

天麻

(GASTRODIAE RHIZOMA)

天麻 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

天麻 藥材 HPLC

一、材料.....	9
二、儀器及層析管柱.....	9
三、實驗藥品及試劑來源.....	9
四、方法.....	9
五、結果.....	13

天麻 飲片 HPLC

一、材料.....	26
二、儀器及層析管柱.....	26
三、實驗藥品及試劑來源.....	26
四、方法.....	26
五、結果.....	29

天麻 TLC

一、方法.....	33
二、萃法選擇及濃度測試.....	34
三、溶媒系統選擇.....	35
四、觀察方式選擇.....	37
五、十批天麻樣品檢測.....	39

六、十批天麻飲片樣品檢測.....	41
-------------------	----

天麻

(GASTRODIAE 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天麻的乾燥塊莖。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：天麻

生藥名：GASTRODIAE RHIZOMA

英文名：Gastrodia Tuber

基原：本品為蘭科 Orchidaceae 植物天麻 *Gastrodia elata* Blume 之乾燥塊莖。

採收加工：立夏前採挖為「春麻」，立冬前採挖為「冬麻」，塊莖充實，品質較好。挖起後除去泥沙，用清水或白礬水略泡，刮去外皮，蒸或煮透心，攤開晾乾或用無煙火烘乾。亦可切片曬乾。

藥材性狀：本品呈長橢圓形，扁縮而稍彎曲，長 5~13 cm，寬 2~6 cm，厚 1~3 cm。一端有紅棕色乾枯芽苞，習稱「鸚哥嘴」或「紅小瓣」，或為殘留莖基；另一端有自母麻脫落後的圓臍形疤痕。外皮剝落或部分殘存，表面黃白色或淡黃棕色，具環節，有點狀痕點或膜質鱗葉，有縱皺紋。質堅實，半透明，不易折斷，斷面較平坦，角質樣，氣特異，味甘、微辛。

飲片性狀：本品飲片呈不規則薄片狀，表皮淡黃色至淡棕色，切面黃白色至淡棕色，可見點狀維管束散佈，半透明角質樣。氣特異，味甘、微辛。

生長分佈：多年生寄生植物，喜濕潤肥沃之土壤，花期 6~7 月，果期 7~8 月。分佈於吉林、遼寧、河南、安徽、江西、湖北、湖南、陝西、甘肅、四川、雲南、貴州及西藏等省(自治區)。現在各地皆有栽培。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 表皮組織淺棕色。
2. 皮層細胞切向延長，靠外側的 1 至數層細胞壁稍增厚，可見稀疏壁孔。
3. 中柱內維管束散在。外篩包圍型或並立型，每束導管 2 至數個，多角形。
4. 薄壁細胞大形，有明顯紋孔。

5. 草酸鈣針晶束存在於部分薄壁細胞。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 粉末黃白色。
2. 草酸鈣針晶散在或成束。偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。
3. 有螺紋及網紋導管，直徑約 8~30 μm 。
4. 薄壁細胞壁孔明顯。
5. 厚壁細胞多角形或長多角形，壁孔明顯。

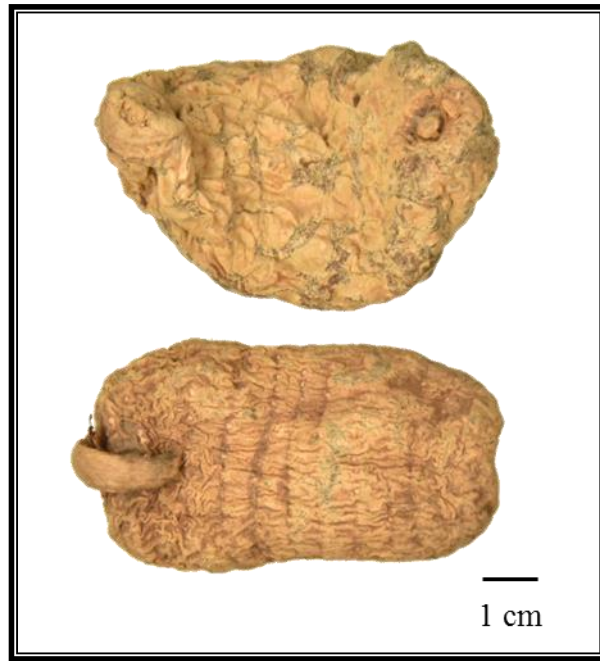


圖 1A 天麻藥材圖



圖 1B 天麻飲片藥材圖

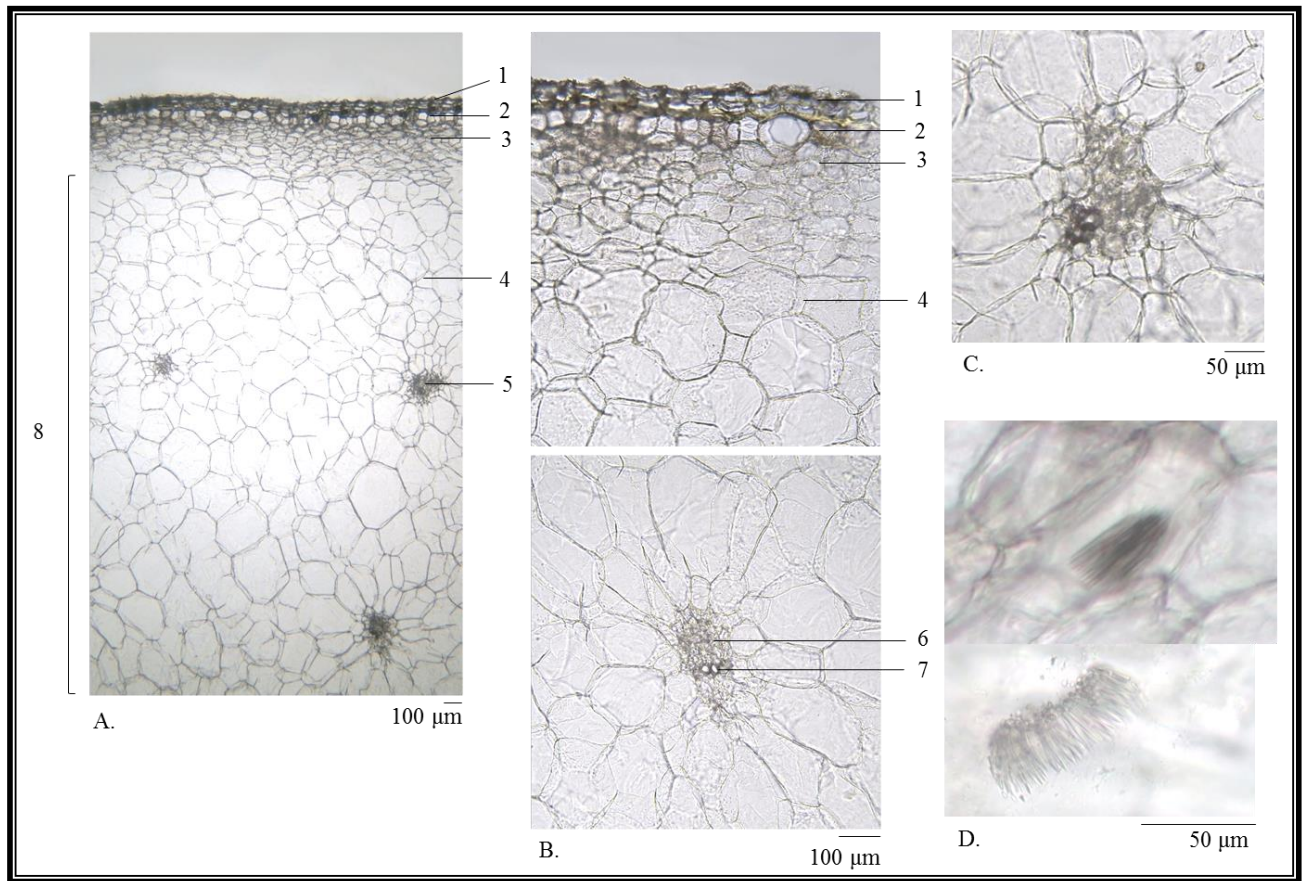


圖 2 天麻橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.維管束 D.細胞內針晶

1.表皮 2.厚壁細胞 3.皮層 4.薄壁細胞 5.維管束 6.韌皮部 7.木質部 8.中
柱

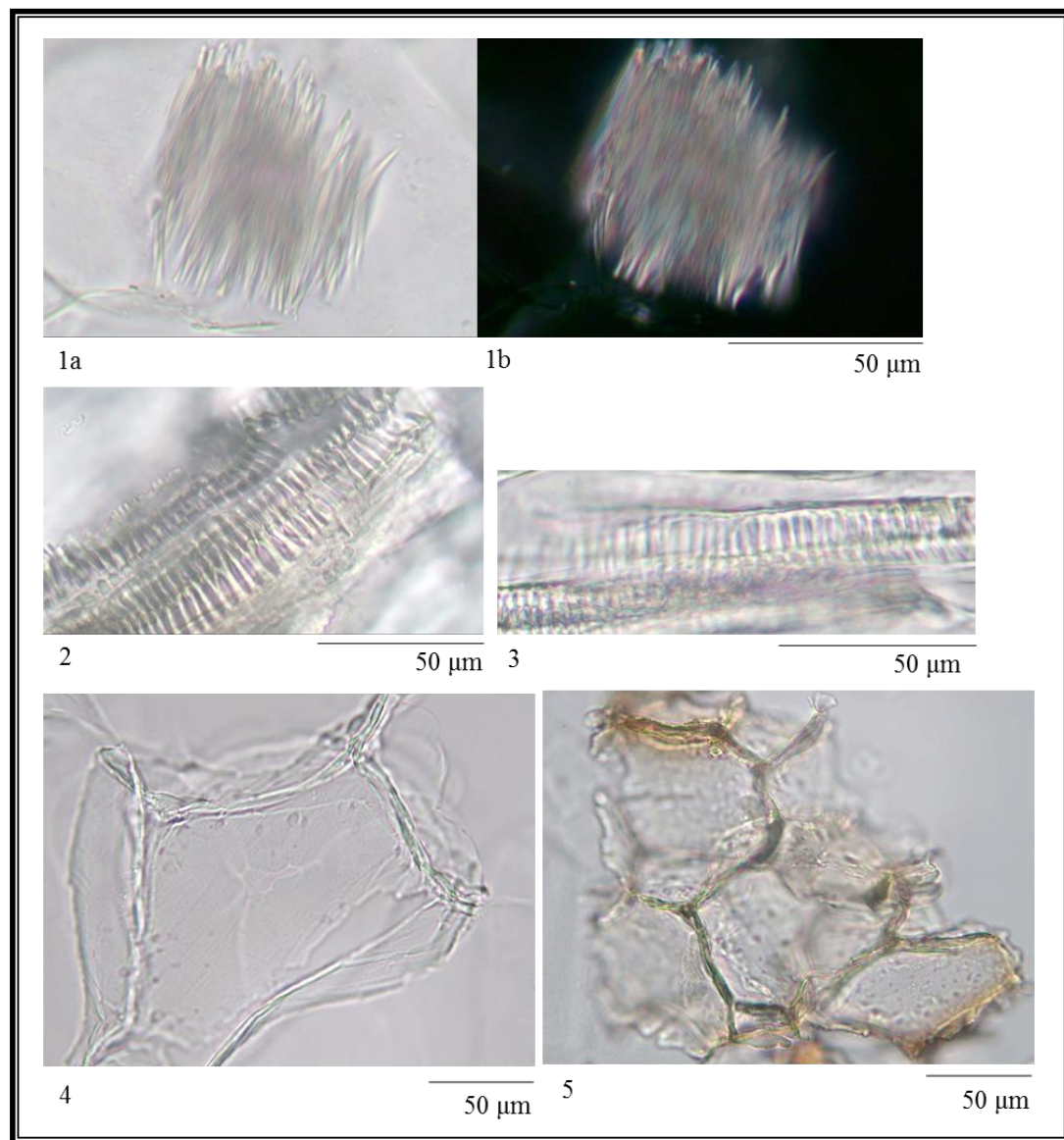


圖 3 天麻粉末顯微特徵圖

a.光學顯微鏡下特徵 b.偏光顯微鏡下特徵

1.草酸鈣針晶 2.網紋導管 3.螺旋導管 4.薄壁細胞壁紋孔 5.厚壁細胞壁紋孔

參考文獻

1. 行政院衛生署中醫藥委員會編(1999)。中藥材品質管制：組織型態學鑑定。臺北市：行政院衛生署中醫藥委員會。307~308 頁。
2. 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。臺北市：衛生福利部。51~52 頁。
3. 張賢哲、蔡貴花編著(2003)。中藥炮製學第二次修訂版。台中：中國醫藥大學。268~271 頁。
4. 羅集鵬主編(1996)。生藥學。北京：中國醫藥科技出版社。159~162 頁。
5. 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。286~293 頁。
6. 肖培根等編輯(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。176~181 頁。
7. 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。103~104 頁。
8. 國家藥典委員會編輯(2015)。中華人民共和國藥典 2015 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。58~59 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。48~49 頁。

天麻(GASTRODIAE RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店天麻藥材共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Waters 2695 Separation Module，包含 Waters 2996、Photodiode Array Detector；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 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 Thermo syncromis 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%)和乙腈(99.9%)購自於 Merck，乙醇(95%)購自於大欣酒精有限公司、磷酸 (85%)購自於友和。

(二) 標準品

標準品天麻素(Gastrodin)來自於中醫藥司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取條件評估

取本品粉末 4 份，每份準確稱取 0.5 g，2 份置 100 mL 圓底瓶中，分別準確加入 50%甲醇與 50%乙醇各 25 mL，加熱迴流 30 分鐘，冷卻後以 No. 1 濾紙過濾，取濾液，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，即得。另外 2 份置於 50 mL 離心管，分別準確加入 50%甲醇與 50%乙醇各 25 mL，以超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，再以 No. 1 濾紙過濾，取濾液，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μm)，即得。每針 10 μL 注入高效能液相層析儀(HPLC)，以所測得每克重量之標準品天麻苷最大波峰面積為最佳天麻萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網) 約 0.5 g，置於 50 mL 離心管，準確加入 50%甲醇 25 mL，以超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，再以 No. 1 濾紙過濾，濾液轉移至 25 mL 定量瓶中，加 50%甲醇至刻度。搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22μm)，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，並選出最佳萃次數。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品天麻苷 1.0 mg，加 2 mL 甲醇製成每 1 mL 含 500 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 0.5g，置於 50 mL 離心管，準確加入 50%甲醇 25 mL，以超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，再以 No. 1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部重複提取 1 次，合併濾液，濾液轉移至 50 mL 定量瓶中，加 50%甲醇至刻度。搖勻再過濾 (Syringe filter, PTFE 0.22µm)，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天麻苷的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取天麻苷標準品儲備液適量(500 µg/mL)，以甲醇稀釋成含天麻苷分別為 250、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 。

(七) 精密度試驗

以天麻苷濃度為 20 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以天麻苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售天麻粉末，依天麻檢品溶液製備方法平行製備 5 份天麻檢品溶液，進樣測定，以天麻苷的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售天麻粉末，依天麻檢品溶液製備方法製備天麻檢品溶液，分別在 0、2、4、8、24 小時進樣測定，以天麻苷的含量為指標，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 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

取已知天麻苷含量的天麻粉末 5 份，每份準確稱取約 0.1 g，分別加入 1 mL 的天麻苷溶液(0.57 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十一) HPLC 分析條件

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 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 °C
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	3	97
20	3	97

(十二) 臺灣市售天麻含量測定

取 10 批市售天麻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 公式計算樣品天麻苷的百分比含量。

(十三) 天麻檢品之 UPLC 分析條件

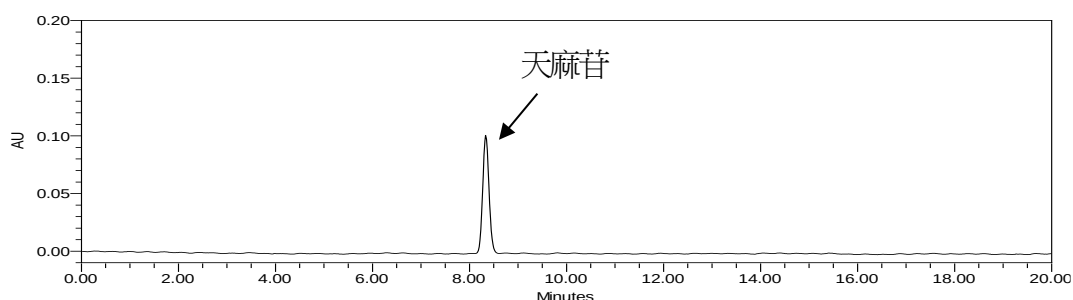
1. 層析管：Thermo syncromis C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：UV 220 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	3	97
8	3	97

五、結果

(一) 天麻苷之 HPLC 層析

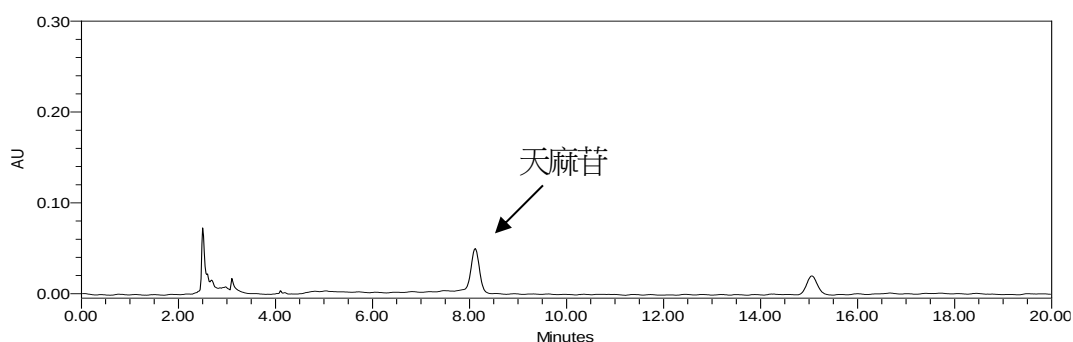
於滯留時間 8.33 分鐘處顯示天麻苷標準品波峰(圖一)。



圖一、天麻苷標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售天麻檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 8.11 分鐘處顯示天麻檢品中天麻苷波峰(圖二)。分離率(R)為 1.96，托尾因子(T)為 1.02，均在系統適用性要求內。



圖二、市售天麻檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取條件評估

以 50%甲醇及超音波振盪 30 分鐘條件下為溶媒時，每克藥材重量

所得天麻素的波峰面積均為最大，顯示 50%甲醇及超音波振盪 30 分鐘為最佳萃取條件。

表一、不同條件萃取比較

萃取條件	天麻苷波峰面積(mAU)	最佳萃取
50%甲醇，加熱迴流 30 分鐘	1098337	
50%乙醇，加熱迴流 30 分鐘	1011896	
50%甲醇，超音波振盪 30 分鐘	1117561	√
50%乙醇，超音波振盪 30 分鐘	1022270	

(四) 最佳萃取次數評估

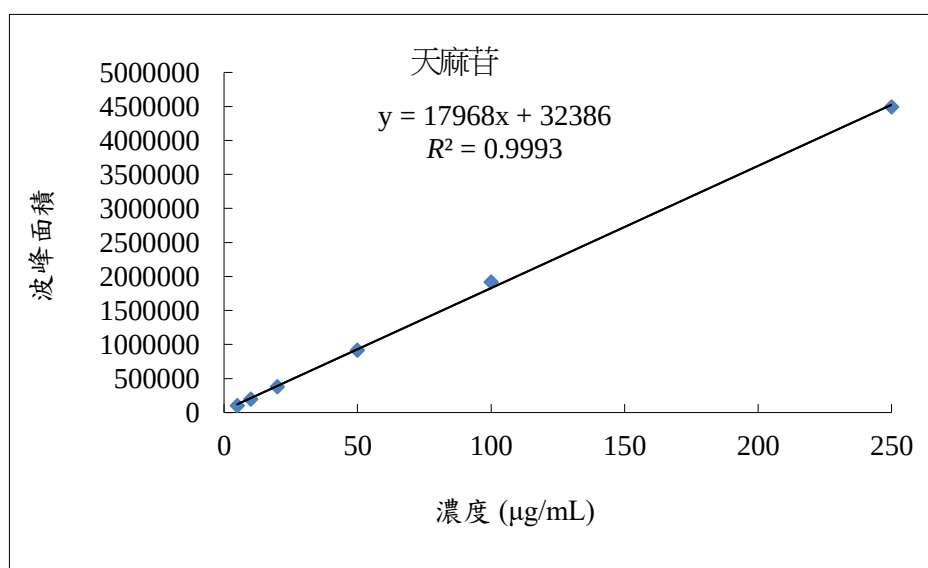
結果顯示萃取 2 次基本上已將天麻苷萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、天麻檢品萃取次數評估

50%甲醇，超音波振盪 30 分鐘	天麻苷波峰面積(mAU)
第 1 次	1165887
第 2 次	509058
第 3 次	28584
第 4 次	5177
第 5 次	N.D.

(五) 標準品天麻苷檢量線

經不同濃度天麻苷(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 $y = 17968x + 32386$ ， $R^2 = 0.9993$ ，顯示濃度在 5.0–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、天麻苷之檢量線圖

表三、天麻苷之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
天麻苷	5.0–250	$y = 17968x + 32386$	0.9993

(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，天麻苷精密度之

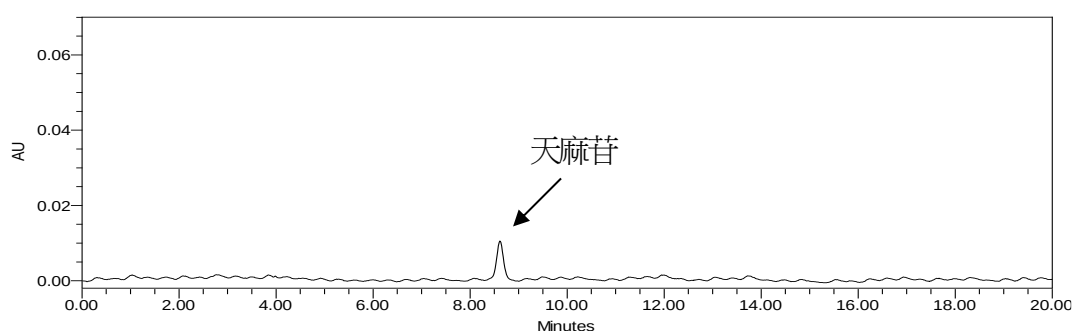
相對標準差為 0.32%，在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

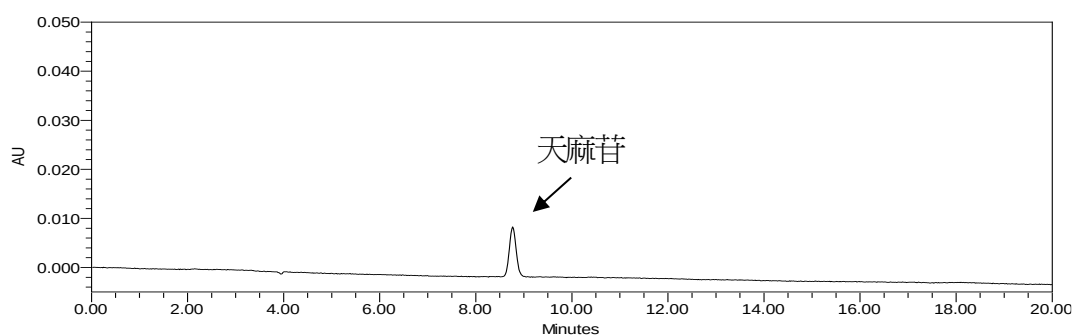
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，天麻苷重複性之相對標準差為 1.15%，在系統適用性要求內。天麻苷在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差為 1.02%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

天麻苷偵測極限為 2.0 µg/mL (圖四)，定量極限為 5.0 µg/mL (圖五)。



圖四、天麻苷之偵測極限層析圖



圖五、天麻苷之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	天麻苷	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 µg/mL	0.32
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.1)	1.15
穩定性 (n=5)	檢品溶液(No.1)	1.02
偵測極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	5.0 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

天麻苷平均添加回收率為 96.4%，相對標準偏差為 1.43%。

表五、天麻苷添加回收率試驗

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	0.1	0.55	0.57	1.09	93.96	96.36	1.43
2	0.1	0.55	0.57	1.10	96.57		
3	0.1	0.55	0.57	1.10	97.39		
4	0.1	0.55	0.57	1.10	97.15		
5	0.1	0.55	0.57	1.10	96.71		

(十) 臺灣市售天麻含量測定

10 批天麻藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，天麻苷的含量在 0.297–0.777%。建議天麻藥材所含天麻苷不得少於 0.20%。理論板數按天麻苷波峰計算應不低於 5000 (實際值為 11000)。

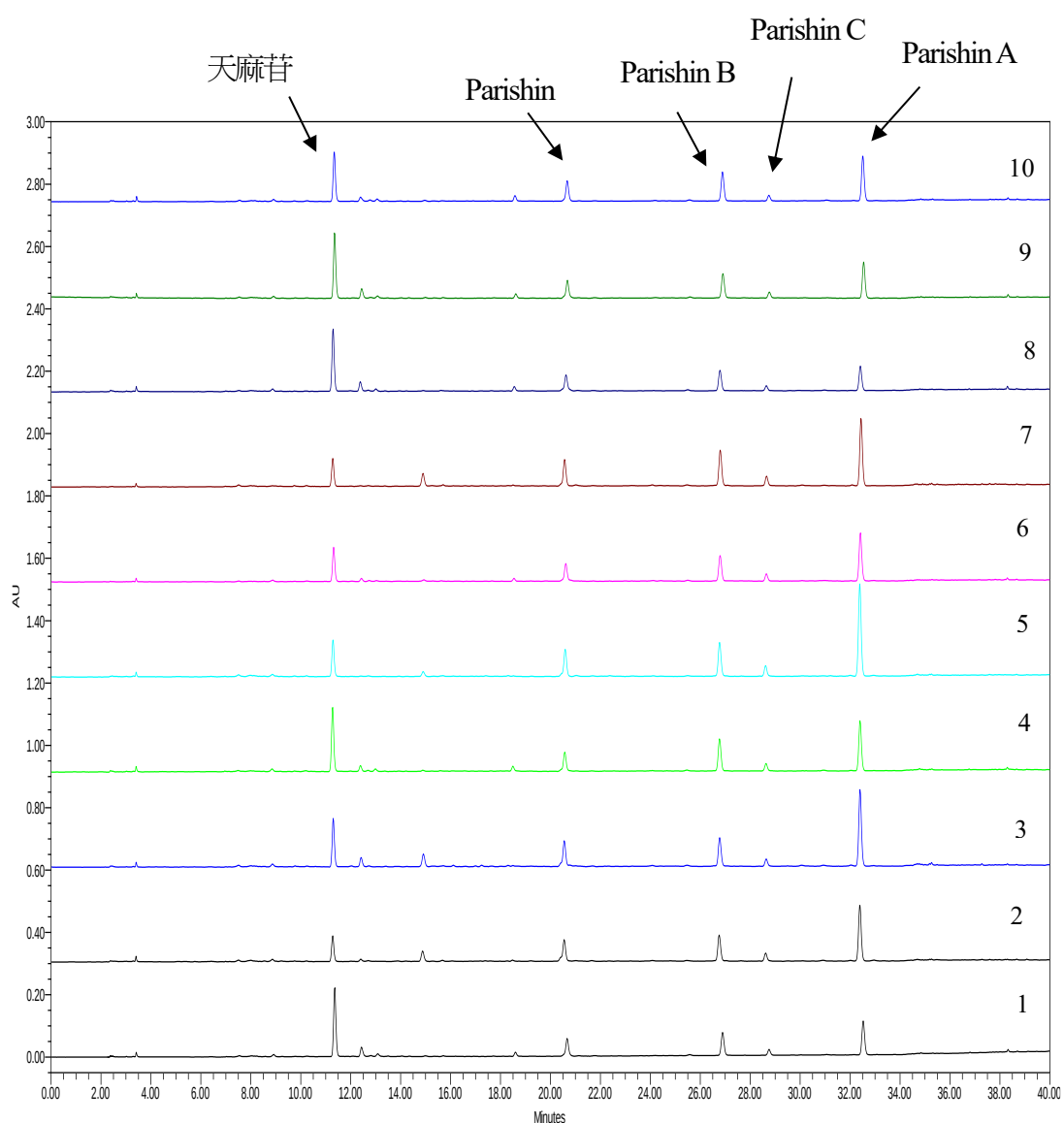
表六、臺灣市售天麻檢品之天麻苷含量

藥材編號(No.)	天麻苷含量(%)
1 (ND)	0.599
2 (NF-1)	0.777
3 (NF-2)	0.713
4 (NJ)	0.748
5 (CA-1)	0.343
6 (CA-2)	0.417
7 (SC-1)	0.429
8 (SC-2)	0.731
9 (SU-A)	0.598
10 (SU-B)	0.297
平均值±S.D.	0.565±0.18

(十一) 天麻藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

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 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

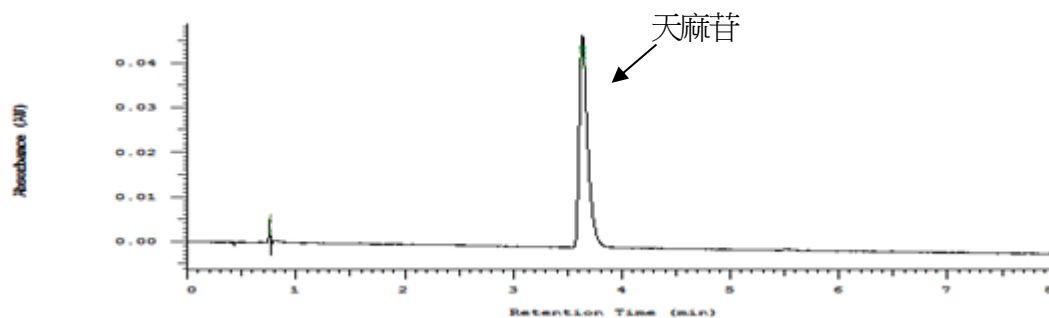
時間(min)	乙腈(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	0	100
30	20	80
40	100	0



圖六、10 批天麻藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品天麻苷之 UPLC 層析

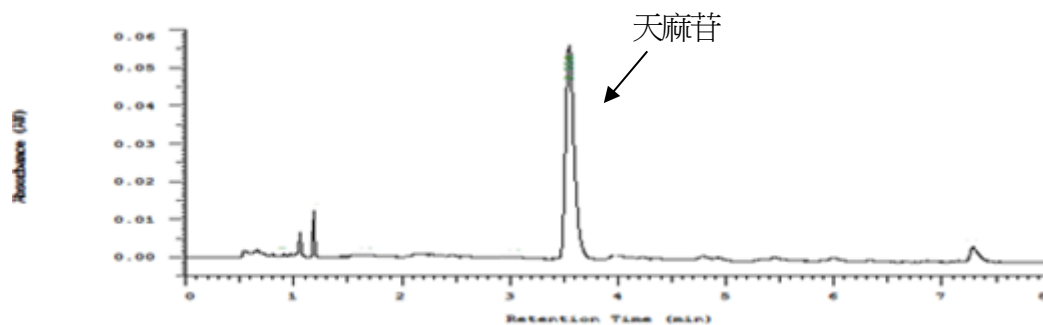
於滯留時間 3.63 分鐘處顯示天麻苷標準品波峰(圖七)。



圖七、天麻苷標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售天麻檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 3.57 分鐘處顯示天麻檢品中天麻苷波峰(圖八)。

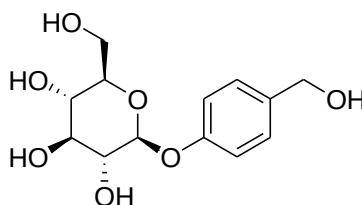


圖八、市售天麻檢品之 UPLC 層析圖

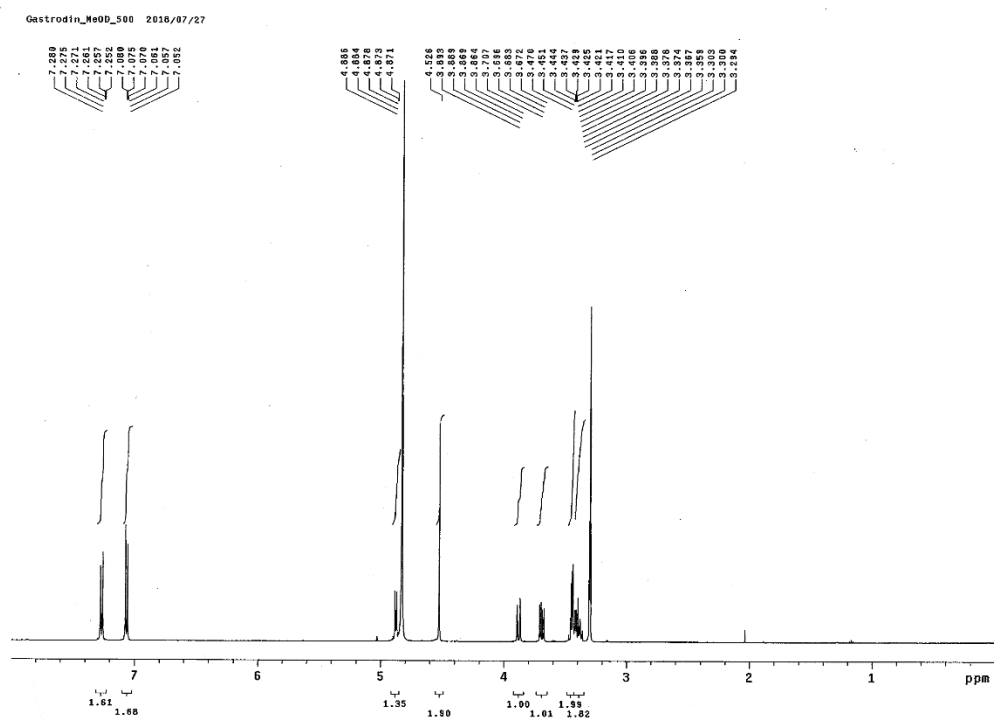
(十四) 天麻苷的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{13}H_{15}O_7$ ；分子量：286.27；熔點：149–150 °C；白色固體。

(十五) 天麻苷的結構

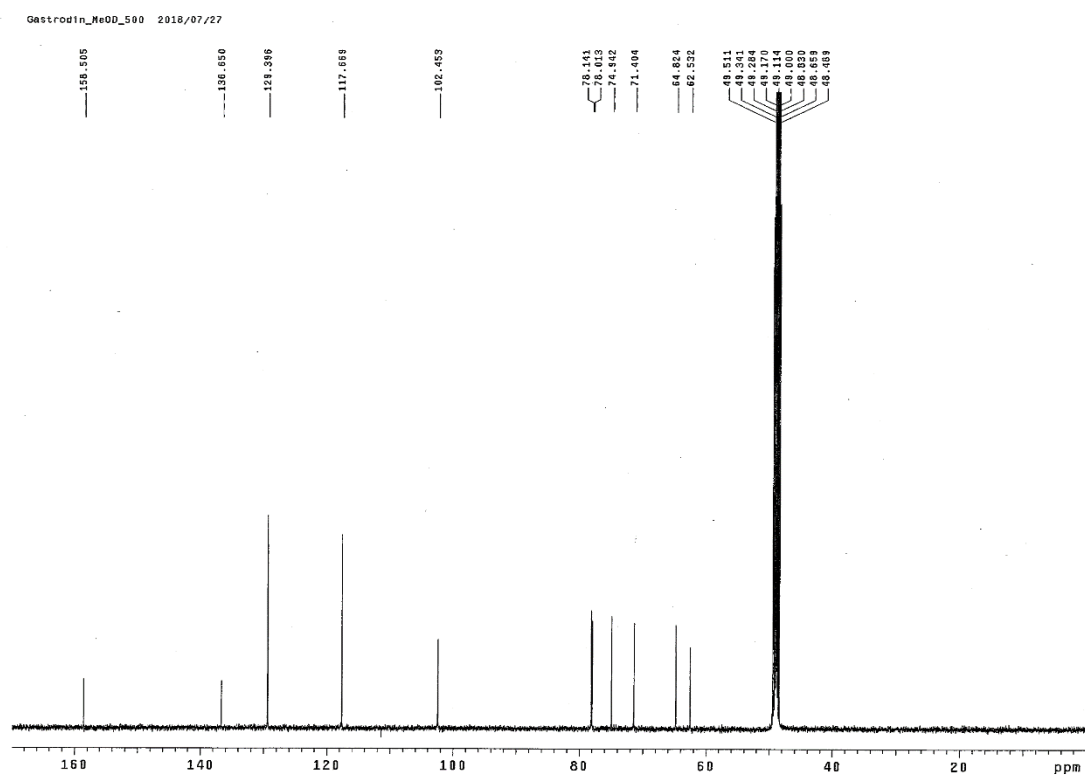


(十六) 天麻苷的 ^1H NMR 圖譜



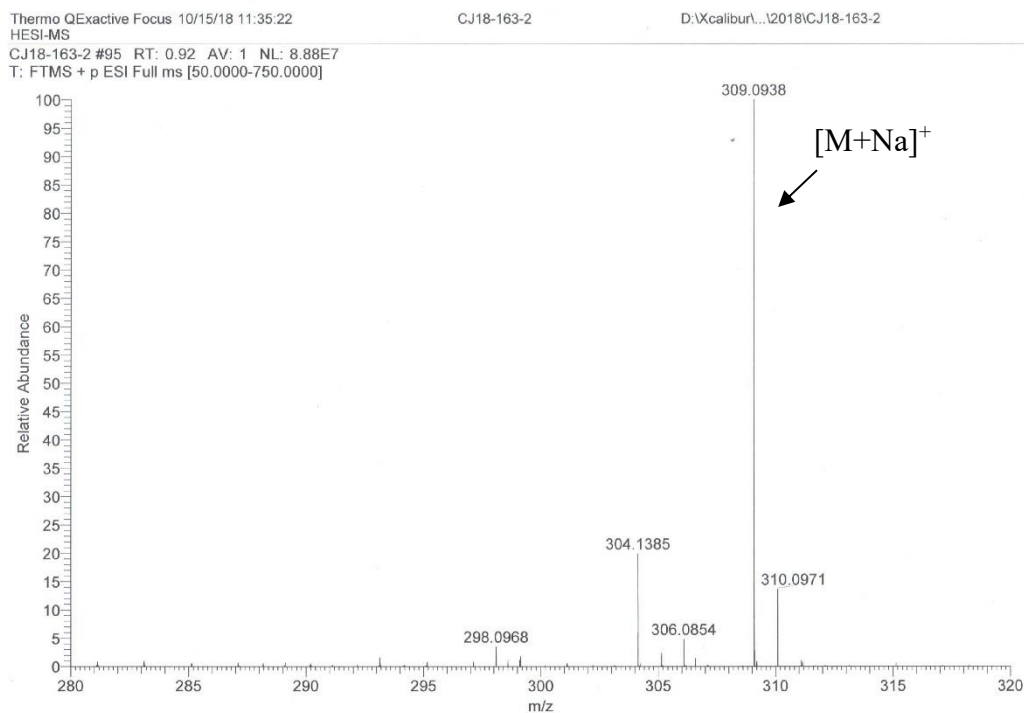
圖九、天麻苷的 ^1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七) 天麻苷的 ^{13}C NMR 圖譜



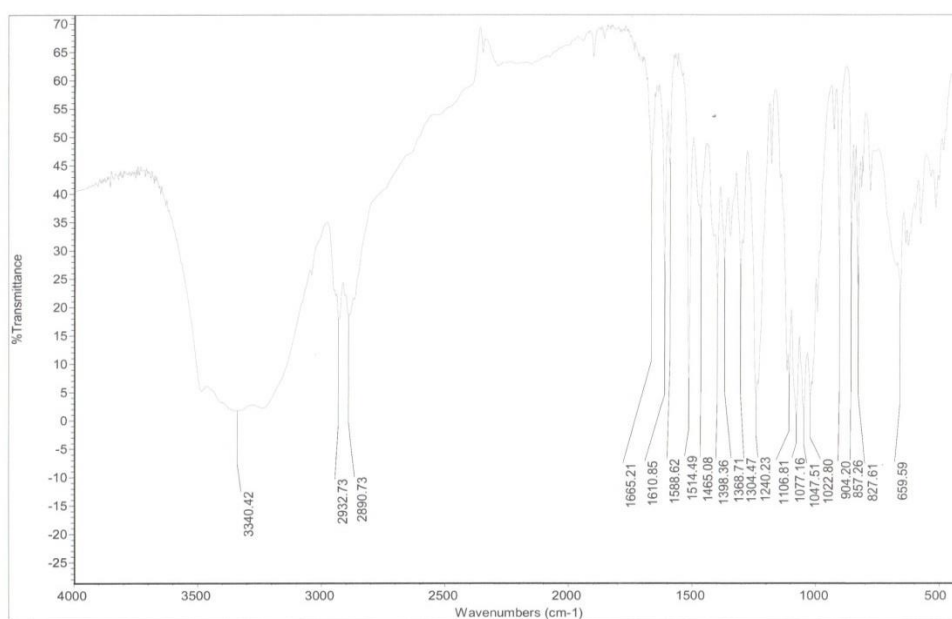
圖十、天麻苷的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 天麻苷的 ESI-MS 圖譜



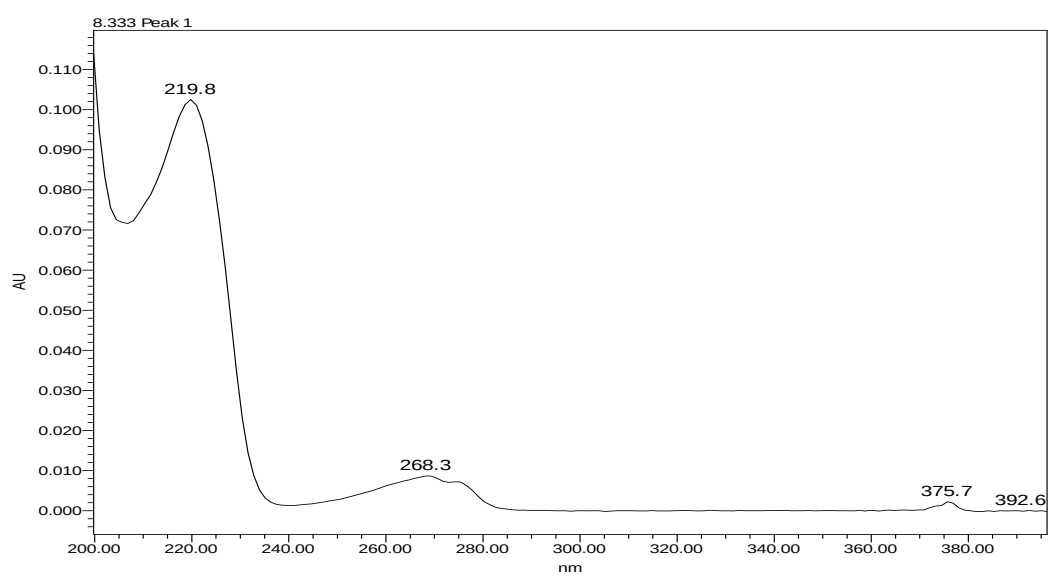
圖十一、天麻苷的 ESI-MS 圖譜

(十九) 天麻苷的 FTIR 圖譜



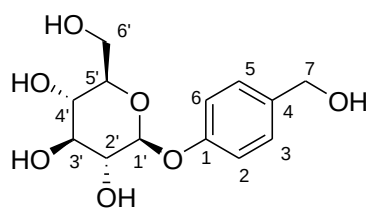
圖十二、天麻苷的 FTIR 圖譜

(二十) 天麻苷的 UV 圖譜



圖十三、天麻苷的 UV 圖譜

(二十一) 天麻苷的氫、碳化學位移



天麻苷

表七、天麻素的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ_H (500 MHz)	δ_C (125 MHz)
1	-	158.5
2,6	7.07 (d, 9.0)	117.7
3,5	7.27 (d, 9.0)	129.4
4	-	136.7
7	4.53 (s)	64.8
1'	4.88 (d, 7.5)	102.5
2'	3.44–3.47 (m)	74.9*
3'	3.44–3.47 (m)	78.0*
4'	3.36–3.40 (m)	71.4
5'	3.41–3.44 (m)	78.1
6'	3.69(dd, 12.0, 5.5), 3.88(dd, 12.0, 2.5)	62.5

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

天麻飲片(GASTRODIAE RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥廠與中藥店天麻飲片共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Waters 2695 Separation Module，包含 Waters 2996、Photodiode Array Detector；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 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 Thermo syncromis 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%)和乙腈(99.9%)購自於 Merck，乙醇(95%)購自於大欣酒精有限公司、磷酸 (85%)購自於友和。

(二) 標準品

標準品天麻素(gastrodin)來自於中醫藥司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取條件評估

天麻飲片最佳萃取溶媒同天麻藥材。

(二) 最佳萃取次數評估

天麻飲片最佳萃取次數同天麻藥材。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品天麻苷 1.0 mg，加 2 mL 甲醇製成每 1 mL 含 500 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 0.5g，置於 50 mL 離心管，準確加入 50%甲醇 25 mL，以超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，再以 No. 1 濾紙過濾，取濾液，殘渣部重複提取 1 次，合併濾液，濾液轉移至 50 mL 定量瓶中，加 50%甲醇至刻度。搖勻再過濾 (Syringe filter, PTFE 0.22 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天麻苷的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取天麻苷標準品儲備液適量(500 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋成含天麻苷分別為 250、100、50、20、10、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 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

以天麻苷濃度為 20 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以天麻苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售天麻飲片粉末，依天麻飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份天麻飲片檢品溶液，進樣測定，以天麻苷的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售天麻飲片粉末，依天麻飲片檢品溶液製備方法製備天麻飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、24 小時進樣測定，以天麻苷的含量為指標，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 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

取已知天麻苷含量的天麻飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.1 g，分別加入 1 mL 的天麻苷溶液(0.5 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十一) HPLC 分析條件

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II 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：35 °C
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	3	97
20	3	97

(十二) 臺灣市售天麻含量測定

取 10 批市售天麻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 公式計算樣品天麻苷的百分比含量。

(十三) 天麻檢品之 UPLC 分析條件

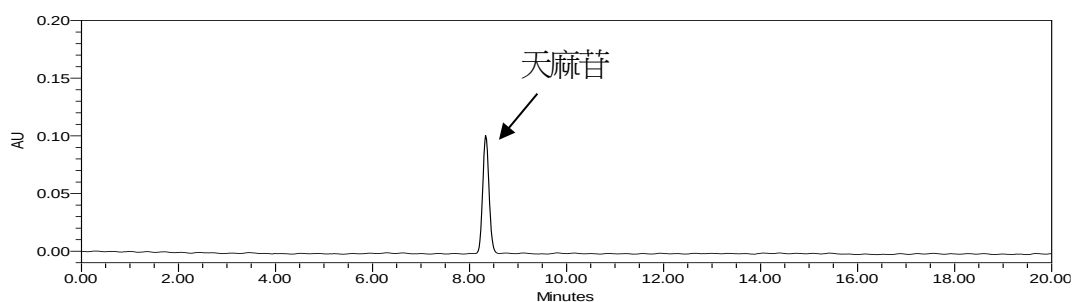
1. 層析管：Thermo syncromis C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 220 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	3	97
8	3	97

五、結果

(一) 天麻苷之 HPLC 層析

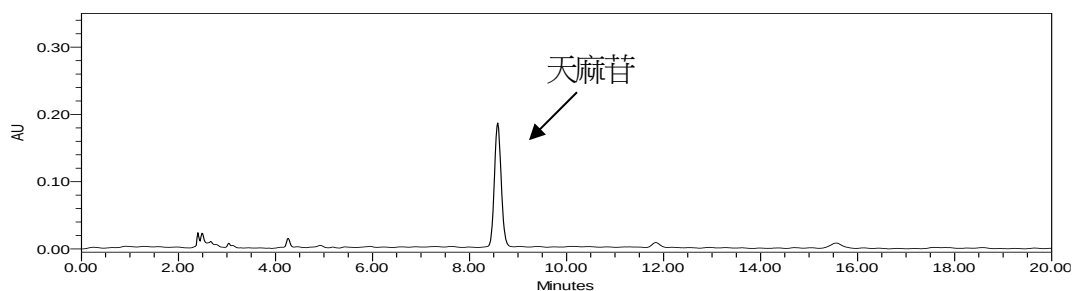
於滯留時間 8.33 分鐘處顯示天麻苷標準品波峰(圖一)。



圖一、天麻苷標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售天麻飲片檢品之 HPLC 層析

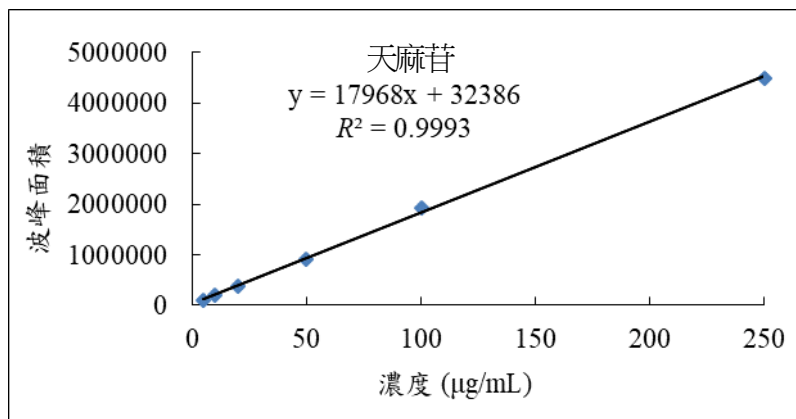
於滯留時間 8.11 分鐘處顯示天麻飲片檢品中天麻苷波峰(圖二)。分離率(R)為 2.55，托尾因子(T)為 1.05，均在系統適用性要求內。



圖二、市售天麻檢品之 HPLC 層析圖

(三) 標準品天麻苷檢量線

經不同濃度天麻苷(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 $y = 17968x + 32386$ ， $R^2 = 0.9993$ ，顯示濃度在 5.0–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、天麻苷之檢量線圖

表一、天麻苷之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
天麻苷	5.0–250	$y = 17968x + 32386$	0.9993

(四) 精密度試驗

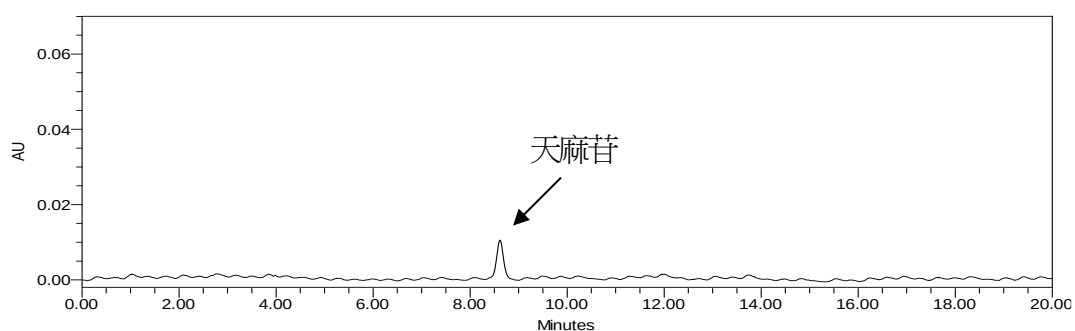
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，天麻苷精密度之相對標準差為 1.39%，在系統適用性要求內。

(五) 重複性與穩定性試驗

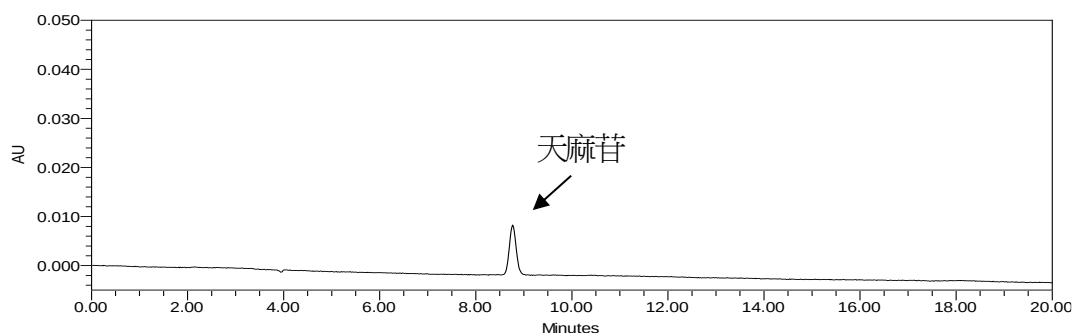
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，天麻苷重複性之相對標準差為 2.13%，在系統適用性要求內。天麻苷在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差為 1.47%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

天麻苷偵測極限為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、天麻苷之偵測極限層析圖



圖五、天麻苷之定量極限層析圖

表二、各項檢驗分析

檢測項目	天麻苷	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 µg/mL	1.39
重複性 (n=5)	檢品溶液(No. 8)	2.13
穩定性 (n=5)	檢品溶液(No. 8)	1.47
偵測極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	5.0 µg/mL	-

(七) 添加回收率試驗

天麻苷平均添加回收率為 98.5%，相對標準偏差為 0.92%。

表三、天麻苷添加回收率試驗

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	0.1	0.53	0.50	1.022	98.40	98.48	0.92
2	0.1	0.53	0.50	1.024	98.80		
3	0.1	0.53	0.50	1.027	99.40		
4	0.1	0.53	0.50	1.015	97.00		
5	0.1	0.53	0.50	1.024	98.80		

(八) 臺灣市售天麻飲片含量測定

10 批天麻飲片之含量測定結果(乾燥品)如表四所示，天麻苷的含量在 0.245–0.642%。建議天麻飲片所含天麻苷不得少於 0.20%。理論板數按天麻苷波峰計算應不低於 5000 (實際值為 11000)。

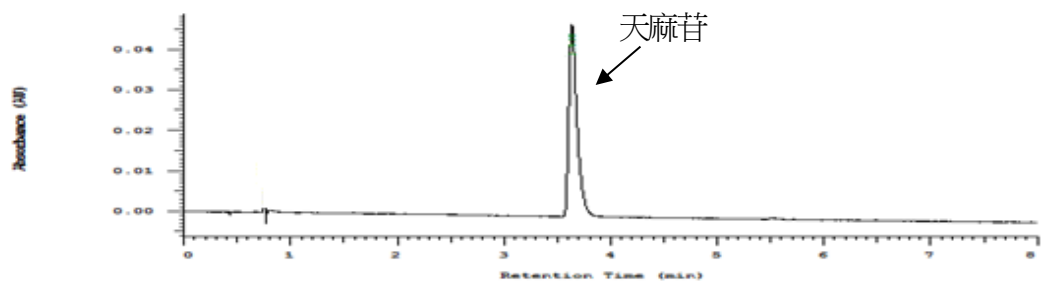
表四、臺灣市售天麻飲片檢品之天麻苷含量

藥材編號(No.)	天麻苷含量(%)
1 (NC)	0.622
2 (NF)	0.642
3 (NN)	0.626
4 (NR)	0.617
5 (CA)	0.529
6 (CB)	0.324

7 (SC)	0.627
8 (SE)	0.538
9 (SU-A)	0.245
10 (SU-B)	0.482
平均值±S.D.	0.525±0.14

(九) 標準品天麻苷之 UPLC 層析

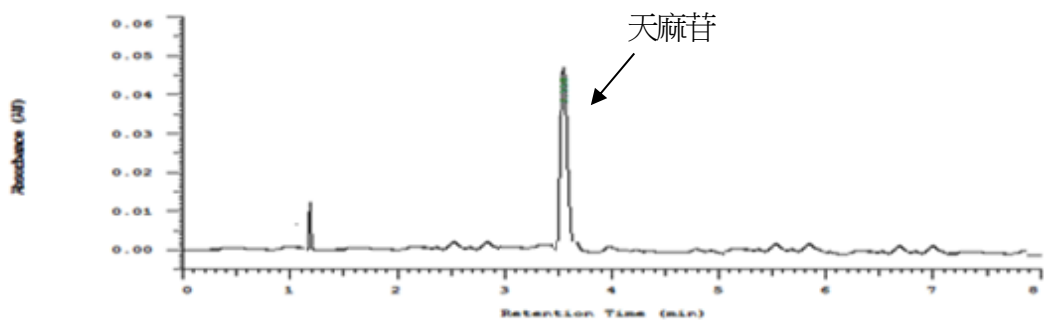
於滯留時間 3.62 分鐘處顯示天麻苷標準品波峰(圖六)。



圖六、天麻苷標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售天麻飲片檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 3.58 分鐘處顯示天麻檢品中天麻苷波峰(圖七)。



圖七、市售天麻飲片檢品之 UPLC 層析圖

天麻

生藥名：GASTRODIAE RHIZOMA

英文名：Gastrodia Tuber

基 原：本品為蘭科 Orchidaceae 植物天麻 *Gastrodia elata* Blume 之乾燥塊莖。

一、方法

- (一) 檢品溶液 **【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)**
——取本品粉末 5.0 g，加甲醇 30 mL，超音波振盪 3 小時，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 2】(中華人民共和國藥典 2015) ✓
——取本品粉末 0.5 g，加 70% 甲醇 5 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 3】(香港中藥材標準第三冊)
——取本品粉末 1.0 g，加 70% 乙醇 10 mL，超音波振盪 1 小時，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加乙醇 1 mL 使之溶解，作為檢品溶液。取濾液作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取天麻苷(Gastrodin)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】(修飾臺灣中藥典第三版 2018) ✓**
——正丁醇：冰乙酸：水 (7：2：1)
【展開劑 2】(中華人民共和國藥典 2015；修飾香港中藥材標準第三冊)
——乙酸乙酯：甲醇：水 (9：1：0.2)
【展開劑 3】(臺灣中藥典第三版 2018)
——正丁醇：冰乙酸：水 (7：1：2)
- (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 以茴香醛-硫酸試液(*p*-Anisaldehyde-Sulfuric Acid TS)噴霧後，105 °C 加熱至條帶顯色清晰，置於可見光下檢視之。

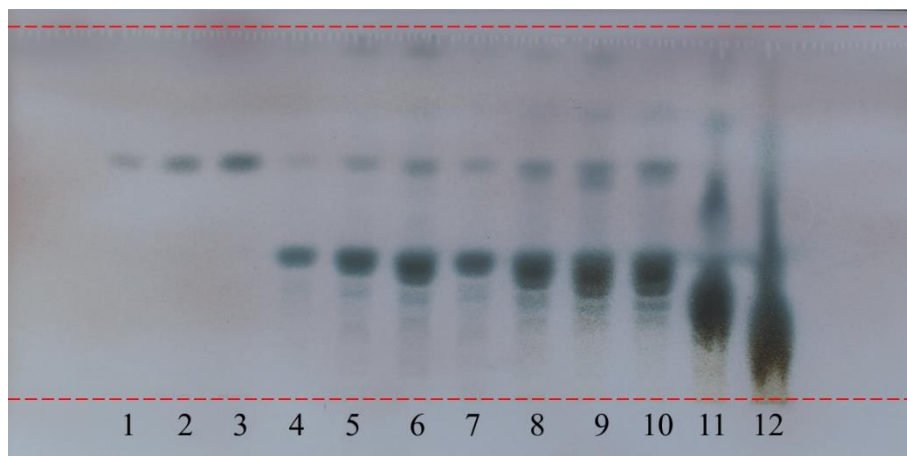
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：108/06/13

相對溼度(RH)：69%

溫度(RT)：22 °C

【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018) ——正丁醇：冰乙酸：水 (7：2：1)



編號	名稱	含量
1, 2, 3	天麻苷(1.0 mg/mL)	2, 5, 8 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：3 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出標準品天麻苷，而由於製備簡易，故選擇中華人民共和國藥典 2015 【萃取方法 2】。

建議點注量：天麻苷標準品溶液 5 μ L，檢品溶液 【萃取方法 2】 5 μ L。

三、溶媒系統選擇

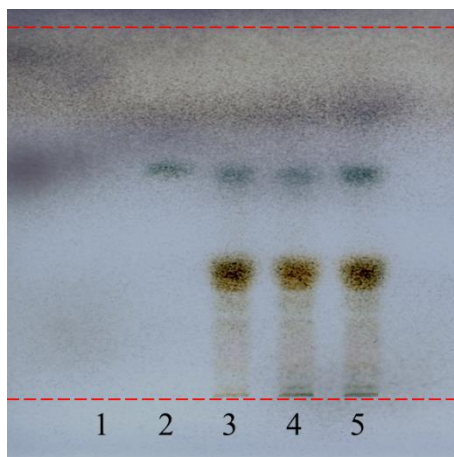
實驗日期：108/06/17

相對溼度(RH)：60%

溫度(RT)：26 °C

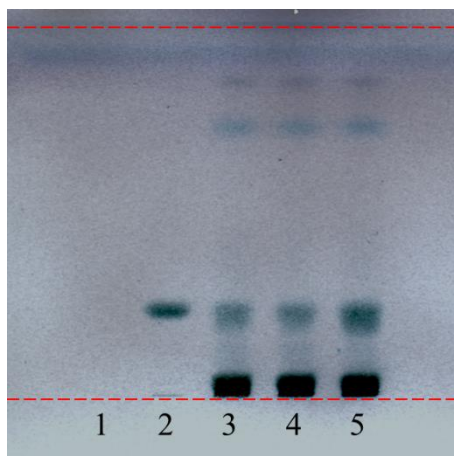
【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018) —— 正丁醇：冰乙酸：水 (7：2：1)

【萃取方法 2】 (中華人民共和國藥典 2015) —— HPTLC 茴香醛-硫酸試液顯色後可見光檢出(天麻苷 R_f 值為 0.61)



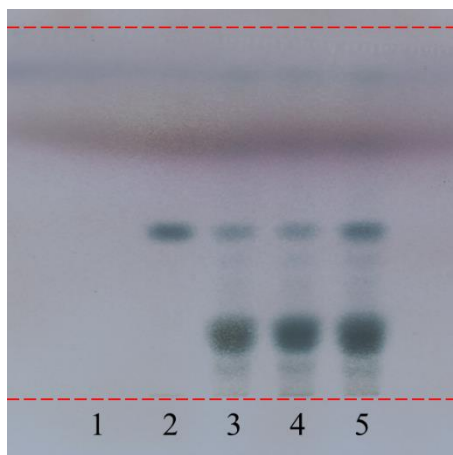
【展開劑 2】 (中華人民共和國藥典 2015；修飾香港中藥材標準第三冊) —— 乙酸乙酯：甲醇：水 (9：1：0.2)

【萃取方法 2】 (中華人民共和國藥典 2015) —— HPTLC 茴香醛-硫酸試液顯色後可見光檢出(天麻苷 R_f 值為 0.23)



【展開劑 3】(臺灣中藥典第三版 2018)——正丁醇：冰乙酸：水 (7：1：2)

【萃取方法 2】(中華人民共和國藥典 2015)——HPTLC 茴香醛-硫酸試液顯色後可見光檢出(天麻苷 R_f 值為 0.61)



1：Blank

2：天麻苷

3，4：檢品溶液 4

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 2】方式，3 種展開劑展開皆可從檢品溶液中分離與檢出天麻苷，由於條帶顯示較多，故採用修飾臺灣中藥典第三版 2018 之【展開劑 1】。

四、觀察方式選擇

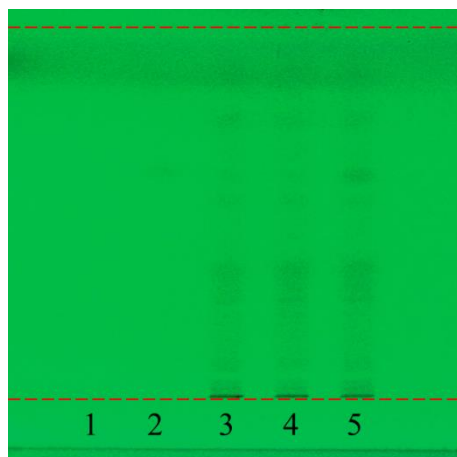
實驗日期：108/06/17

相對溼度(RH)：60%

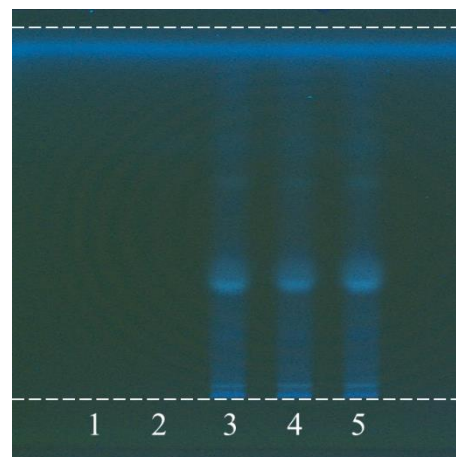
溫度(RT)：26 °C

【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018) ——正丁醇：冰乙酸：水 (7：2：1)

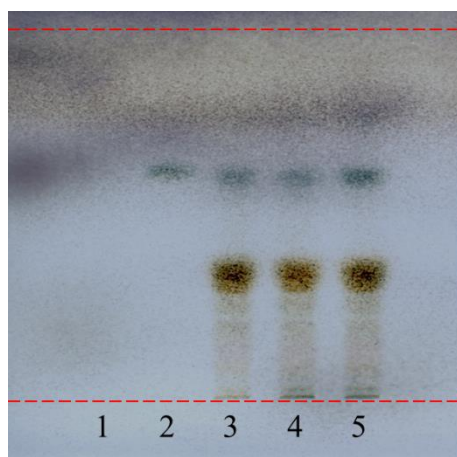
【萃取方法 2】 (中華人民共和國藥典 2015) — HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



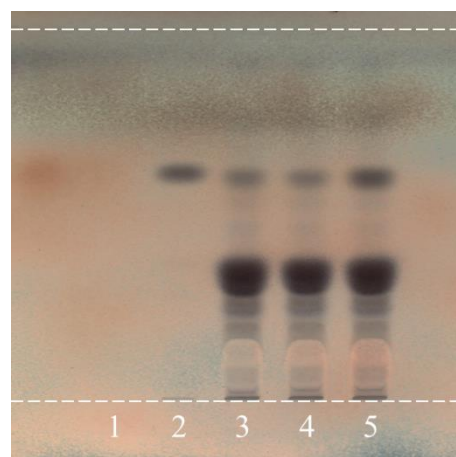
【萃取方法 2】 (中華人民共和國藥典 2015) — HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



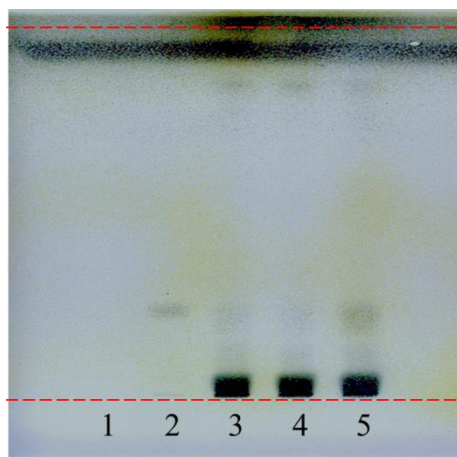
【萃取方法 2】 (中華人民共和國藥典 2015) — HPTLC 顯色/可見光檢出 ✓



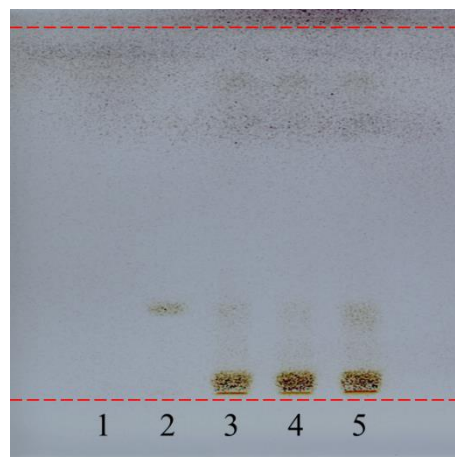
【萃取方法 2】 (中華人民共和國藥典 2015) — HPTLC 顯色/紫外光(365 nm)檢出



【萃取方法 2】(中華人民共和國藥典 2015)－HPTLC 10%磷鉬酸/乙醇顯色/可見光檢出



【萃取方法 2】(中華人民共和國藥典 2015)－HPTLC 對-羥基苯甲醛/乙醇顯色/可見光檢出



1：Blank

2：天麻苷

3，4：檢品溶液 4

5：Spike

建議觀察方式：經茴香醛-硫酸試液顯色後，於可見光及紫外光(365 nm)檢視較其他觀察方式有較多明顯之條帶及天麻苷標準品斑點，故最後選擇以顯色可見光的方式呈現。

五、十批天麻樣品檢測

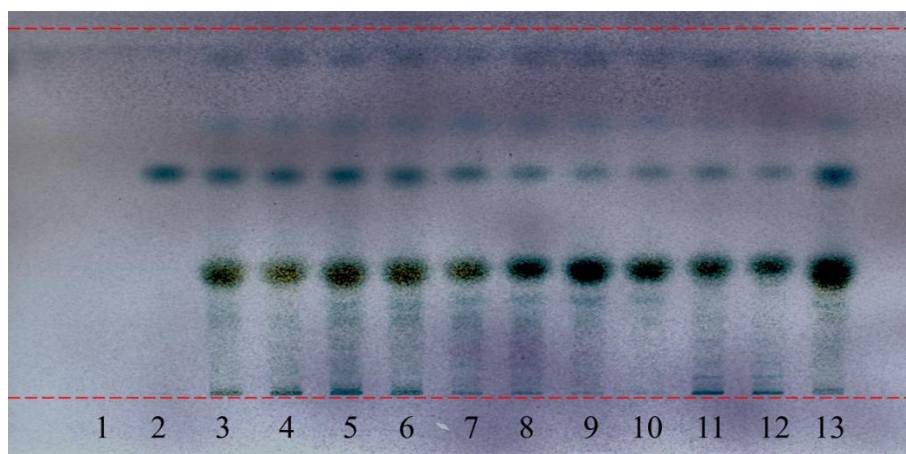
實驗日期：108/06/18

相對溼度(RH)：63%

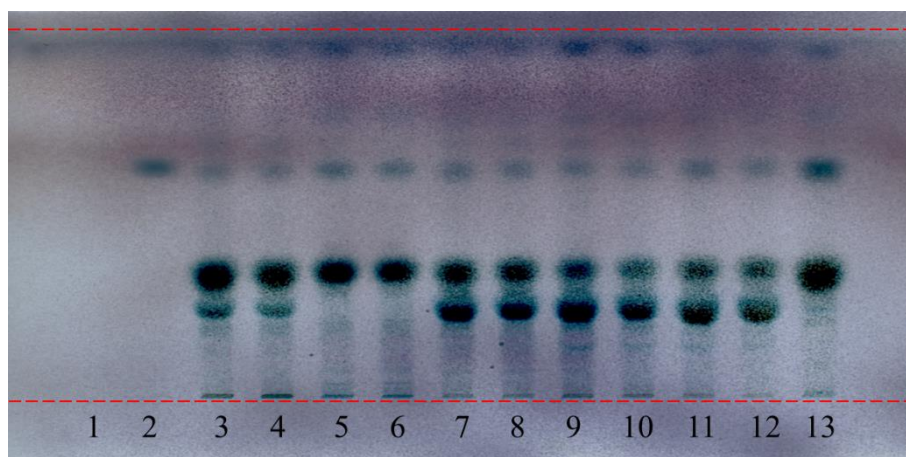
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正丁醇：冰乙酸：水 (7：2：1)

【萃取方法 2】 (中華人民共和國藥典 2015) —HPTLC 茴香醛-硫酸試液顯色後可見光檢出



1	Blank
2	天麻苷(1.0 mg/mL)
3，4	檢品溶液 1 (NJ)
5，6	檢品溶液 2 (NF-2)
7，8	檢品溶液 3 (NF-1)
9，10	檢品溶液 4 (ND)
11，12	檢品溶液 5 (CA-2)
13	Spike (檢品溶液 4)



1	Blank
2	天麻苷(1.0 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 6 (CA-1)
5, 6	檢品溶液 7 (SC-2)
7, 8	檢品溶液 8 (SC-1)
9, 10	檢品溶液 9 (SU-B)
11, 12	檢品溶液 10 (SU-A)
13	Spike (檢品溶液 4)

結論與建議：以中華人民共和國藥典 2015 之【萃取方法 2】方式，並以修飾臺灣中藥典第三版 2018 之【展開劑 1】分離與檢出天麻苷較佳，以茴香醛-硫酸試液顯色後，於可見光下檢視較佳。

天麻(飲片)

六、十批天麻飲片樣品檢測

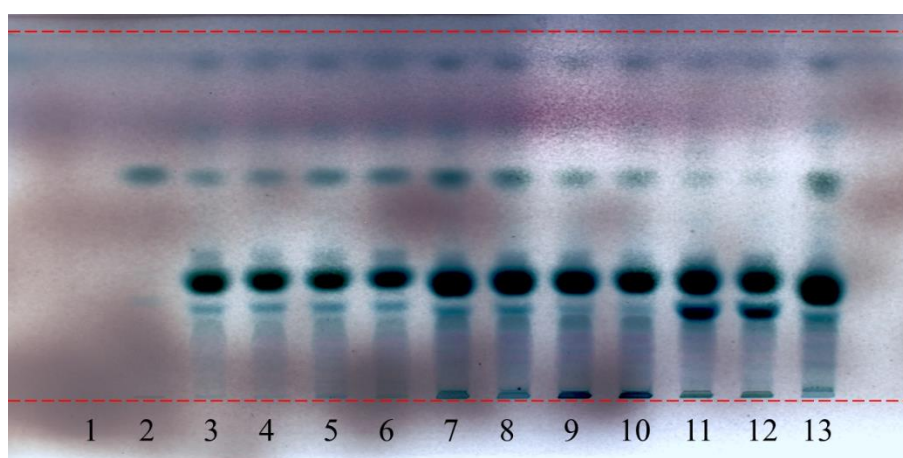
實驗日期：108/06/18

相對溼度(RH)：63%

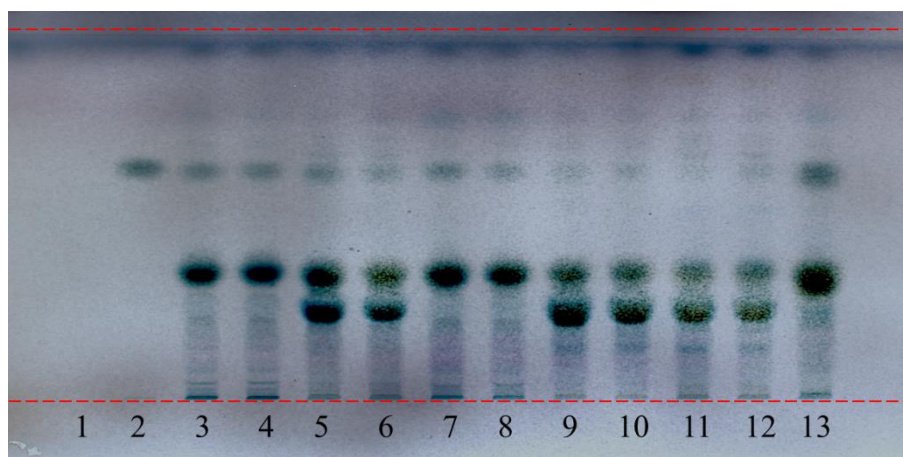
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 1】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018) ——正丁醇：冰乙酸：水 (7：2：1)

【萃取方法 2】 (中華人民共和國藥典 2015) ——HPTLC HPTLC 茴香醛-硫酸試液顯色後可見光檢出



1	Blank
2	天麻苷(1.0 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 (NN)
9 , 10	檢品溶液 4 (NR)
11 , 12	檢品溶液 5 (CA)
13	Spike (檢品溶液 1)



1	Blank
2	天麻苷(1.0 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 6 (CB)
5 , 6	檢品溶液 7 (SC)
7 , 8	檢品溶液 8 (SE)
9 , 10	檢品溶液 9 (SU-A)
11 , 12	檢品溶液 10 (SU-B)
13	Spike (檢品溶液 1)

結論與建議：飲片鑑別同藥材。