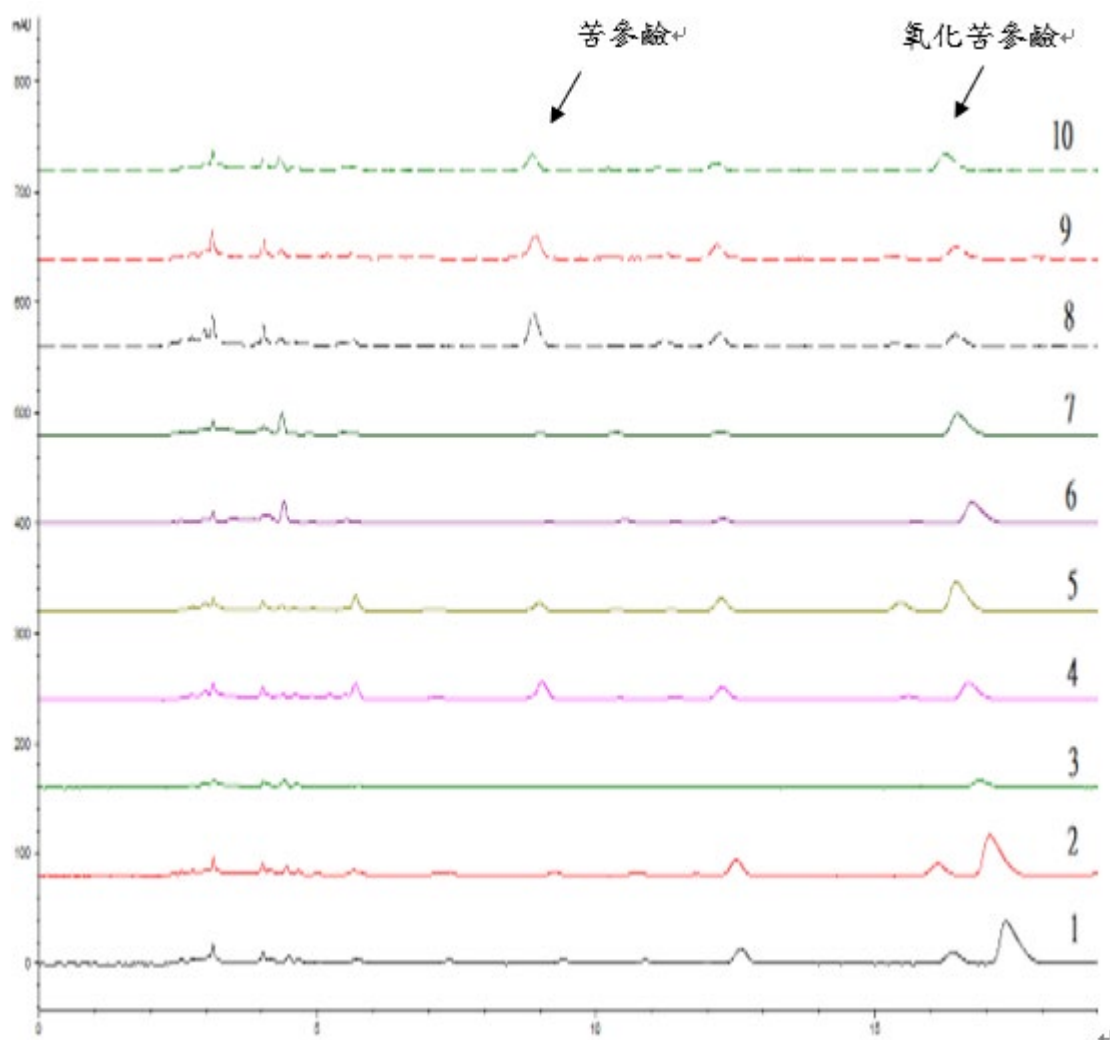
藥材編號(No.)	苦參鹼 含量(%)	氧化苦參鹼 含量(%)	苦參鹼+氧化苦參鹼 總含量(%)
1 (CA-1)	0.127	2.123	2.250
2 (CAB)	0.082	2.050	2.131
3 (ND-1)	0.078	0.793	0.871
4 (SA)	0.416	0.792	1.208
5 (SAB)	0.193	1.315	1.508
6 (SU-2)	0.040	1.526	1.566
7 (SU-2-B)	0.030	1.459	1.489
8 (NJA)	1.047	0.733	1.780
9 (NJ-B)	0.744	0.653	1.397
10 (NSU)	0.716	1.067	1.783
平均值±S.D.	0.347±0.346	1.251±0.510	1.598±0.390

(十一) 山豆根藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售山豆根檢品溶液各 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：35 $^{\circ}$ C
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

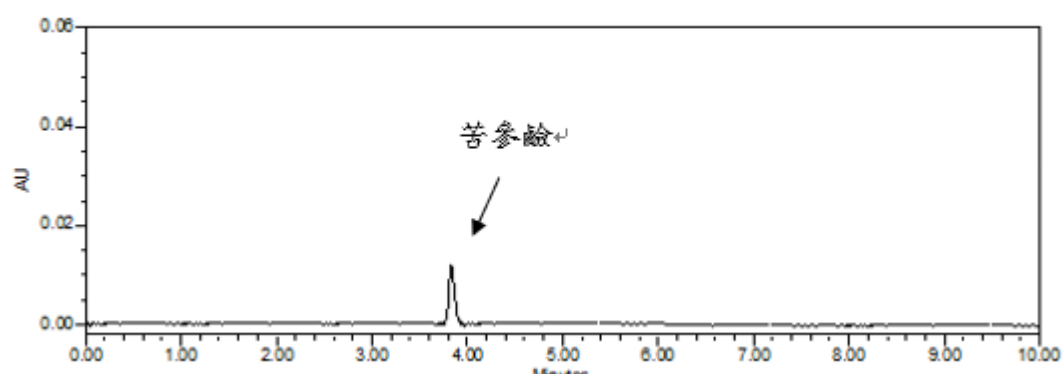
時間(min)	乙腈-0.3%磷酸含 0.3%二乙胺(3:97, v/v)
0	100
20	100



圖十、10 批山豆根藥材之 HPLC 指紋圖譜

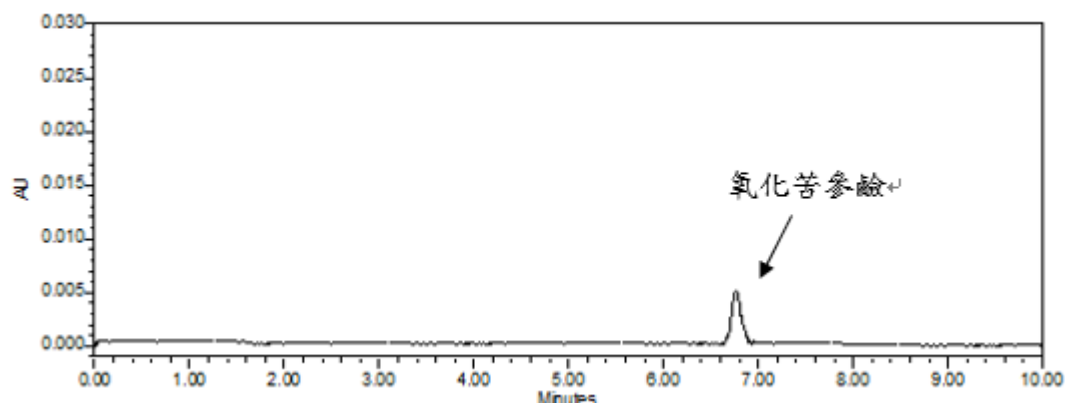
(十二) 標準品苦參鹼與氧化苦參鹼之 UPLC 層析

於滯留時間 3.83 分鐘處顯示苦參鹼標準品波峰(圖十一)。



圖十一、苦參鹼標準品溶液之 UPLC 層析圖

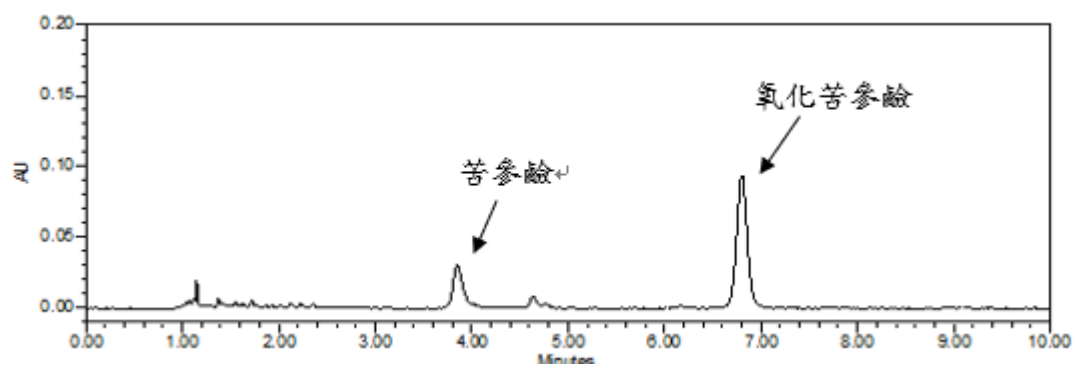
於滯留時間 6.76 分鐘處顯示氧化苦參鹼標準品波峰(圖十二)。



圖十二、氧化苦參鹼標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售山豆根檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 3.81 與 6.79 分鐘處分別顯示山豆根檢品中苦參鹼與氧化苦參鹼波峰(圖十三)。

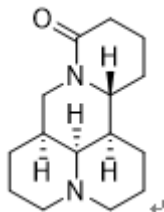


圖十三、市售山豆根檢品之 UPLC 層析圖

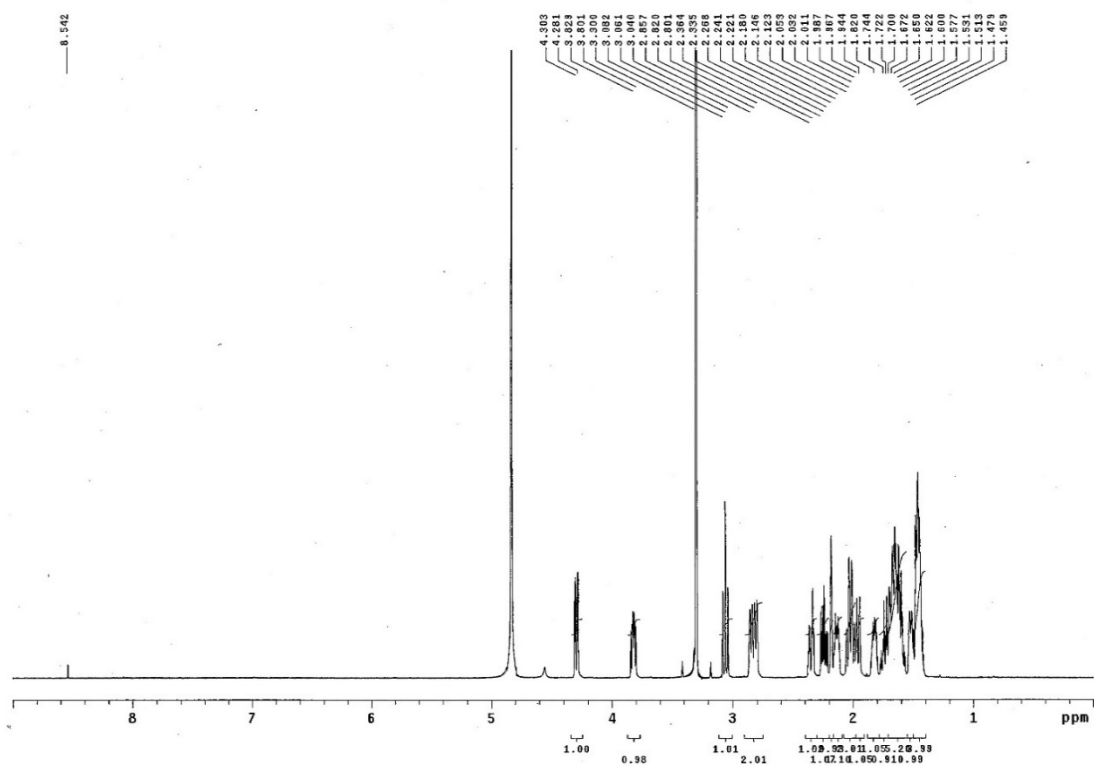
(十四) 苦參鹼的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{24}N_2O$ ；分子量：248.36；熔點：77 °C；白色結晶。

(十五) 苦參鹼的結構

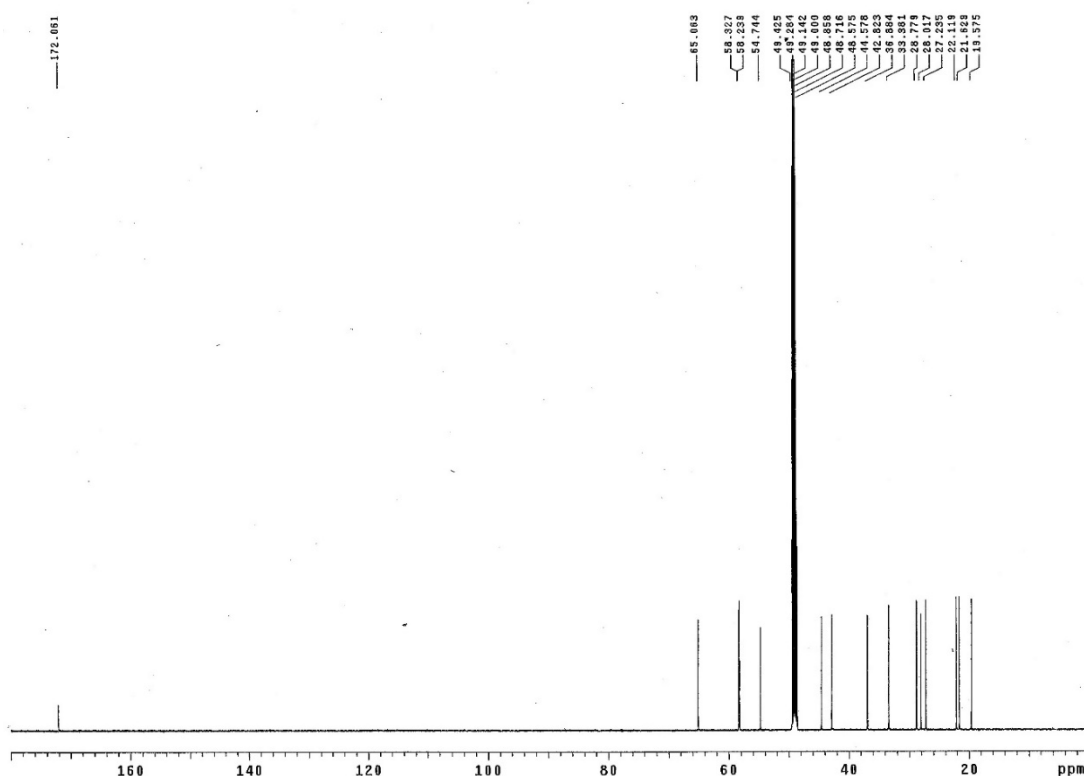


(十六) 苦參鹼的 1H NMR 圖譜



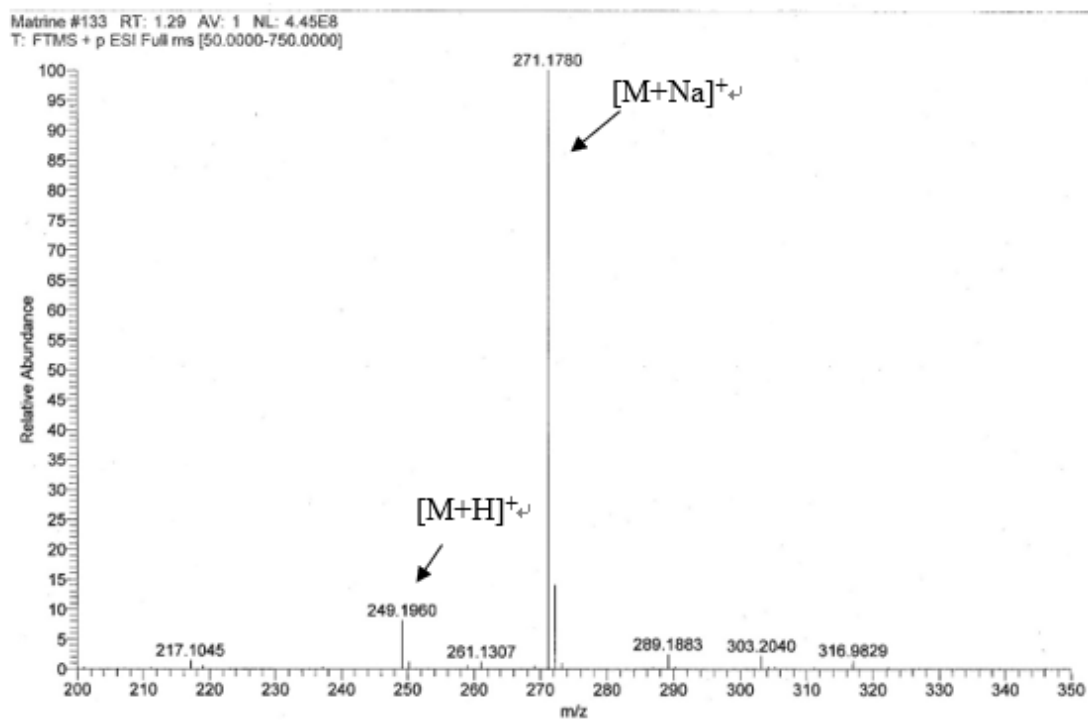
圖十四、苦參鹼的 1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七) 苦參鹼的 ^{13}C NMR 圖譜



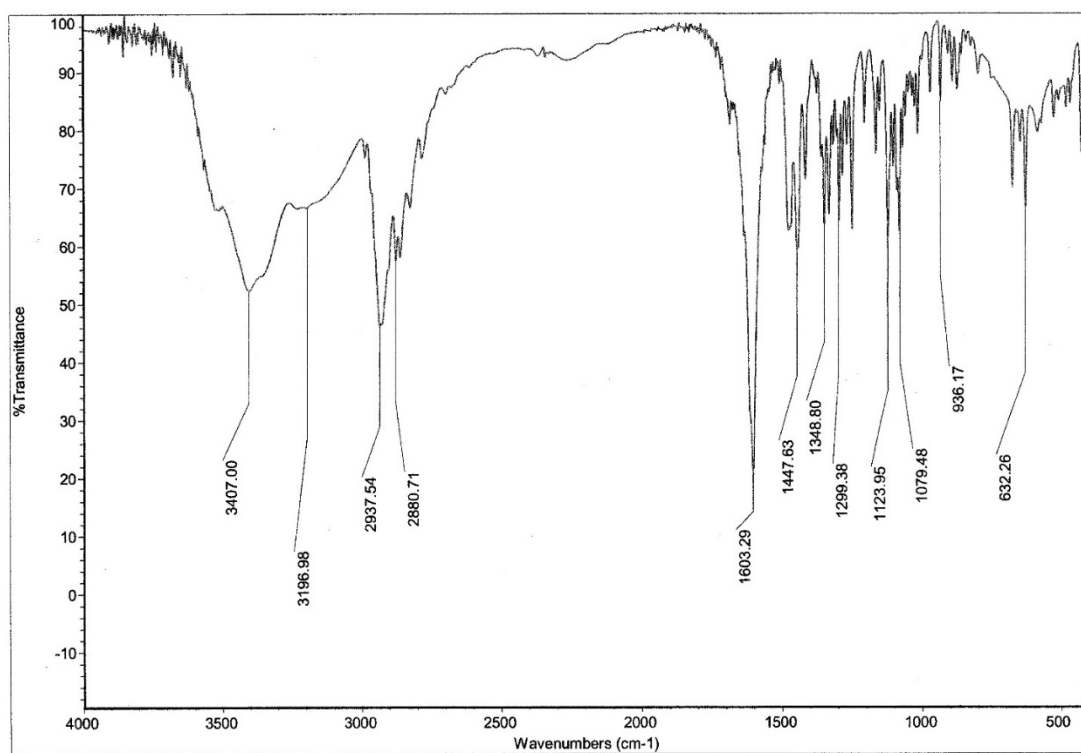
圖十五、苦參鹼的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 苦參鹼的 ESI-MS 圖譜



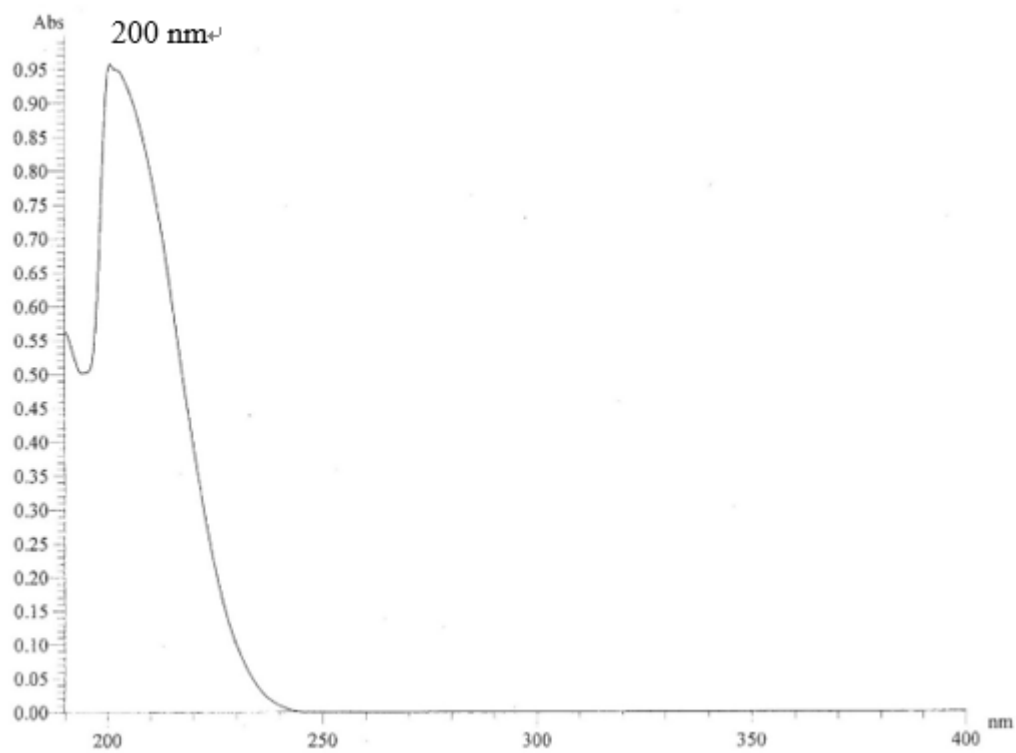
圖十六、苦參鹼的 ESI-MS 圖譜

(十九) 苦參鹼的 FTIR 圖譜



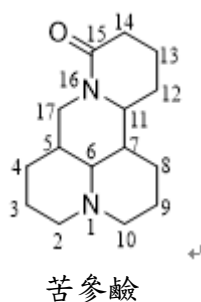
圖十七、苦參鹼的 FTIR 圖譜

(二十) 苦參鹼的 UV 圖譜



圖十八、苦參鹼的 UV 圖譜

(二十一) 苦參鹼的氫、碳化學位移



表九、苦參鹼氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

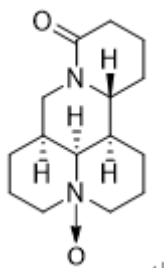
position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	1.99–2.01 (m), 2.80–2.82 (m)	58.2
3	1.45–1.48 (m), 1.72–1.75 (m)	22.1
4	1.59–1.64 (m), 1.64–1.68 (m)	28.8
5	1.68–1.71 (m)	36.9
6	2.16–2.18 (br s)	65.1
7	1.51–1.53 (m)	44.6
8	1.42–1.43 (m), 1.94–1.97 (m)	27.2
9	1.44–1.46 (m), 1.64–1.68 (m)	21.6
10	2.03–2.05 (m), 2.84–2.86 (m)	58.3
11	3.80–3.84 (m)	54.7
12	1.47–1.50 (m), 2.11–2.16 (m)	28.0
13	1.62–1.67 (m), 1.81–1.85 (m)	19.6
14	2.21–2.27 (m), 2.33–2.37 (m)	33.4
15	-	172.1
17	3.06 (t, 12.6), 4.29 (dd, 13.2, 4.2)	42.8

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

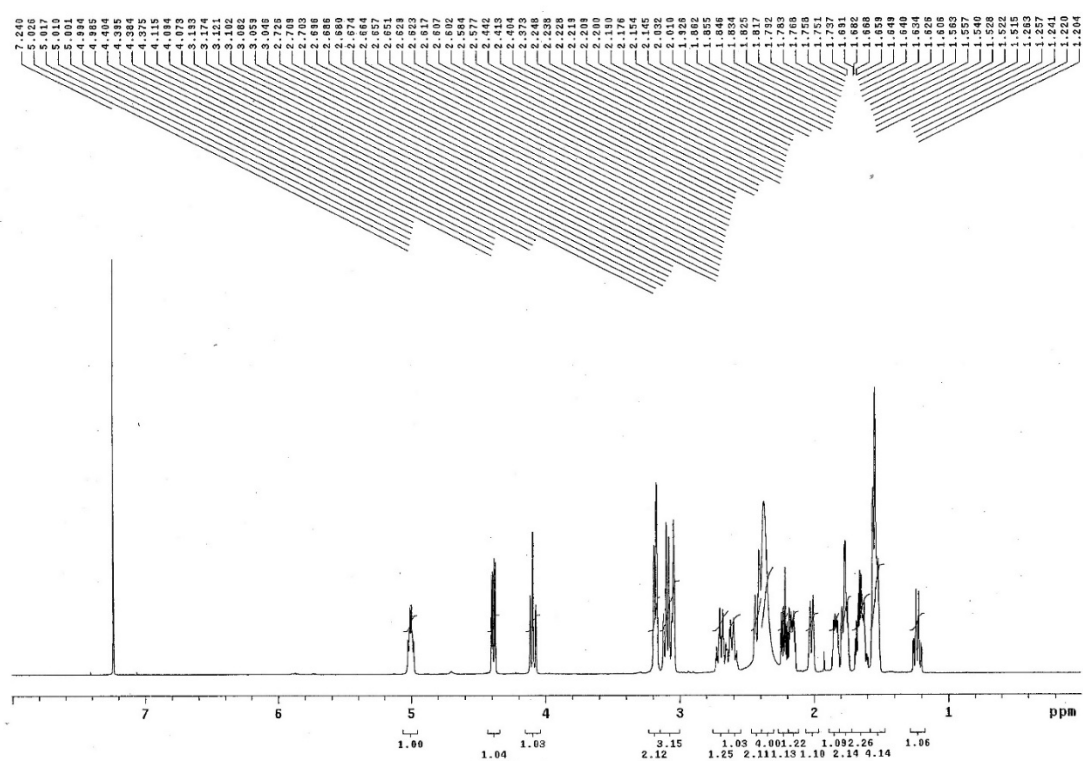
(二十二) 氧化苦參鹼的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{24}N_2O_2$ ；分子量：264.36；熔點：207–208 °C；白色粉末。

(二十三) 氧化苦參鹼的結構

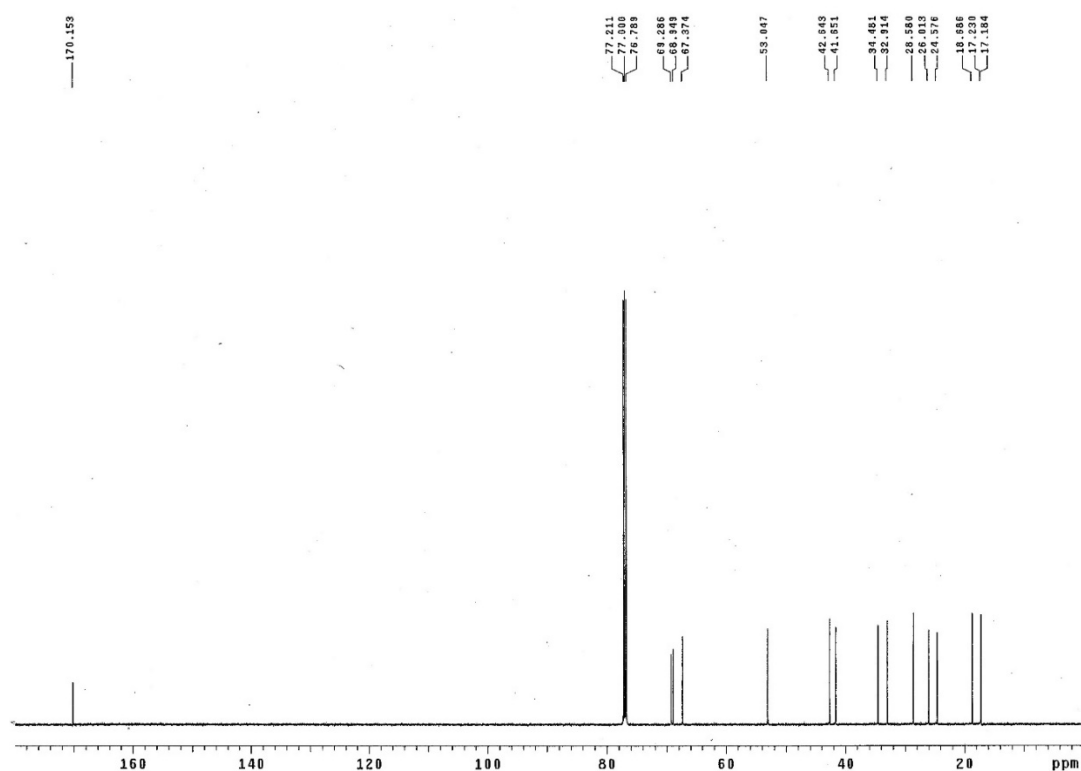


(二十四) 氧化苦參鹼的 1H NMR 圖譜



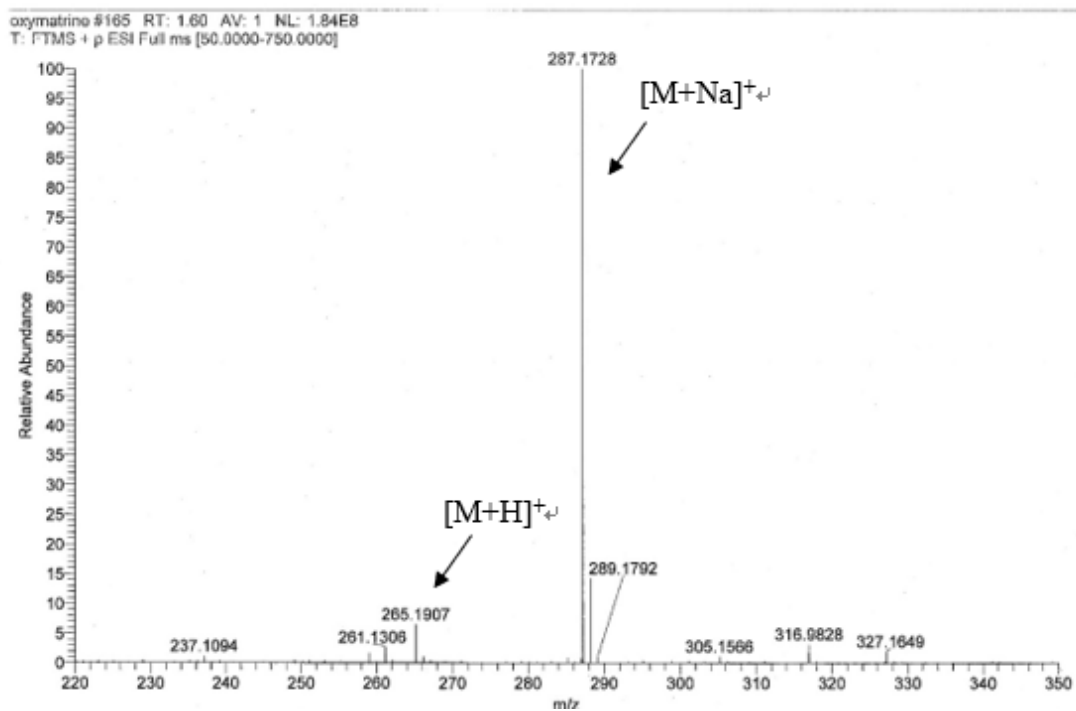
圖十九、氧化苦參鹼的 1H NMR 圖譜($CDCl_3$)

(二十五) 氧化苦參鹼的 ^{13}C NMR 圖譜



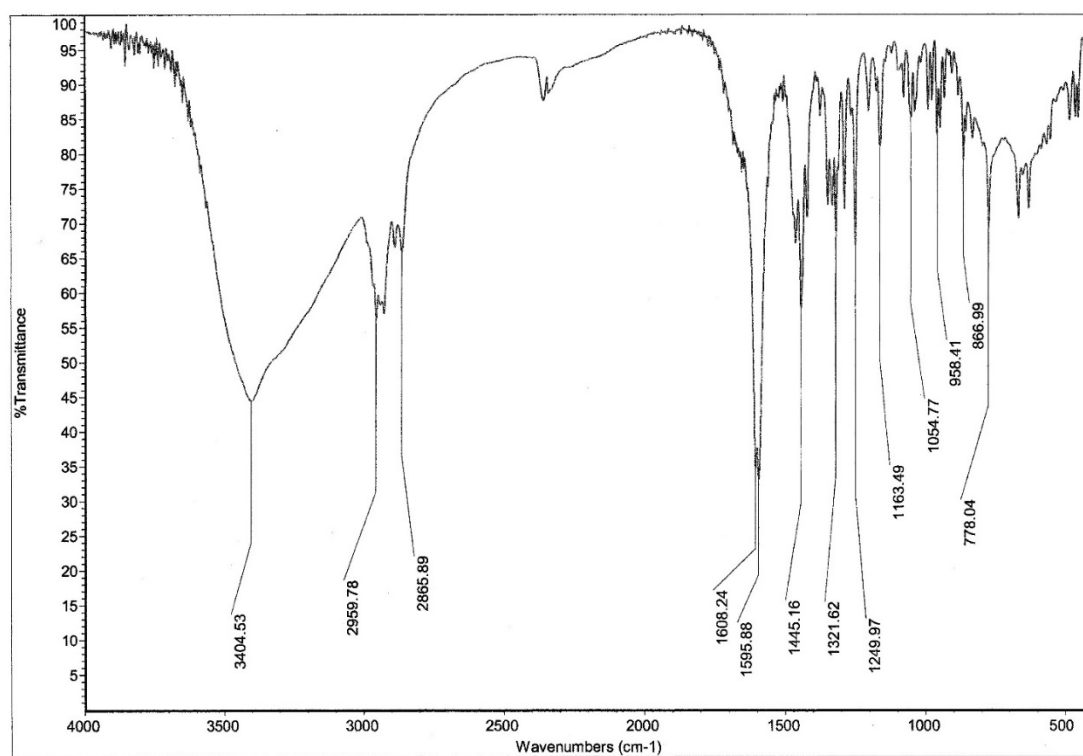
圖二十、氧化苦參鹼的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(二十六) 氧化苦參鹼的 ESI-MS 圖譜



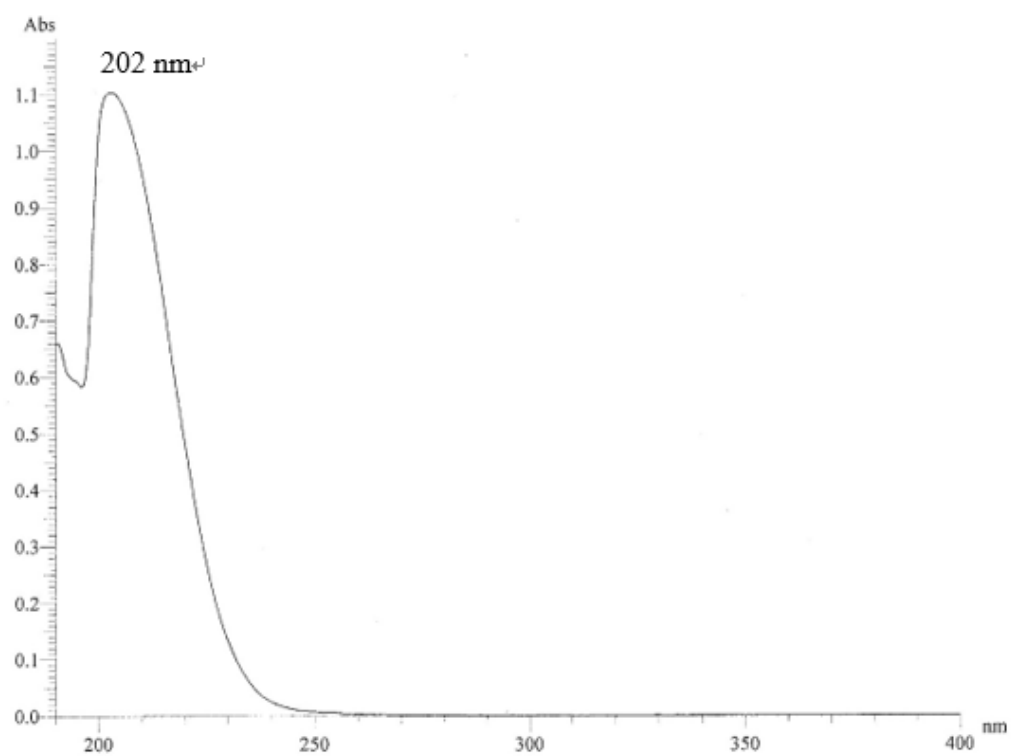
圖二十一、氧化苦參鹼的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 氧化苦參鹼的 FTIR 圖譜



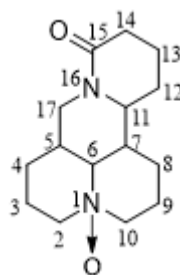
圖二十二、氧化苦參鹼的 FTIR 圖譜

(二十八) 氧化苦參鹼的 UV 圖譜



圖二十三、氧化苦參鹼的 UV 圖譜

(二十九) 氧化苦參鹼的氫、碳化學位移



氧化苦參鹼

表十、氧化苦參鹼氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	3.10 (t, 12.0)	68.9
3	1.51–1.56 (m), 2.66–2.73 (m)	17.2
4	1.66–1.69 (m), 1.77–1.79 (m)	26.0
5	1.82–1.86 (m)	34.5
6	3.05–3.06 (m)	67.4
7	1.53–1.56 (m)	42.6
8	1.51–1.56 (m), 2.01–2.03 (m)	24.6
9	1.51–1.56 (m), 2.58–2.65 (m)	17.2
10	3.18 (br d, 11.4)	69.3
11	4.99–5.03 (m)	53.0
12	1.20–1.26 (m), 2.15–2.19 (m)	28.6
13	1.63–1.66 (m), 1.74–1.77 (m)	18.7
14	2.19–2.23 (m), 2.24–2.44 (m)	32.9
15	-	170.2
17	4.09 (t, 12.6), 4.39 (dd, 12.0, 5.4)	41.7

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

山豆根飲片(SOPHRAE TONKINENSIS RADIX ET RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店山豆根飲片共 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、Sample Manager、PDA Detector；層析管柱 Agilent Poroshell 120 EC-C18 Column (100 x 4.6 mm, 2.7 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

乙腈(99.9%)購自於友和貿易股份有限公司；磷酸(≥85%)購自於 Merck；二乙胺購自於 Merck；氨水(25%)購自於 Merck。

(二) 標準品

標準品苦參鹼(Matrine)與氧化苦參鹼(Oxymatrine)購自於昇漢科技有限公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取條件評估

山豆根飲片最佳萃取條件同山豆根藥材。

(二) 最佳萃取次數評估

山豆根飲片最佳萃取次數同山豆根藥材。

(三) 對照標準品溶液

1. 準確稱取標準品苦參鹼 2.0 mg，加 10 mL 的 HPLC 沖提液(乙腈-0.3%磷酸含 0.3%二乙胺(3:97, v/v)製成每 1 mL 含苦參鹼 200 µg 的標準品儲備溶液，並以 HPLC 沖提液稀釋至 20 µg/mL 製成對照標準品溶液。
2. 準確稱取標準品氧化苦參鹼 10.0 mg，加 10 mL 的 HPLC 沖提液製成每 1 mL 含氧化苦參鹼 1000 µg 的標準品儲備溶液，並以 HPLC 沖提液稀釋至 150 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，加入 50% 甲醇 25 mL 和 25% (v/v) 氨溶液 0.5 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 $4000 \times g$)，以 No.1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部分重複提取 2 次，合併濾液，減壓濃縮至少量，移入 50 mL 容量瓶中，加入 50% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, Minisart RC 0.45 µm)，即得。

(五) 測定法

分別準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苦參鹼與氧化苦參鹼的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取苦參鹼標準品儲備液適量(200 µg/mL)，以 HPLC 沖提液稀釋成含苦參鹼分別為 200、100、50、20、10、5.0 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 。
2. 準確吸取氧化苦參鹼標準品儲備液適量(1000 µg/mL)，以 HPLC 沖提液稀釋成含氧化苦參鹼分別為 1000、750、500、250、150、80、40 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) 精密度試驗

1. 以苦參鹼為 20 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以苦參鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。
2. 以氧化苦參鹼為 150 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以氧化苦參鹼的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售山豆根飲片粉末，依山豆根飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份山豆根飲片檢品溶液，進樣測定，以苦參鹼與氧化苦參鹼的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售山豆根飲片粉末，依山豆根飲片檢品溶液製備方法製備山豆根飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以苦參鹼與氧化苦參鹼的波峰面積為指標，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

1. 取已知苦參鹼含量的山豆根飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 1.0 mL 的苦參鹼溶液(0.8 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知氧化苦參鹼含量的山豆根飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入氧化苦參鹼 6.0 mg，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 × 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：35 °C
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈-0.3%磷酸含 0.3%二乙胺(3:97, v/v)*
0	100
20	100

*取 3 mL 磷酸及 3 mL 二乙胺加水至 1000 mL，取 970 mL 的此溶液與 30 mL 乙腈配成 1000 mL 的混合液(pH 值約 2.4)。

(十二) 臺灣市售山豆根飲片含量測定

取 10 批市售山豆根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 公式計算樣品苦參鹼與氧化苦參鹼的百分含量。

(十三) 山豆根飲片檢品之 UPLC 層析條件

1. 層析管：Agilent Poroshell 120 EC-C18 Column (100 x 4.6 mm, 2.7 μ m)。
2. 檢測波長：UV 220 nm
3. 流速：1 mL/min
4. 管柱溫度：35 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1 μ L
6. 移動相：

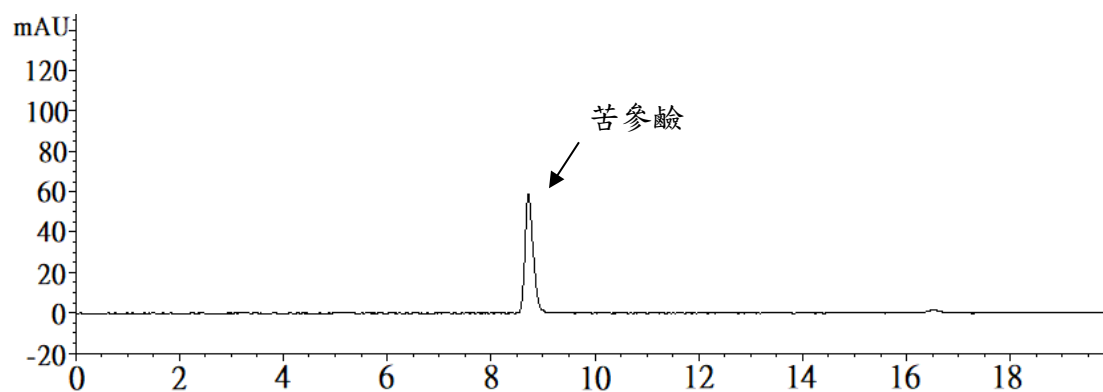
時間(min)	乙腈-0.1%磷酸含 0.1%二乙胺(3:97, v/v)*
0	100
10	100

*取 3 mL 磷酸及 3 mL 二乙胺加水至 1000 mL，取 970 mL 的此溶液與 30 mL 乙腈配成 1000 mL 的混合液(pH 值約 2.4)。

五、結果

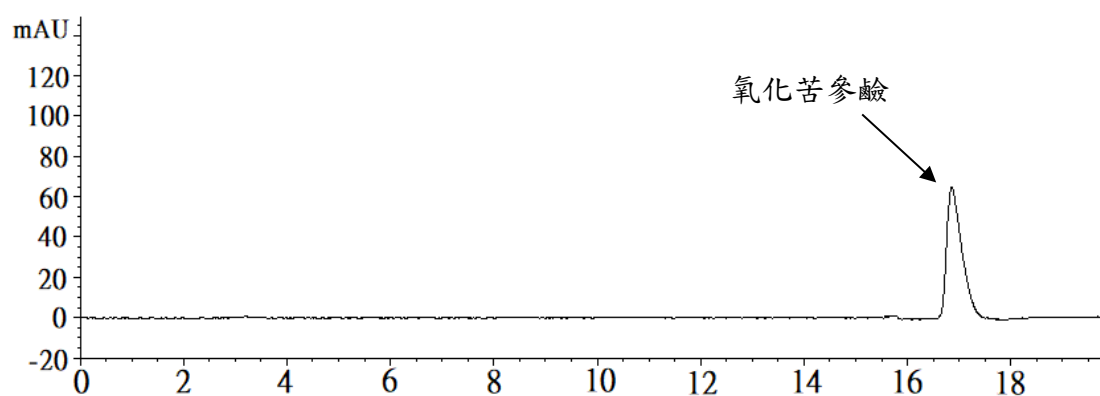
(一) 標準品苦參鹼與氧化苦參鹼之 HPLC 層析

於滯留時間 8.65 分鐘處顯示苦參鹼標準品波峰(圖一)。



圖一、苦參鹼標準品溶液之 HPLC 層析圖

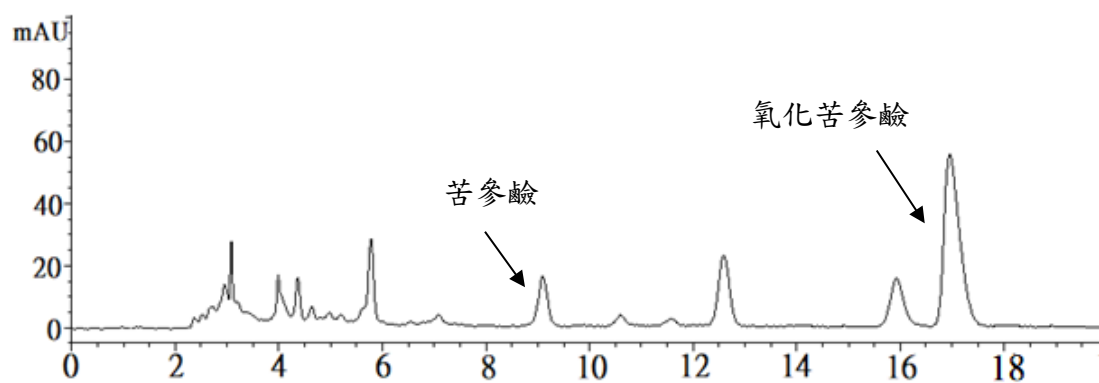
於滯留時間 16.90 分鐘處顯示氧化苦參鹼標準品波峰(圖二)。



圖二、氧化苦參鹼溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售山豆根飲片檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 8.79 與 16.95 分鐘處分別顯示山豆根飲片檢品中苦參鹼與氧化苦參鹼波峰(圖三)。苦參鹼分離率(R)為 1.9，拖尾因子(T)為 1.1，氧化苦參鹼分離率(R)為 1.9，拖尾因子(T)為 1.3。



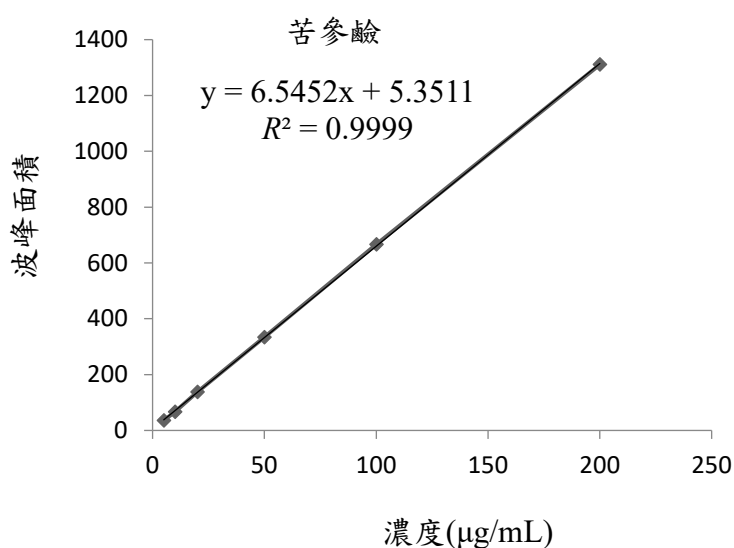
圖三、市售山豆根飲片檢品之 HPLC 層析圖

表一、苦參鹼與氧化苦參鹼之分離率與拖尾因子

	苦參鹼	氧化苦參鹼
分離率	1.9	1.9
拖尾因子	1.1	1.3

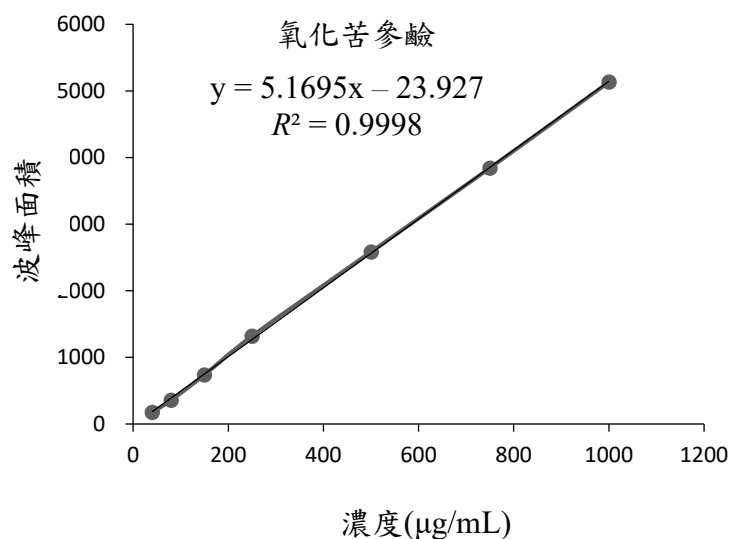
(三) 標準品苦參鹼與氧化苦參鹼檢量線

1. 經不同濃度苦參鹼(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 $y = 6.5452x + 5.3511$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 5.0–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、苦參鹼之檢量線圖

2. 經不同濃度氧化苦參鹼(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 $y = 5.1695x - 23.927$ ， $R^2 = 0.9998$ ，顯示濃度在 40–1000 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



圖五、氧化苦參鹼之檢量線圖

表二、苦參鹼、氧化苦參鹼之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
苦參鹼	5.0–200	$y = 6.5452x + 5.3511$	0.9999
氧化苦參鹼	40–1000	$y = 5.1695x - 23.927$	0.9998

(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，苦參鹼與氧化苦參鹼精密度之相對標準差分別為 1.25%與 1.40%，均在系統適用性要求內。

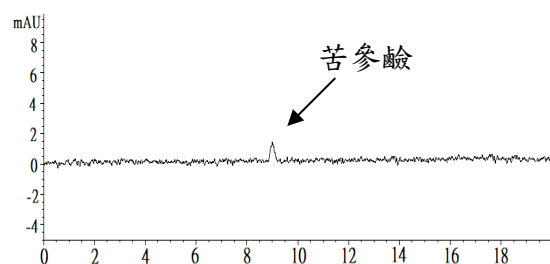
(五) 重複性與穩定性試驗

實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，苦參鹼與氧化苦參鹼重複性之相對標準差分別為 2.37%與 1.65%，在系統適用性要求內。苦參鹼與氧化苦參鹼在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差分別為 1.10%與 0.44%，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。

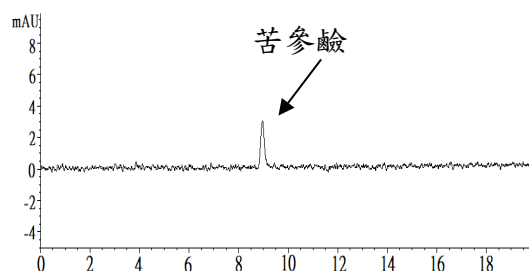
(六) 偵測極限與定量極限試驗

苦參鹼偵測極限為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖六)，定量極限為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖七)。

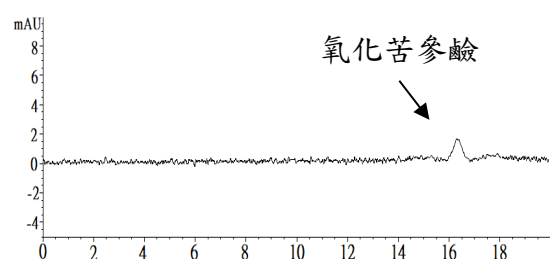
氧化苦參鹼偵測極限為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限為 15 $\mu\text{g/mL}$ (圖九)。



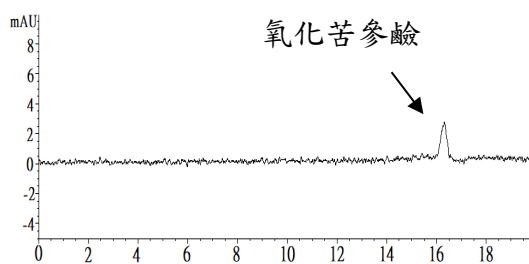
圖六、苦參鹼之偵測極限層析圖



圖七、苦參鹼之定量極限層析圖



圖八、氧化苦參鹼之偵測極限層析圖



圖九、氧化苦參鹼之定量極限層析圖

表三、各項檢驗分析

檢測項目	苦參鹼		氧化苦參鹼	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 µg/mL	1.25	150 µg/mL	1.40
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.7)	2.37	檢品溶液(No.7)	1.65
穩定性 (n=5)	檢品溶液(No.7)	1.10	檢品溶液(No.7)	0.44
偵測極限(n=1)	2.0 µg/mL	-	5.0 µg/mL	-
定量極限(n=1)	5.0 µg/mL	-	15.0 µg/mL	-

(七) 添加回收率試驗

苦參鹼平均添加回收率為 97.4%，相對標準偏差為 4.13% (表四)。氧化苦參鹼平均添加回收率為 109.1%，相對標準偏差為 2.54% (表五)。

表四、苦參鹼添加回收率試驗

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	0.50	0.874	0.8	1.637	95.38	97.4	4.13
2	0.50	0.874	0.8	1.618	93.00		
3	0.50	0.874	0.8	1.644	96.25		
4	0.50	0.874	0.8	1.713	104.88		
5	0.50	0.874	0.8	1.652	97.25		

表五、氧化苦參鹼添加回收率試驗

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	0.50	6.010	6.0	12.512	108.38	109.1	2.54
2	0.50	6.010	6.0	12.352	105.70		
3	0.50	6.010	6.0	12.692	111.38		
4	0.50	6.010	6.0	12.797	113.12		
5	0.50	6.010	6.0	12.421	106.85		

(八) 臺灣市售山豆根飲片含量測定

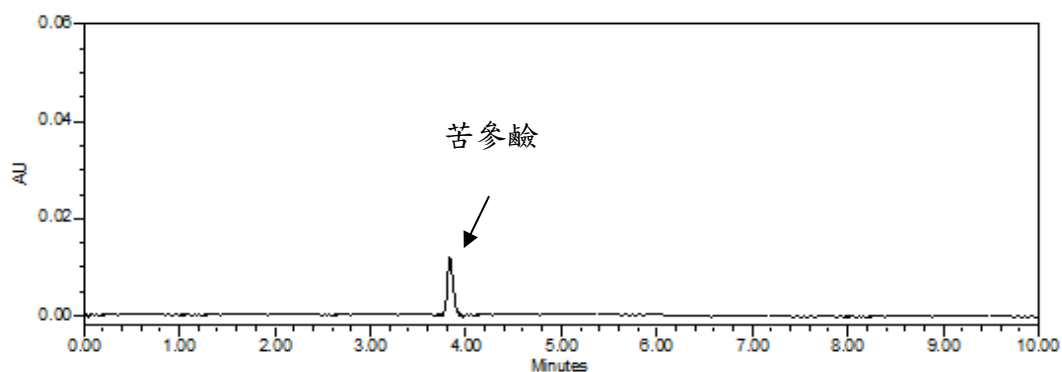
10 批山豆根飲片之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，苦參鹼的含量為 0.036–1.069%，氧化苦參鹼的含量為 0.563–2.107%。建議山豆根飲片指標成分苦參鹼與氧化苦參鹼的總含量不得少於 0.7%。理論板數按苦參鹼波峰計算應不低於 5000 (實際值為 16000)；氧化苦參鹼波峰計算應不低於 5000 (實際值為 14000)。

表六、臺灣市售山豆根檢品之苦參鹼與氧化苦參鹼含量

藥材編號(No.)	苦參鹼 含量(%)	氧化苦參鹼 含量(%)	苦參鹼+氧化苦參鹼 總含量(%)
1 (CA-1)	0.134	2.107	2.241
2 (ND-2)	0.064	0.718	0.782
3 (NJA)	1.069	0.711	1.780
4 (NJ-B)	0.761	0.631	1.392
5 (NRB)	0.562	0.563	1.125
6 (NSU)	0.733	1.047	1.780
7 (SAB)	0.201	1.295	1.496
8 (SU-2)	0.046	1.507	1.553
9 (SU-2-B)	0.036	1.440	1.476
10 (SJB)	0.483	1.013	1.496
平均值±S.D.	0.409±0.347	1.103±0.464	1.512±0.371

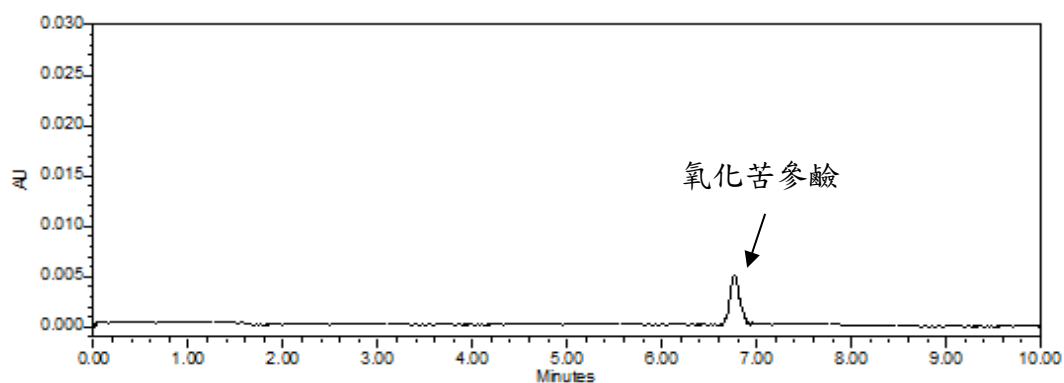
(九) 標準品苦參鹼與氧化苦參鹼之 UPLC 層析

於滯留時間 3.83 分鐘處顯示苦參鹼標準品的波峰(圖十)。



圖十、苦參鹼標準品溶液之 UPLC 層析圖

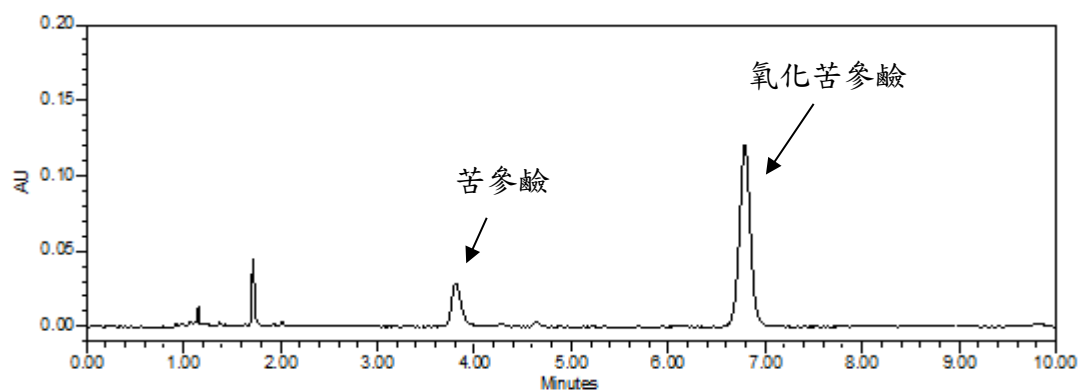
於滯留時間 6.76 分鐘處顯示氧化苦參鹼標準品的波峰(圖十一)。



圖十一、氧化苦參鹼標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售山豆根飲片檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 3.82 與 6.79 分鐘處分別顯示山豆根飲片檢品中苦參鹼與氧化苦參鹼的波峰(圖十二)。



圖十二、市售山豆根飲片檢品之 UPLC 層析圖

山豆根

生藥名：SOPHORAE TONKINENSIS RADIX ET RHIZOMA

英文名：Vietnamese Sophora Root

基 原：本品為豆科 Leguminosae 植物越南槐 *Sophora tonkinensis* Gagnep.之乾燥根及根莖。

一、方法

- (一) 檢品溶液 **【萃取方法 1】《臺灣中藥典第四版 2021》，修飾《中華人民共和國藥典 2020》**
——取本品粉末 0.5 g，加二氯甲烷 10 mL 和濃氨試液 0.2 mL，超音波振盪 15 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加二氯甲烷 0.5 mL 使之溶解，作為檢品溶液。
【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》✓
——取本品粉末 0.5 g，加甲醇 10 mL 和濃氨試液 0.2 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液蒸乾，殘渣加甲醇 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品溶液 取苦參鹼(Matrine)、氧化苦參鹼(Oxymatrine)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】《臺灣中藥典第四版 2021》**
——二氯甲烷：甲醇：濃氨試液 (9：1：1)
【展開劑 2】《中華人民共和國藥典 2020》
——三氯甲烷：甲醇：濃氨試液 (9：1：0.1)
【展開劑 3】《香港中藥材標準第八冊》
——9.1%氨溶液：正丁醇 (2：3)取上層溶液。
【展開劑 4】(自行開發)✓
——乙酸乙酯：乙醇：水：濃氨試液 (15：4：1：1.5)
- (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 以碘化鉍鉀試液(Dragendorff Reagent)和亞硝酸鈉-乙醇試液(NaNO₂-EtOH TS)噴霧後，晾乾，置於可見光下檢視。

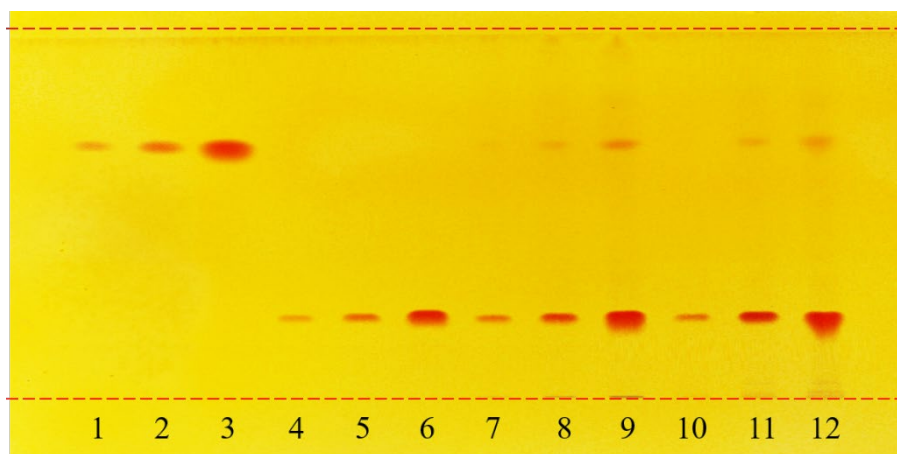
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：110/04/21

相對溼度(RH)：54%

溫度(RT)：24.1 °C

【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：乙醇：水：濃氨試液 (15：4：1：1.5)
——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	苦參鹼(1.0 mg /mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	氧化苦參鹼(1.0 mg /mL)	1, 2, 5 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 8【萃取方法 1】	1, 2, 5 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 8【萃取方法 2】	1, 2, 5 μ L

建議萃法：二種萃取法中，皆可分離檢出苦參鹼，氧化苦參鹼，因不使用二氯甲烷，且方法簡單，故採用【萃取方法 2】。

建議點注量：苦參鹼 2 μ L，氧化苦參鹼 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 2】 2 μ L。

三、溶媒系統選擇

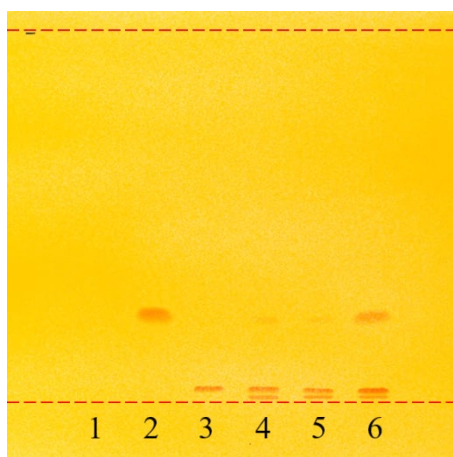
實驗日期：110/04/21

相對溼度(RH)：54%

溫度(RT)：24.1 °C

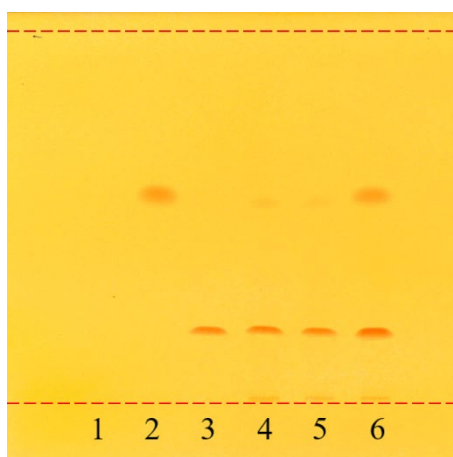
【展開劑 1】《臺灣中藥典第四版 2021》——二氯甲烷：甲醇：濃氨試液 (9：1：1)

【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—— HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出 (苦參鹼 R_f 值為 0.24、氧化苦參鹼 R_f 值為 0.05)



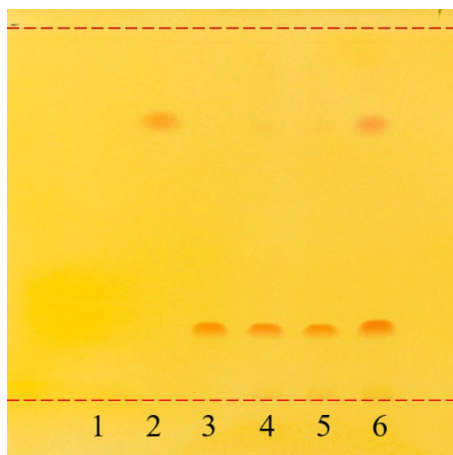
【展開劑 2】《修飾中華人民共和國藥典 2020》——三氯甲烷：甲醇：濃氨試液 (9：1：0.1)

【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—— HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出 (苦參鹼 R_f 值為 0.5、氧化苦參鹼 R_f 值為 0.18)



【展開劑 3】《香港中藥材標準第八冊》——9.1%氨溶液：正丁醇 (2：3)取上層溶液。

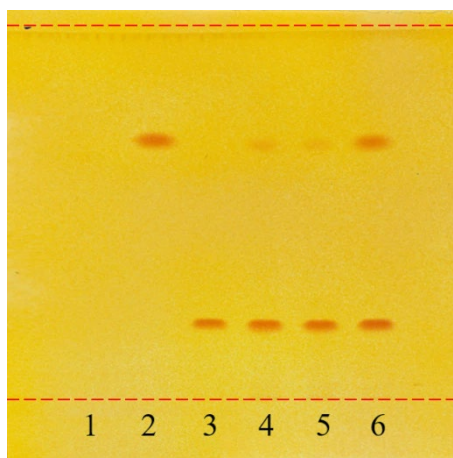
【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—— HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出 (苦參鹼 R_f 值為 0.79、氧化苦參鹼 R_f 值為 0.22)



【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：乙醇：水：濃氨試液 (15：4：1：1.5)

【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—— HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出 (苦參鹼 R_f 值為 0.69、氧化苦參鹼 R_f 值為 0.2)

✓



1：Blank	4，5：檢品溶液 8
2：苦參鹼	6：Spike
3：氧化苦參鹼	

建議溶媒系統：以【萃取方法 2】方式，四種展開劑皆可分離苦參鹼，氧化苦參鹼，其中【展開劑 4】 R_f 值適中，且配置簡單沒有使用含氯溶媒，故採用【展開劑 4】。

四、觀察方式選擇

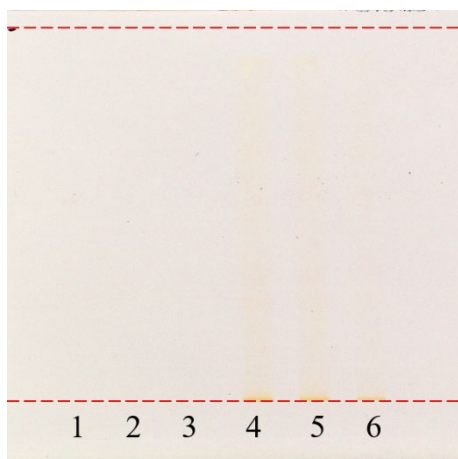
實驗日期：110/04/21

相對溼度(RH)：54%

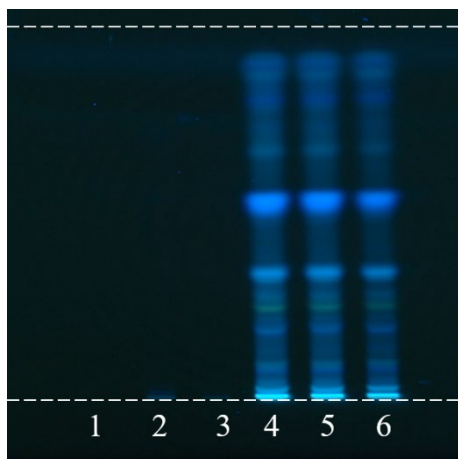
溫度(RT)：24.1 °C

【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：乙醇：水：濃氨試液 (15：4：1：1.5)

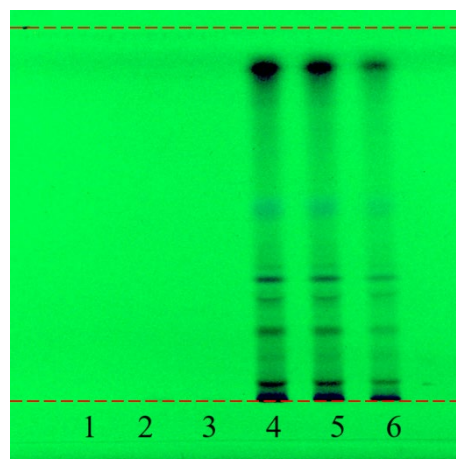
【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—HPTLC 可見光檢出



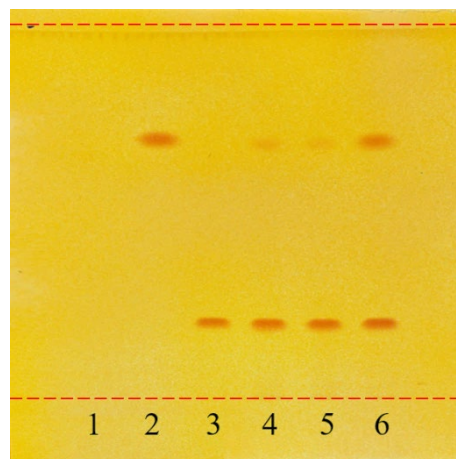
【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出✓



1：Blank
2：苦參鹼
3：氧化苦參鹼
4，5：檢品溶液 8
6：Spike

建議觀察方式：碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出，顯示有較明顯分離之條帶。

五、十批山豆根藥材樣品檢測

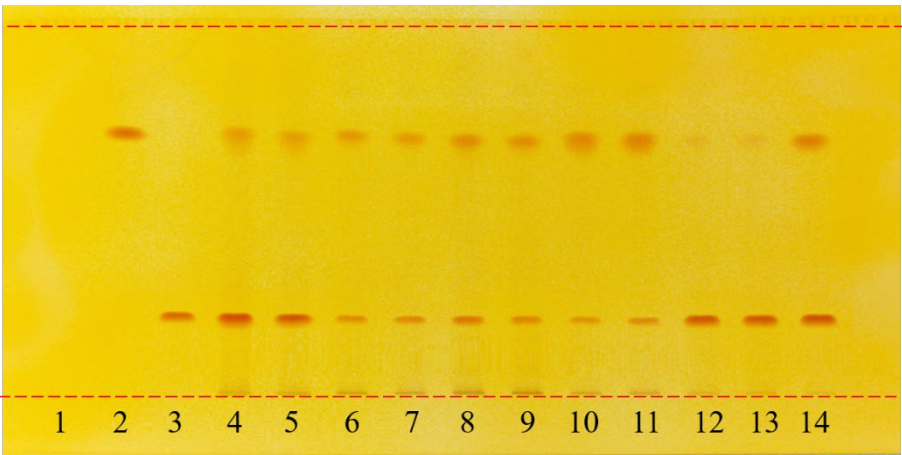
實驗日期：110/04/21

相對溼度(RH)：54%

溫度(RT)：24.1 °C

【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：乙醇：水：濃氨試液 (15：4：1：1.5)

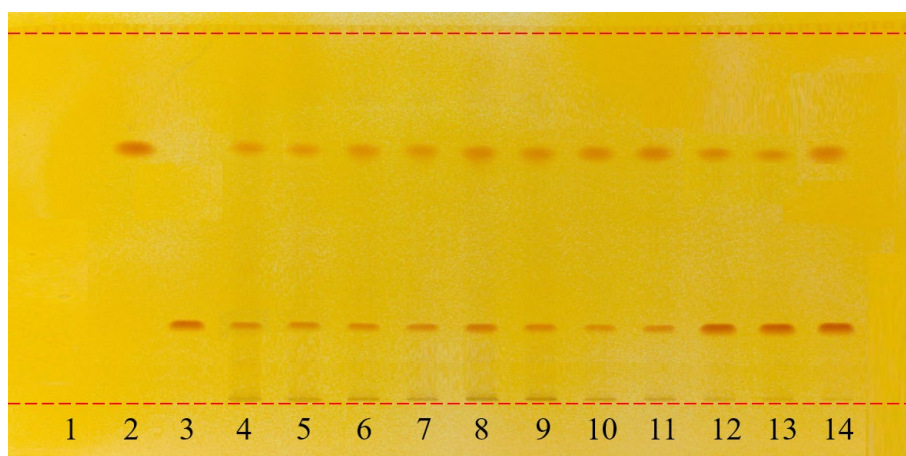
【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出



1	Blank	8，9	檢品溶液 3 (NSU)
2	苦參鹼(1.0 mg/mL)	10，11	檢品溶液 4 (CA1)
3	氧化苦參鹼(1.0 mg/mL)	12，13	檢品溶液 5 (ND1)
4，5	檢品溶液 1 (NJA)	14	Spike (檢品溶液 8)
6，7	檢品溶液 2 (NJB)		

【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：乙醇：水：濃氨試液 (15：4：1：1.5)

【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—— HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出



1	Blank	8, 9	檢品溶液 8 (SAB)
2	苦參鹼(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 9 (SU2)
3	氧化苦參鹼(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 10 (SU2B)
4, 5	檢品溶液 6(CAB)	14	Spike (檢品溶液 8)
6, 7	檢品溶液 7 (SA)		

結論與建議：以【萃取方法 2】及【展開劑 4】方式，顯示分離與檢出苦參鹼及氧化苦參鹼效果較佳，以碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後，於可見光下檢視較佳。

山豆根(飲片)

六、十批山豆根飲片樣品檢測

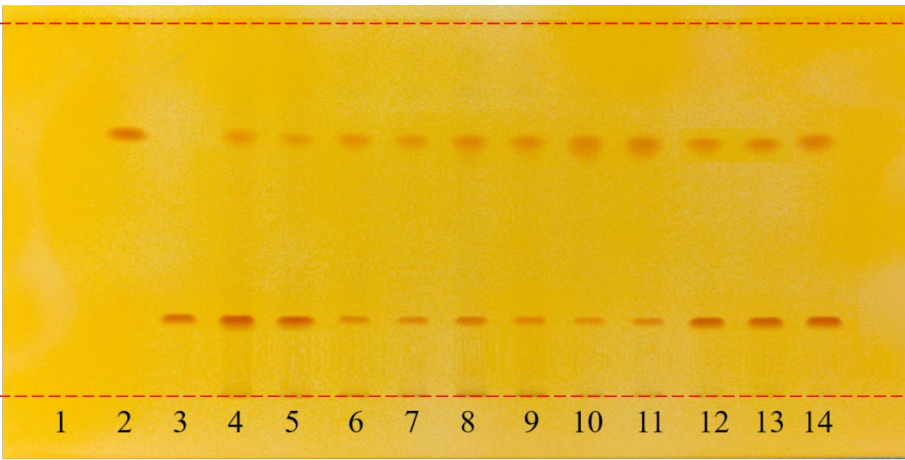
實驗日期：110/04/21

相對溼度(RH)：54%

溫度(RT)：24.1 °C

【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：乙醇：水：濃氨試液 (15：4：1：1.5)

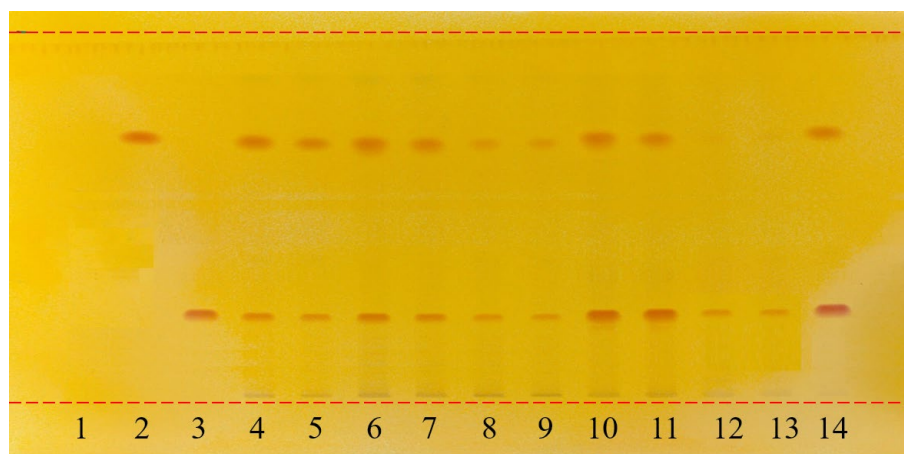
【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》——HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出



1	Blank	8，9	檢品溶液 3 (NJB)
2	苦參鹼(1.0 mg/mL)	10，11	檢品溶液 4 (NRB)
3	氧化苦參鹼(1.0 mg/mL)	12，13	檢品溶液 5 (NSU)
4，5	檢品溶液 1(ND2)	14	Spike (檢品溶液 7)
6，7	檢品溶液 2 (NJA)		

【展開劑 4】(自行開發)——乙酸乙酯：乙醇：水：濃氨試液 (15：4：1：1.5)

【萃取方法 2】《香港中藥材標準第八冊》—— HPTLC 碘化鉍鉀試液和亞硝酸鈉-乙醇試液顯色後可見光檢出



1	Blank	8, 9	檢品溶液 8 (SU2)
2	苦參鹼(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 9 (SJA)
3	氧化苦參鹼(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 10 (SU2B)
4, 5	檢品溶液 6(CA1)	14	Spike (檢品溶液 8)
6, 7	檢品溶液 7 (SAB)		

結論與建議：飲片鑑別同藥材。