

天門冬

(ASPARAGI RADIX)

天門冬 MI.....	2
一、藥材採購及鑑定.....	2
二、藥材性狀描述 (圖 1).....	2
三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2).....	2
四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3).....	3
天門冬 HPLC	8
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.....	11
天門冬 TLC.....	22
一、方法.....	22
二、萃法選擇及濃度測試.....	23
三、溶媒系統選擇.....	24
四、觀察方式選擇.....	27
五、十批天門冬藥材樣品檢測.....	28

天門冬 MI

一、藥材採購及鑑定

收集 10 批來自全臺北、中、南、東各地不同通路之中藥販賣業或中藥製造業的藥材樣品，確認所收集之藥材為天門冬的乾燥塊根。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：天門冬

生藥名：ASPARAGI RADIX

英文名：Asparagus Root

基原：本品為百合科 Liliaceae 植物天門冬 *Asparagus cochinchinensis* (Lour.) Merr.之乾燥塊根。習稱「天冬」。

採收加工：秋、冬二季採挖，洗淨泥沙，除去鬚根，置沸水中煮或蒸至透心，趁熱除去外皮，洗淨，以低於 50°C 之溫度烘烤至乾燥或曬乾。

藥材性狀：本品呈長紡錘形或已切成 1~2 cm 的小段。完整者長 5~18 cm，直徑 0.5~2.2 cm。表面黃白色或淡黃棕色，半透明，光滑或有深淺不等的皺紋，偶可見殘存的灰棕色外皮。質堅實，折斷面平坦，角質樣，有黏性，中央可見明顯黃白色中柱。氣微，味微甜。

飲片性狀：本品為已切成 1~2 cm 的小段。表面黃白色或淡黃棕色，半透明，光滑或有深淺不等的皺紋，偶可見殘存的灰棕色外皮。斷面平坦，角質樣，有黏性，中央可見明顯黃白色中柱。氣微，味微甜。

生長分佈：多年生攀緣草本，喜溫暖濕潤環境，不耐寒。以深厚、排水良好之砂質壤土為宜。常見於中國中海拔以下之地區。花期 5~6 月，果期 8~10 月。藥材主產於中國廣西、雲南、貴州等地，臺灣中海拔以下山區亦有自生者。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 本品根被多已去除，偶可見殘存者。
2. 表皮未除淨者可見皮層近表皮細胞處有 2~4 層石細胞斷續排列成環，石細胞類圓形、類多角形或方形，紋孔細密，孔溝清晰，細胞壁分層不明顯或不分層。壁厚度不一，外側壁厚，胞腔小；內側壁較薄、胞腔大。
3. 皮層寬廣，約佔根部 2/3。薄壁細胞細胞間隙大，細胞自外側向內側由小漸大，由類圓形變為徑向延長的不規則多角形。
4. 皮層散有黏液細胞，內含草酸鈣針晶束，多分布於石細胞環帶周圍及近內皮層處。
5. 內皮層細胞 1 列，凱氏帶明顯。
6. 中柱鞘為 1~2 層薄壁細胞。

7. 木質部及韌皮部，兩者相間排列。
8. 中柱木質部束 35~100 個，導管呈丁字型排列，徑向單列 2~5 個。有的導管深入至髓部。
9. 髓部寬廣，由薄壁細胞組成，草酸鈣針晶束較少。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末灰黃色。
2. 石細胞長方形、長條形、類圓形或長梭形，長 85~300 μm ，少數可達 600 μm ，直徑 30~95 μm ，壁厚 5~40 μm ，紋孔細密，孔溝細而短，有的壁甚厚，紋孔及孔溝不明顯，偏光顯微鏡下呈亮黃色至多彩色。
3. 草酸鈣針晶束散在或存在於黏液細胞中，長 40~100 μm ，偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。
4. 導管為梯狀有緣孔紋導管，直徑約至 110 μm 。
5. 薄壁細胞多，細胞大型，常破碎。
6. 偶可見傍管木薄壁細胞，壁微木化，具不規則圓形單紋孔。



圖 1A 天門冬藥材圖

a.藥材圖 b.藥材橫切面圖

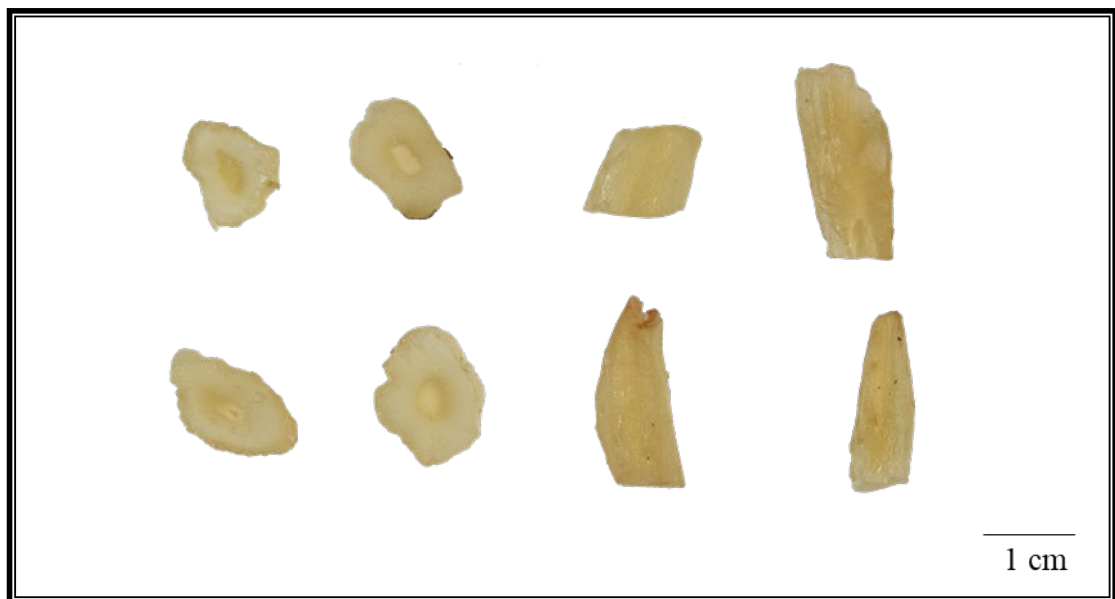


圖 1B 天門冬飲片圖

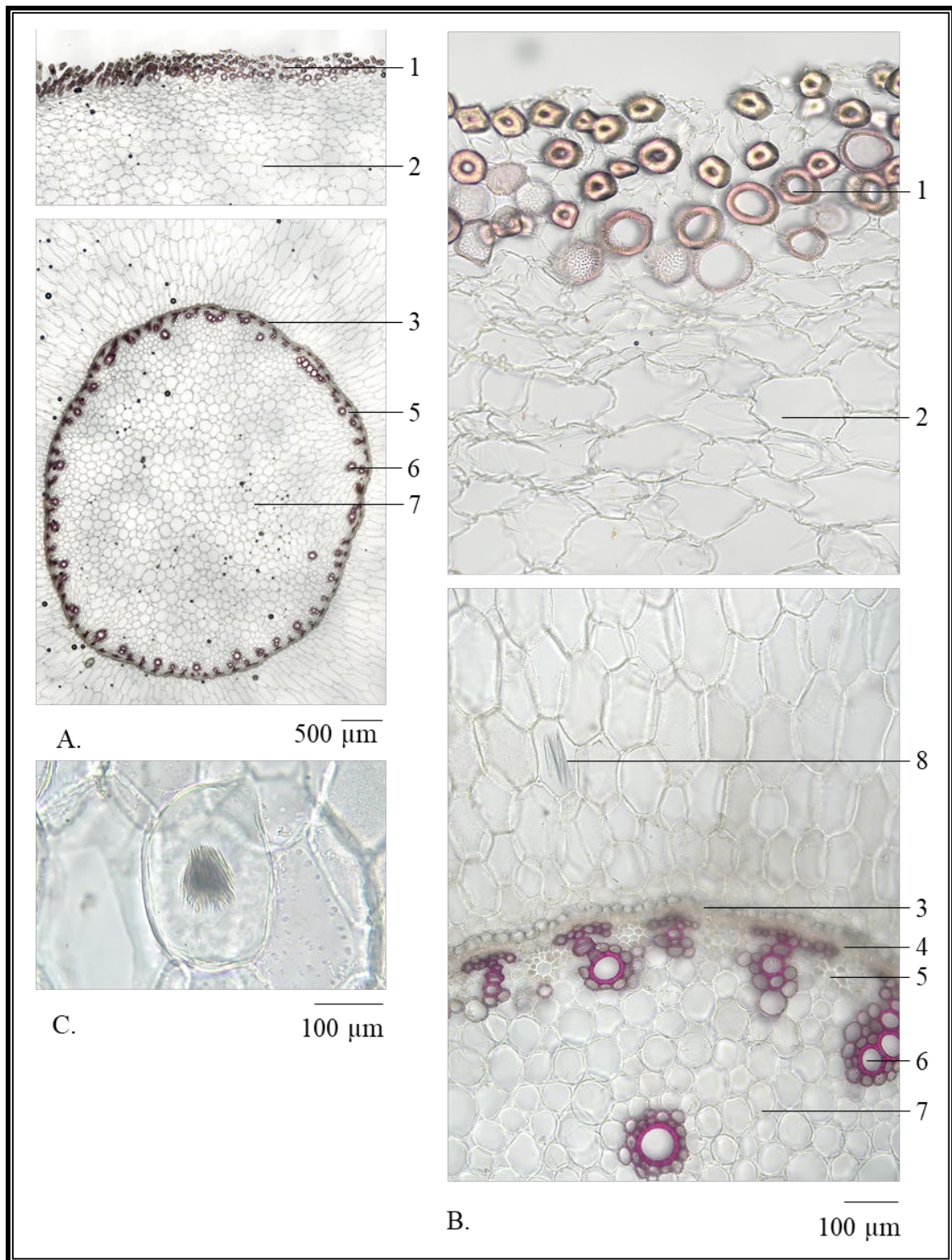


圖 2 天門冬橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.草酸鈣針晶束

1.石細胞 2.皮層 3.內皮層 4.中柱鞘 5.韌皮部 6.木質部 7.髓
8.草酸鈣針晶束

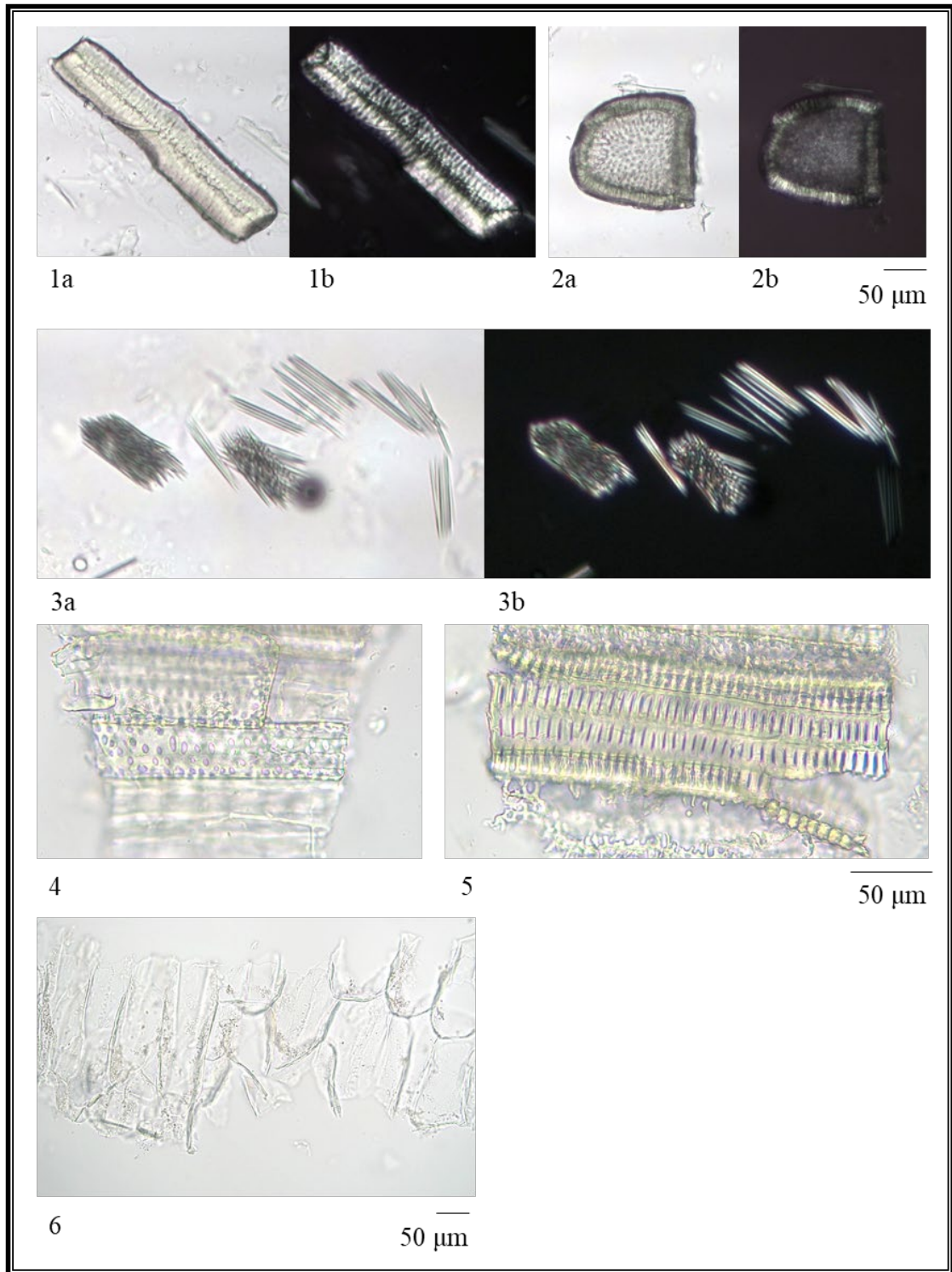


圖 3 天門冬粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 石細胞(壁厚、胞腔小) 2. 石細胞(壁薄、胞腔大) 3. 草酸鈣針晶束

4. 傍管木薄壁細胞 5. 梯狀有緣孔紋導管 6. 皮層薄壁細胞

參考文獻

1. 衛生福利部臺灣中藥典第四版編輯工作小組(2021)。臺灣中藥典第四版。台北市：衛生福利部。49 頁。
2. 邱年永(1973)。藥用植物栽培法。大學圖書出版社。392~394 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(2018)。香港中藥材標準第九冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。43~47 頁。
4. 肖培根(主編)(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。150~154 頁。
5. 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。46~47 頁。
6. 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。95 頁。
7. 國家藥典委員會(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。56~57 頁。
8. 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。202 頁。
9. 任仁安(主編)(1986)。中藥鑑定學。上海科學技術出版社。225~226 頁。
10. 王滿恩、趙昌(主編)(2019)。飲片驗收經驗。山西科學技術出版社。80~81 頁。
11. 張繼(主編)(2021)。中國中藥材及飲片真偽鑑別圖典第二冊。廣東科技出版社。53~54 頁。
12. 張繼、陳德昌、林惠蓉、陸惠文(主編)(1997)。中國中藥材真偽鑑別圖典 2。廣東科技出版社。32 頁。
13. 徐國鈞、徐珞珊(主編)(2001)。常用中藥材品種整理和質量研究第四冊。福建科學技術出版社。216~258 頁。

天門冬 HPLC

一、材料

購置於臺灣各地中藥店天門冬藥材共 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 × 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 × 2.1 mm, 1.7 μm)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(99.9%)購置於 Mallinckrodt Baker Inc.；乙腈(99.9%)購置於友和貿易有限公司；乙醇(95%)購置於台糖公司。

(二) 對照標準品

偽原薯蓣皂苷(Pseudoprotodioscin)購置於普思生物科技公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 9 份，每份準確稱定約 1.0 g，置 50 mL 圓底瓶中，準確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、25%甲醇、乙醇、75%乙醇、50%乙醇、25%乙醇、水各 25 mL，加熱迴流 1 小時，冷卻後取上清液，移入 25 mL 之容量瓶中，加溶媒至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PVDF 0.45 μm)，即得。每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得之偽原薯蓣皂苷最大波峰面積為天冬藥材最佳萃取溶媒。

(二) 對照標準品溶液

準確稱取對照標準品偽原薯蓣皂苷 1.0 mg，加 2 mL 50%甲醇製成每 1 mL 含偽原薯蓣皂苷 500 μg 的對照標準品儲備溶液，並以 50%甲醇稀釋至 20 μg/mL 製成對照標準品溶液。

(三) 檢品溶液

準確稱取本品粉末約 1.0 g，置 50 mL 圓底瓶中，準確加入 50% 甲醇 10 mL，加熱迴流 1 小時，取上清液過濾(syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。

(四) 測定法

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偽原薯蓣皂苷的含量，即得。

(五) 檢量線

準確吸取對照標準品偽原薯蓣皂苷儲備溶液(500 μ g/mL)適量，以甲醇稀釋製成含偽原薯蓣皂苷分別為 200、100、50、30、20、10 μ g/mL 的對照標準品溶液。以上溶液各取 10 μ L 分別注入 HPLC 進行定量分析，利用對照標準品之波峰面積(y 軸)和對照標準品之濃度(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 。

(六) 精密度試驗

以偽原薯蓣皂苷濃度為 20 μ g/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以偽原薯蓣皂苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(七) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售天冬藥材粉末，依天冬藥材檢品溶液製備方法平行製備 5 份天冬藥材檢品溶液，進樣測定，以偽原薯蓣皂苷的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售天冬藥材粉末，依天冬藥材檢品溶液製備方法製備天冬藥材檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以偽原薯蓣皂苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 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 $\geq 3:1$ 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 $\geq 10:1$ 時之濃度，作為定量極限估計值。

(九) 添加回收率試驗

取已知偽原薯蓣皂苷含量的天冬藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 1.0 mL 的偽原薯蓣皂苷溶液(0.1 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十) HPLC 分析條件

1. 層析管：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：203 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	5	95
10	27	73
15	32	68
30	38	62
35	95	5

(十一) 臺灣市售天冬藥材含量測定

取 10 批市售天冬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 公式計算樣品偽原薯蓣皂苷的百分含量。

(十二) 天冬檢品之 UPLC 層析條件

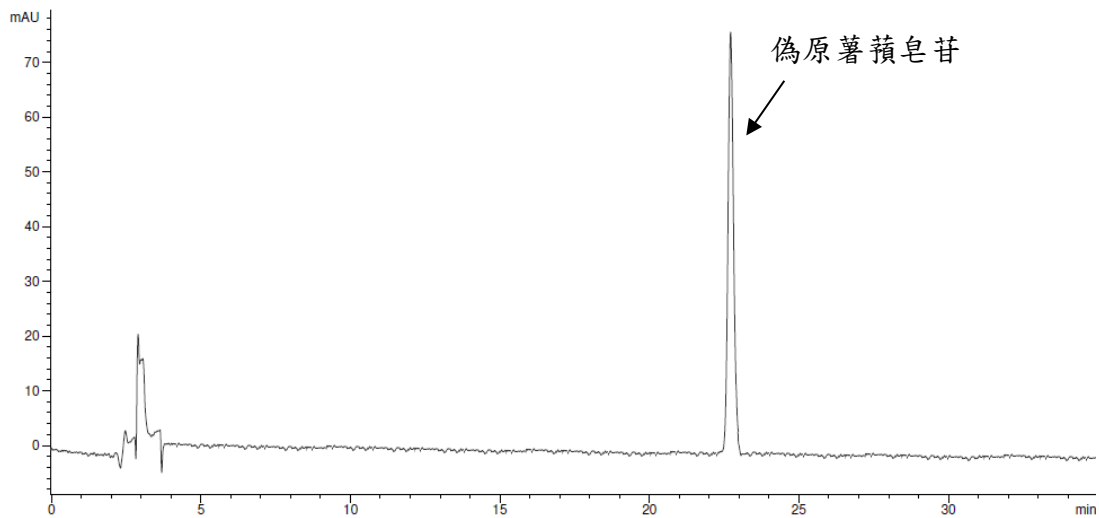
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：203 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	5	95
2	27	73
4	32	68
8	38	62
10	95	5

五、結果

(一) 對照標準品偽原薯蕷皂苷之 HPLC 層析

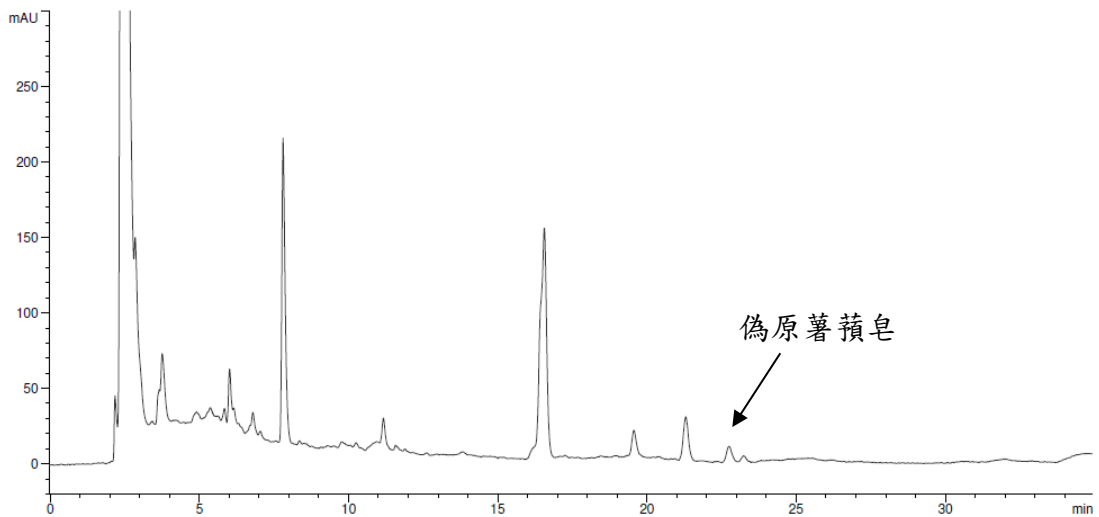
於滯留時間 22.7 分鐘處顯示偽原薯蕷皂苷對照標準品波峰(圖一)。



圖一、偽原薯蕷皂苷對照標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售天冬檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 22.7 分鐘顯示天冬藥材檢品中偽原薯蕷皂苷的波峰，(圖二)。偽原薯蕷皂苷之分離率(R)為 4.264，托尾因子(T)為 1.15，均在系統適用性要求內。



圖二、市售天冬藥材檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

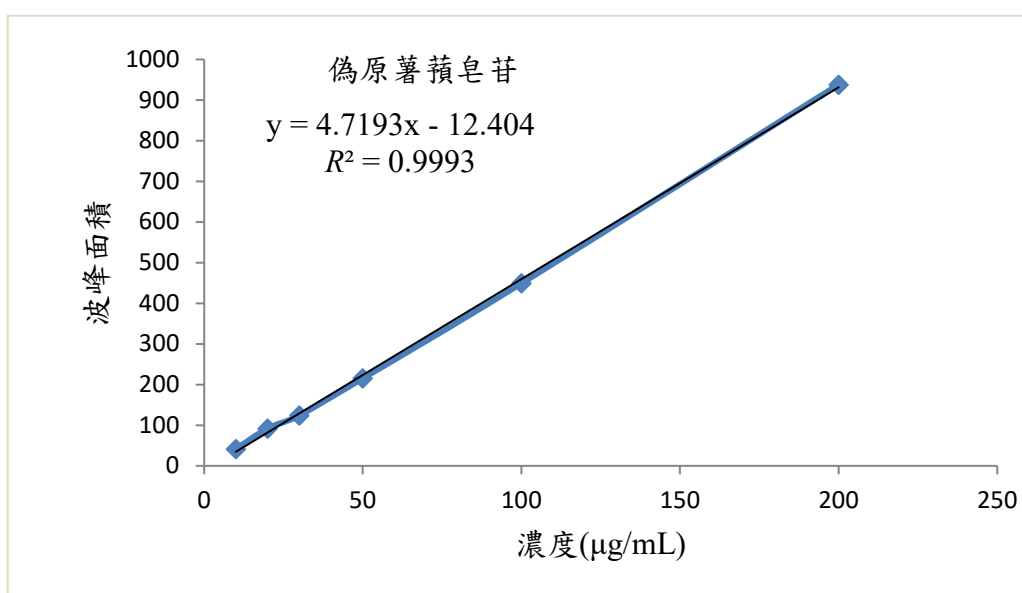
以 50% 甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得偽原薯蕷皂苷的波峰面積最大，顯示 50% 甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒條件萃取評估

溶媒	偽原薯蓣皂苷波峰面積	最佳萃取
甲醇	102.9	
75% 甲醇	106.5	
50% 甲醇	111.1	√
25% 甲醇	105.9	
乙醇	70.9	
75% 乙醇	105.1	
50% 乙醇	100.1	
25% 乙醇	90.4	
水	108.1	

(四) 對照標準品偽原薯蓣皂苷之檢量線

經不同濃度偽原薯蓣皂苷(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 $y = 4.7193x - 12.404$ ， $R^2 = 0.9993$ ，顯示濃度在 10–200 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、偽原薯蓣皂苷之檢量線圖

表二、偽原薯蓣皂苷之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
偽原薯蓣皂苷	10 –200	$y = 4.7193x - 12.404$	0.9993

(五) 精密度試驗

實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，偽原薯蓣皂苷精

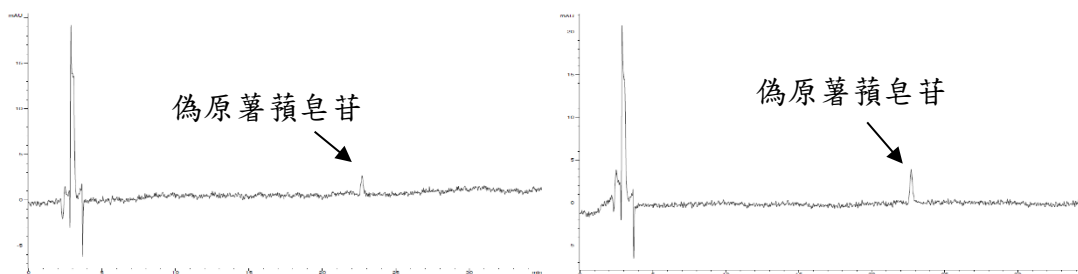
密度之相對標準差為 0.41%，在系統適用性要求內。

(六) 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，偽原薯蓣皂苷重複性之相對標準差為 1.84%，在系統適用性要求內。偽原薯蓣皂苷在 24 小時內穩定，偽原薯蓣皂苷穩定性之相對標準差為 1.08%，變化差異小，若所有樣品分析都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(七) 偵測極限與定量極限試驗

偽原薯蓣皂苷偵測極限為 5.0 µg/mL (圖四)，定量極限為 10.0 µg/mL (圖五)。



圖四、偽原薯蓣皂苷之偵測極限層析圖 圖五、偽原薯蓣皂苷之定量極限層析圖

表三、各項檢驗分析

檢測項目	偽原薯蓣皂苷濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 µg/mL	0.41
重複性 (n=5)	檢品溶液(No. 1)	1.84
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No. 1)	1.08
偵測極限 (n=1)	5.0 µg/mL	
定量極限 (n=1)	10 µg/mL	

(八) 添加回收率試驗

偽原薯蓣皂苷平均添加回收率為 95.0%，相對標準偏差為 2.36% (表四)。

表四、偽原薯蓣皂苷添加回收率

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	0.5000	0.201	0.10	0.294	93.3	95.0	2.36
2	0.5006	0.201	0.10	0.298	97.1		
3	0.5005	0.201	0.10	0.293	92.1		
4	0.5001	0.201	0.10	0.296	95.4		
5	0.5003	0.201	0.10	0.298	97.0		

(九) 臺灣市售天冬藥材含量測定

10 批天冬藥材之含量測定結果(乾燥品)如表五所示，偽原薯蓣皂苷含量為 0.019–0.071%。建議天冬藥材指標成分偽原薯蓣皂苷的含量不得少於 0.026%。理論板數按偽原薯蓣皂苷波峰計算均應不低於 8000 (實際值為 69325)。

表五、臺灣市售天冬藥材檢品之偽原薯蓣皂苷含量

藥材編號 (No.)	偽原薯蓣皂苷含量 (%)	藥材編號 (No.)	偽原薯蓣皂苷含量 (%)
1 (NFA)	0.037	6 (CB)	0.019
2 (NFB)	0.028	7 (NWC)	0.043
3 (SK2)	0.035	8 (SUA)	0.031
4 (NC)	0.033	9 (NJ)	0.071
5 (NX)	0.057	10 (NH)	0.044
平均值±S.D.	0.040±0.01		

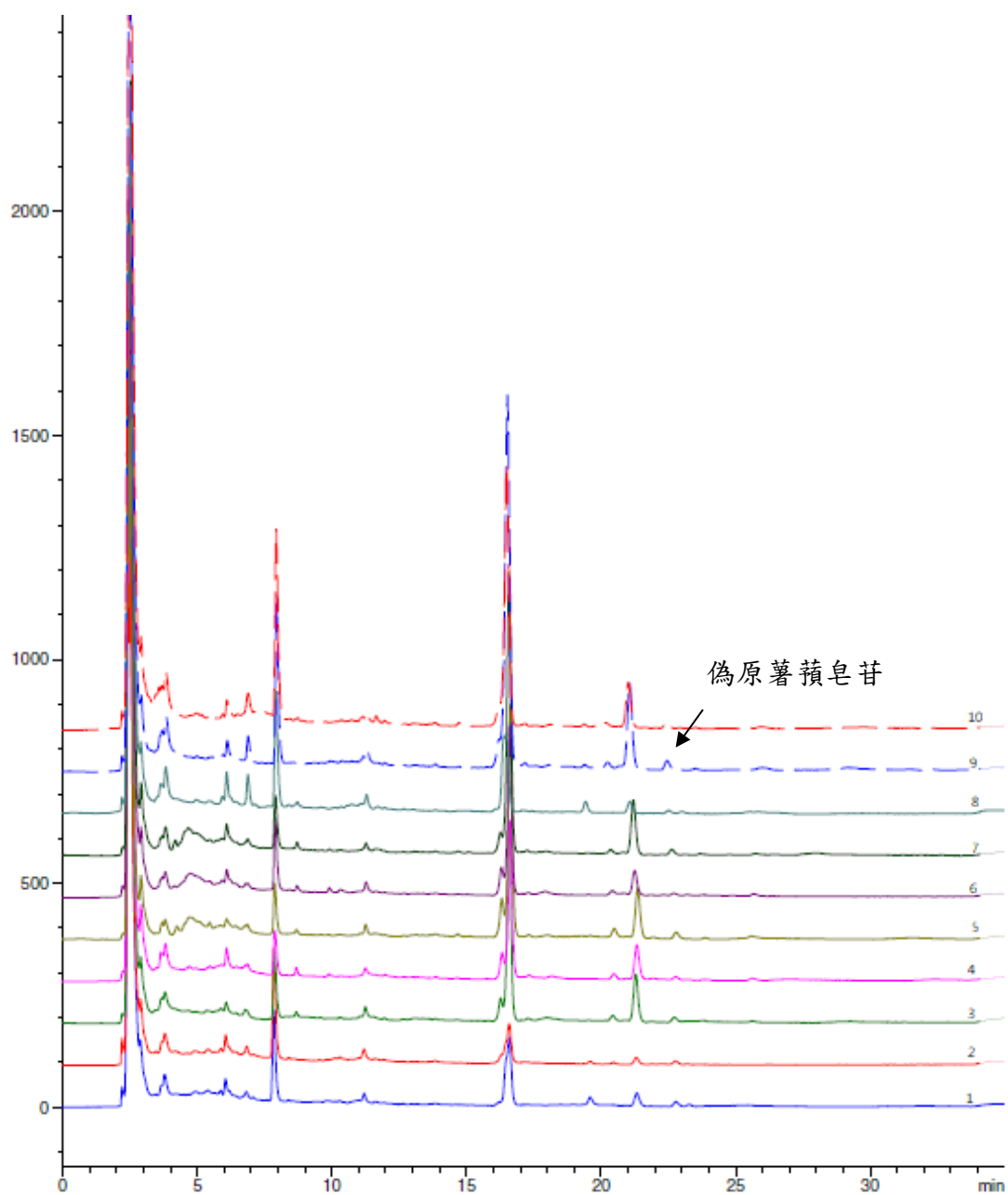
(十) 天冬藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售天冬藥材檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 × 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：203 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：

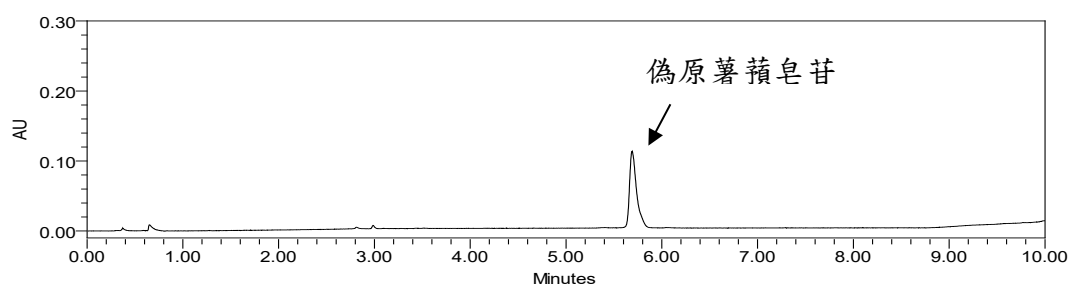
時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	5	95
10	27	73
15	32	68
30	38	62
35	95	5



圖六、10 批天冬藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十一) 對照標準品偽原薯蕷皂苷之 UPLC 層析

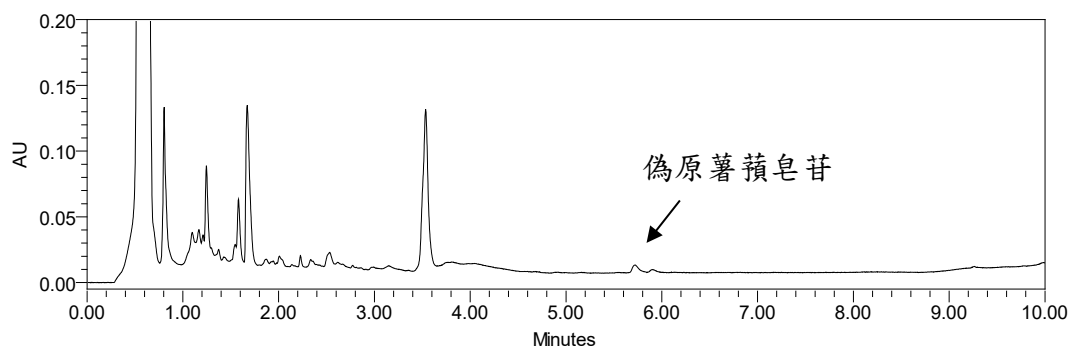
於滯留時間 5.70 分鐘顯示偽原薯蕷皂苷對照標準品的波峰(圖七)。



圖七、偽原薯蕷皂苷對照標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十二) 市售天冬藥材檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 5.70 分鐘顯示天冬藥材檢品中偽原薯蕷皂苷的波峰(圖八)。

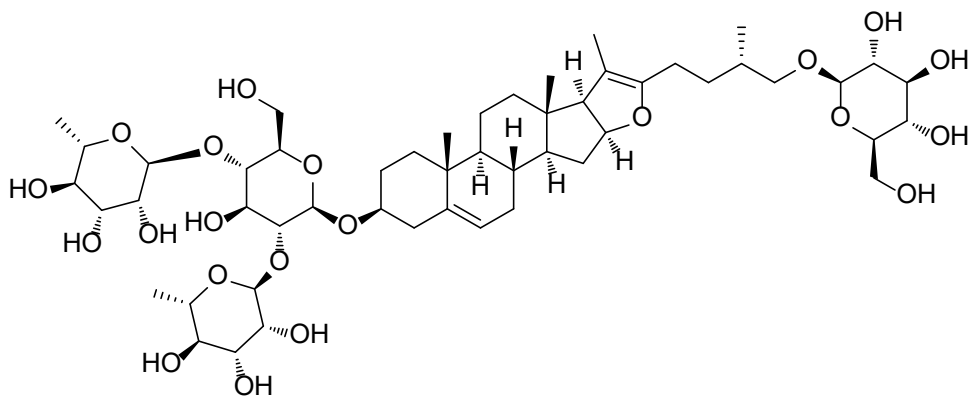


圖八、市售天冬藥材檢品之 UPLC 層析圖

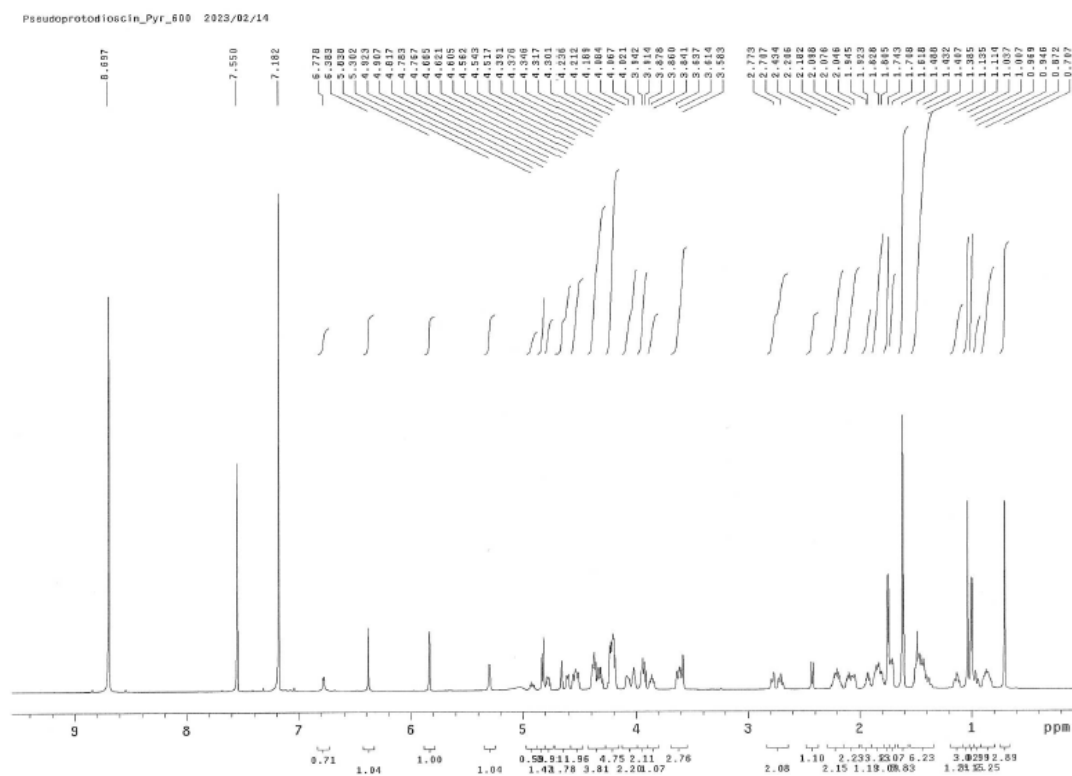
(十三) 偽原薯蓣皂苷的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{51}H_{82}O_{21}$ ；分子量：1031.2；熔點：208–210 °C；白色固體。

(十四) 偽原薯蓣皂苷的結構

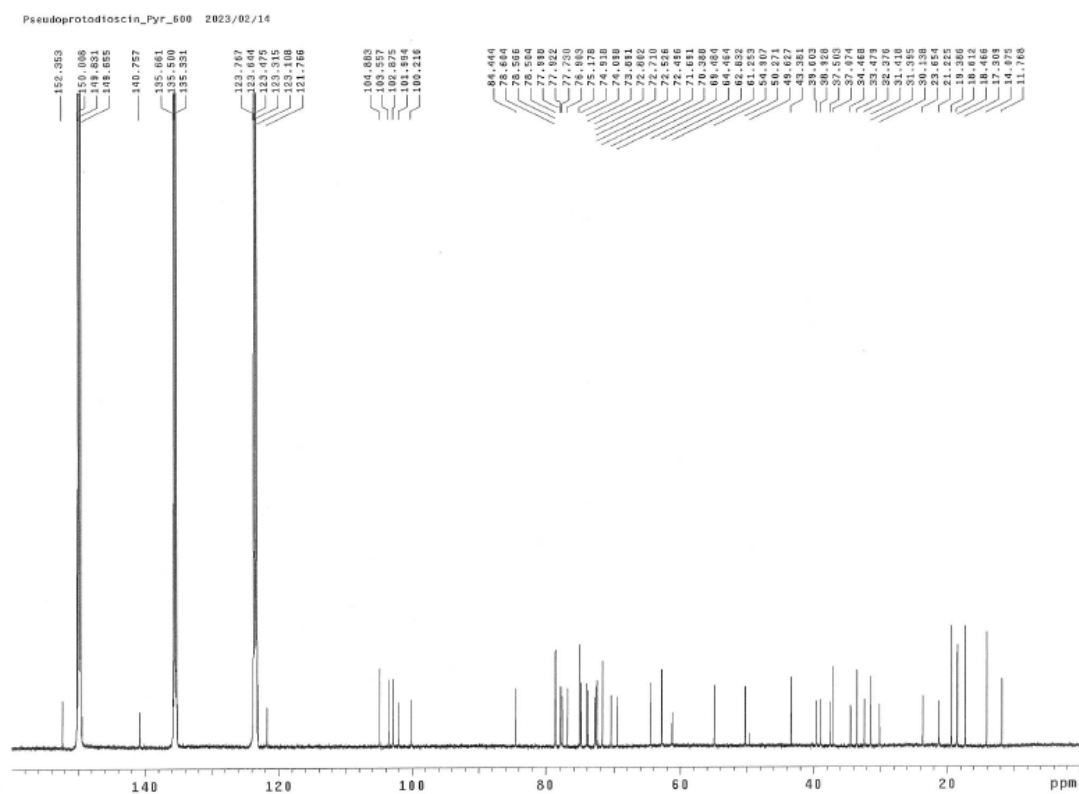


(十五) 偽原薯蓣皂苷的 1H NMR 圖譜



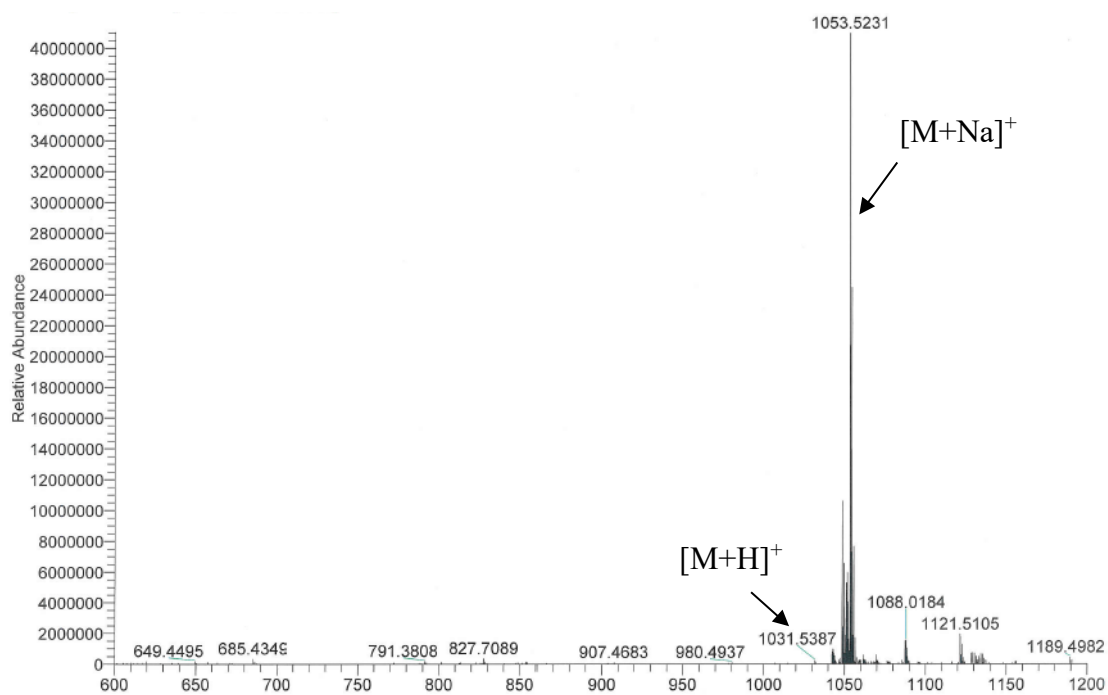
圖九、偽原薯蓣皂苷的 1H NMR 圖譜(pyridine- d_5)

(十六) 偽原薯蓣皂苷的 ^{13}C NMR 圖譜



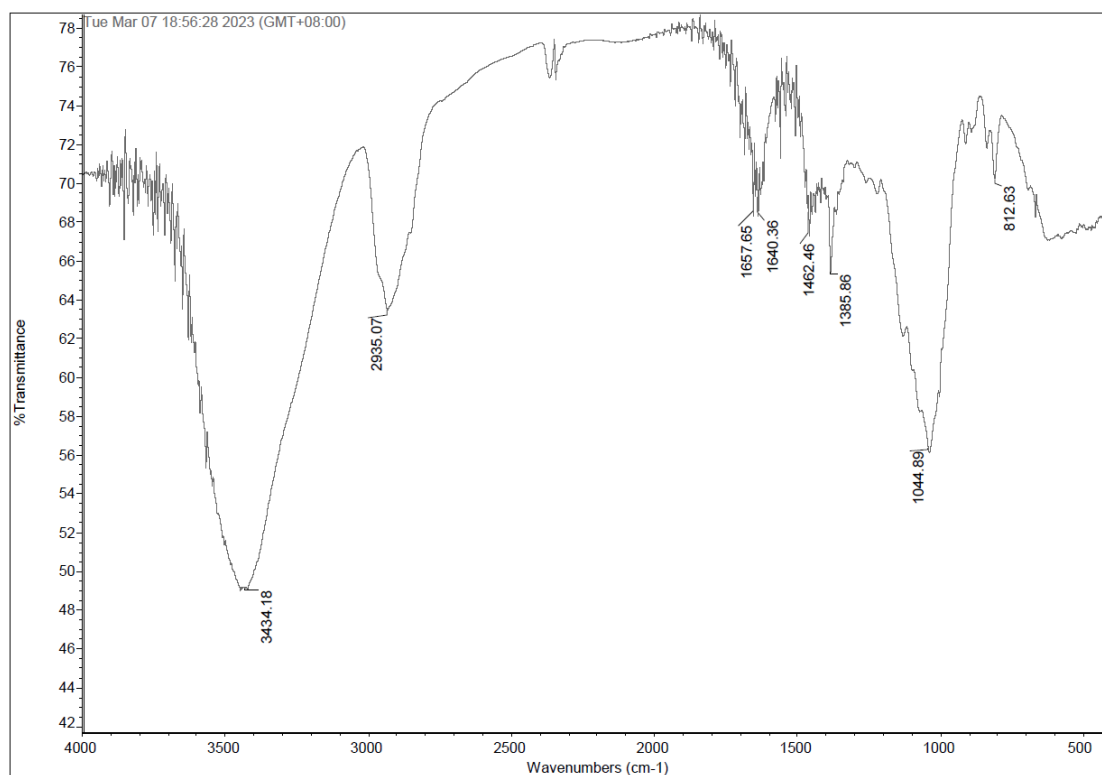
圖十、偽原薯蓣皂苷的 ^{13}C NMR 圖譜(pyridine- d_5)

(十七) 偽原薯蓣皂苷的 ESI-MS 圖譜



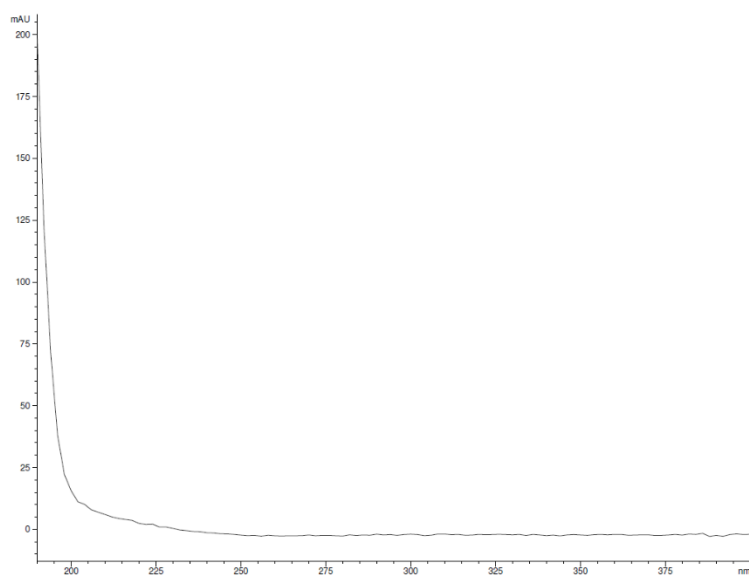
圖十一、偽原薯蓣皂苷的 ESI-MS 圖譜

(十八) 偽原薯蓣皂苷的 FTIR 圖譜



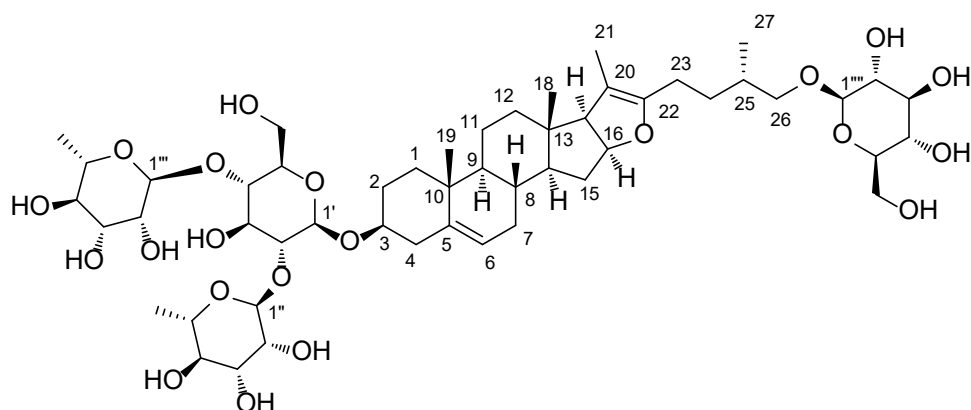
圖十二、偽原薯蓣皂苷的 FTIR 圖譜

(十九) 偽原薯蓣皂苷的 UV 圖譜



圖十三、偽原薯蓣皂苷的 UV 圖譜

(二十) 偽原薯蓣皂苷的氫、碳化學位移



偽原薯蓣皂苷

表六、偽原薯蓣皂苷的氫、碳化學位移(pyridine-*d*₅)

position	δ_H (600 MHz) ^a	δ_C (150 MHz)
1	0.97 (m), 1.70 (m)	37.50
2	1.85 (m), 2.05 (m)	30.14
3	3.86 (m)	78.00
4	2.71 (m), 2.78 (m)	38.93
5	-	140.78
6	5.30 (d, 3.6)	121.77
7	1.47 (m), 1.91 (m)	32.38
8	1.50 (m)	31.40
9	0.89 (m)	50.27
10	-	37.07
11	1.43 (m), 1.43 (m)	21.22
12	1.11 (m), 1.71 (m)	39.60
13	-	43.38
14	0.82 (m)	54.91
15	1.43 (m), 2.07 (m)	34.47
16	4.81 (m)	84.44
17	2.43 (m)	64.64
18	0.71 (s)	14.08
19	1.04 (s)	19.39
20	-	103.56
21	1.62 (s)	11.77
22	-	152.35
23	1.50 (m), 1.80 (m)	31.40
24	2.22 (m), 2.22 (m)	23.65

25	1.93 (m)	33.48
26	3.5 9(m), 3.93 (m)	74.9
27	1.01 (d, 18.0)	17.31
1'	4.92 (m)	100.21
2'	4.22 (m)	78.57
3'	4.22 (m)	77.73
4'	4.37 (m)	78.60
5'	4.62 (m)	76.90
6'	4.07 (m), 4.22 (m)	61.25
1''	5.84 (s)	101.99
2''	4.61 (m)	72.80
3''	4.54 (m)	72.71
4''	4.31 (m)	73.89
5''	4.93 (m)	69.48
6''	1.79 (m)	18.61
1'''	6.38 (s)	102.88
2'''	4.82 (m)	72.50
3'''	4.66 (m)	72.53
4'''	4.31 (m)	74.10
5'''	4.93 (m)	70.39
6'''	1.70 (m)	18.47
1''''	4.82 (d, 7.8)	104.88
2''''	4.03 (m)	75.18
3''''	4.21 (m)	77.92
4''''	4.22 (m)	71.69
5''''	3.92 (m)	78.50
6''''	4.37 (m) , 4.54 (m)	62.83

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

天門冬 TLC

生藥名：ASPARAGI RADIX

英文名：Asparagus Root

基 原：本品為百合科 Liliaceae 植物天門冬 *Asparagus cochinchinensis* (Lour.) Merr. 之乾燥塊根。習稱「天冬」。

一、方法

(一) 檢品溶液 【萃取方法 1】(自行開發 1)

——取本品粉末 1.0 g，加 75% 甲醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，作為檢品溶液。

【萃取方法 2】(自行開發 2)

——取本品粉末 1.0 g，加 75% 甲醇 10 mL，加熱迴流 30 分鐘，過濾，作為檢品溶液。

【萃取方法 3】(自行開發 3) ✓

——取本品粉末 1.0 g，加正丁醇：水(40：7)混合液 5 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 溶液 取偽原薯蓣皂苷(Pseudoprotodioscin)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】修飾《中華人民共和國藥典 2020》

——二氯甲烷：甲醇：水 (13：7：2) 10 °C 下層溶液。

【展開劑 2】《香港中藥材標準第九冊》

——四氫呋喃：乙腈：水 (1：3：6)

【展開劑 3】(自行開發) ✓

——正丁醇：水：無水乙酸 (10：6：3)

(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，置於可見光及紫外光(365nm)下檢視之。

二、萃法選擇及濃度測試

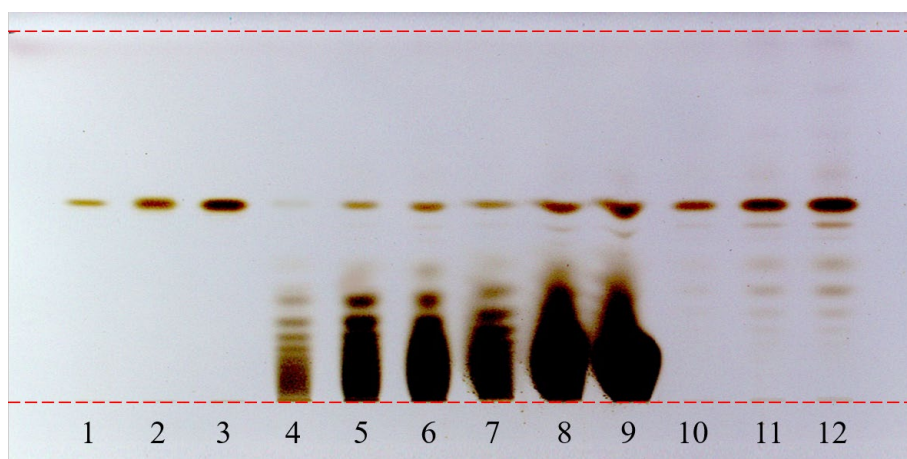
實驗日期：112/03/09

相對溼度(RH)：54%

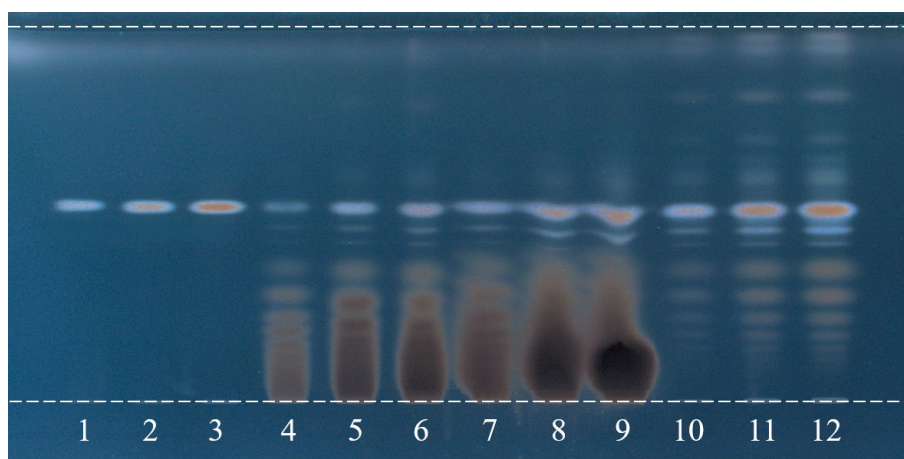
溫度(RT)：23.1 °C

【展開劑 3】(自行開發)—— 正丁醇：水：無水乙酸 (10：6：3)

—— HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



—— HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	偽原薯蕷皂苷(1.0 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	檢品溶液 4【萃取方法 1】	2, 5, 8 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 4【萃取方法 2】	2, 5, 8 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 4【萃取方法 3】	2, 5, 8 μ L

建議萃法：三種萃取方法，檢品溶液中皆可分離與檢出偽原薯蕷皂苷，由於濃度適中且斑點明顯，故採用【萃取方法 3】。中華人民共和國藥典與香港中藥材標準的萃取方法，皆需經 C18 管柱洗脫處理，方法複雜，故未採用。

建議點注量：偽原薯蕷皂苷 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 3】8 μ L。

三、溶媒系統選擇

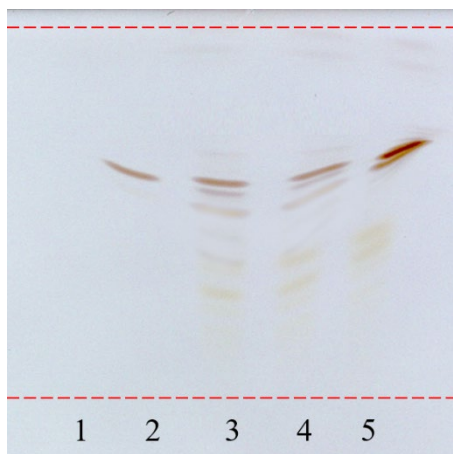
實驗日期：112/03/09

相對溼度(RH)：54%

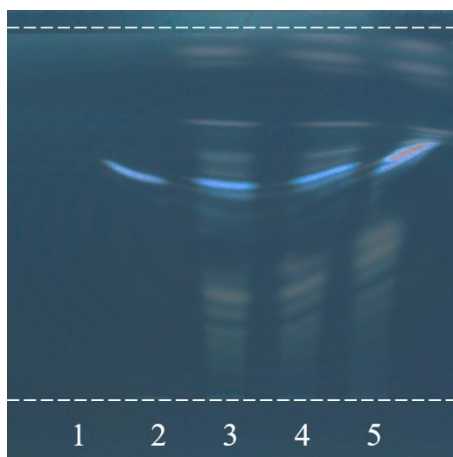
溫度(RT)：23.1 °C

【展開劑 1】修飾《中華人民共和國藥典 2020》—— 二氯甲烷：甲醇：水 (13：7：2) 10 °C下層溶液。

【萃取方法 3】(自行開發 3)—— HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出(偽原薯蓣皂苷 R_f 值為 0.65)

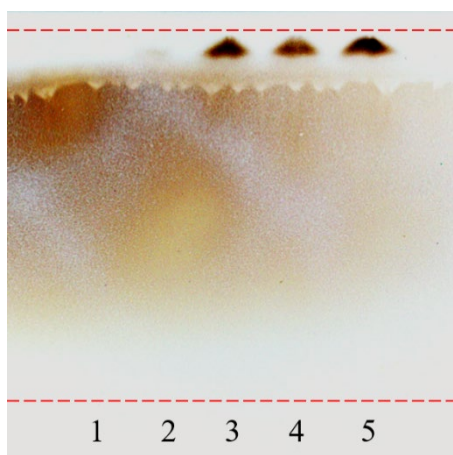


【萃取方法 3】(自行開發 3)—— HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(偽原薯蓣皂苷 R_f 值為 0.65)

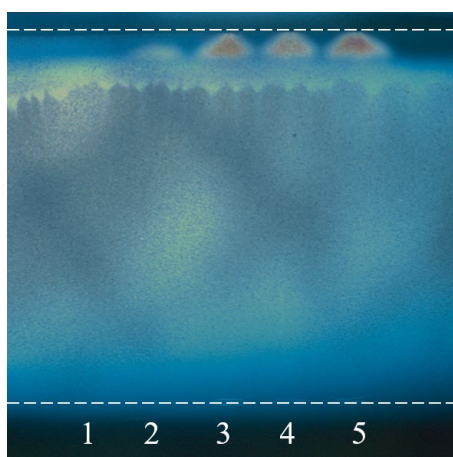


【展開劑 2】《香港中藥材標準第九冊》—— 四氫呋喃：乙腈：水 (1：3：6)

【萃取方法 3】(自行開發 3)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出(偽原薯蕷皂苷 R_f 值無法判斷)

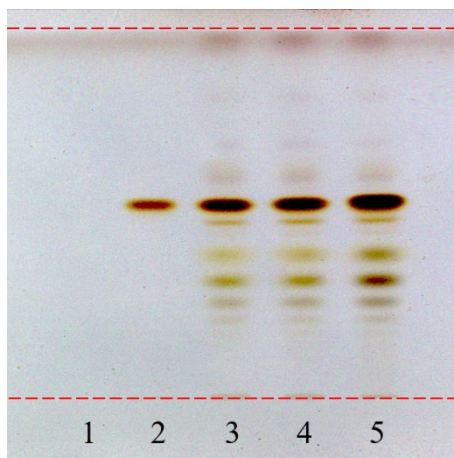


【萃取方法 3】(自行開發 3)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(偽原薯蕷皂苷 R_f 值無法判斷)

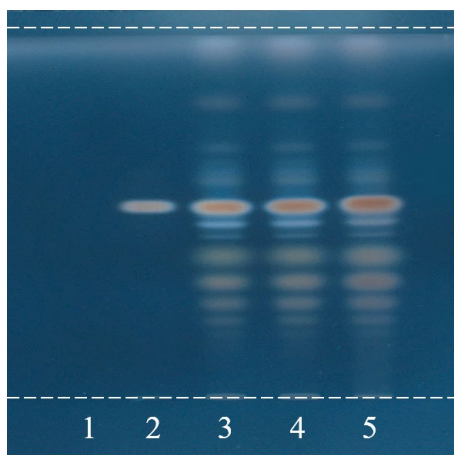


【展開劑 3】(自行開發)—— 正丁醇：水：無水乙酸 (10：6：3) ✓

【萃取方法 3】(自行開發 3)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出(偽原薯蓣皂苷 R_f 值為 0.53)



【萃取方法 3】(自行開發 3)—— HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(偽原薯蓣皂苷 R_f 值為 0.53)



1：Blank

2：偽原薯蓣皂苷

3，4：檢品溶液 4

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 3】方式，以自行開發之【展開劑 3】展開，顯示偽原薯蓣皂苷的 R_f 值適中，分離佳沒有拖尾現象，且沒有使用含氯溶媒，故採用【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：112/03/09

相對溼度(RH)：54%

溫度(RT)：23.1 °C

【展開劑 3】(自行開發)—— 正丁醇：水：無水乙酸 (10：6：3)

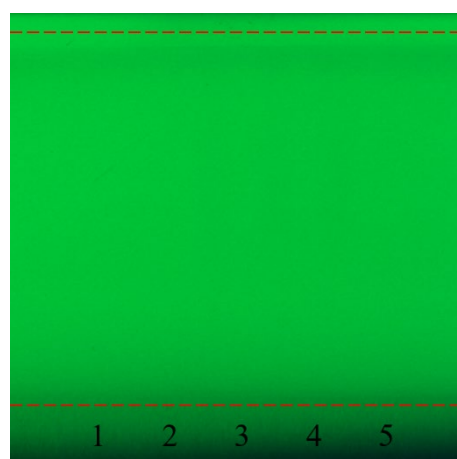
【萃取方法 3】(自行開發 3)－HPTLC

可見光檢出



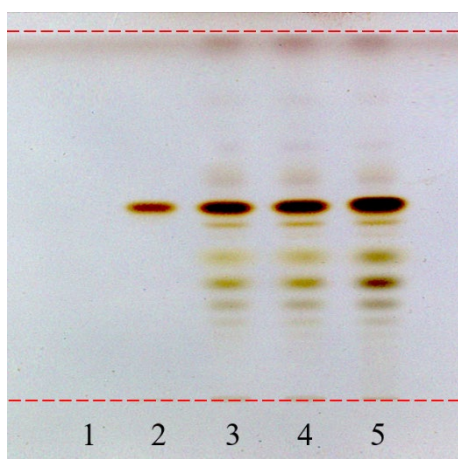
【萃取方法 3】(自行開發 3)－HPTLC

紫外光(254 nm)檢出



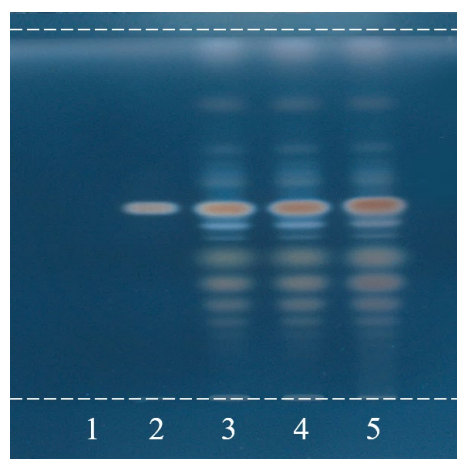
【萃取方法 3】(自行開發 3)－ HPTLC

10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出✓



【萃取方法 3】(自行開發 3)－ HPTLC

10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出✓



1：Blank

3，4：檢品溶液 4

2：偽原薯蓣皂苷

5：Spike

建議觀察方式：以 10%硫酸/乙醇試液顯色後，於可見光及紫外光(365 nm)檢視下，有較明顯分離之條帶。

五、十批天門冬藥材樣品檢測

實驗日期：112/03/09

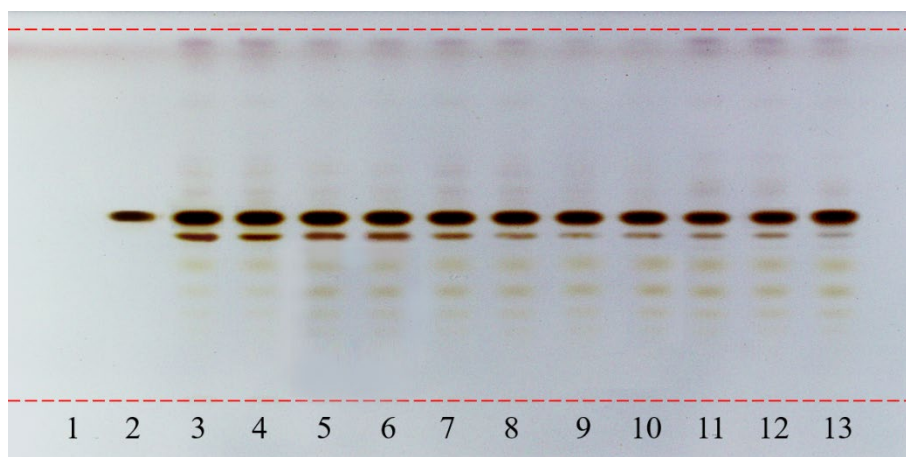
相對溼度(RH)：54%

溫度(RT)：23.1 °C

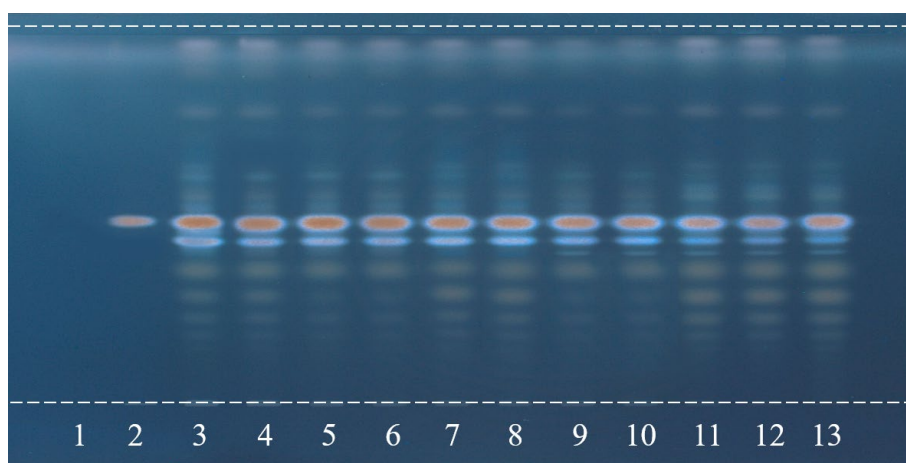
【展開劑 3】(自行開發)—— 正丁醇：水：無水乙酸 (10：6：3)

【萃取方法 3】(自行開發 3)—— HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色

(1) 10%硫酸/乙醇試液顯色可見光檢出



(2) 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出

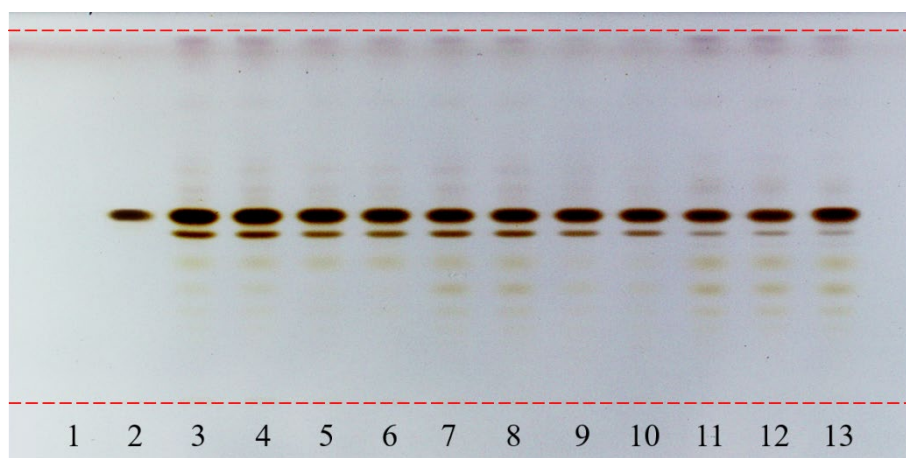


1	Blank	7, 8	檢品溶液 3 (NFB)
2	偽原薯蕷皂苷(1.0 mg/mL)	9, 10	檢品溶液 4 (NH)
3, 4	檢品溶液 1 (NC)	11, 12	檢品溶液 5 (NJ)
5, 6	檢品溶液 2 (NFA)	13	Spike (檢品溶液 4)

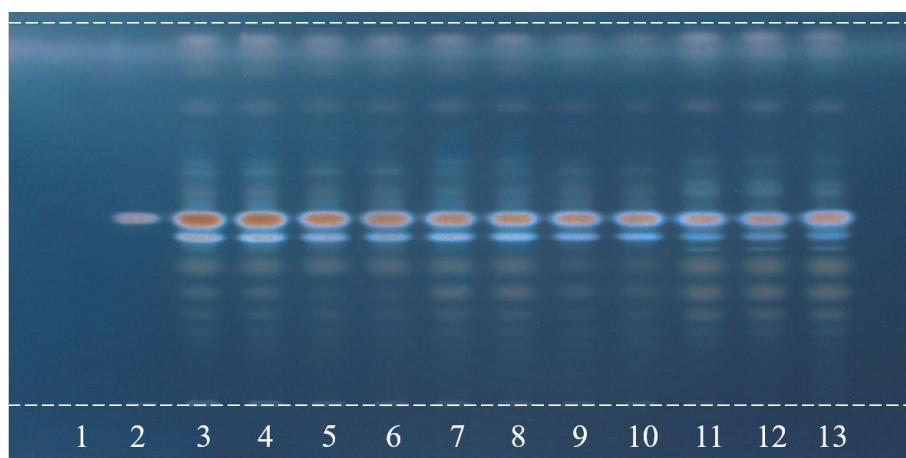
【展開劑 3】(自行開發)—— 正丁醇：水：無水乙酸 (10：6：3)

【萃取方法 3】(自行開發 3)—— HPTLC 10%硫酸/乙醇試液顯色

(1) 10%硫酸/乙醇試液顯色可見光檢出



(2) 10%硫酸/乙醇試液顯色後紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	7, 8	檢品溶液 8 (CB)
2	偽原薯蕷皂苷(1.0 mg/mL)	9, 10	檢品溶液 9 (SK2)
3, 4	檢品溶液 6 (NWC)	11, 12	檢品溶液 10 (SUA)
5, 6	檢品溶液 7 (NX)	13	Spike (檢品溶液 4)

結論與建議：以【萃取方法 3】及【展開劑 3】方式，顯示分離與檢出偽原薯蕷皂苷的效果較佳，以 10%硫酸/乙醇試液顯色，於可見光及紫外光(365 nm)下檢視較佳。