

白鳳丸中藥材 指標成分的分析 培訓活動



衛生署
政府中藥檢測中心
2023年7月

白鳳丸中藥材 指標成分的分析 培訓活動

- 🌿 項目簡介
- 🌿 實驗示範
- 🌿 方法介紹
- 🌿 市場樣本分析

白鳳丸中藥材 指標成分的分析 培訓活動

- 項目簡介

白鳳丸的歷史

烏雞白鳳丸的傳說

華佗正在徐州遊學行醫，母親來找他。華佗見母親動則氣喘，面黃肌瘦，把母親的病細察一遍，脈跳沉滯無力，知是得了不治之症。

當即用人參湯餵了母親幾口，華佗把堂兄叫到一旁說：「哥，我娘的病十分危險，六脈欲絕，估計不出三日就要.....，請你路上多加小心。我給你拿著人參湯，路上歇息時，你給她喝。」兄長答應著走了。

華佗把所有病人安排停當，動身回家已是第三天，走了一天一夜，來到家中。一看母親不但沒死，還坐起來和人們說話呢，華佗又驚又喜。喜的是母親未死，驚的是母親的精神已不像病態。

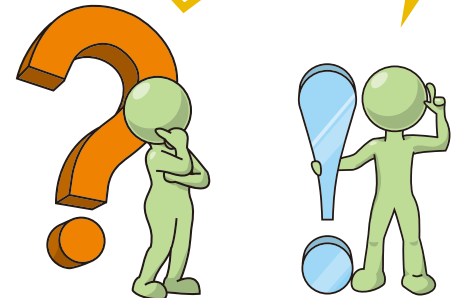
又過了幾天，母親能站起來走了。華佗非常高興，到街上買了一隻白毛黑肉皮的鳳頭雞，按原法煎煮，給母親喝了，母親的病徹底痊癒了。

白毛黑肉皮的烏雞所製成的人參烏雞湯，即「烏雞白鳳丸」的起源。

在路上我借個鍋，把你拿的人參加入雞湯里熬一熬給孀子

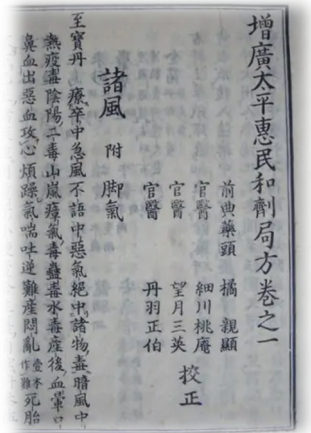
白雞黑肉皮，頭上羽毛如鳳，鳳頭雞

哥，你在路上都給我母親吃了什麼飯？
喝了什麼湯？
吃過什麼藥？
你買的是什麼樣的雞呀？



白鳳丸的歷史

按文獻記載，白鳳丸在古代又稱烏雞丸、烏雞煎丸、烏雞白鳳丸



最早見於《太平惠民和劑局方》卷之九
治婦人之疾中所載烏雞煎丸

以烏雞用藥的處方明顯增多
命名也以烏雞丸、白鳳丹、烏雞煎丸
為主

宋

元

明

清

藥典

《世醫得效方》卷第十五中也收錄此方
改名大烏雞煎丸，同時收錄小烏雞煎丸
其組方和主治均有不同

類似方劑就更多
配伍以烏雞肉、鹿茸、熟地黃、
川芎、當歸、白芍等藥材為主

《中華人民共和國藥典》中
對烏雞白鳳丸的製備、功效、
主治進行了規範



中國藥典內的白鳳丸

烏雞白鳳丸

烏雞白鳳片

烏雞白鳳顆粒

烏雞(去毛爪腸)	地黃	熟地黃	白芍
丹參	鹿角膠	人參	醋香附
山藥	醋鱉甲	天冬	川芎
芡實(炒)	桑螵蛸	緞牡蠣	鹿角霜
當歸	黃芪	甘草	銀柴胡

含量測定(白芍): 以芍藥苷計算

參茸白鳳丸



熟地黃	黨參(炙)	黃芪(酒制)	酒白芍
益母草(酒制)	酒當歸	香附(制)	酒續斷
川芎(酒制)	胡蘆巴(鹽炙)	白術(制)	酒黃芩
炙甘草	延胡索(制)	砂仁	桑寄生(蒸)
鹿茸(酒制)	人參		

含量測定(白芍): 以芍藥苷計算



白鳳丸指標成分分析計劃

- 🌿 研究項目於2022年正式開展
- 🌿 開展研究項目原因
- 🌿 計劃目的
 - 🌿 為業界提供的分析方法作參考
 - 🌿 作為質量控制方法，從而減少中藥商在建立及確認方法的投資
 - 🌿 從檢測或從註冊、經濟的角度上，研究項目可有效協助業界加強其產品的質量控制，藉此建立香港中藥品牌形象

知名度高
深受香港市民
及旅客愛戴

過渡性註冊的
內服中成藥中
佔據重要的位置

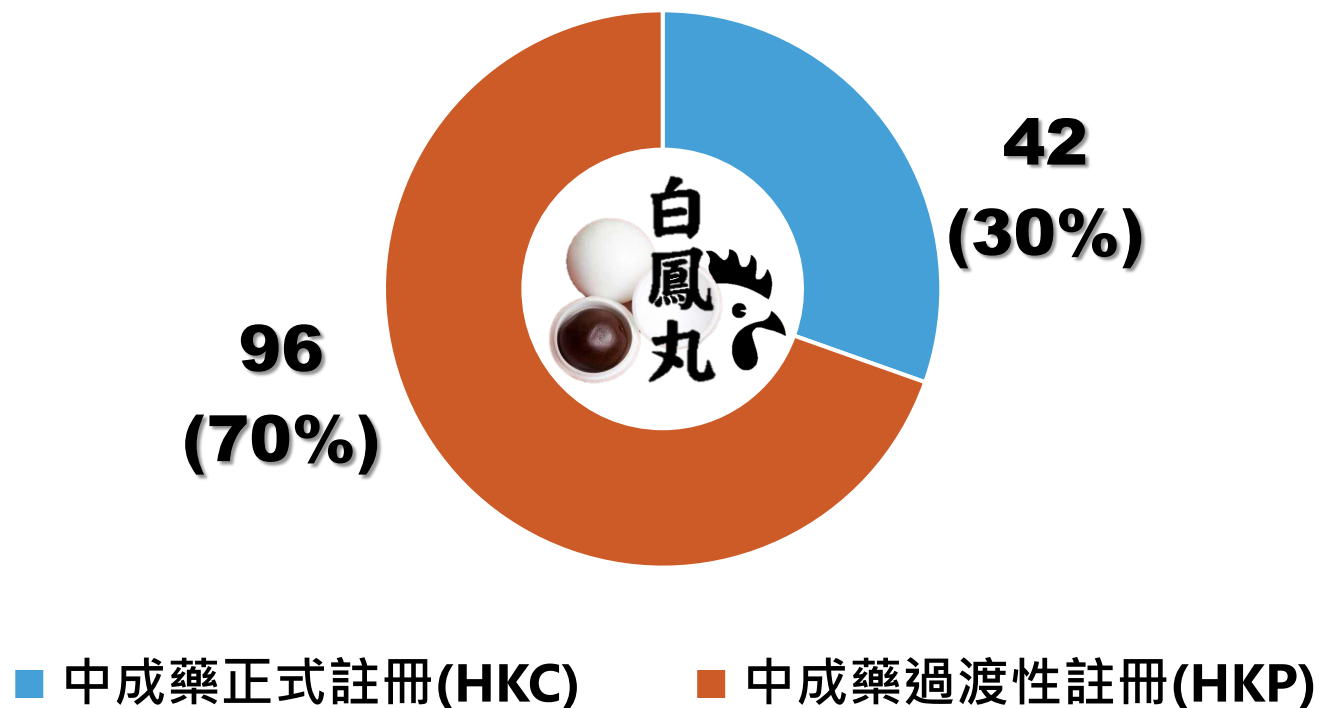
香港售賣的產品
大多是《中國藥典》
加減配方
藥典的檢測方法
未必適用

檢測容易受
複雜的基質或其他
化學成分干擾
難以找到合適的
品質檢測技術指標



香港市場現況

- 在過渡性註冊的內服中成藥中佔據重要的位置
- 截至2023年6月，本港註冊白鳳丸有138個項目
- 當中有28個註冊持有人/申請人



白鳳丸指標成分分析計劃

選擇中藥材及指標成分

- 君臣藥或最常見的中藥材
- 參考文獻及檢視現時坊間售賣的白鳳丸產品的成分

以下的中藥材及指標成分類別為研究對象

中藥材	指標成分
人參	人參皂苷
當歸	Z-藁本內酯
川芎	
香附	α -香附酮
白芍	芍藥苷
地黃	地黃苷
黃芪	黃芪皂苷IV
丹參	丹參酮 和 丹酚酸B



白鳳丸指標成分分析計劃

為以下的中藥材及指標成分類別一共**建立 12 個分析方法**

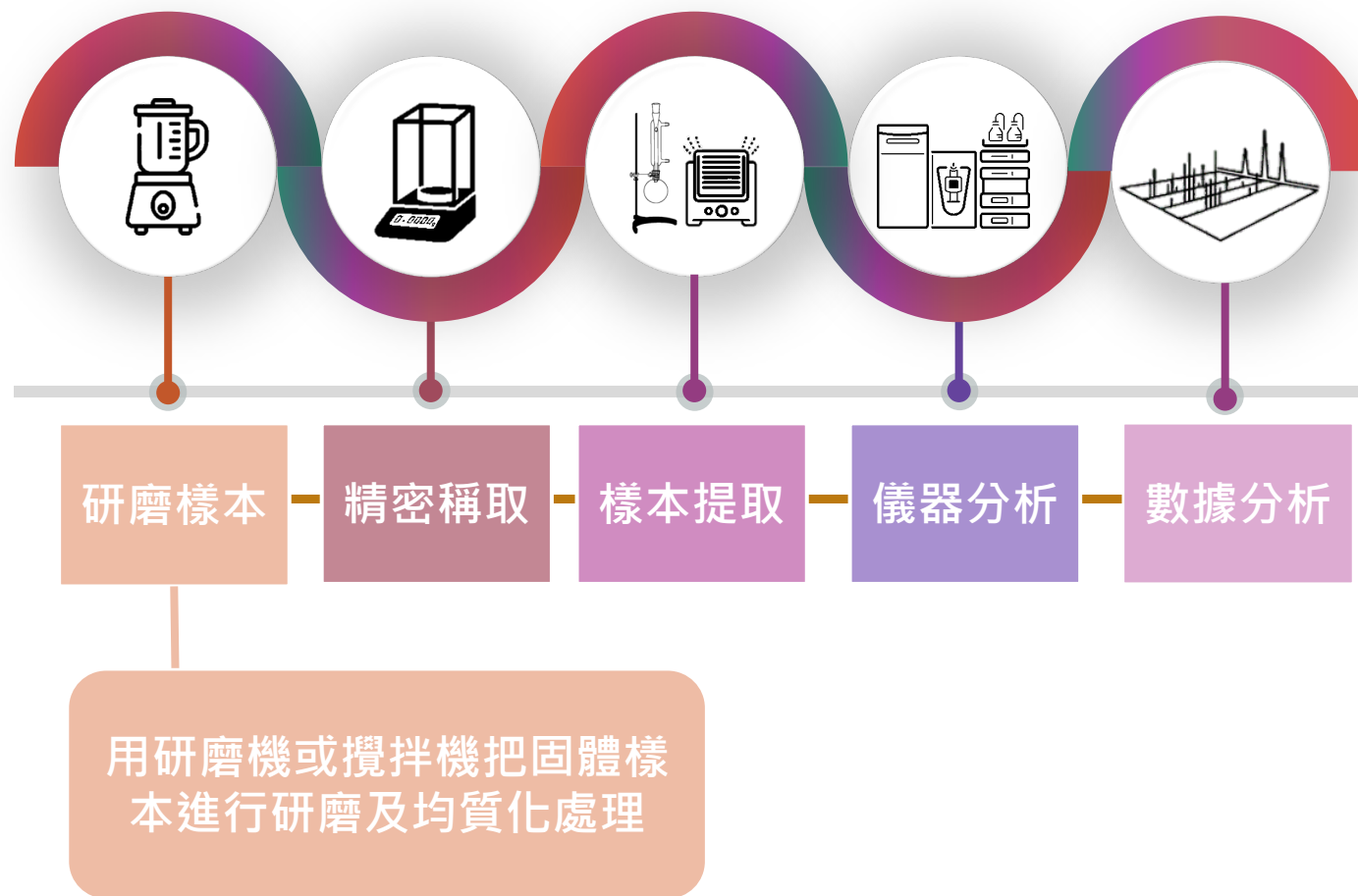
中藥材	指標成分	分析技術	
		LC-DAD	LC-MS/MS
人參	人參皂苷	-	GCMTI RD-5:2022
當歸	Z-藁本內酯	GCMTI RD-6:2022	GCMTI RD-3:2023
川芎			
香附	α -香附酮	GCMTI RD-2:2022	GCMTI RD-2:2023
白芍	芍藥苷	GCMTI RD-3:2022	GCMTI RD-4:2022
地黃	地黃苷	-	GCMTI RD-4:2023
黃芪	黃芪皂苷IV	-	GCMTI RD-5:2023
丹參	丹參酮	-	GCMTI RD-6:2023
	丹酚酸B	GCMTI RD-1:2023	GCMTI RD-7:2023

應用特點:

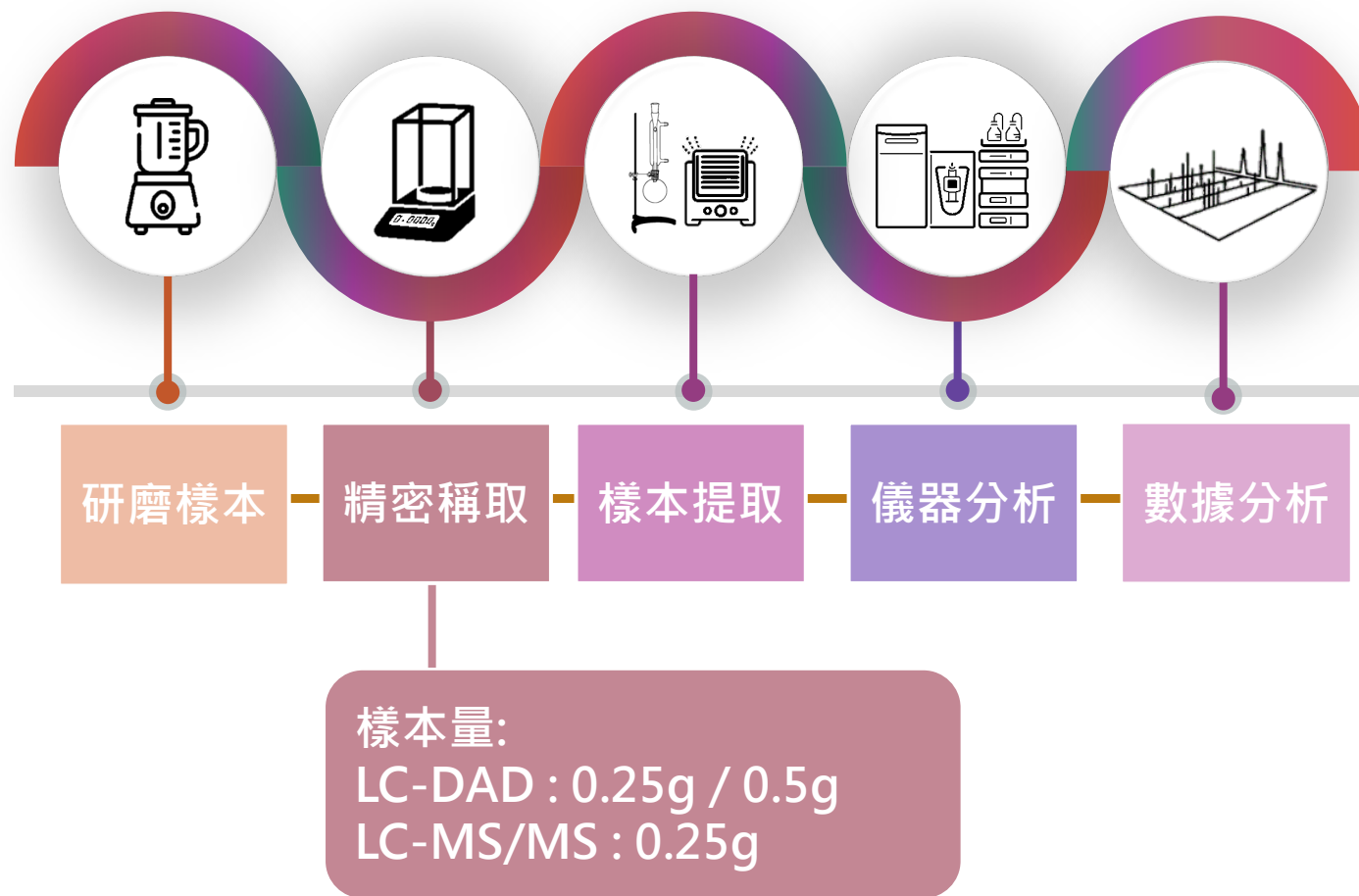
- 方法方便，簡單易用和普及
- 為每種藥材開發個別的檢測方法，有效減低基質干擾
- 用先進儀器測試含量少於一個百分比的化學指標成分



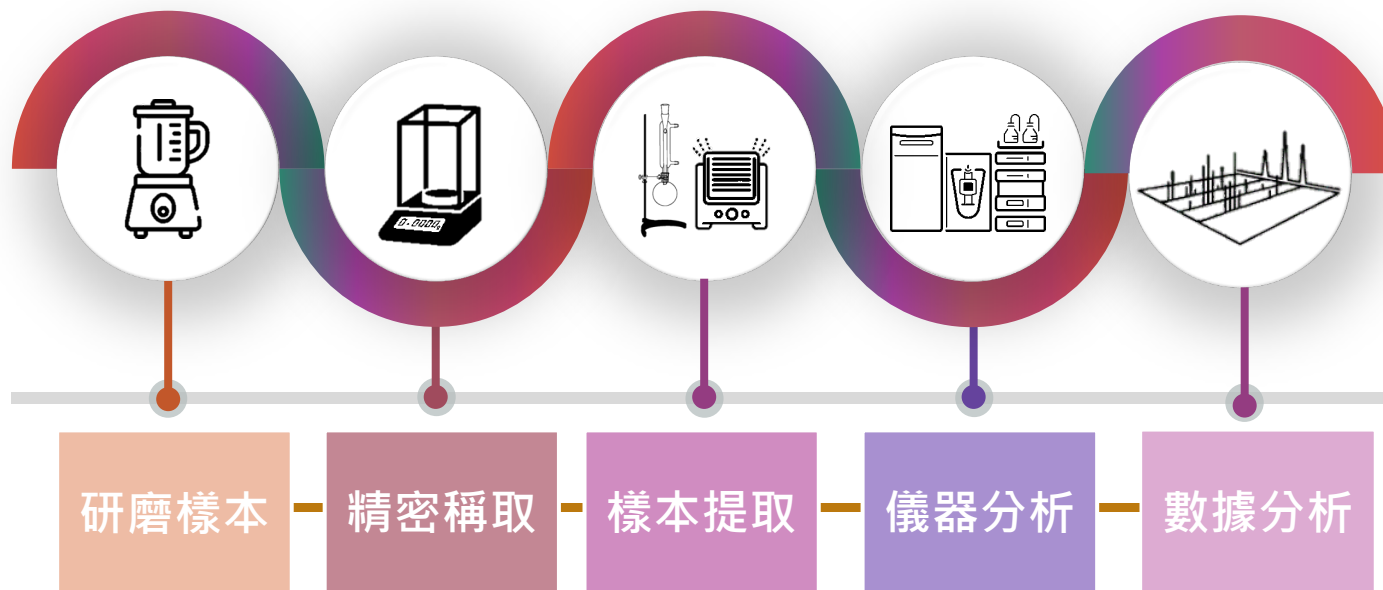
白鳳丸樣本分析步驟



白鳳丸樣本分析步驟



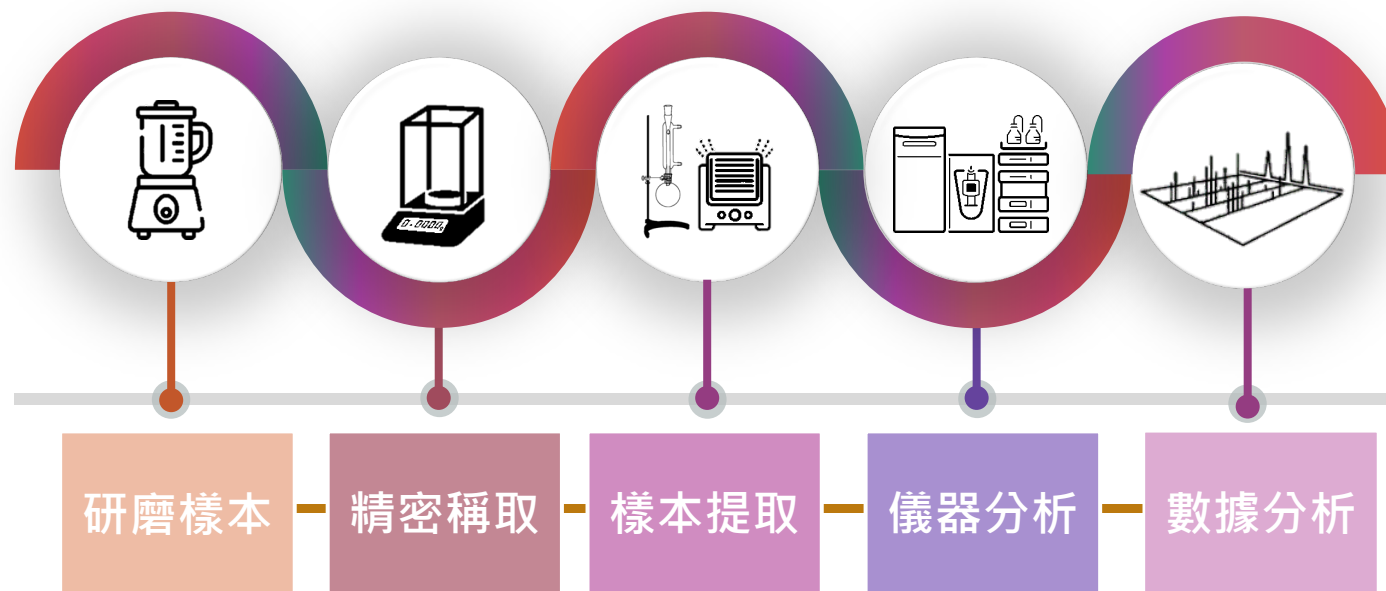
白鳳丸樣本分析步驟



聲波提取：提取三次 (10+5+5)mL/20min，離心處理
取上清液，定量至25mL
LC-DAD：PTFE薄膜過濾
LC-MS/MS：PTFE薄膜過濾 + 20倍樣本稀釋



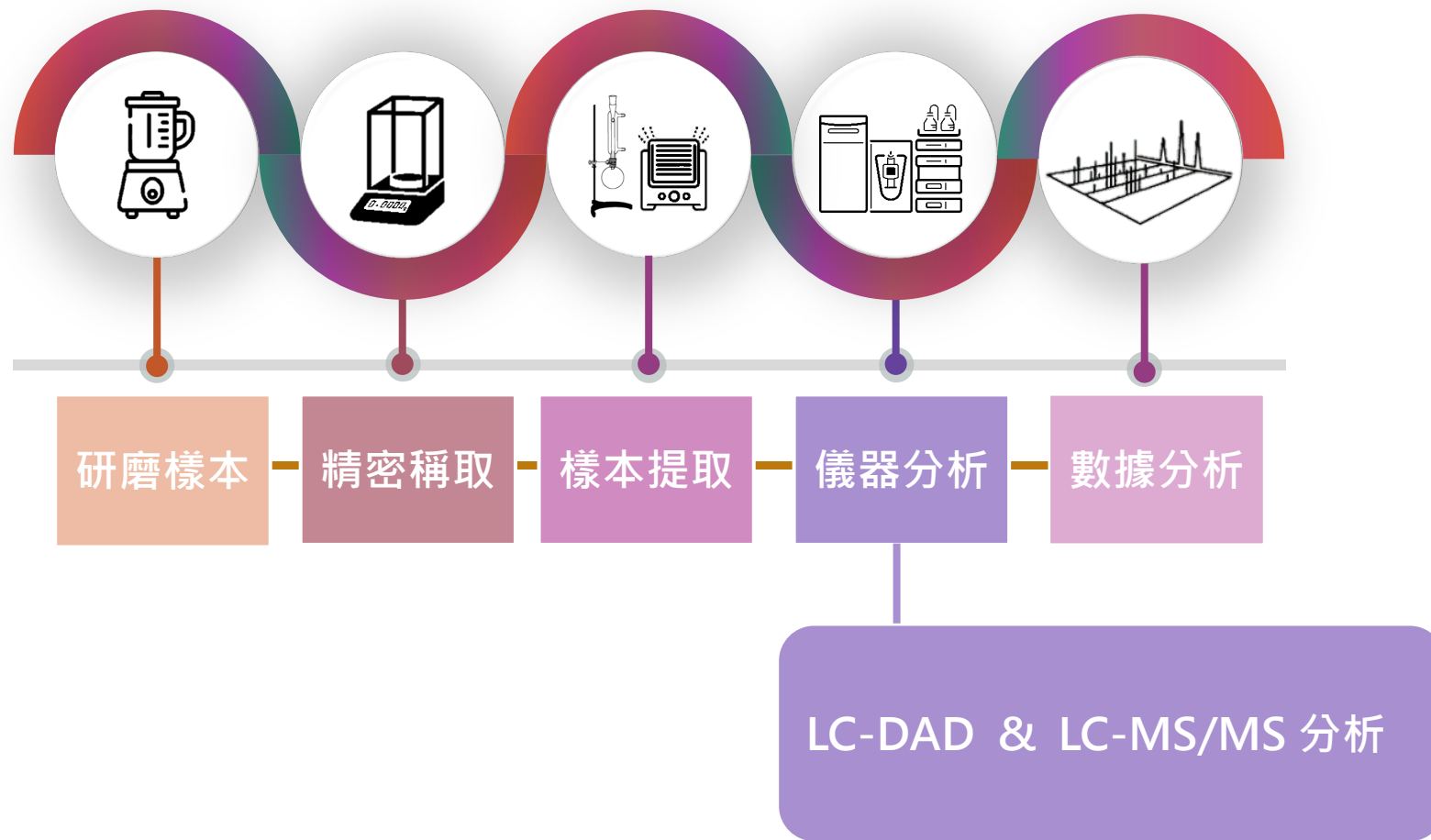
白鳳丸樣本分析步驟



回流提取 (黃芪皂苷IV) : 25mL/60min , 補足減失重量
LC-MS/MS : PTFE薄膜過濾 + 20倍樣本稀釋



白鳳丸樣本分析步驟



白鳳丸中藥材 指標成分的分析 培訓活動

● 實驗示範

請各位配戴安全眼鏡及穿上實驗袍

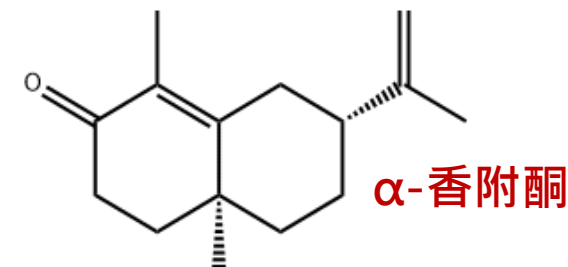
白鳳丸中藥材 指標成分的分析 培訓活動

- 方法介紹

白鳳丸指標成分分析 – 香附



- 莎草科植物莎草的乾燥根莖
- 秋季採挖，燎去鬚根，直接曬乾或置沸水中略煮或蒸透後曬乾
- 指標成分： α -香附酮 (HKCMMS)**



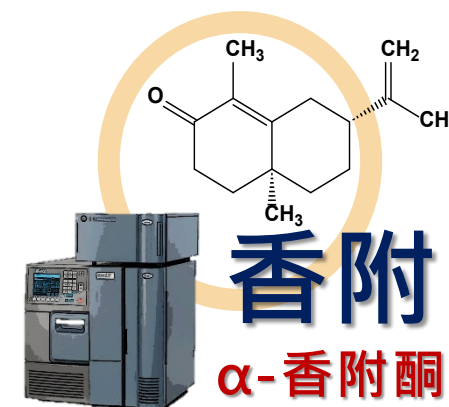
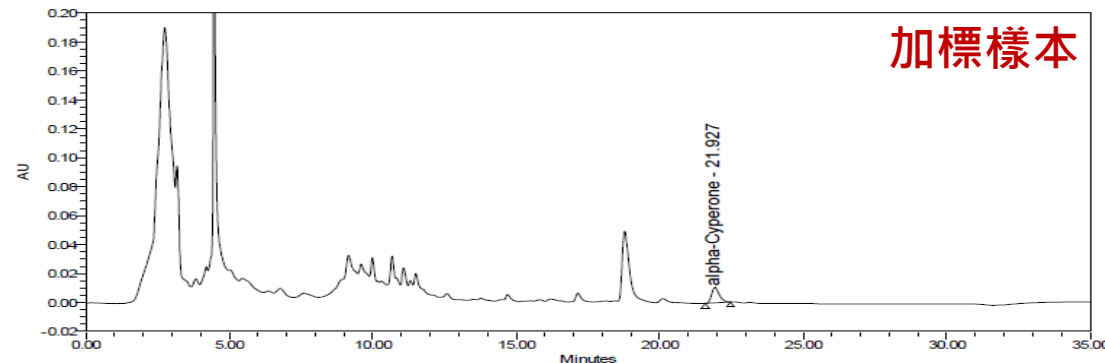
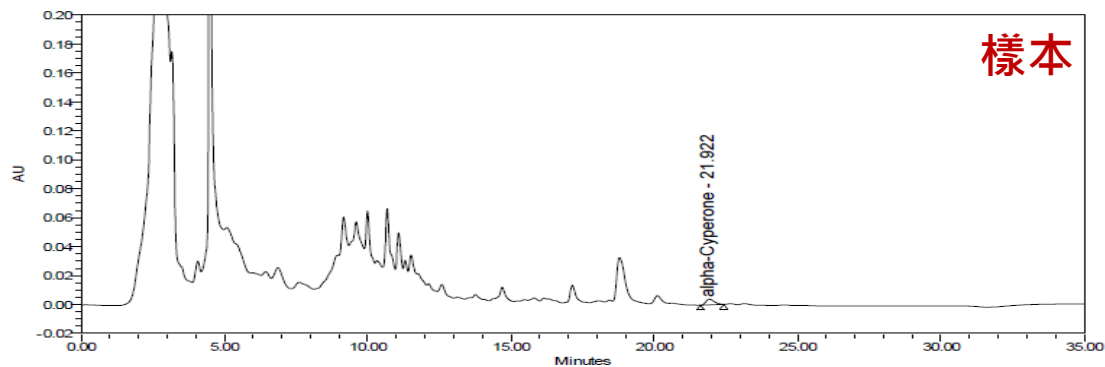
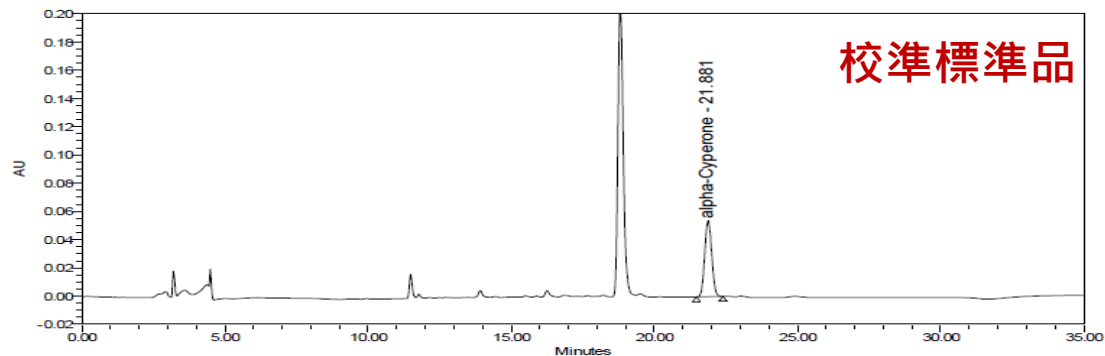
分析方法	GCMTI RD-2:2022	GCMTI RD-3:2023
檢測技術	LC-DAD	LC-MS/MS
樣本量	0.5 g	0.25 g
供試品溶液的製備	聲波提取	聲波提取
提取溶劑	25 mL 50% 甲醇	25 mL 50% 甲醇
稀釋	- (50% 乙腈)	20倍 (50% 甲醇)
校準範圍	0.1 – 10 $\mu\text{g/mL}$	1 – 20 ng/mL



白鳳丸指標成分分析 – 香附

GCMTI RD-2:2022 - 儀器設定

液相色譜系統	Waters Alliance e2695	
液相色譜柱	GL Sciences Inertsil ODS-4 5µm · 2.1mm×250mm	
柱溫度	25 °C	
流速	0.2 mL / min	
進樣量	10 µL	
流動相 A	H ₂ O	
流動相 B	ACN	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	80	20
10.0	20	80
25.0	20	80
25.5	80	20
35.0	80	20
檢測波長	253 nm	



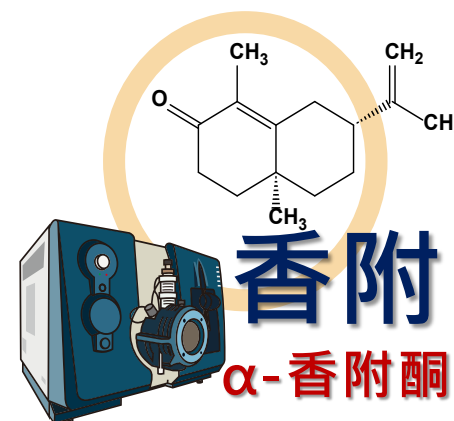
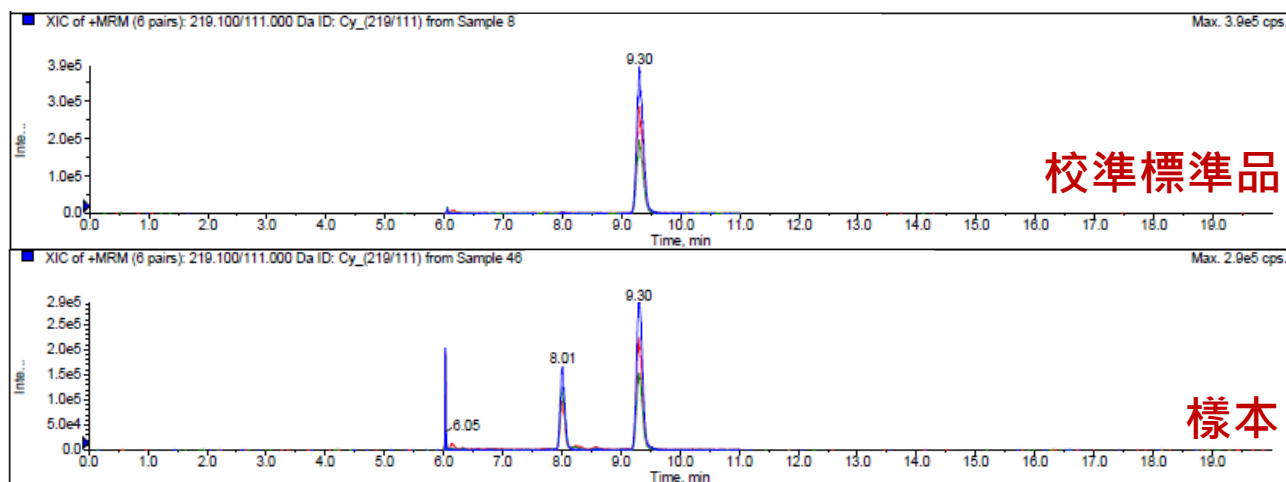
白鳳丸指標成分分析 – 香附

GCMTI RD-2:2023 - 儀器設定

液相色譜系統	Thermo Scientific UltiMate 3000	
液相色譜柱	Acquity UPLC® BEH, C18 1.7µm · 2.1mm×100mm	
柱溫度	30 °C	
流速	0.35 mL / min	
進樣量	5 µL	
流動相 A	NH ₄ HCO ₂ buffer	
流動相 B	ACN	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	95	5
2.0	95	5
5.0	40	60
13.0	40	60
13.5	10	90
15.0	10	90
17.5	95	5
20.0	95	5

串聯質譜儀系統	AB SCIEX 6500+系統
離子源模式	電噴霧正離子模式
離子噴霧電壓	4500伏特
離子源溫度	300°C
氣簾氣(CUR)	20
霧化氣(GS1)	30
輔助加熱氣(GS2)	30
碰撞氣	中度

分析物	MRM	駐留時間 (msec)	DP	EP	CE	CXP
α-香附酮	219.1→111.0*	50	71	10	29	14
	219.1→163.1^	50	71	10	23	20



白鳳丸指標成分分析 – 當歸 及 川芎



當歸

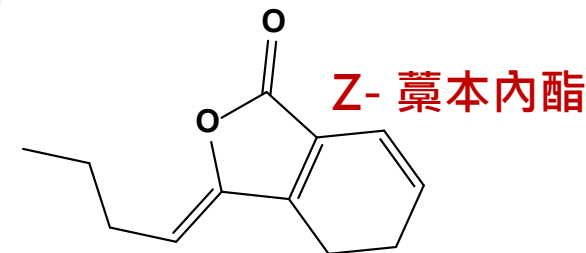
- ☞ 傘形科植物當歸的乾燥根
- ☞ 秋末採挖，除去鬚根及泥沙，待水分稍蒸發後，捆成小把，上棚，用煙火慢慢熏乾



川芎

- ☞ 傘形科植物川芎的乾燥根莖
- ☞ 夏季當莖上的節盤顯著突出，略帶紫色時採挖。川芎全株採挖後，割取根莖，去淨泥土，晾乾或烘乾，再去鬚根

☞ **指標成分：Z- 藁本內酯 (HKCMMS)**



分析方法	GCMTI RD-6:2022	GCMTI RD-3:2023
檢測技術	LC-DAD	LC-MS/MS
樣本量	0.5 g	0.25 g
供試品溶液的製備	聲波提取	聲波提取
提取溶劑	25 mL 50% 甲醇	25 mL 50% 甲醇
稀釋	- (50% 甲醇)	20倍 (50% 甲醇)
校準範圍	0.5 – 20 µg/mL	1 – 20 ng/mL

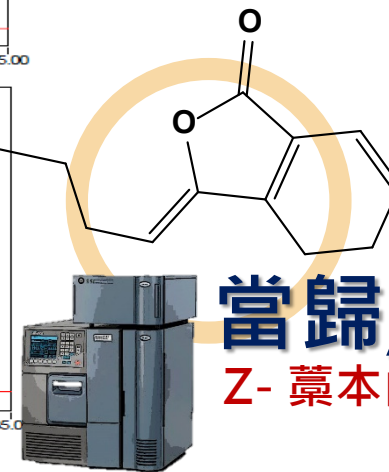
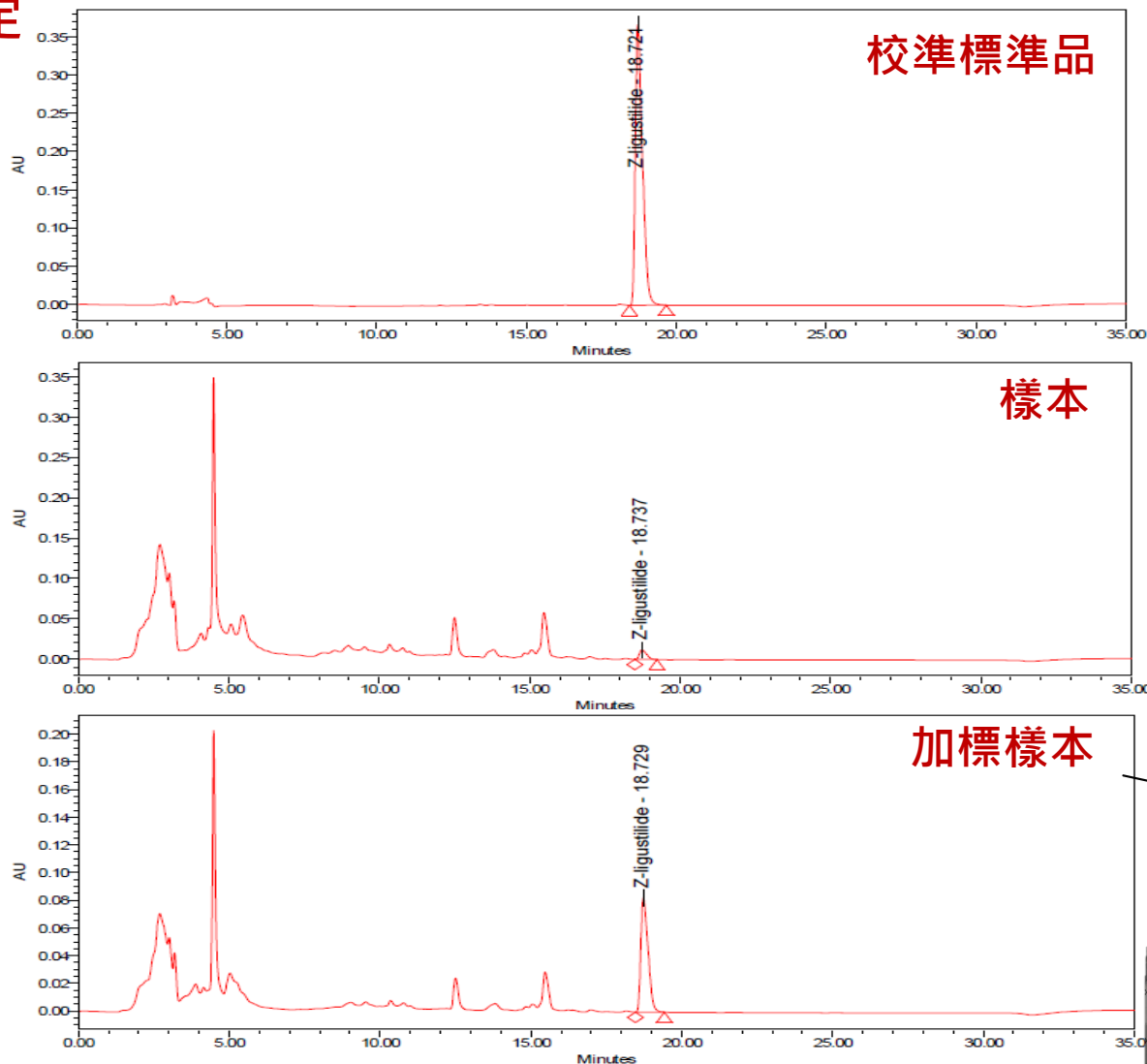


白鳳丸指標成分分析 – 當歸 及 川芎

GCMTI RD-6:2022 - 儀器設定

液相色譜系統	Waters Alliance e2695	
液相色譜柱	GL Sciences Inertsil ODS-4 5 μ m · 2.1mm×250mm	
柱溫度	25 °C	
流速	0.2 mL / min	
進樣量	10 μ L	
流動相 A	H ₂ O	
流動相 B	ACN	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	80	20
10.0	20	80
25.0	20	80
25.5	80	20
35.0	80	20
檢測波長	328 nm	

儀器設定和 α -香附酮分析方法一樣，可以用作同步分析



當歸/川芎
Z- 藁本內酯



白鳳丸指標成分分析 – 當歸 及 川芎

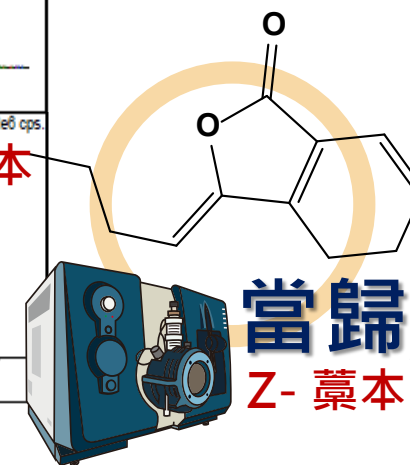
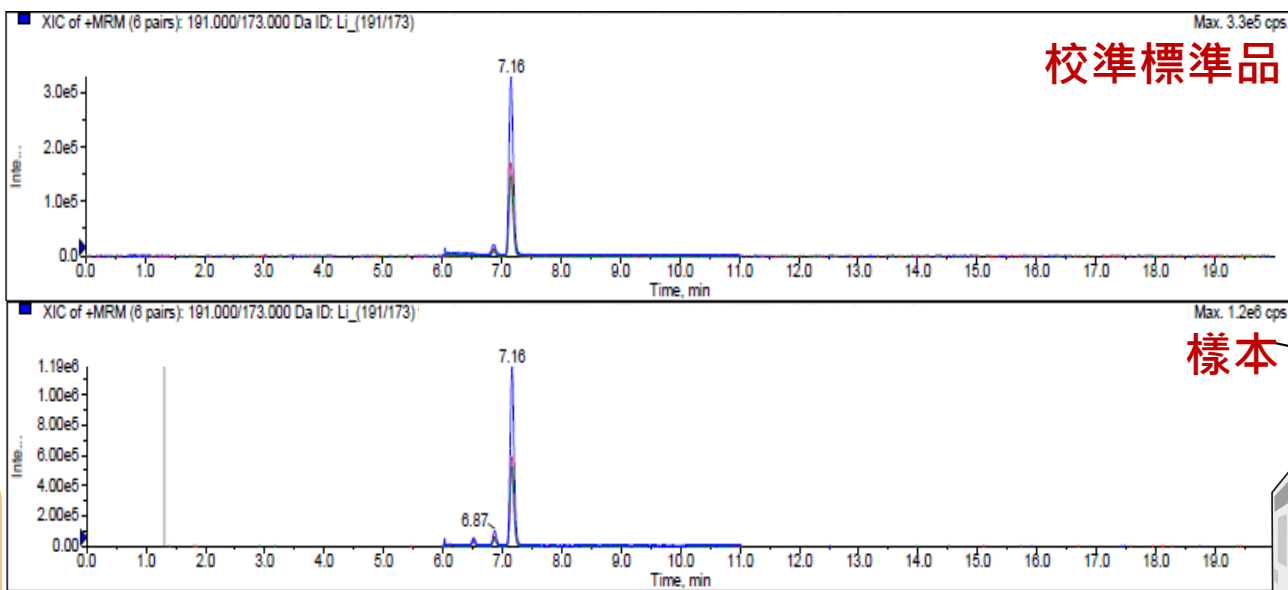
GCMTI RD-3:2023 – 儀器設定

液相色譜系統	Thermo Scientific UltiMate 3000	
液相色譜柱	Acquity UPLC® BEH, C18 1.7µm · 2.1mm×100mm	
柱溫度	30 °C	
流速	0.35 mL / min	
進樣量	5 µL	
流動相 A	NH ₄ HCO ₂ buffer	
流動相 B	ACN	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	95	5
2.0	95	5
5.0	40	60
13.0	40	60
13.5	10	90
15.0	10	90
17.5	95	5
20.0	95	5

儀器設定和α-香附酮分析方法一樣，可以用作同步分析

串聯質譜儀系統	AB SCIEX 6500+ 系統
離子源模式	電噴霧正離子模式
離子噴霧電壓	4500伏特
離子源溫度	300°C
氣簾氣(CUR)	20
霧化氣(GS1)	30
輔助加熱氣(GS2)	30
碰撞氣	中度

分析物	MRM	駐留時間 (msec)	DP	EP	CE	CXP
Z-藁本內酯	191.0→173.0*	50	81	10	21	20
	191.0→91.0^	50	81	10	35	16



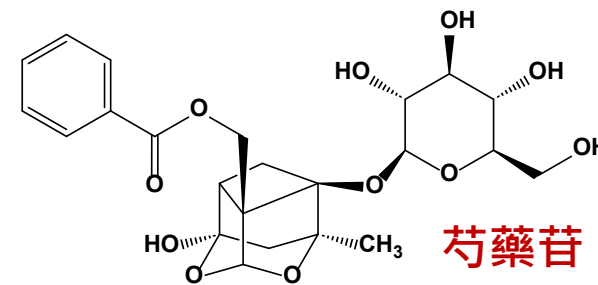
當歸/川芎
Z-藁本內酯



白鳳丸指標成分分析 – 白芍



- 毛茛科植物芍藥經加工的乾燥根
- 夏、秋二季採挖，洗淨，除去頭尾及細根，置沸水中煮後除去外皮，或去皮後再煮，曬乾
- 指標成分:芍藥苷(中國藥典2020年版)**



分析方法	GCMTI RD-3:2022	GCMTI RD-4:2022
檢測技術	LC-DAD	LC-MS/MS
樣本量	0.25 g	0.25 g
供試品溶液的製備	聲波提取	聲波提取
提取溶劑	25 mL 50% 甲醇	25 mL 50% 甲醇
稀釋	- (50% 甲醇)	20倍 (50% 甲醇)
校準範圍	5 – 20 µg/mL	5 – 60 ng/mL

GCMTI RD-3:2022

利用高效液相色譜二極管陣列檢測器
檢測白鳳丸的芍藥苷含量

政府中藥檢測中心方法

GCMTI RD-4:2022

利用液相色譜串聯質譜儀
檢測白鳳丸的芍藥苷含量

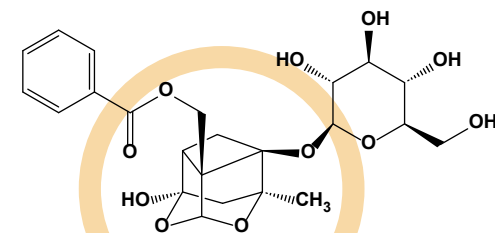
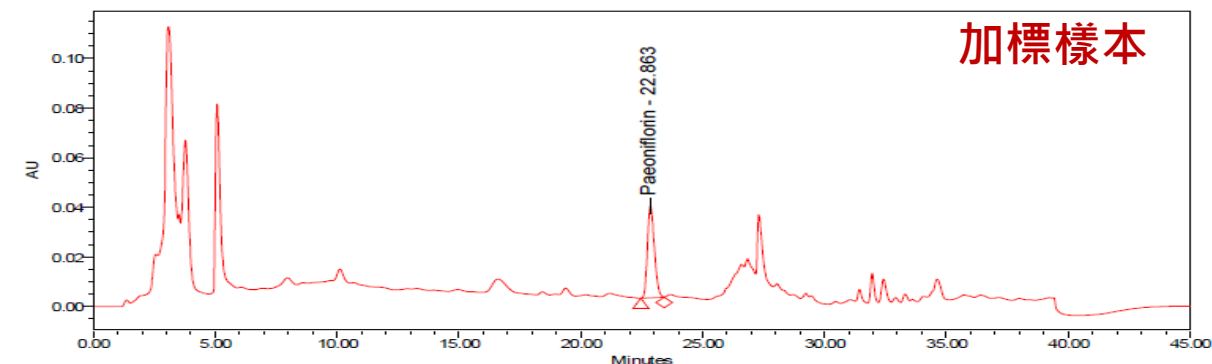
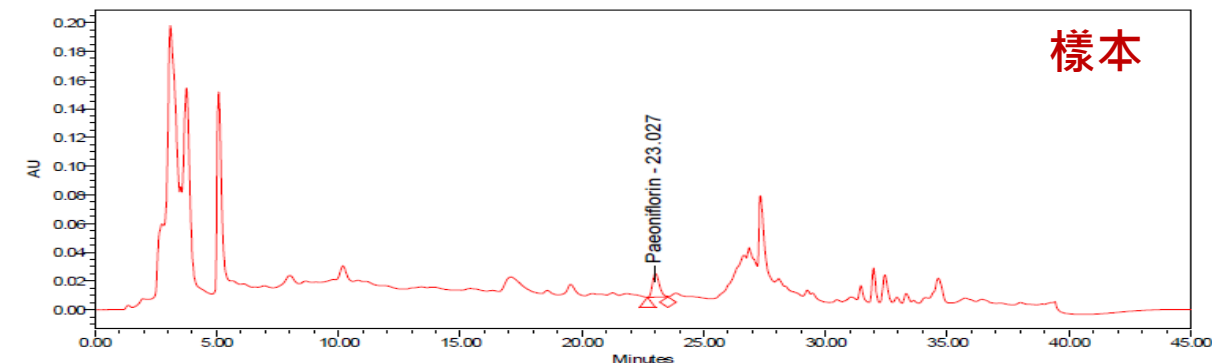
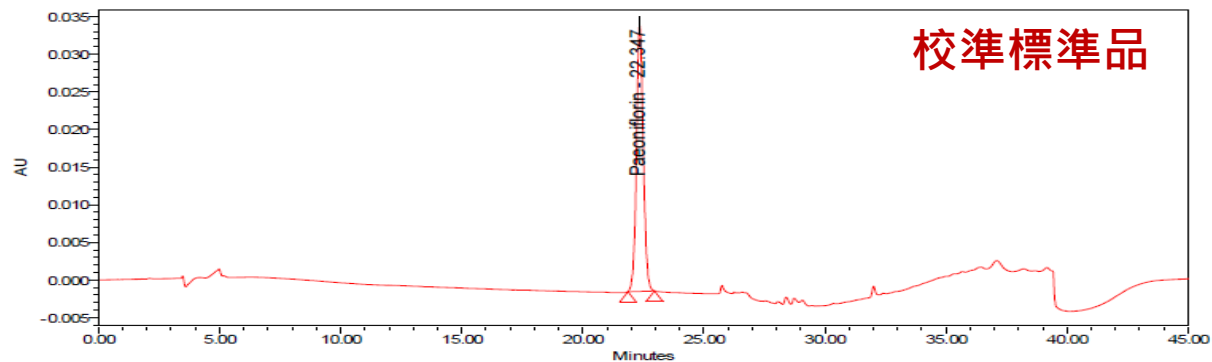
政府中藥檢測中心方法



白鳳丸指標成分分析 - 白芍

GCMTI RD-3:2022 - 儀器設定

液相色譜系統	Waters Alliance e2695	
液相色譜柱	GL Sciences Inertsil ODS-4 5µm · 2.1mm×250mm	
柱溫度	25 °C	
流速	0.2 mL / min	
進樣量	10 µL	
流動相 A	H ₂ O	
流動相 B	ACN	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	95	5
5.0	90	10
20.0	80	20
30.0	10	90
35.0	10	90
35.5	95	5
45.0	95	5
檢測波長	230 nm	



白芍
芍藥苷



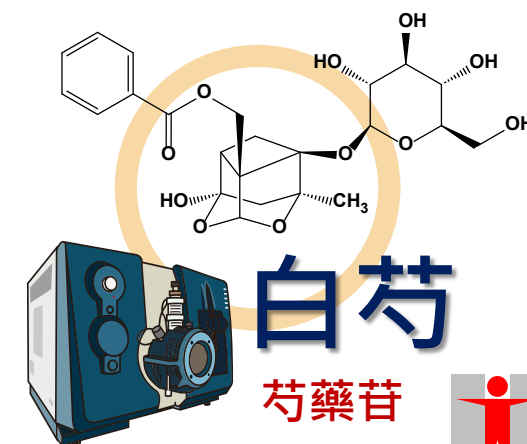
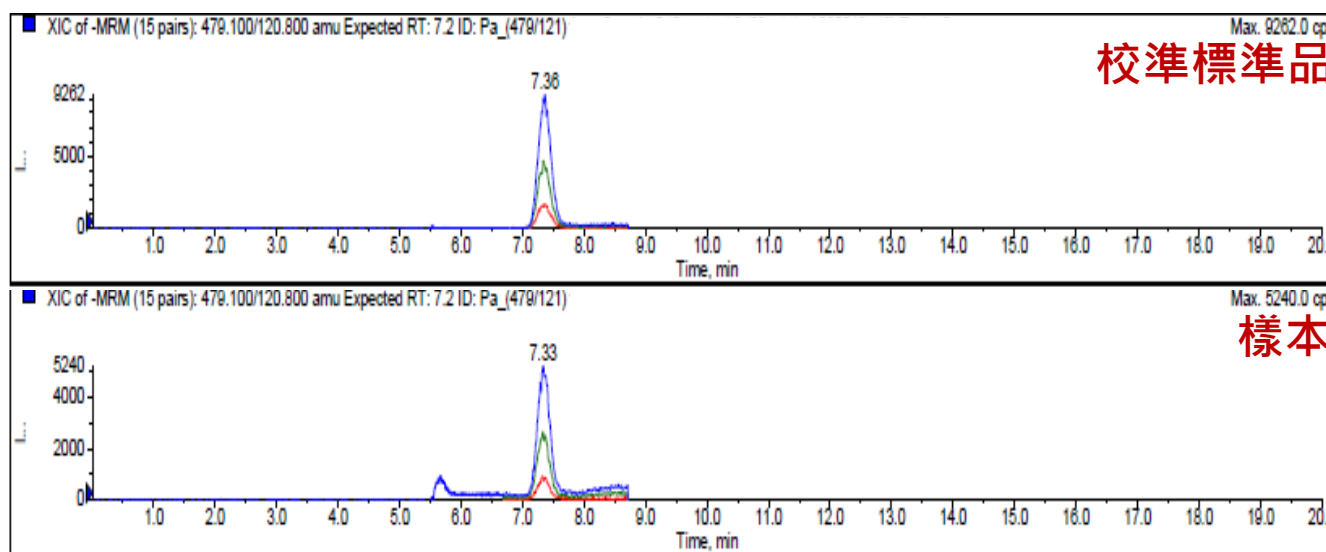
白鳳丸指標成分分析 – 白芍

GCMTI RD-4:2022 – 儀器設定

液相色譜系統	Thermo Scientific UltiMate 3000	
液相色譜柱	Acquity UPLC® BEH, C18 1.7µm · 2.1mm×100mm	
柱溫度	40 °C	
流速	0.3 mL / min	
進樣量	5 µL	
流動相 A	H ₂ O	
流動相 B	ACN	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	90	10
6.0	90	10
13.0	40	60
13.5	5	95
15.5	5	95
16.0	90	10
20.0	90	10

串聯質譜儀系統	AB SCIEX 6500+ 系統
離子源模式	電噴霧負離子模式
離子噴霧電壓	-4500伏特
離子源溫度	350°C
氣簾氣(CUR)	20
霧化氣(GS1)	40
輔助加熱氣(GS2)	40
碰撞氣	中度

分析物	MRM	駐留時間 (msec)	DP	EP	CE	CXP
芍藥苷	479.1→120.8*	50	-150	-10	-26	-19
	479.1→448.9^	50	-150	-10	-12	-11



白鳳丸指標成分分析 - 人參



- 五加科植物人參的乾燥根
- 秋季採挖，園參採挖後洗淨，除去鬚根，曬乾或烘乾，稱“生曬參”，保留鬚根曬乾則稱“全鬚生曬參”
- 指標成分：人參皂苷Rg₁、Re 和Rb₁(中國藥典2020年版) + 人參皂苷Rf**

分析方法	GCMTI RD-5:2022
檢測技術	LC-MS/MS
樣本量	0.25 g
供試品溶液的製備	聲波提取
提取溶劑	25 mL 50% 甲醇
稀釋	20倍 (50% 甲醇)
校準範圍	5 – 50 ng/mL



人參皂苷在白鳳丸中含量較低，在LC-DAD上未必能夠偵測

白鳳丸基質對人參皂苷偵測有干擾

人參皂苷在LC-DAD上偵測波長為203nm，容易有干擾



白鳳丸指標成分分析 – 人參

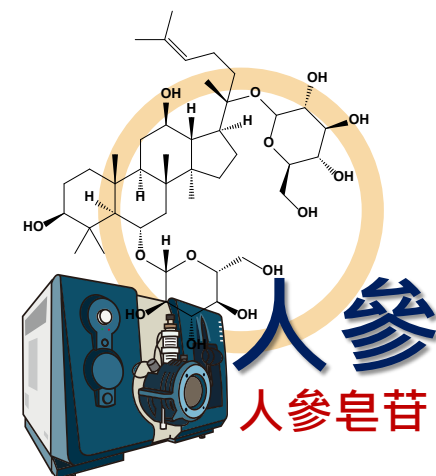
GCMTI RD-5:2022 – 儀器設定

液相色譜系統	Thermo Scientific UltiMate 3000	
液相色譜柱	Acquity UPLC® BEH, C18 1.7µm · 2.1mm×100mm	
柱溫度	40 °C	
流速	0.3 mL / min	
進樣量	5 µL	
流動相 A	H ₂ O	
流動相 B	ACN	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	90	10
6.0	90	10
13.0	40	60
13.5	5	95
15.5	5	95
16.0	90	10
20.0	90	10

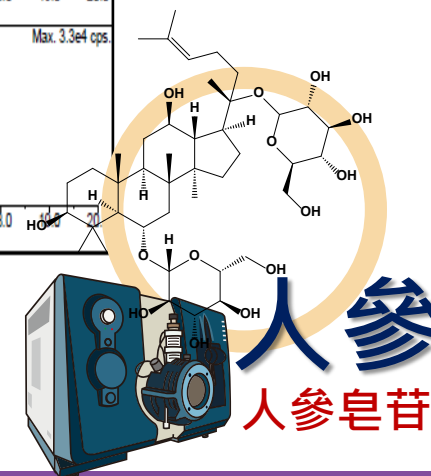
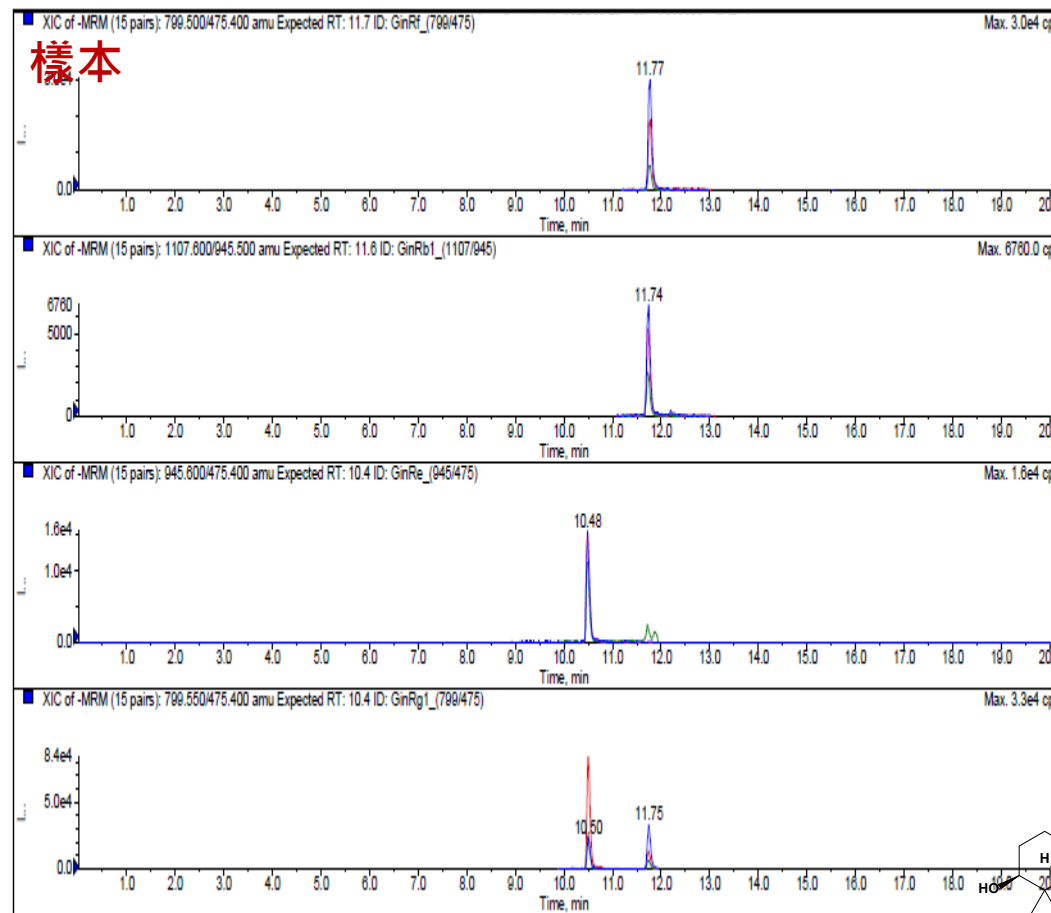
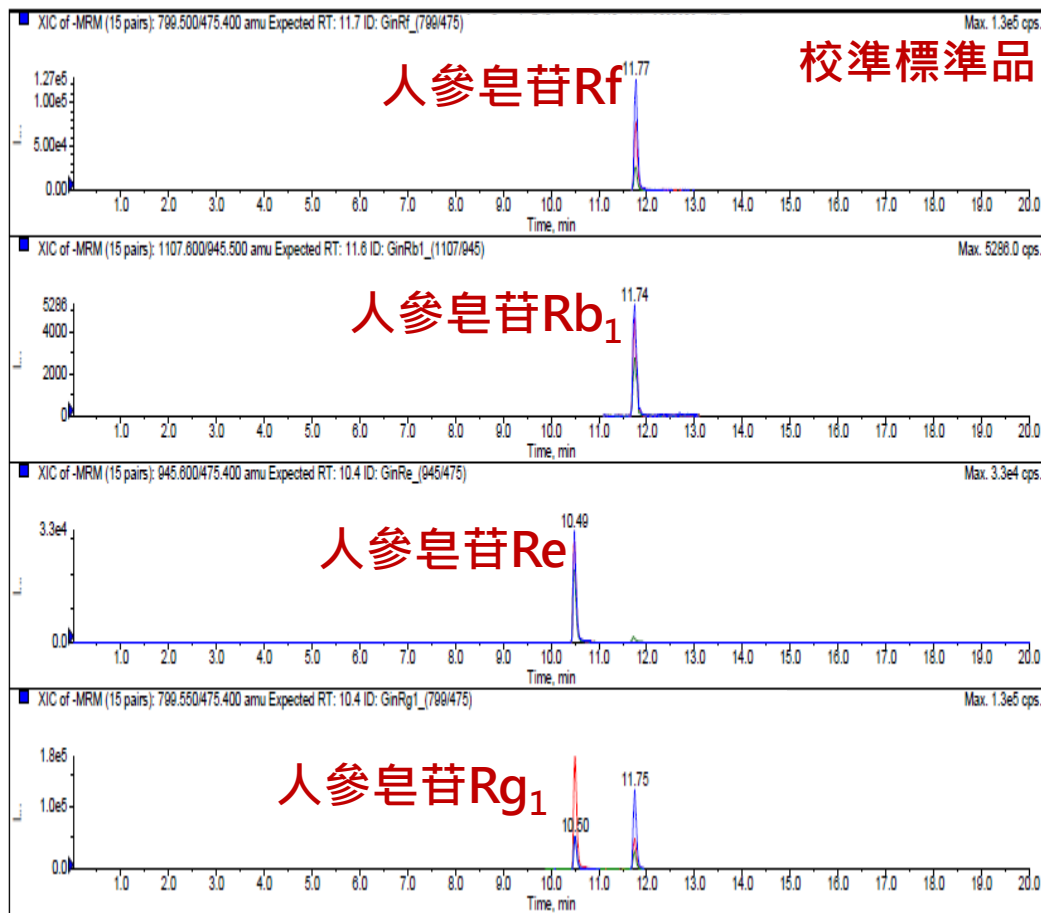
串聯質譜儀系統	AB SCIEX 6500+ 系統
離子源模式	電噴霧負離子模式
離子噴霧電壓	-4500伏特
離子源溫度	350°C
氣簾氣(CUR)	20
霧化氣(GS1)	40
輔助加熱氣(GS2)	40
碰撞氣	中度

分析物	MRM	駐留時間 (msec)	DP	EP	CE	CXP
人參皂苷 Re	945.6→637.4*	50	-240	-10	-54	-39
	945.6→475.4^	50	-240	-10	-70	-25
人參皂苷 Rg1	799.6→637.4*	50	-205	-10	-34	-27
	799.6→475.4^	50	-205	-10	-50	-27
人參皂苷 Rf	799.6→475.4*	50	-225	-10	-54	-29
	799.6→637.4^	50	-225	-10	-44	-39
人參皂苷 Rb1	1107.6→945.5*	50	-255	-10	-60	-55
	1107.6→783.5^	50	-255	-10	-66	-45

儀器設定和**芍藥苷**分析方法一樣，可以用作同步分析



白鳳丸指標成分分析 - 人參

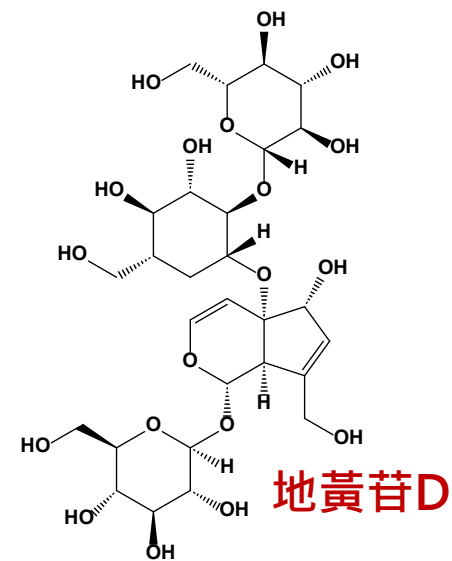


白鳳丸指標成分分析 – 地黃



- 玄參科植物地黃的乾燥塊根
- 秋季採挖，除去根莖、鬚根及泥沙，緩緩烘焙或曬乾至內部變黑，近乾，有時捏成團塊，習稱“生地黃”
- 指標成分：地黃苷D (中國藥典2020年版)**

分析方法	GCMTI RD-4:2023
檢測技術	LC-MS/MS
樣本量	0.25 g
供試品溶液的製備	聲波提取
提取溶劑	25 mL 50% 甲醇
稀釋	20倍 (50% 甲醇)
校準範圍	25 – 200 µg/mL



地黃苷D在白鳳丸中含量較低，在LC-DAD上未必能夠偵測

地黃苷D在LC-DAD上偵測波長為203nm，容易有干擾



白鳳丸指標成分分析 – 地黃

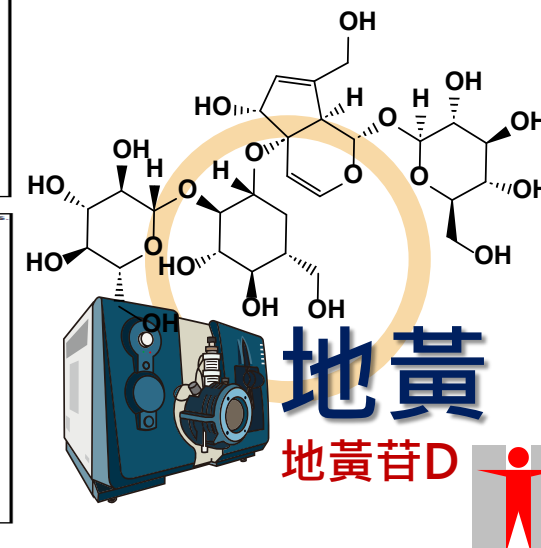
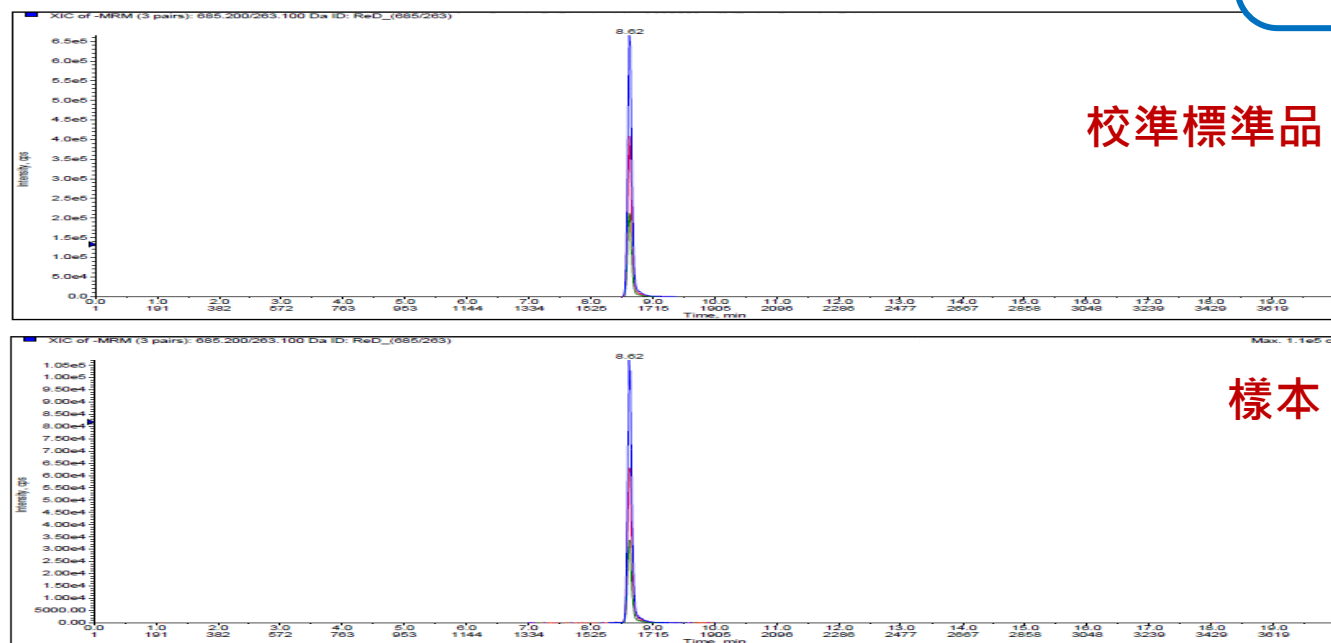
GCMTI RD-4:2023 – 儀器設定

液相色譜系統	Thermo Scientific UltiMate 3000	
液相色譜柱	GL Sciences Inertsil C18 5µm · 2.1mm×250mm	
柱溫度	30 °C	
流速	0.3 mL / min	
進樣量	5 µL	
流動相 A	0.1% Formic acid	
流動相 B	MeOH	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	95	5
5.0	95	5
6.0	70	30
10.0	70	30
10.1	5	95
15.0	5	95
15.1	95	5
20.0	95	5

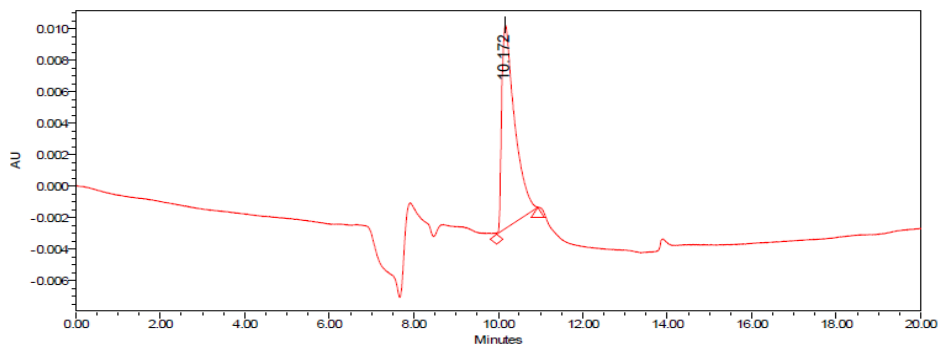
串聯質譜儀系統	AB SCIEX 6500+ 系統
離子源模式	電噴霧負離子模式
離子噴霧電壓	-4500伏特
離子源溫度	500°C
氣簾氣(CUR)	20
霧化氣(GS1)	40
輔助加熱氣(GS2)	60
碰撞氣	9

分析物	MRM	駐留時間 (msec)	DP	EP	CE	CXP
地黃苷D	685.2→263.1*	100	-130	-10	-28	-15
	685.2→179.0^	100	-130	-10	-34	-11

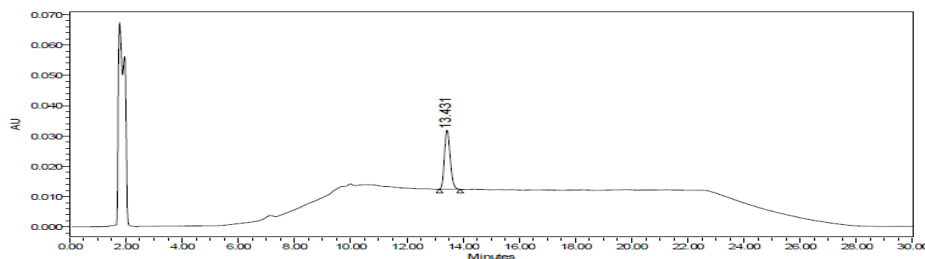
地黃苷D在C18的液相色譜柱上的保留時間較短，故應選取較長的色譜柱作分析



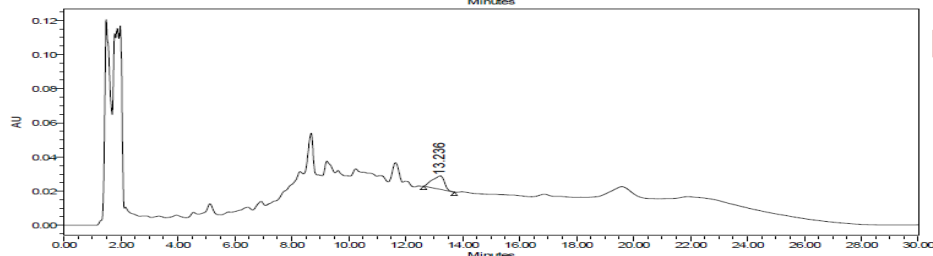
白鳳丸指標成分分析 – 地黃



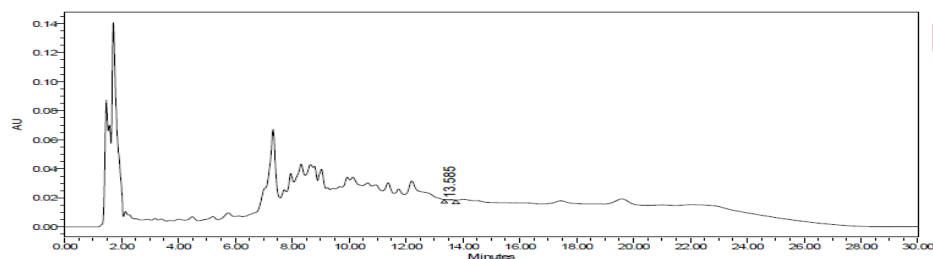
地黃苷D 校準標準品 @ C18 column (LC-DAD)



地黃苷D 校準標準品 @ amino column (LC-DAD)



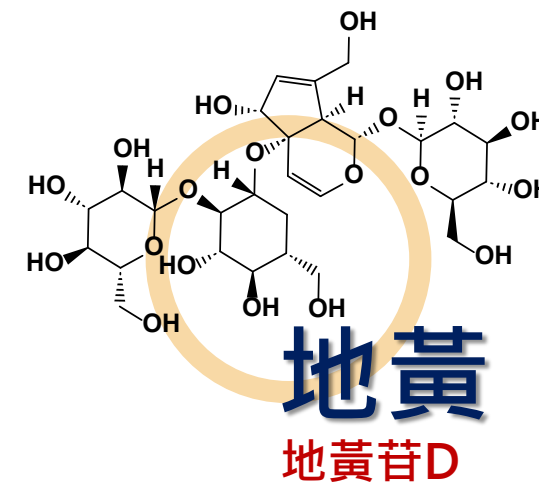
白鳳丸指樣本1 @ amino column (LC-DAD)



白鳳丸樣本2 @ amino column (LC-DAD)

地黃苷D在白鳳丸中含量較低，在LC-DAD上未必能夠偵測

地黃苷D在LC-DAD上偵測波長為203nm，容易有干擾

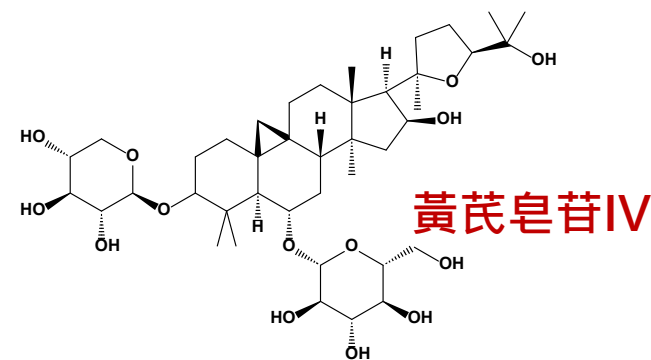


白鳳丸指標成分分析 – 黃芪



- ☞ 豆科植物膜莢黃芪 或 蒙古黃芪 的乾燥根
- ☞ 春、秋二季採挖，除去鬚根及根頭，曬乾
- ☞ **指標成分：黃芪皂苷IV (中國藥典2020年版; 黃芪甲苷)**

分析方法	GCMTI RD-5:2023
檢測技術	LC-MS/MS
樣本量	0.25 g
供試品溶液的製備	回流提取
提取溶劑	25 mL 4% 氨水溶液
稀釋	20倍 (80% 甲醇)
校準範圍	2 – 20 ng/mL

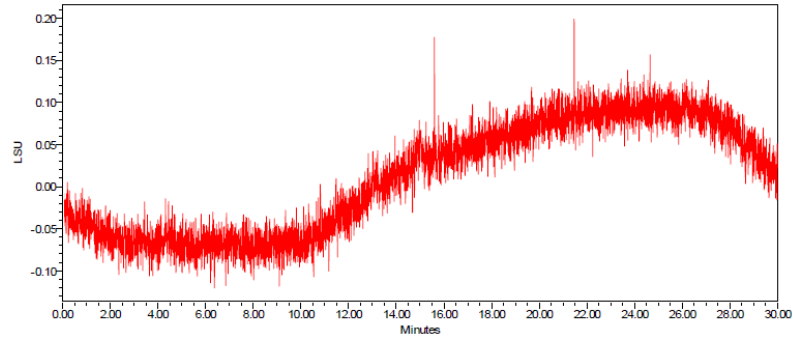


樣本備制方法比較過回流提取、聲波提取及索氏萃取，當中以回流提取附合中國藥典2020年版中提及的備制方法

黃芪皂苷IV在白鳳丸中含量較低，在LC-ESLD上未必能夠偵測

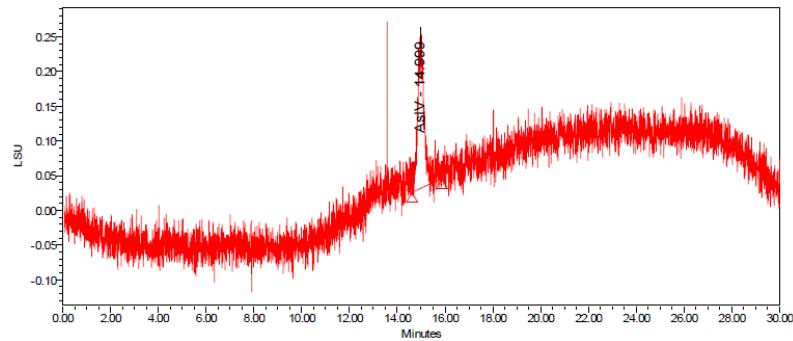


白鳳丸指標成分分析 – 黃芪

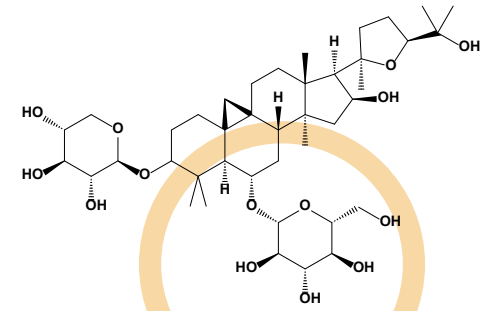


黃芪皂苷IV @ 10PPM
in LC-ESLD

黃芪皂苷IV在白鳳丸中含量較低，在LC-ESLD上未必能夠偵測



黃芪皂苷IV @ 20PPM
in LC-ESLD



黃芪

黃芪皂苷IV



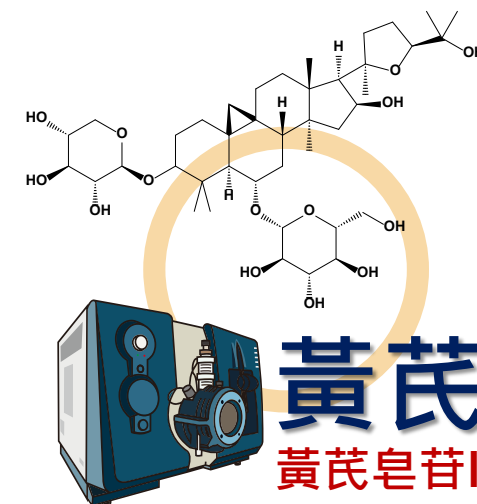
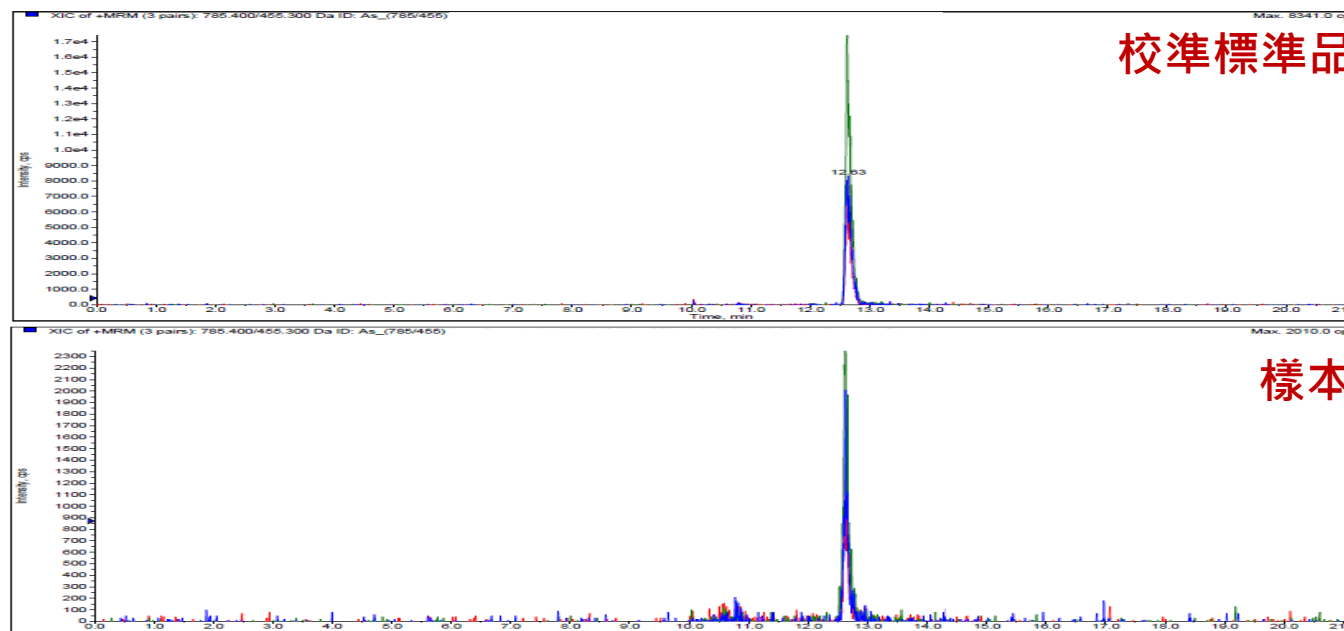
白鳳丸指標成分分析 – 黃芪

GCMTI RD-5:2023 – 儀器設定

液相色譜系統	Thermo Scientific UltiMate 3000	
液相色譜柱	Acquity UPLC® BEH, C18 1.7µm · 2.1mm×100mm	
柱溫度	30 °C	
流速	0.25 mL / min	
進樣量	10 µL	
流動相 A	NH ₄ CO ₂ H buffer with 0.1% Formic acid	
流動相 B	ACN	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	80	20
2.0	80	20
17.0	50	50
18.0	5	95
19.0	5	95
19.5	80	20
21.0	80	20

串聯質譜儀系統	AB SCIEX 6500+ 系統
離子源模式	電噴霧正離子模式
離子噴霧電壓	5500伏特
離子源溫度	300°C
氣簾氣(CUR)	20
霧化氣(GS1)	30
輔助加熱氣(GS2)	30
碰撞氣	中度

分析物	MRM	駐留時間 (msec)	DP	EP	CE	CXP
黃芪皂苷IV	785.4→143.1*	100	41	10	17	18
	785.4→455.3^	100	41	10	19	18



白鳳丸指標成分分析 – 丹參



- 唇形科植物丹參的乾燥根及根莖
- 春、秋二季採挖，除去莖、鬚根、泥沙，乾燥
- 指標成分：丹參酮 (丹參酮I, 丹參酮IIA和隱丹參酮) (中國藥典2020年版)
丹酚酸B (中國藥典2020年版)**

分析方法	GCMTI RD-6:2023	GCMTI RD-1:2023	GCMTI RD-7:2023
指標成分	丹參酮	丹酚酸B	丹酚酸B
檢測技術	LC-MS/MS	LC-DAD	LC-MS/MS
樣本量	0.25 g	0.25 g	0.25 g
供試品溶液的製備	聲波提取	聲波提取	聲波提取
提取溶劑	25 mL 乙腈	25 mL 50% 甲醇	25 mL 50% 甲醇
稀釋	20倍 (乙腈)	- (50% 甲醇)	20倍 (50% 乙腈)
校準範圍	0.025 – 0.4 ng/mL	1.5 – 15 µg/mL	25 – 200 ng/mL



白鳳丸指標成分分析 – 丹參

GCMTI RD-6:2023 – 儀器設定

液相色譜系統	Thermo Scientific UltiMate 3000	串聯質譜儀系統	AB SCIEX 6500+ 系統
液相色譜柱	Acquity UPLC® BEH, C18 1.7µm · 2.1mm×100mm	離子源模式	電噴霧正離子模式
柱溫度	30 °C	離子噴霧電壓	5500伏特
流速	0.35 mL / min	離子源溫度	500°C
進樣量	3 µL	氣簾氣(CUR)	20
流動相 A	NH ₄ HCO ₂ buffer	霧化氣 (GS1)	60
流動相 B	ACN	輔助加熱氣 (GS2)	70
碰撞氣		碰撞氣	中度

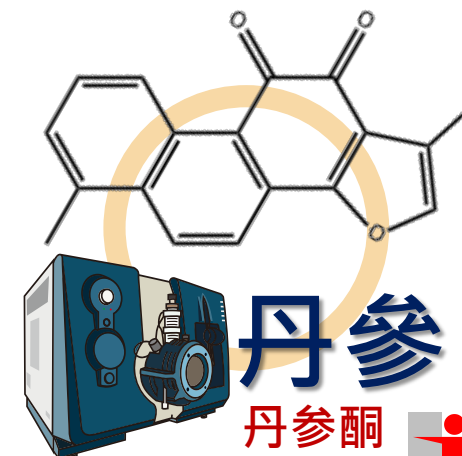
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	90	10
1.0	90	10
2.0	80	20
5.0	50	50
13.0	50	50
18.0	5	95
23.0	5	95
23.5	90	10
25.0	90	10

分析物	MRM	駐留時間 (msec)	DP	EP	CE	CXP
丹參酮I	277.0→249.1*	50	116	10	29	28
	277.0→178.1^	50	116	10	51	16
丹參酮IIA	295.0→277.1*	50	86	10	27	18
	295.0→249.1^	50	86	10	31	14
隱丹參酮	297.0→251.0*	50	51	10	33	16
	297.0→178.0^	50	51	10	73	20

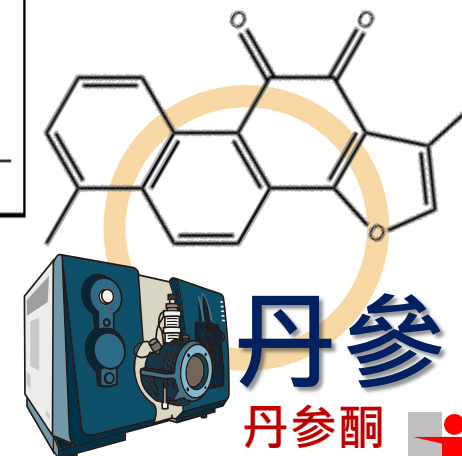
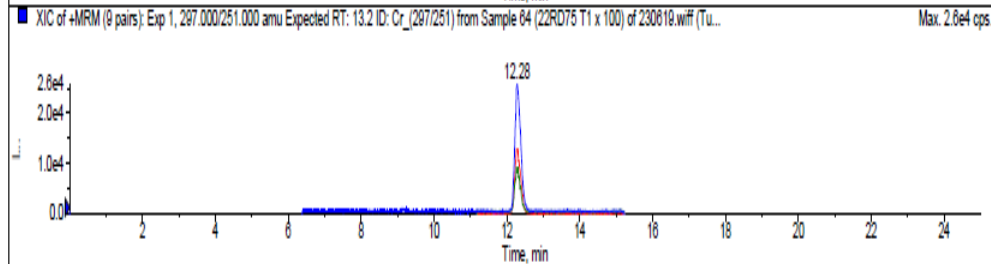
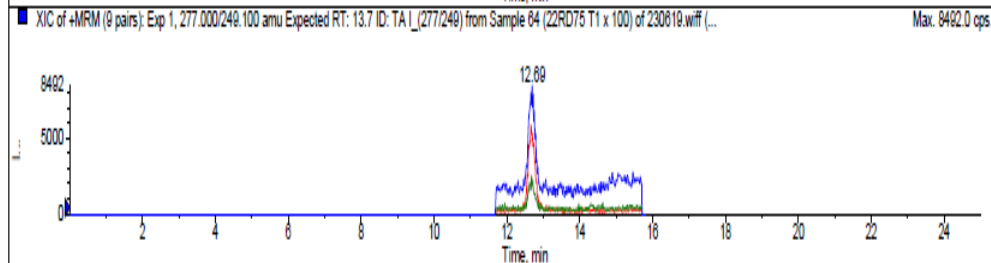
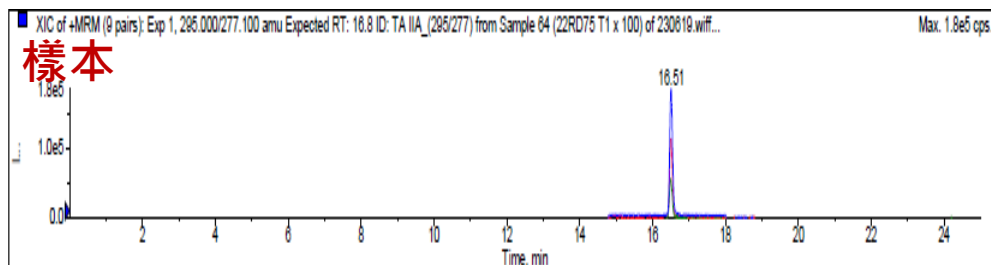
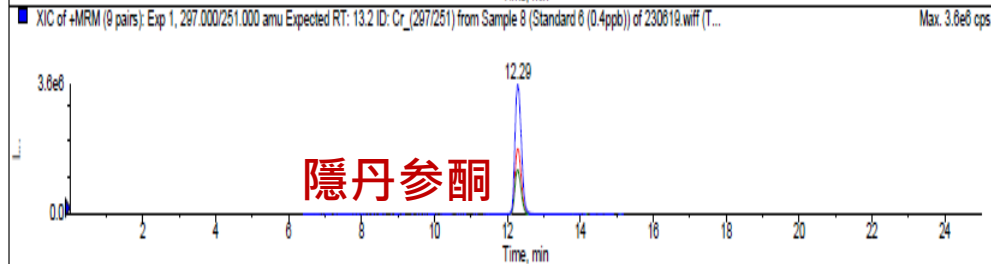
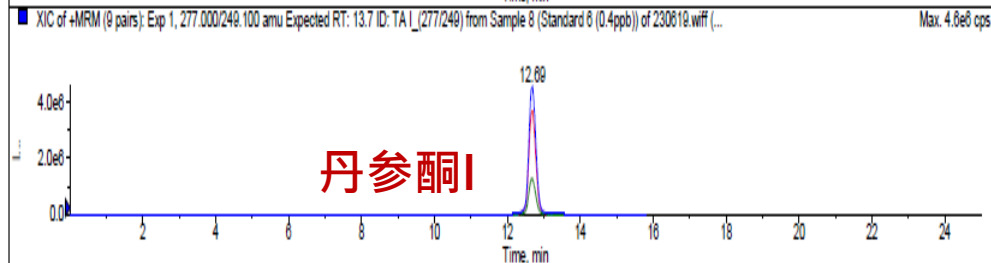
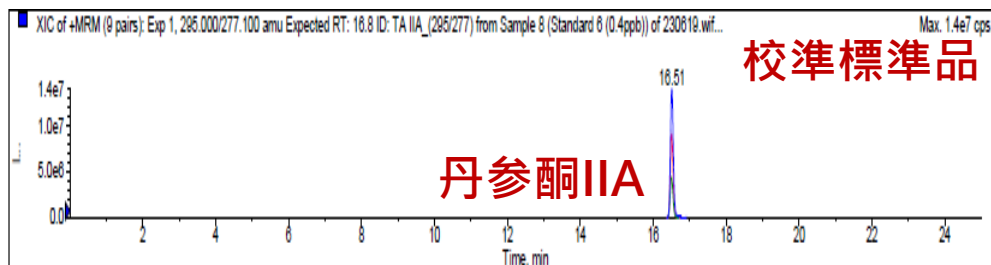
丹參酮在白鳳丸中含量較低，在 LC-DAD上未必能夠偵測

流動相 對訊號影響大

ACN 作提取溶劑時，提取效果更好，儀器訊號更強，更穩定



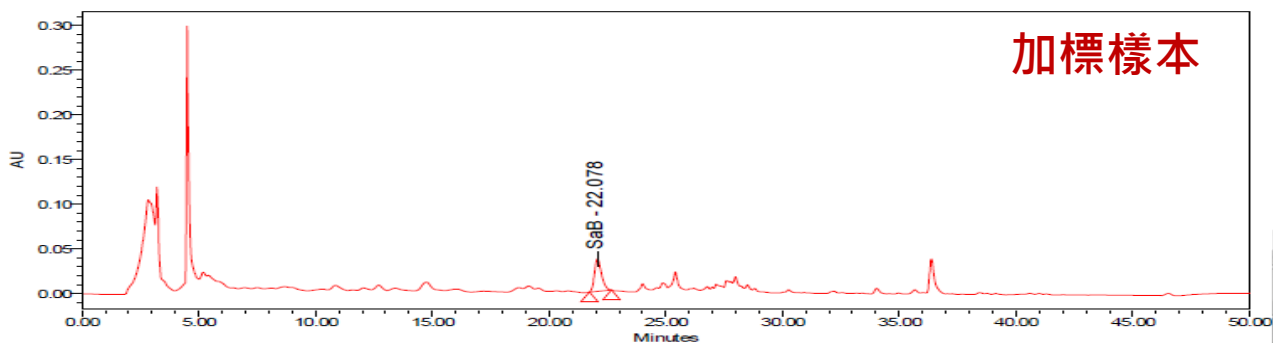
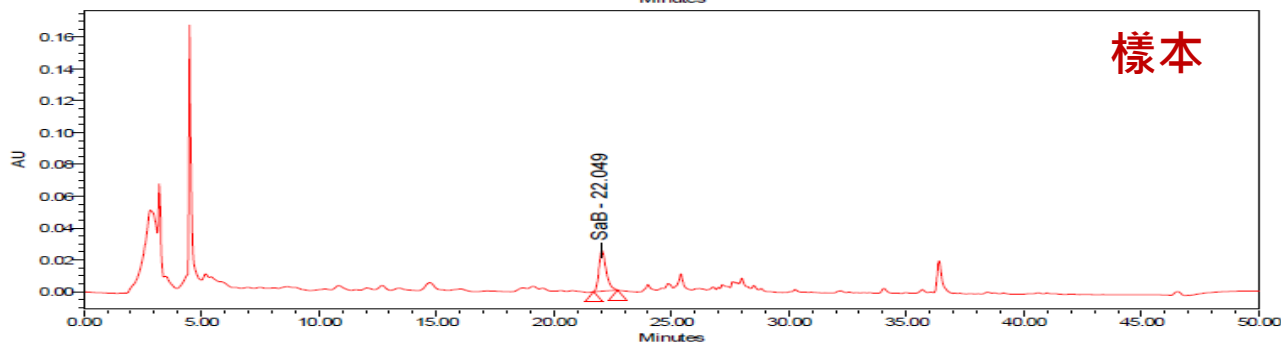
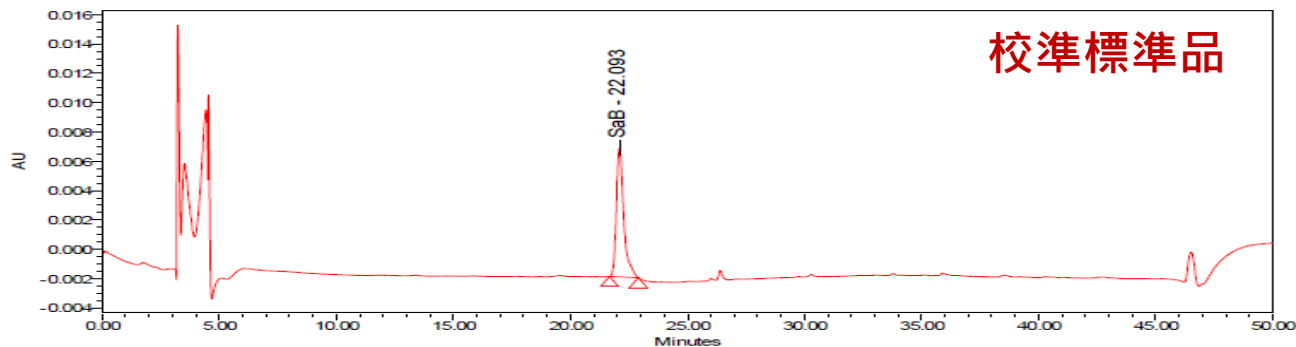
白鳳丸指標成分分析 – 丹參



白鳳丸指標成分分析 - 丹參

GCMTI RD-1:2023 - 儀器設定

液相色譜系統	Waters Alliance e2695	
液相色譜柱	GL Sciences Inertsil ODS-4 5µm · 2.1mm×250mm	
柱溫度	25 °C	
流速	0.2 mL / min	
進樣量	10 µL	
流動相 A	0.4% Formic acid	
流動相 B	ACN	
梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	80	20
15.0	70	30
30.0	20	80
35.0	15	85
40.0	15	85
40.5	80	20
50.0	80	20
檢測波長	286 nm	



白鳳丸指標成分分析 – 丹參

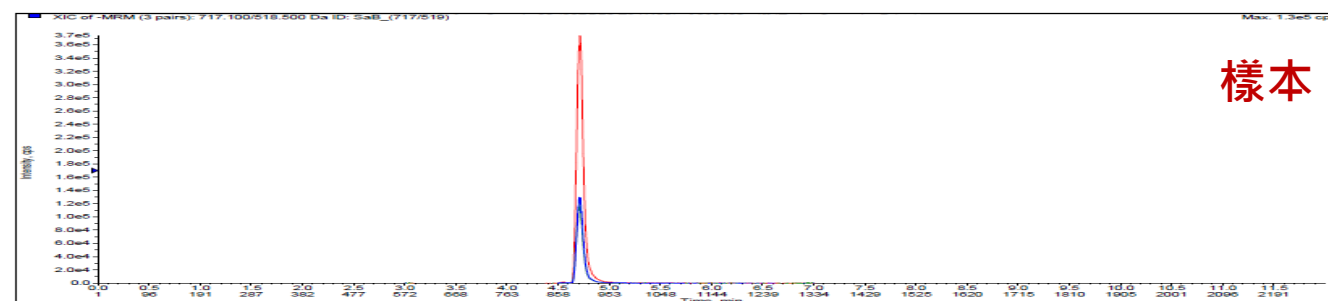
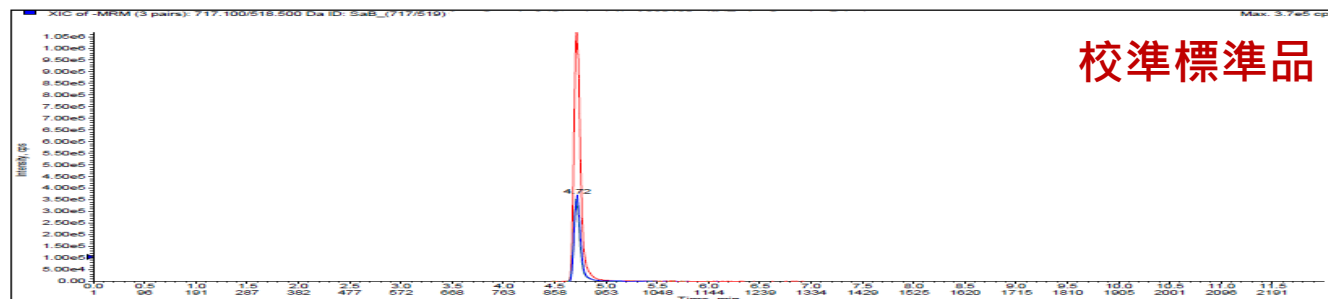
GCMTI RD-7:2023 – 儀器設定

液相色譜系統	Thermo Scientific UltiMate 3000	
液相色譜柱	Acquity UPLC® BEH, C18 1.7µm · 2.1mm×100mm	
柱溫度	20 °C	
流速	0.25 mL / min	
進樣量	5 µL	
流動相 A	0.1% Formic acid	
流動相 B	ACN	

梯度		
時間(分鐘)	A %	B %
0.0	80	20
2.0	80	20
3.0	50	50
5.0	50	50
5.5	5	95
7.5	5	95
8.0	80	20
12.0	80	20

串聯質譜儀系統	AB SCIEX 6500+ 系統
離子源模式	電噴霧負離子模式
離子噴霧電壓	-4500伏特
離子源溫度	400°C
氣簾氣(CUR)	20
霧化氣(GS1)	30
輔助加熱氣(GS2)	30
碰撞氣	9

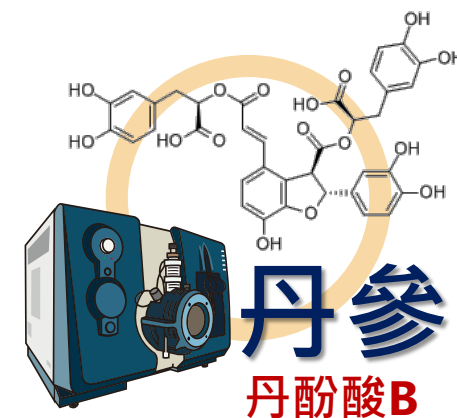
分析物	MRM	駐留時間 (msec)	DP	EP	CE	CXP
丹酚酸B	717.1→518.8*	50	81	-35	-28	-29
	717.1→320.8^	50	81	-35	-48	-47



丹酚酸B在ppb濃度時穩定性較差，工作溶液應使用前配製

建議至少每12小時使用新配製的校準標準溶液重新校準儀器一次

稀釋溶劑 (50% ACN)能有效穩定濃度低的丹酚酸B工作溶液



白鳳丸指標成分分析 – 結果計算

外標法 - 校準曲線

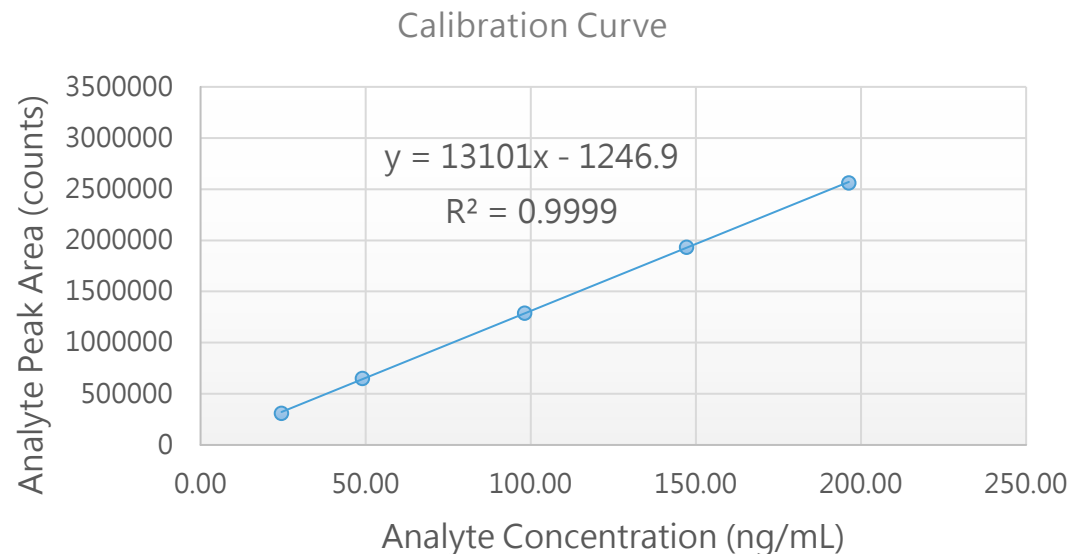
$$\text{分析物濃度(微克 / 克)} = \frac{C \times V \times D}{1000 \times W}$$

C = 從校準曲線得出的分析物濃度(奈克 / 毫升) ;

V = 最終體積(毫升) ;

D = 稀釋比 ; 以及

W = 樣本重量(克)



如果發現加標回收率有顯著偏差並懷疑受基質效應影響，
為盡量減輕基質效應干擾，可

- (1) 進一步稀釋樣本溶液，或
- (2) 使用標準添加法進行量化



白鳳丸指標成分分析 – 建議質量控制參數

質量控制參數	建議要求
校準曲線 No. of standards used for calibration curve	5 校準標準品
校準曲線 相關係數 Correlation coefficient (r)	≥0.995
檢測峰 保留時間 Dev. of retention time	<5%
ICV標準品 Initial Calibration Verification (ICV) standard	濃度偏差±15%
中間點檢查 校準標準品 Check standards	濃度偏差±15%
空白對照樣本 Method blanks	<濃度最低校準標準品
加標樣本 Spiked samples	回收率 80-120%
平均數平均偏差 Average deviation from mean	< 7.5%

分析順序	分析樣本
1	Blank
2	S1
3	S2
4	S3
5	S4
6	S5
7	ICV
8	Wash
9	Method Blank
10	T1
11	T2
12	T3
13	T4
14	T5
15	T6
16	T7
17	Spike T1
18	Spike T2
19	Check Standard



白鳳丸中藥材 指標成分的分析 培訓活動

- 市場樣本分析

本港市面註冊白鳳丸樣本分析

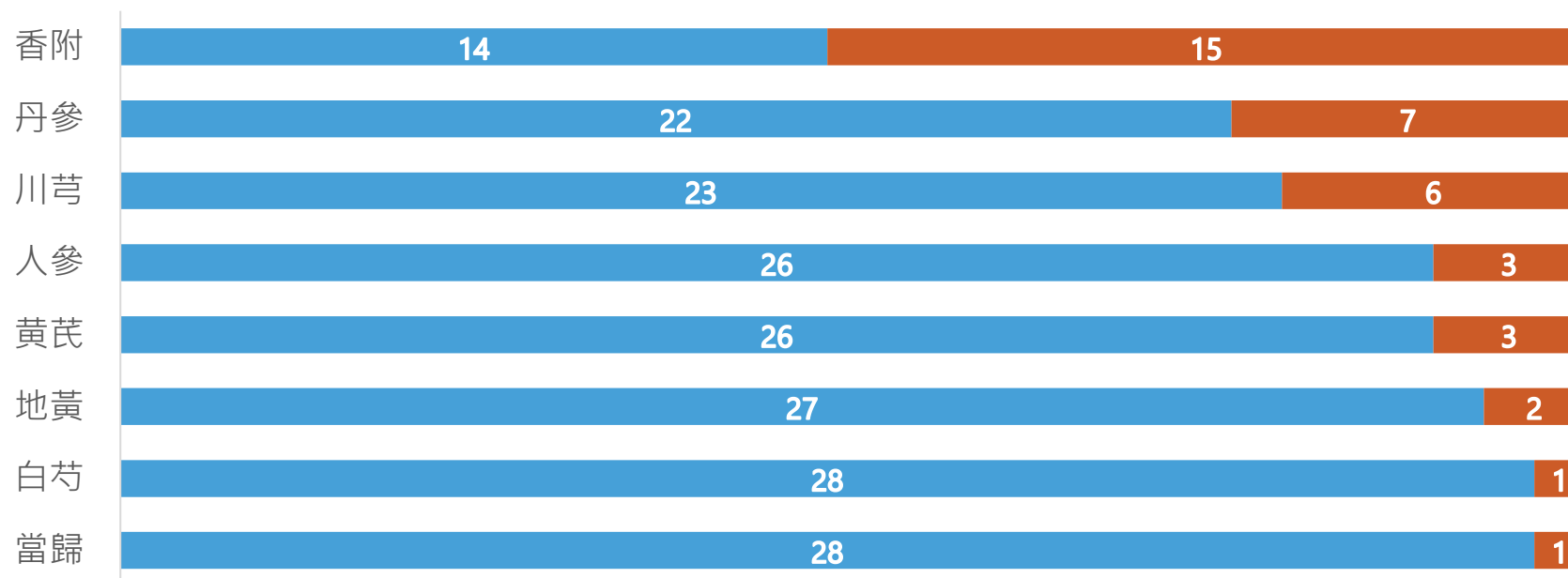
- ☛ 為確保檢測方法的**適用性**，在驗證方法時亦會進行市面註冊白鳳丸樣本的分析
- ☛ 檢測方案
 - ☛ 每個樣本進行三個平行測試， $RSD < 10\%$
 - ☛ 質量控制按個別檢測方法實施
 - ☛ 每個樣本測試會進行加標檢測



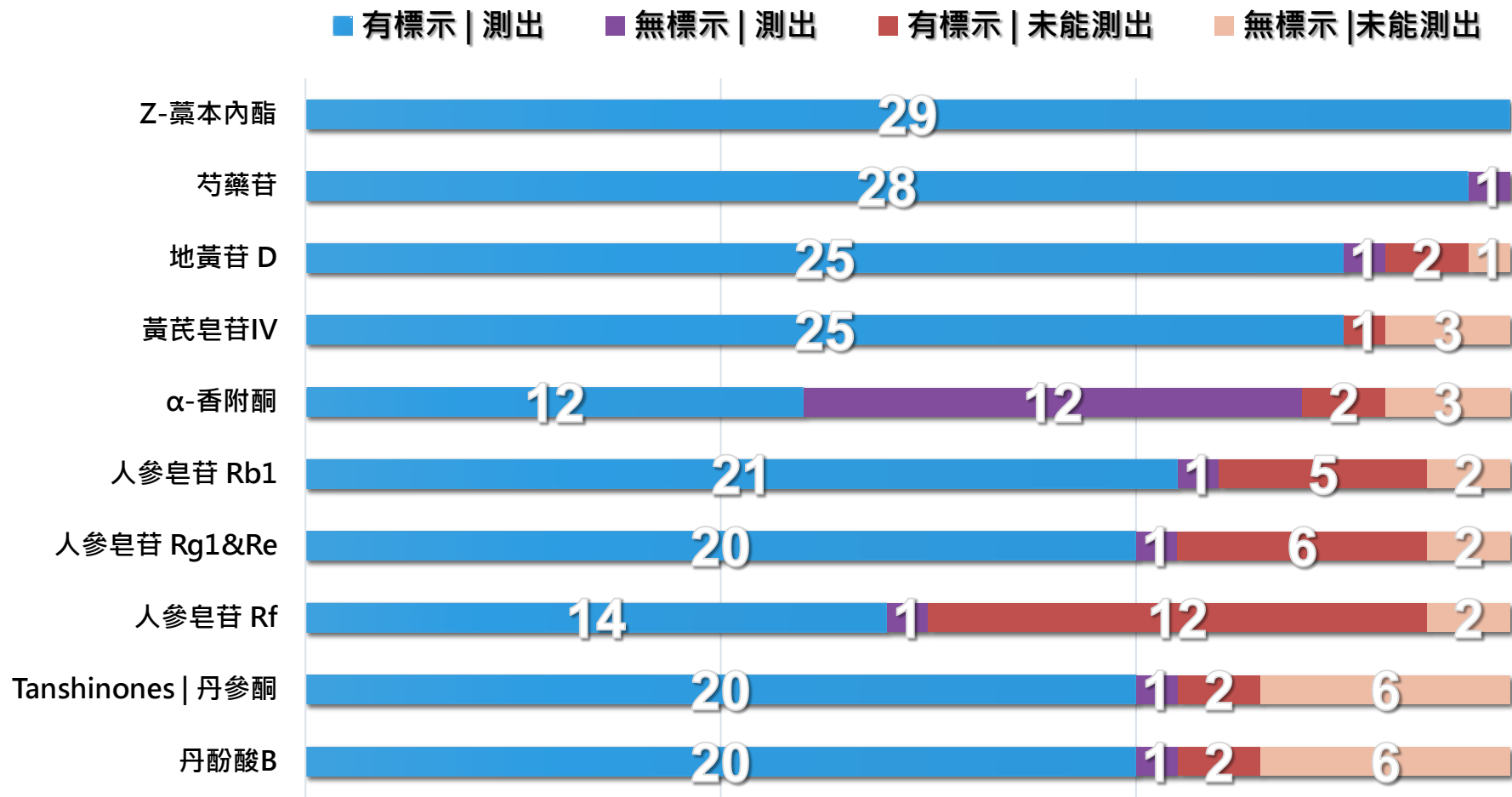
本港市面註冊白鳳丸樣本分析

白鳳丸樣本主要成分概況

■ 標籤在有效成分上 ■ 沒有標籤在有效成分上



本港市面註冊白鳳丸樣本分析



分享研究成果

- 持續以不同形式向中醫藥業界、檢測業界和市民分享成果

Chinese Medicine Regulatory Office
Department of Health
衛生署中醫藥規管辦公室



Identification of Bulbus Fritillariae Ussuriensis in the presence of Bulbus Fritillariae Cirrhosae by DNA method
川貝母中常見摻雜品 – 平貝母的DNA 鑒別方法

黃家樂
2022年11月4日



舉辦多次簡介會及工作坊等活動予中醫、中藥及檢測業界代表，及相關學科學生等，以介紹檢測中心開發的檢測方法及分享研究成果

「檢測中心」開始運作至今，共約4,000人次曾參與各種不同類型培訓教育活動



➤ 舉行線上及實體分享會

- 「植物類藥材DNA條形碼檢測法」及「中藥材參考DNA序列庫」研究分享會
- 「有關本港中藥材中有害殘留物(霉菌毒素)限度及相關執行」的業界技術會議
- 「香港容易混淆中藥的性狀及顯微鑒別研究」及「酸棗仁及其常見混淆品性狀及顯微鑒別研究」網上分享會
- 「川貝母中常見摻雜品 – 平貝母的DNA鑒別方法」研究分享會
- 《簡易中藥顯微鑒別入門》分享會 「動物類藥材DNA條形碼檢測法」及「以DNA技術作為鑒別鹿茸的互補檢測方法」研究分享
- 「中藥安全你懂的」網上講座
- 「有關本港中藥材及其湯藥中有害殘留物限度及檢測」的技術會議
- 「內服中成藥中藥材指標成分的分析(枇杷膏)」網上分享



分享研究成果

- 持續以不同形式向中醫藥業界、檢測業界和市民分享成果

- 於衛生署網頁發布研究成果

https://www.cmro.gov.hk/html/b5/useful_information/gcmti/research/index.html

- 透過香港中醫藥管理委員會的《中醫組通訊》及《中藥商通訊》



白鳳丸中藥材 指標成分的分析 培訓活動

多謝

政府中藥檢測中心

網址

https://www.cmro.gov.hk/html/b5/useful_information/gcmti/index.html

電郵地址

gcmti@dh.gov.hk

