

川木香

DOLOMIAEAE RADIX

川木香 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).....	2
川木香 (藥材) 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.....	12
川木香(藥材+飲片)TLC.....	28
一、方法.....	28
二、萃法選擇及濃度測試.....	29
三、溶媒系統選擇.....	30
四、觀察方式選擇.....	32
五、十批川木香樣品檢測.....	33
六、十批川木香飲片樣品檢測.....	35

川木香 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川木香的乾燥根。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：川木香

生藥名：DOLOMIAEAE RADIX

英文名：Common Vladimiria Root

基原：菊科 Compositae 植物川木香 *Dolomiaea souliei* (Franch.) C. Shih 的乾燥根。

採收加工：秋、冬季採挖，除去莖葉、鬚根、泥沙及根頭上的膠狀物，切斷，微火乾燥。

藥材性狀：本品藥材呈圓柱形或類半圓柱形，微彎曲，長 10~30 cm，直徑 1~3 cm。表面粗糙，呈黃棕色或暗棕色，部分外皮脫落可見韌皮纖維束構成的緻密斜方形網狀紋理。根頭有時可見焦黑的膠狀物，稱「油頭」。體輕，質硬脆，難折斷，斷面不平坦。氣微香，味苦。

飲片性狀：本品飲片呈類橢圓形斜切片，皮部呈黃棕色，木質部呈黃色，有放射狀紋理，並可見稀疏棕黃色的點狀油室，有的中心呈枯朽狀。氣微香，味苦。

生長分佈：多年生草本，喜冷涼濕潤氣候。耐寒、耐旱。生於海拔 3,000 公尺以上的高山山脊或向陽坡草地。分佈於四川、西藏等地。花期 7~8 月，果期 8~9 月。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 木栓層為數列棕色細胞，有時可見殘存的落皮層。
2. 維管束呈放射狀排列，韌皮部髓線寬廣。
3. 篩管群與纖維束交互排列。
4. 形成層成環，呈環波狀彎曲。
5. 木質部的導管群與纖維束交互徑向排列。
6. 韌皮部、木質部中散有橢圓形油室。
7. 薄壁細胞中含菊糖。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末黃棕色。
2. 導管多為網紋，亦可見有緣孔紋及階紋導管。
3. 菊糖碎塊極多，呈不規則團塊狀。偏光顯微鏡下呈青白色。

4. 纖維多成束，長梭形或長條形，壁厚，木化，孔溝明顯，紋孔裂縫狀。
偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。
5. 可見木栓細胞。



圖 1A 川木香藥材圖



圖 1B 川木香飲片藥材圖

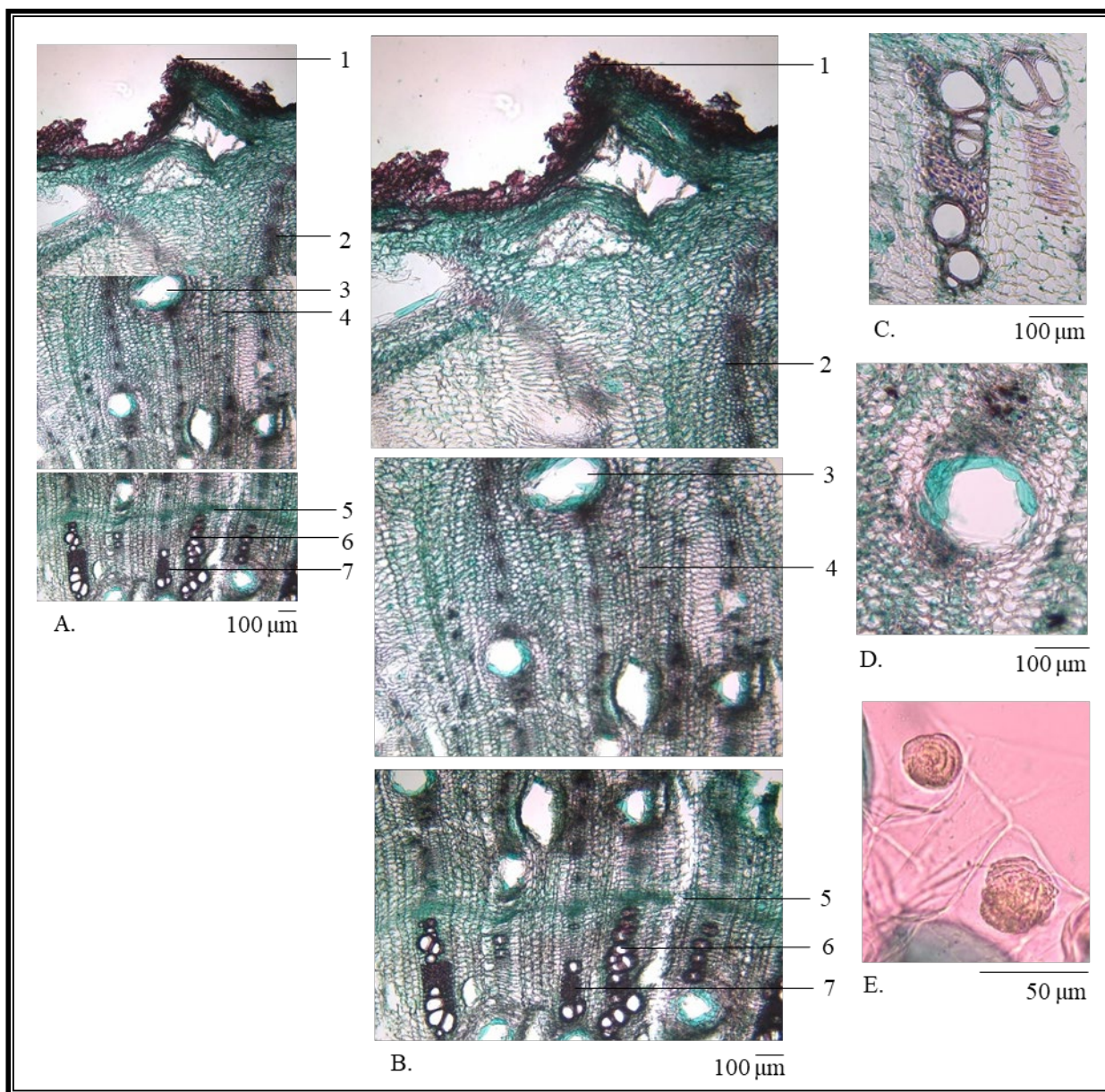


圖 2 川木香橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.維管束 D.油室 E.菊糖

1.木栓層 2.韌皮部纖維束 3.油室 4.韌皮髓線 5.形成層 6.導管 7.木質部纖維束

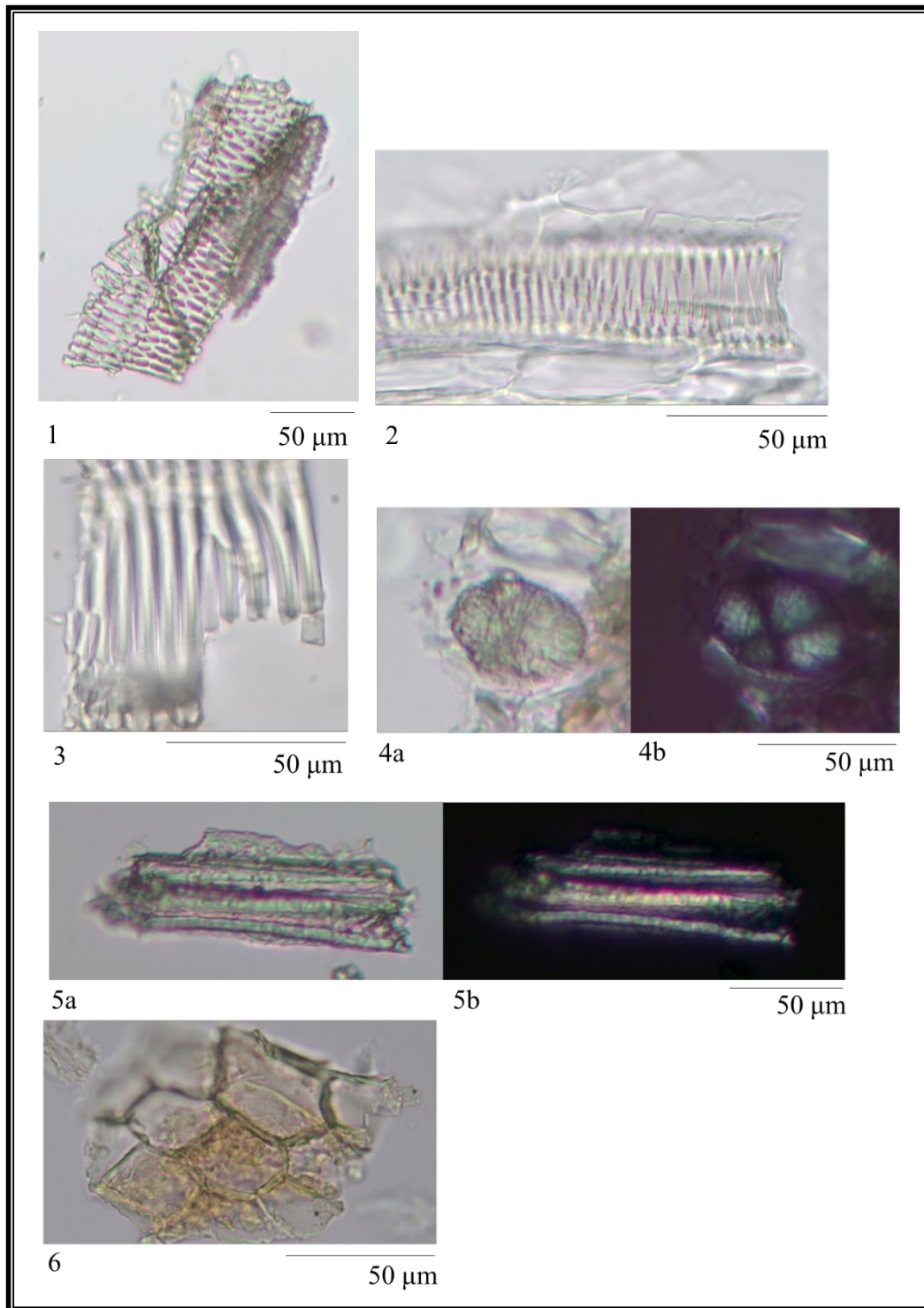


圖 3 川木香粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 有緣紋孔導管 2. 網紋導管 3. 階紋導管 4. 菊糖 5. 纖維束 6. 木栓細胞

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。29 頁。
2. 張賢哲、蔡貴花編著(2010)。中藥炮製學。台中：中國醫藥大學。165~167 頁。
3. 戴新民(1987)。現代本草中國藥材學上冊。啟業書局。675~676 頁。
4. 戴新民(1985)。中藥鑑別手冊。啟業書局。135~137 頁。
5. 肖培根等編輯(2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。108~110 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。56~57 頁。
7. 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。35 頁。
8. 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。77 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。40~41 頁。
10. 李家實主編(1993)。中藥鑑定學。貴州科技出版社。102~103 頁。

川木香 (藥材) HPLC

一、材料

購自於臺灣各地中藥店川木香藥材共 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 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (150 x 4.6 mm, 5 μ m)。

(二) UPLC 儀器及層析管柱

Waters AcQuity Ultra Performance LC, 包含 Binary Solvent Manager、Sampler Manager、PDA Detector ; 層析管柱 Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)。

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(HPLC grade)購自於 Merck。

(二) 標準品

標準品木香煙內酯(Costunolide)、去氫木香內酯(Dehydrocostus lactone), 購自於普思生物科技股份有限公司, 純度皆 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 6 份, 每份準確稱取 0.3 g, 置 50 mL 離心管中, 準確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇、50%乙醇各 40 mL, 超音波振盪處理(功率 300 W, 頻率 40 kHz) 30 分鐘, 以 No. 1 濾紙過濾, 取濾液, 搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 μ m), 即得。每針 10 μ L 注入高效能液相層析儀(HPLC), 以所測得每克重量之標準品木香煙內酯與去氫木香內酯最大波峰面積為最佳川木香萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.3 g, 置 50 mL 離心管中, 準確加入甲醇 40 mL, 超音波振盪處理(功率 300 W, 頻率 40 kHz) 30 分鐘, 以 No. 1 濾紙過濾, 取濾液移入 50 mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 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. 準確稱取標準品木香煙內酯 5.0 mg, 加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含木香煙

內酯 500 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 50 $\mu\text{g/mL}$ 製成對照標準品溶液。

2. 準確稱取標準品去氫木香內酯 5.0 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含去氫木香內酯 500 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 50 $\mu\text{g/mL}$ 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 0.3 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 40 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，以 No. 1 濾紙過濾，取濾液移入 50 mL 容量瓶中，加甲醇至刻度，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，用標準曲線分別計算溶液中木香內酯與去氫木香內酯的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取木香內酯標準品儲備溶液適量(500 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋成含木香內酯分別為 250、100、50、25、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 。
2. 準確吸取去氫木香內酯標準品儲備溶液適量(500 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋成含去氫木香內酯分別為 250、100、50、25、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

1. 以木香內酯為 50 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以木香內酯的波峰面積為指標，求出相對標準差。
2. 以去氫木香內酯為 50 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以去氫木香內酯的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售川木香粉末，依川木香檢品溶液製備方法平行製備 5 份川木香檢品溶液，進樣測定，以木香內酯與去氫木香內酯的含量(%)為指標，求出相對標準差。

2. 穩定性：取同一批市售川木香粉末，依川木香檢品溶液製備方法製備川木香檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以木香煙內酯與去氫木香內酯的波峰面積為指標，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 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

1. 取已知木香煙內酯含量的川木香藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.1 g，分別加入 1 mL 的木香煙內酯溶液(0.8 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知去氫木香內酯含量的川木香藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.1 g，分別加入 1 mL 的去氫木香內酯溶液(1.0 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十一) HPLC 分析條件

1. 層析管：Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column (150 mm x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 225 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)	甲醇(%)	水(%)
0	65	35
20	65	35

(十二) 臺灣市售川木香藥材含量測定

取 10 批市售川木香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 公式計算樣品木香煙內酯與去氫木香內酯的百分含量。

(十三) 川木香檢品之 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：UV 225 nm

3. 流速：0.4 mL/min

4. 管柱溫度：35 °C

5. 注入量：1 μL

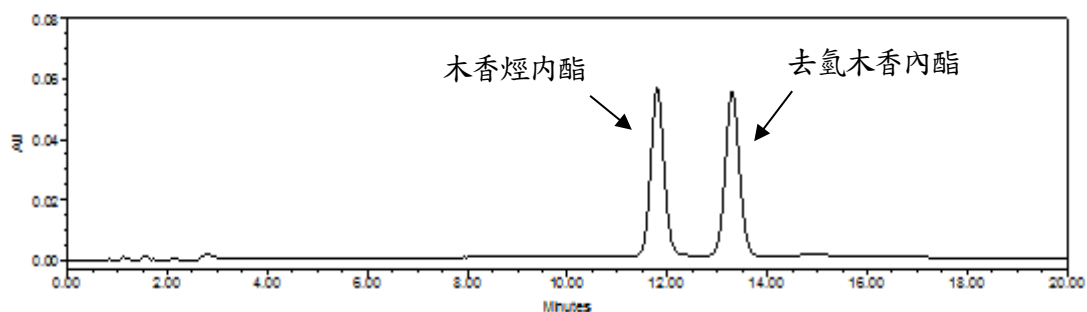
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	水(%)
0	65	35
10	65	35

五、結果

(一) 標準品木香煙內酯與去氫木香內酯之 HPLC 層析

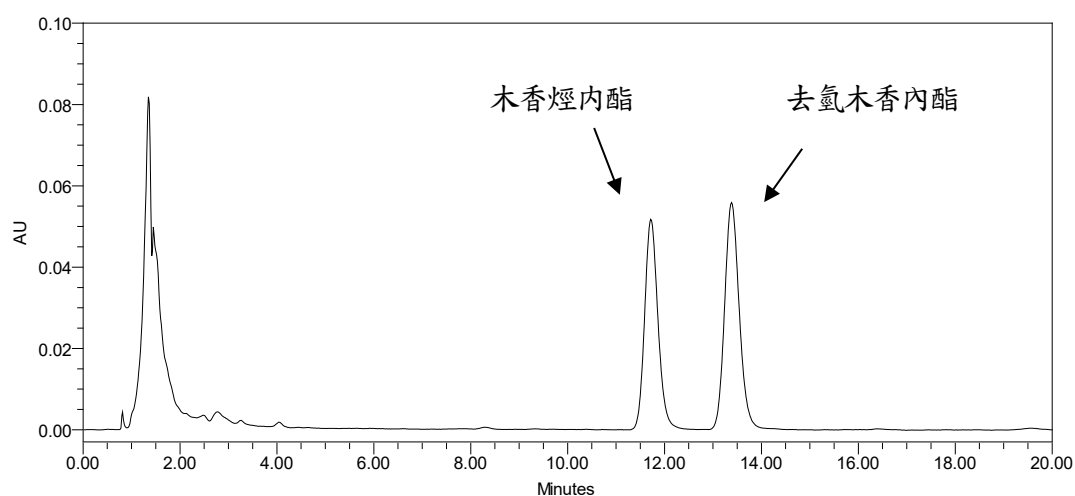
於滯留時間 11.75 與 13.26 分鐘處分別顯示木香煙內酯與去氫木香內酯標準品波峰(圖一)。



圖一、木香煙內酯與去氫木香內酯標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售川木香檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 11.71 與 13.38 分鐘處分別顯示川木香檢品中木香煙內酯與去氫木香內酯波峰(圖二)。木香煙內酯分離率(R)為 2.36，拖尾因子(T)為 1.02，去氫木香內酯分離率(R)為 3.23，拖尾因子(T)為 1.03，均在系統適用性要求內。



圖二、市售川木香檢品之 HPLC 層析圖

表一、木香煙內酯與去氫木香內酯之分離率與拖尾因子

	木香煙內酯	去氫木香內酯
分離率	2.36	3.23
拖尾因子	1.02	1.03

(三) 最佳萃取溶媒評估

以甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得木香烚內酯與去氫木香內酯的波峰面積最大，顯示甲醇為最佳萃取溶媒。

表二、不同溶媒萃取比較

溶媒	木香烚內酯 波峰面積	去氫木香內酯 波峰面積	最佳萃取
甲醇	657229	688060	√
75% 甲醇	627504	647934	
50% 甲醇	535188	525962	
乙醇	593421	628727	
75% 乙醇	590869	620603	
50% 乙醇	587895	617449	

(四) 最佳萃取次數評估

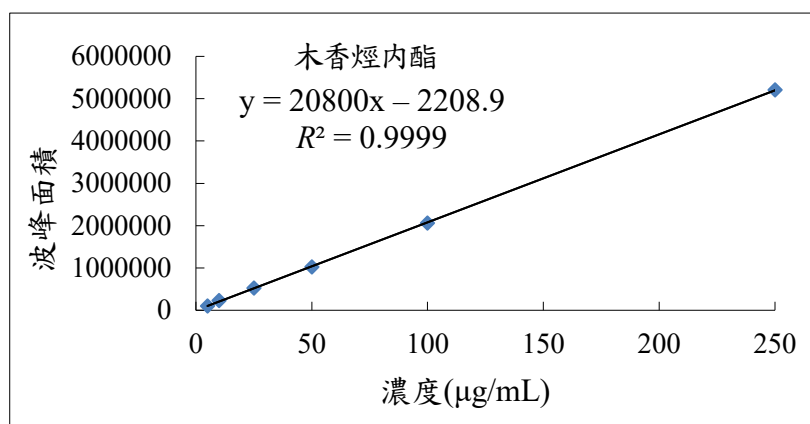
結果顯示萃取 1 次基本上已將木香烚內酯與去氫木香內酯萃取完全(萃取率大於 98%)。

表三、川木香檢品萃取次數評估

甲醇萃取次數	木香烚內酯 波峰面積	去氫木香內酯 波峰面積
第 1 次	633084	668859
第 2 次	11471	12497
第 3 次	N.D.	N.D.

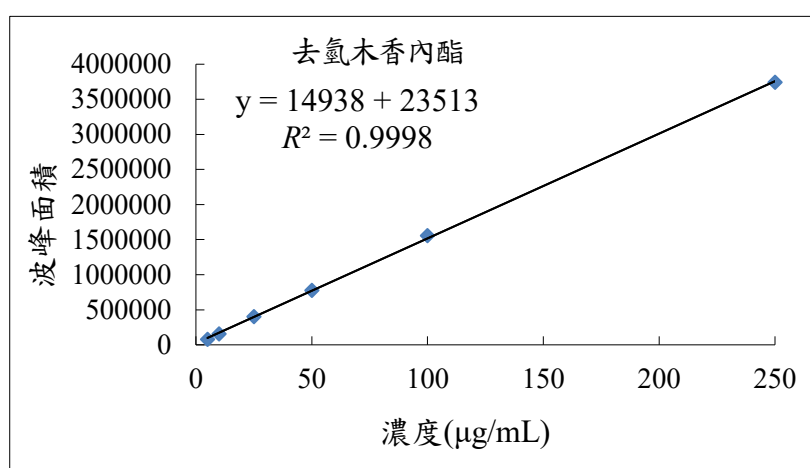
(五) 標準品木香烚內酯與去氫木香內酯檢量線

1. 經不同濃度木香烚內酯(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 $y = 20800x - 2208.9$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 5.0–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、木香堙內酯之檢量線圖

2. 經不同濃度去氫木香內酯 (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 $y = 14938x + 23513$ ， $R^2 = 0.9998$ ，顯示濃度在 5.0–250 µg/mL 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、去氫木香內酯之檢量線圖

表四、木香堙內酯與去氫木香內酯之檢量線方程式

對照標準品	濃度(µg/mL)	線性回歸方程式	R^2
木香堙內酯	5.0–250	$y = 20800x - 2208.9$	0.9999
去氫木香內酯	5.0–250	$y = 14938x + 23513$	0.9998

(六) 精密度試驗

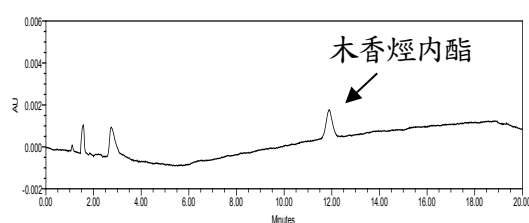
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，木香堙內酯與去氫木香內酯精密度之相對標準差分別為 0.22%與 0.96%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

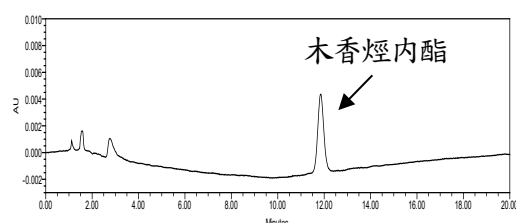
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，木香烚內酯與去氫木香內酯重複性之相對標準差分別為 1.70%與 1.95%，均在系統適用性要求內。木香烚內酯與去氫木香內酯在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準分別為 1.46%與 2.03%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

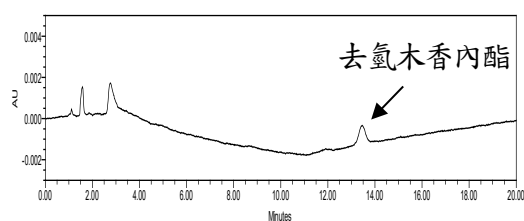
木香烚內酯偵測極限為 1.0 µg/mL(圖五)，定量極限為 5.0 µg/mL(圖六)。
去氫木香內酯偵測極限為 1.0 µg/mL(圖七)，定量極限為 5.0 µg/mL(圖八)。



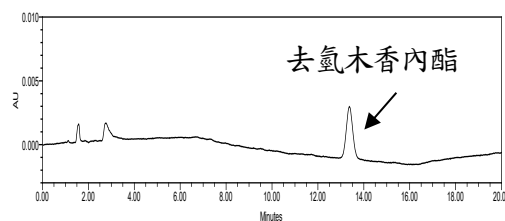
圖五、木香烚內酯之偵測極限層析圖



圖六、木香烚內酯之定量極限層析圖



圖七、去氫木香內酯之偵測極限層析圖



圖八、去氫木香內酯之定量極限層析圖

表五、各項檢驗分析

檢測項目	木香烚內酯		去氫木香內酯	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	50 µg/mL	0.22	50 µg/mL	0.96
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.1)	1.70	檢品溶液(No.1)	1.95
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.1)	1.46	檢品溶液(No.1)	2.03
偵測極限 (n=3)	1.0 µg/mL	-	1.0 µg/mL	-
定量極限 (n=3)	5.0 µg/mL	-	5.0 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

木香烚內酯平均添加回收率為 96.7%，相對標準偏差為 2.64% (表六)。去氫木香內酯平均添加回收率為 98.60%，相對標準偏差為 0.56% (表七)。

表六、木香烚內酯添加回收率

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	0.1	0.7815	0.8	1.5293	93.48	96.70	2.64
2	0.1	0.7815	0.8	1.5665	98.13		
3	0.1	0.7815	0.8	1.5744	99.11		
4	0.1	0.7815	0.8	1.5682	98.34		
5	0.1	0.7815	0.8	1.5369	94.43		

表七、去氫木香內酯添加回收率

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	0.1	1.0194	1.0	2.0085	98.91	98.60	0.56
2	0.1	1.0194	1.0	2.0106	99.12		
3	0.1	1.0194	1.0	2.0073	98.79		
4	0.1	1.0194	1.0	2.0041	98.47		
5	0.1	1.0194	1.0	1.9964	97.70		

(十) 臺灣市售川木香含量測定

10 批川木香藥材之含量測定結果(乾燥品)如表八所示，木香烚內酯的含量為 0.603–1.289%，去氫木香內酯的含量為 0.855–1.195%，木香烚內酯與去氫木香內酯的總量為 1.464–2.513%，建議川木香藥材指標成分木香烚內酯與去氫木香內酯的總量不得少於 1.30%。理論板數按木香烚內酯波峰計算應不低於 6000 (實際值為 9600)，理論板數按去氫木香內酯波峰計算應不低於 6000 (實際值為 10000)。

表八、臺灣市售川木香檢品之木香烚內酯與去氫木香內酯的含量

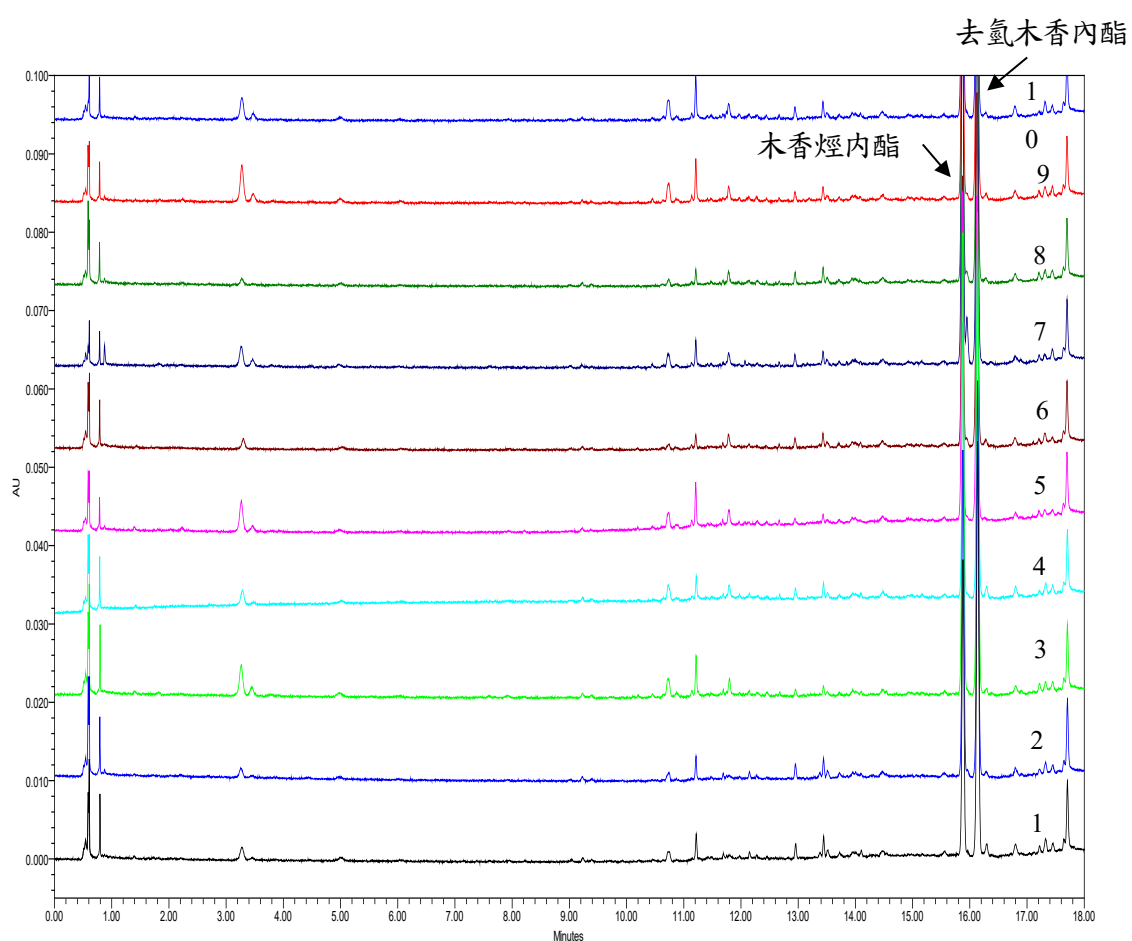
藥材編號 (No.)	木香烚內酯 含量(%)	去氫木香內酯 含量(%)	木香烚內酯與去氫木香內酯 總量(%)
1 (NF)	0.785	1.126	1.911
2 (ND)	1.289	1.195	2.484
3 (NN)	0.611	1.035	1.646
4 (NR)	0.661	1.016	1.677
5 (CA-1)	0.638	1.185	1.823
6 (CA-2)	0.619	0.957	1.576
7 (SA)	1.127	1.386	2.513
8 (SE)	0.603	0.961	1.564
9 (SG)	0.609	0.855	1.464
10 (SR)	0.634	0.973	1.607
平均值±S.D.	0.758±0.246	1.069±0.155	1.827±0.401

(十一) 川木香藥材之 UPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售川木香檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 UPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Thermo Synchronis C18 Column (100 mm x 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：UV 225 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1.0 μ L
6. 移動相：

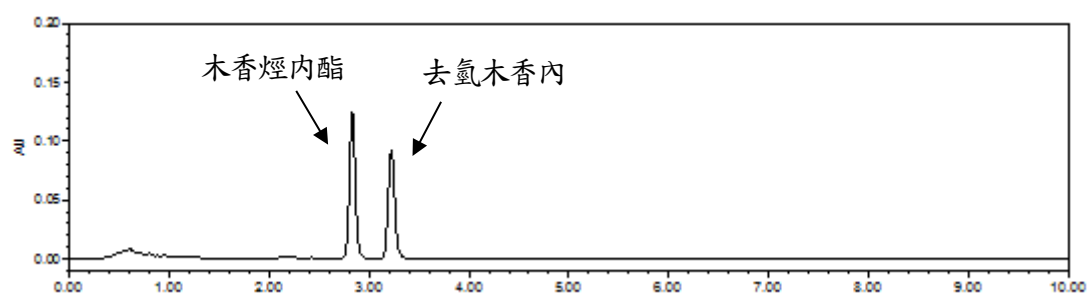
時間(min)	乙腈(%)	0.05%磷酸(v/v, %)
0	10	90
5	10	90
10	23	77
12	40	60
14	60	40
16	65	35
17	80	20
18	90	10



圖九、10 批川木香藥材之 UPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品木香煙內酯與去氫木香內酯之 UPLC 層析

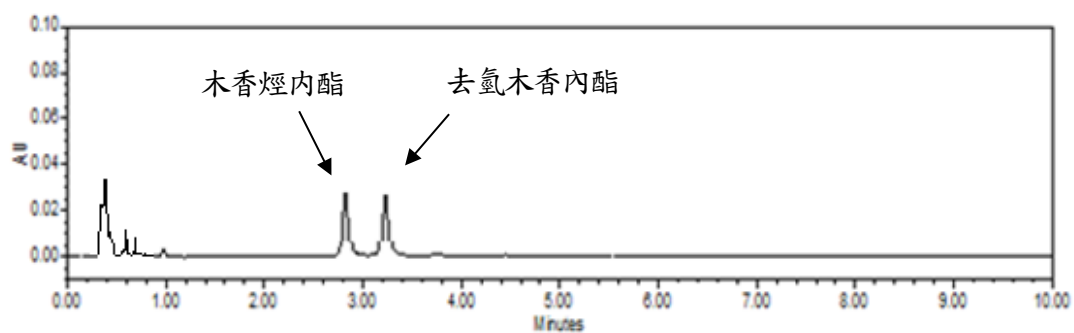
於滯留時間 2.82 與 3.22 分鐘處分別顯示木香煙內酯與去氫木香內酯標準品的波峰(圖十)。



圖十、木香煙內酯與去氫木香內酯標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售川木香檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.81 與 3.22 分鐘處分別顯示川木香檢品中木香煙內酯與去氫木香內酯(圖十一)。

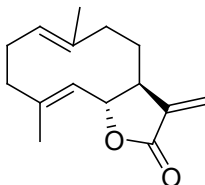


圖十一、市售川木香檢品之 UPLC 層析圖

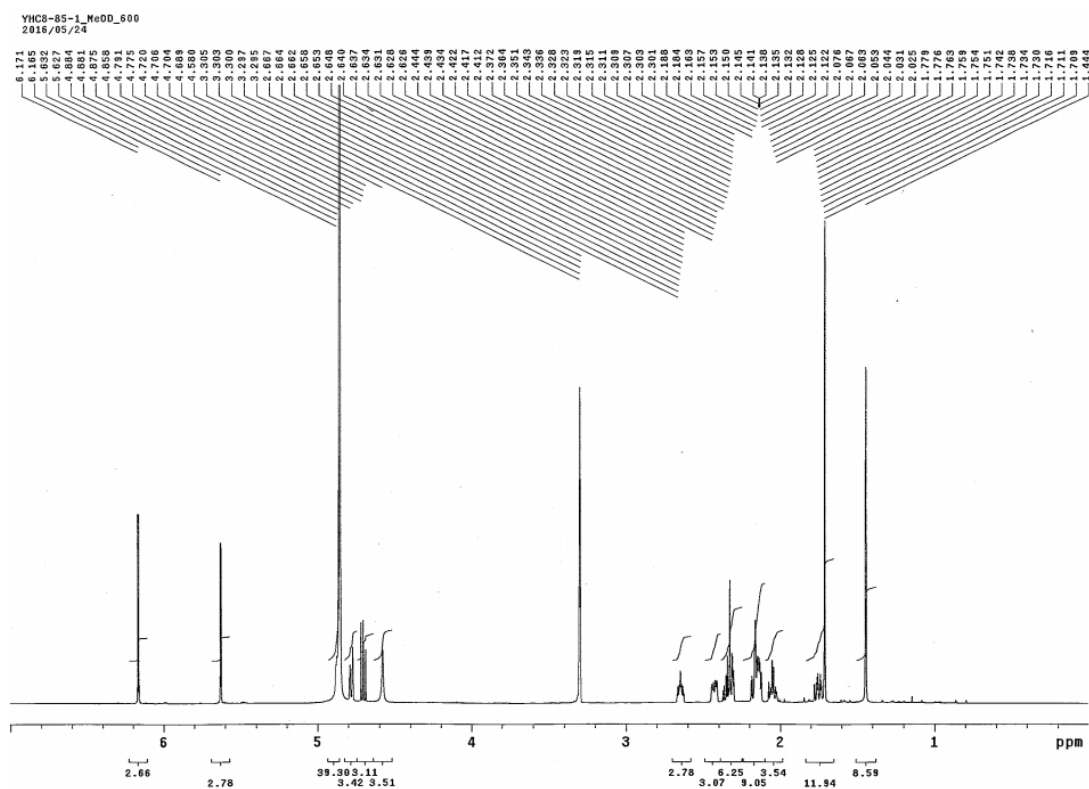
(十四) 木香堙内酯的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{20}O_2$ ；分子量：232.31；熔點：105–107 °C；白色粉末。

(十五) 木香堙内酯的結構

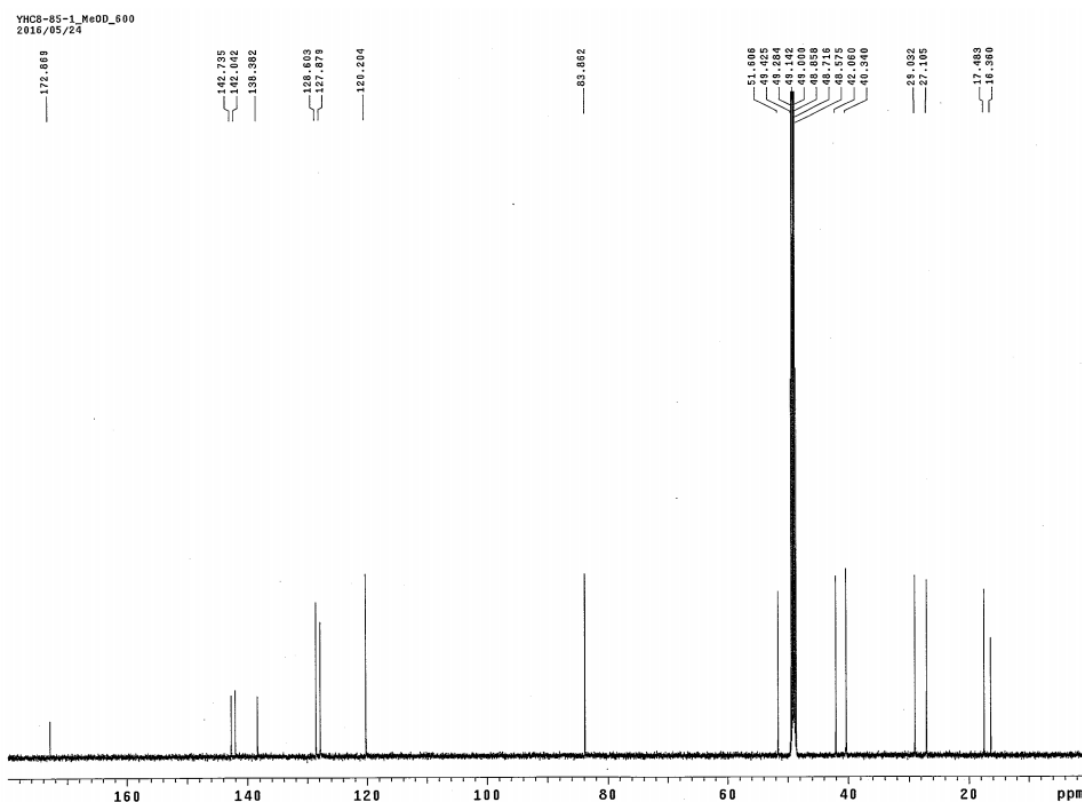


(十六) 木香堙内酯的 1H NMR 圖譜



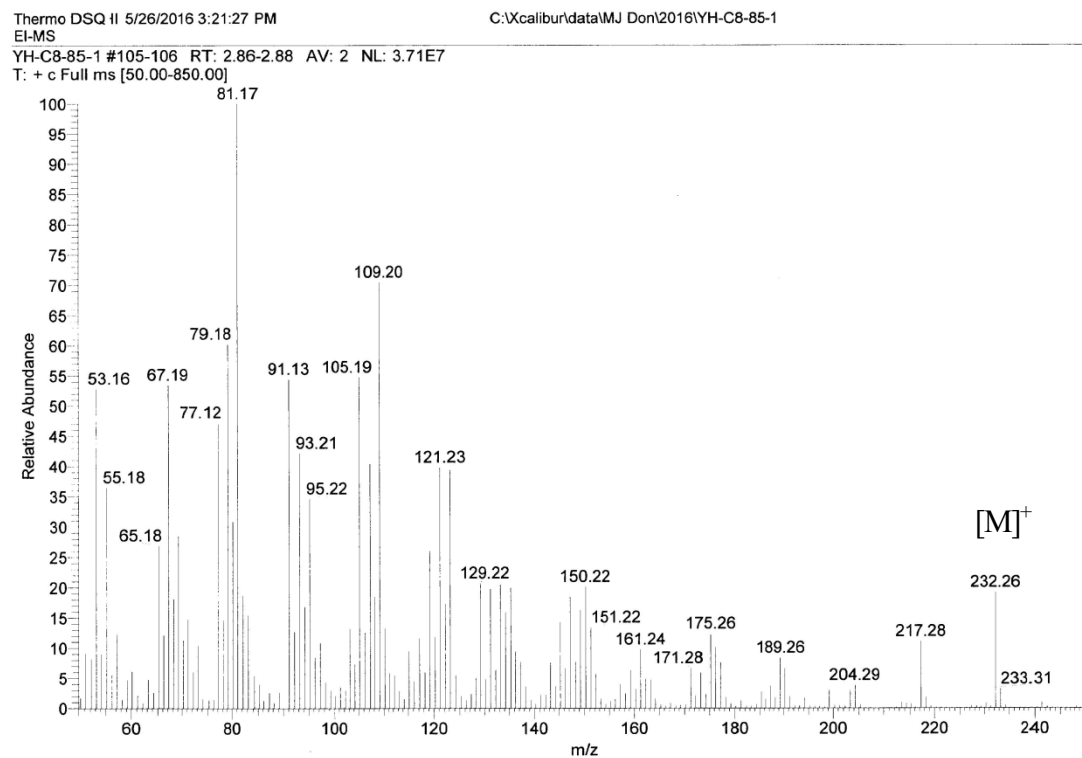
圖十二、木香堙内酯的 1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七) 木香堇内酯的 ^{13}C NMR 圖譜



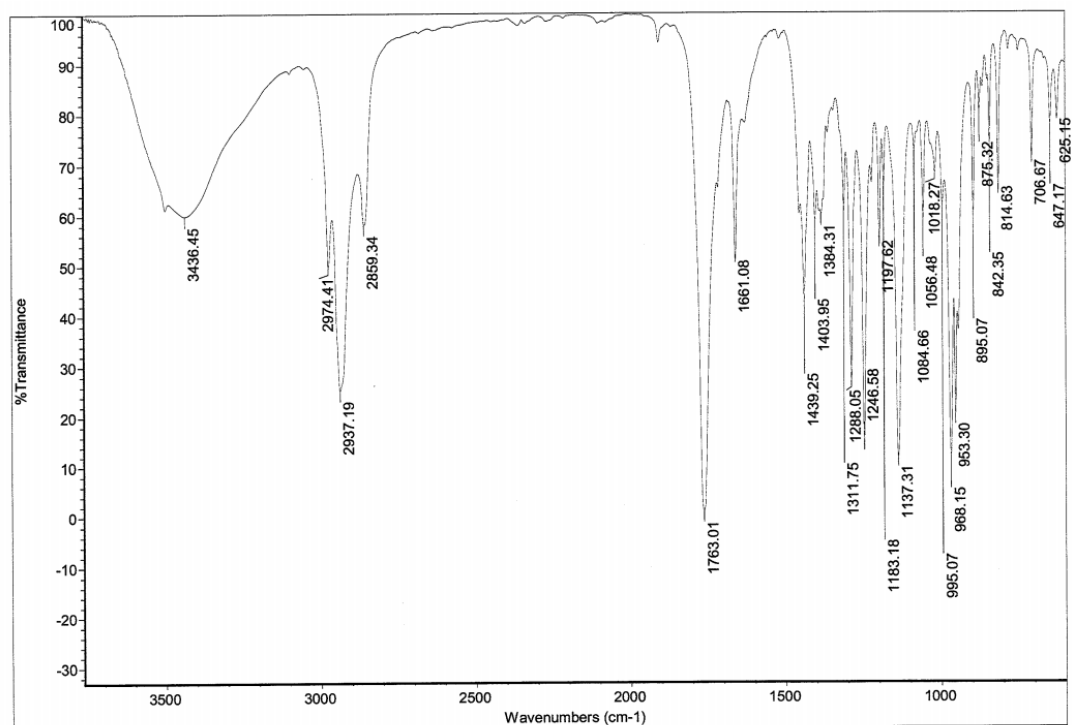
圖十三、木香堇内酯的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 木香堇内酯的 EI-MS 圖譜



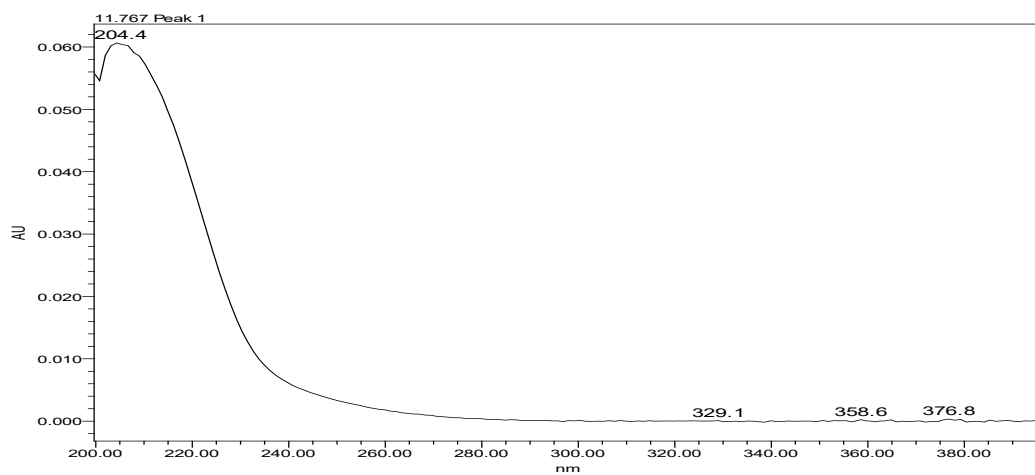
圖十四、木香堇内酯的 EI-MS 圖譜

(十九) 木香堙内酯的 FTIR 圖譜



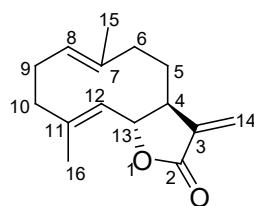
圖十五、木香堙内酯的 FTIR 圖譜

(二十) 木香堙内酯的 UV 圖譜



圖十六、木香堙内酯的 UV 圖譜

(二十一) 木香堙内酯的氫、碳化學位移



木香堙内酯

表九、木香堙内酯的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

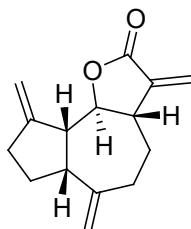
position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	172.9
3	-	142.0
4	2.63–2.67 (m)	51.6
5	1.73–1.78 (m), 2.12–2.16 (m)	29.0
6	2.03–2.08 (m), 2.30–2.34 (m)	40.3
7	-	142.7
8	4.78 (d, 10.2)	128.6
9	2.12–2.16 (m), 2.32–2.37 (m)	27.1
10	2.14–2.19 (m), 2.41–2.44 (m)	42.1
11	-	138.4
12	4.86 (s)	127.9
13	4.58 (br s)	83.9
14	5.63 (d, 3.6), 6.17 (d, 3.6)	120.2
15	1.71 (s)	17.5
16	1.44(s)	16.4

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

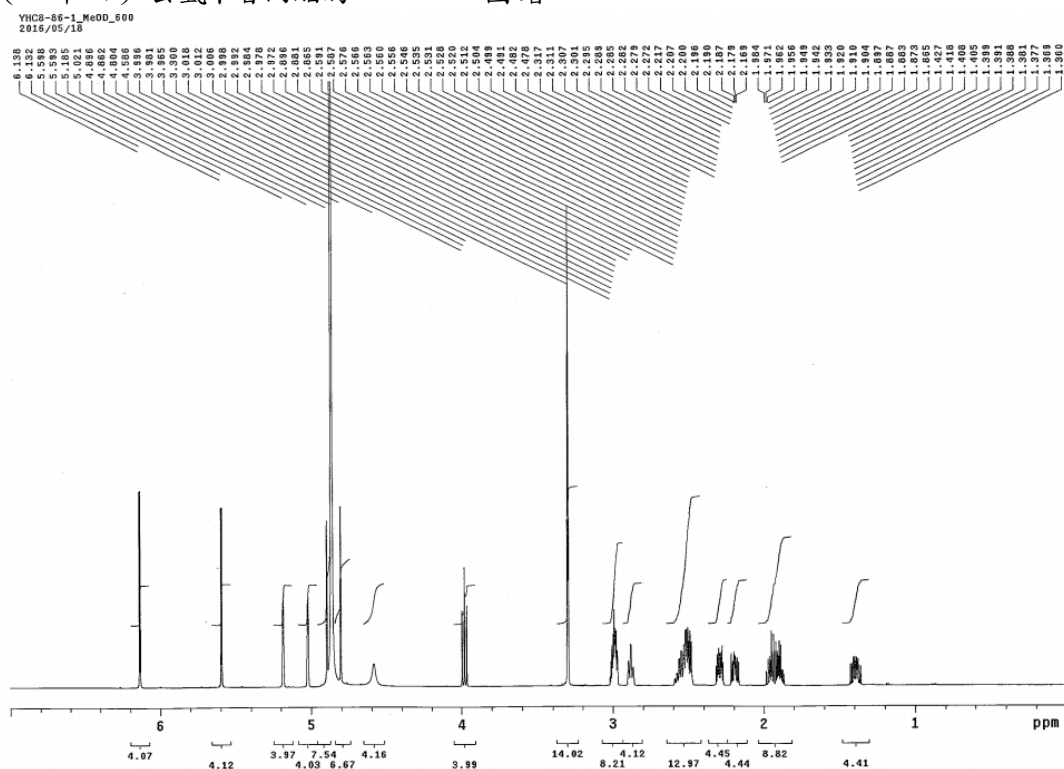
(二十二) 去氫木香內酯的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{18}O_2$ ；分子量：230.30；熔點：55–57 °C；白色晶體粉末。

(二十三) 去氫木香內酯的結構

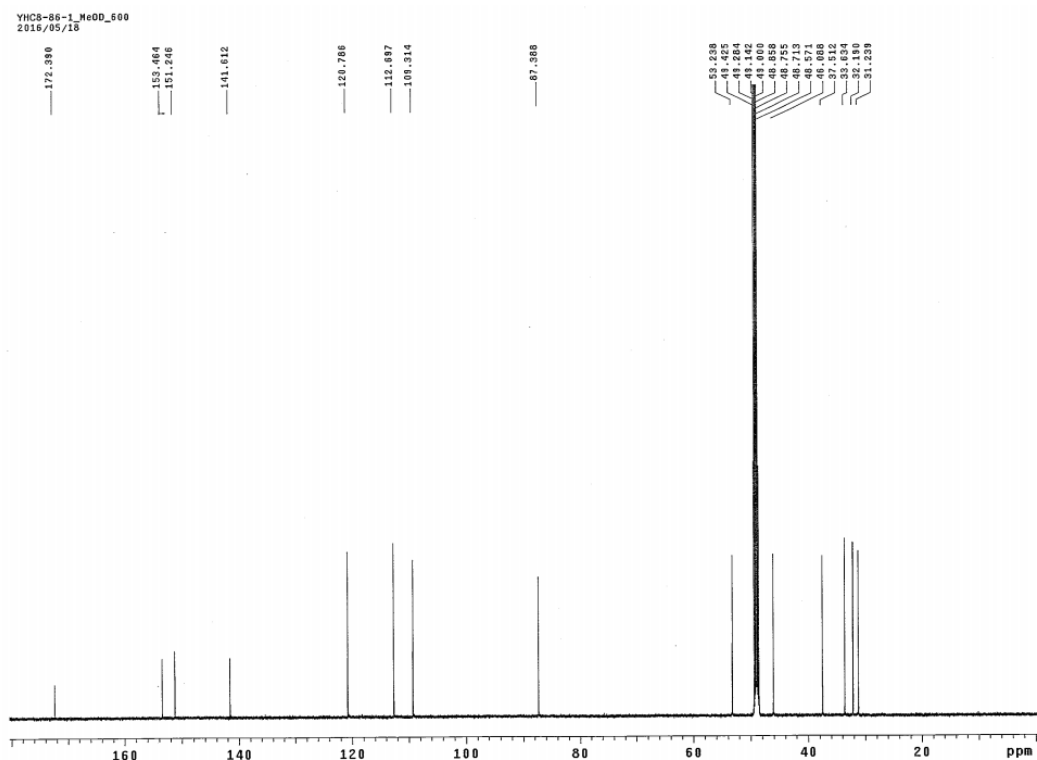


(二十四) 去氫木香內酯的 1H NMR 圖譜



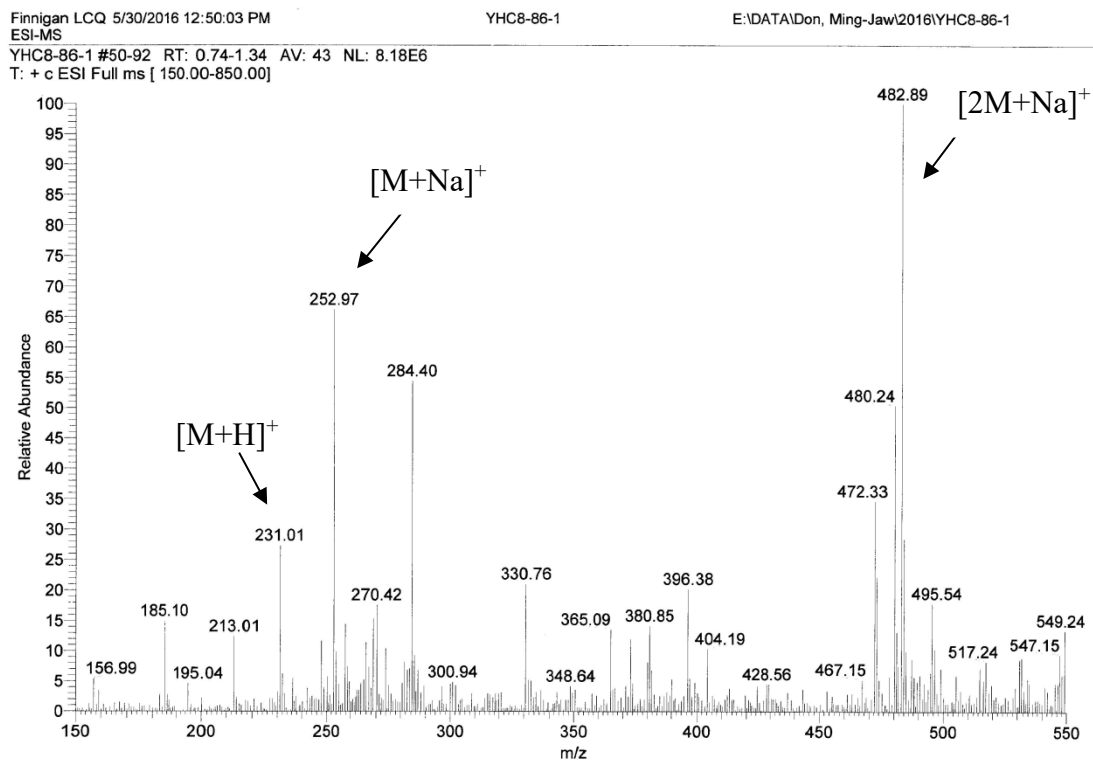
圖十七、去氫木香內酯的 1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(二十五) 去氫木香內酯的 ^{13}C NMR 圖譜



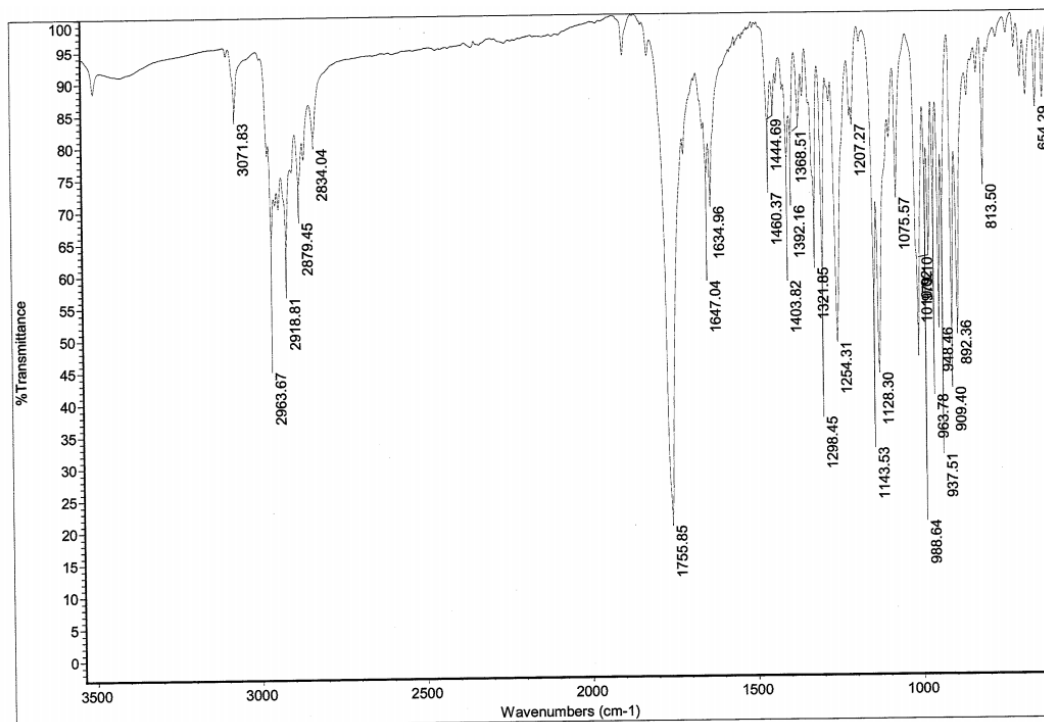
圖十八、去氫木香內酯的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(二十六) 去氫木香內酯的 ESI-MS 圖譜



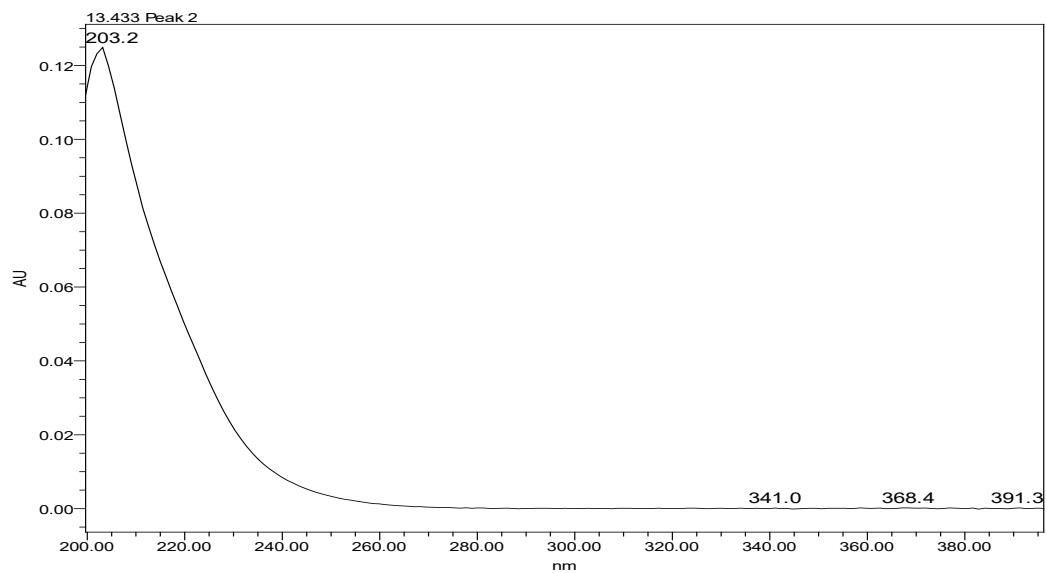
圖十九、去氫木香內酯的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 去氫木香內酯的 FTIR 圖譜



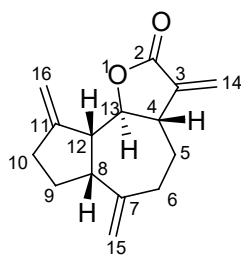
圖二十、去氫木香內酯的 FTIR 圖譜

(二十八) 去氫木香內酯的 UV 圖譜



圖二十一、去氫木香內酯的 UV 圖譜

(二十九) 去氫木香內酯的氫、碳化學位移



去氫木香內酯

表十、去氫木香內酯的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	172.4
3	-	141.6
4	2.97–3.02 (m)	46.1
5	1.36–1.43 (m), 2.27–2.32 (m)	32.2
6	1.36–1.43 (m), 2.27–2.32 (m)	37.5
7	-	151.2
8	2.97–3.02 (m)	48.8
9	1.87–1.92 (m), 1.93–1.98 (m)	31.2
10	2.48–2.59 (m)	33.6
11	-	153.5
12	2.88 (t, 9.0)	53.2
13	3.98 (t, 9.0)	87.4
14	5.59 (d, 3.6), 6.14 (d, 3.6)	120.8
15	5.02 (d, 3.6), 5.18 (d, 3.6)	112.7
16	4.81 (d, 6.6), 4.89 (d, 6.6)	109.3

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

川木香(藥材+飲片)TLC

中文名：川木香

生藥拉丁名：VLADIMIRIAE RADIX

英文名：Common Vladimiria Root

基 原：本品為菊科 Compositae 植物川木香 *Dolomiaea souliei* (Franch.) Ling 或灰毛川木香 *Dolomiaea souliei* (Franch.) Ling var. *cinerea* Ling 之乾燥根。

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 3.0 g，置離心管中，加乙醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，離心 10 分鐘，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 2.0 g，加乙醚 20 mL，超音波處理 20 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加甲醇 10 mL 使之溶解，作為檢品溶液。

【萃取方法 3】(自行開發)✓

——取本品粉末 1.0 g，置離心管中，加乙醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，離心 10 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。

(二) 對照標準品溶液 取木香烴內酯 (Costunolide) 及去氫木香內酯 (Dehydrocostus lactone)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】(臺灣中藥典第三版 2018)

——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (15：5：1)

【展開劑 2】(臺灣中藥典第二版 2013；中華人民共和國藥典 2015)✓

——甲苯：乙酸乙酯 (19：1)

(五) 展開槽 10 cm × 10 cm、20 cm × 10 cm

(六) 展 開 展開槽預先平衡 15 分鐘，上行展開，展開距離 8 cm。

(七) 顯色&檢視 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，於可見光照射下檢視。

二、萃法選擇及濃度測試

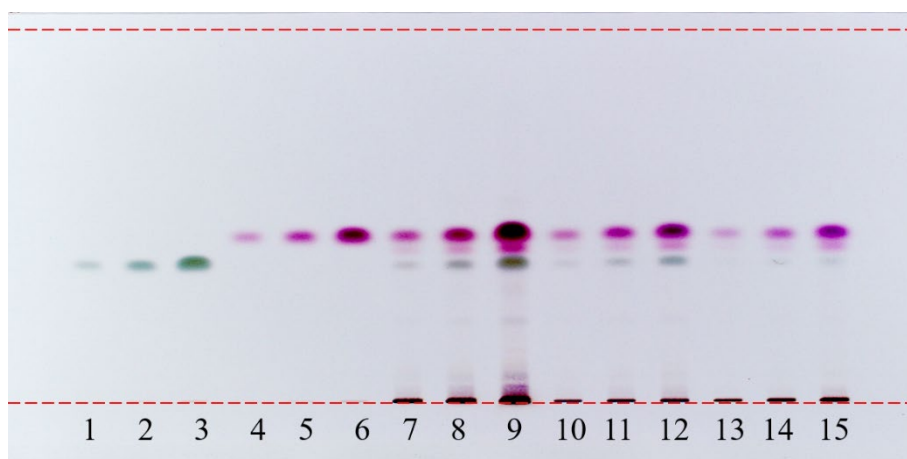
實驗日期：109/05/05

相對溼度(RH)：65%

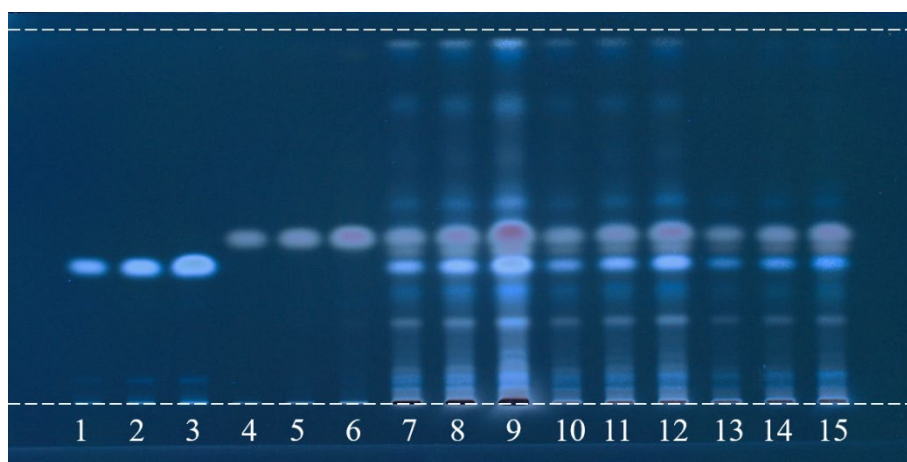
溫度(RT)：26.3 °C

【展開劑 2】 (臺灣中藥典第二版 2013；中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：
乙酸乙酯 (19：1)

—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	木香煙內酯(1.0 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	去氫木香內酯(1.0 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 3【萃取方法 1】	1, 2, 5 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 3【萃取方法 2】	1, 2, 5 μ L
13, 14, 15	檢品溶液 3【萃取方法 3】	1, 2, 5 μ L

建議萃法：3 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出木香煙內酯與去氫木香內酯，由於取樣較少及可明顯分辨，且較便利，故採用【萃取方法 3】。

建議點注量：木香煙內酯標準品溶液 1 μ L，去氫木香內酯標準品溶液 1 μ L，檢品溶液【萃取方法 3】 2 μ L。

三、溶媒系統選擇

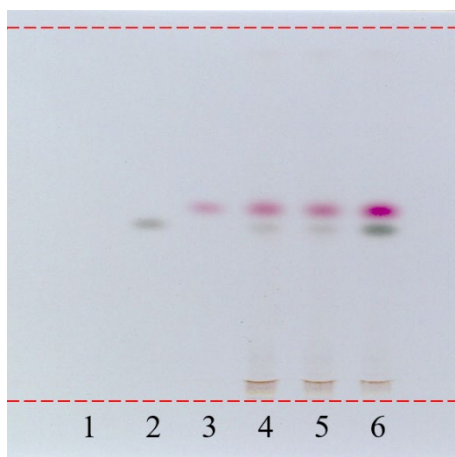
實驗日期：109/05/05

相對溼度(RH)：65%

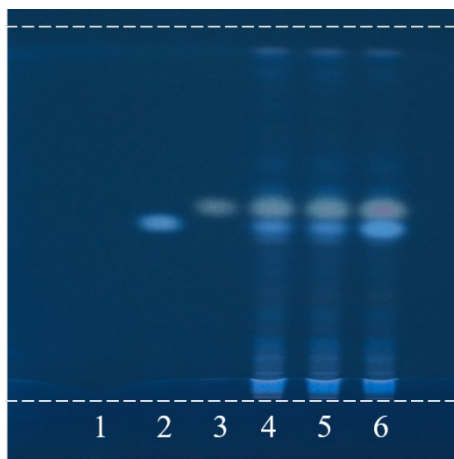
溫度(RT)：26.3 °C

【展開劑 1】【展開劑 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (15：5：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出(木香煙內酯 R_f 值為 0.47，去氫木香內酯 R_f 值為 0.51)

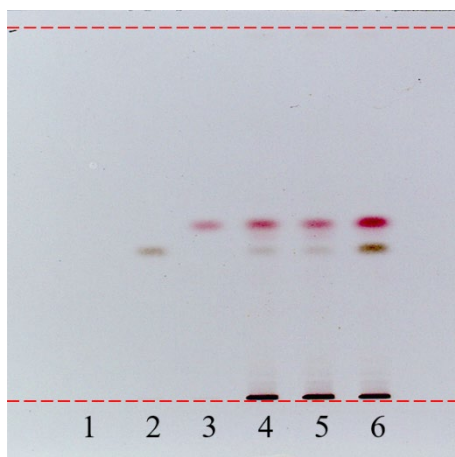


【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(木香煙內酯 R_f 值為 0.47，去氫木香內酯 R_f 值為 0.51)

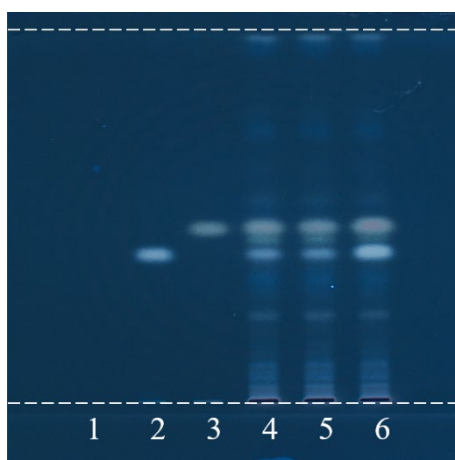


【展開劑 2】（臺灣中藥典第二版 2013；中華人民共和國藥典 2015）——甲苯：
乙酸乙酯（19：1）

【萃取方法 3】（自行開發）——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出（木香煙
內酯 R_f 值為 0.37，去氫木香內酯 R_f 值為 0.44）



【萃取方法 3】（自行開發）——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢
出（木香煙內酯 R_f 值為 0.37，去氫木香內酯 R_f 值為 0.44）



1：Blank

2：木香煙內酯

3：去氫木香內酯

4，5：檢品溶液 3

6：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 3】方式及【展開劑 2】展開條件下，由於分離效
果較佳且斑點較多，故採用臺灣中藥典第二版 2013 之【展開劑 2】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：109/05/05

相對溼度(RH)：65%

溫度(RT)：26.3 °C

【展開劑 2】(臺灣中藥典第二版 2013；中華人民共和國藥典 2015) —— 甲苯：

乙酸乙酯 (19：1)

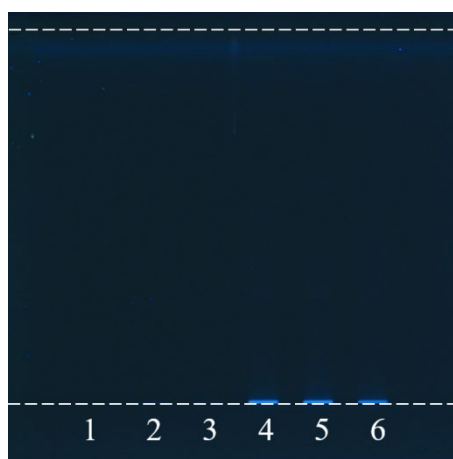
【萃取方法 3】(自行開發) —HPTLC

可見光檢出



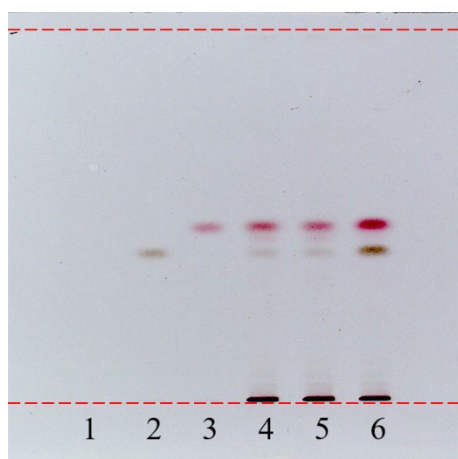
【萃取方法 3】(自行開發) —HPTLC

紫外光(365 nm)檢出



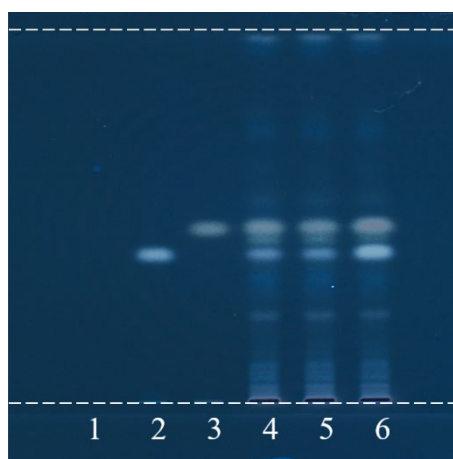
【萃取方法 3】(自行開發) —HPTLC

10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出✓



【萃取方法 3】(自行開發) —

HPTLC10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出✓



1：Blank

3：去氫木香內酯

6：Spike

2：木香煙內酯

4，5：檢品溶液 43

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

五、十批川木香樣品檢測

實驗日期：109/05/07

相對溼度(RH)：54%

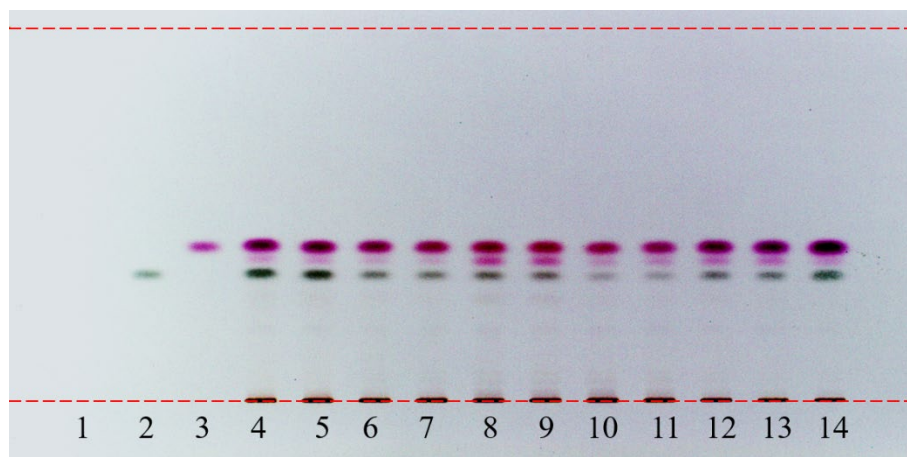
溫度(RT)：25.4 °C

【展開劑 2】(臺灣中藥典第二版 2013；中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：

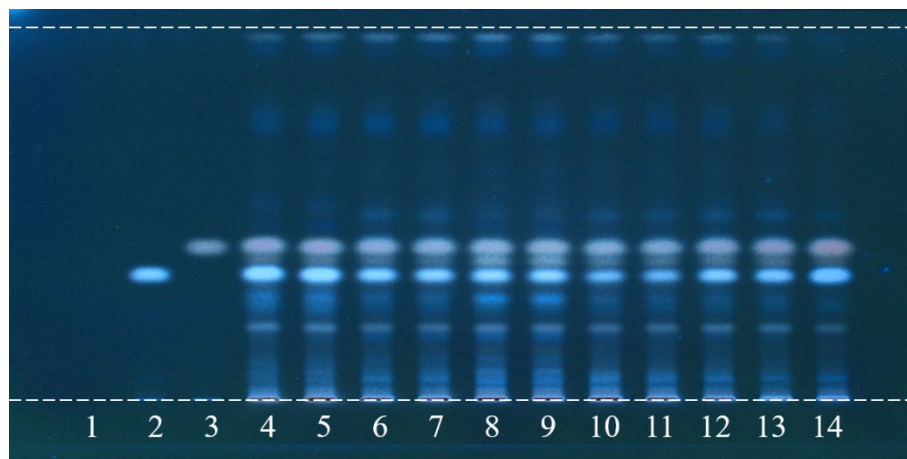
乙酸乙酯 (19：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色

(1) 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



(2) 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出

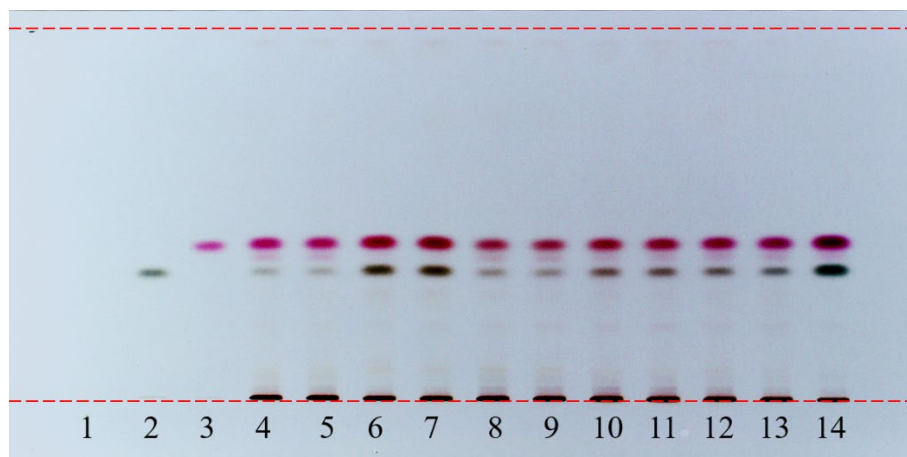


1	Blank	8, 9	檢品溶液 3 (NN)
2	木香煙內酯(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 4 (NR)
3	去氫木香內酯(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 5 (CA1)
4, 5	檢品溶液 1 (NF)	14	Spike (檢品溶液 3)
6, 7	檢品溶液 2 (ND)		

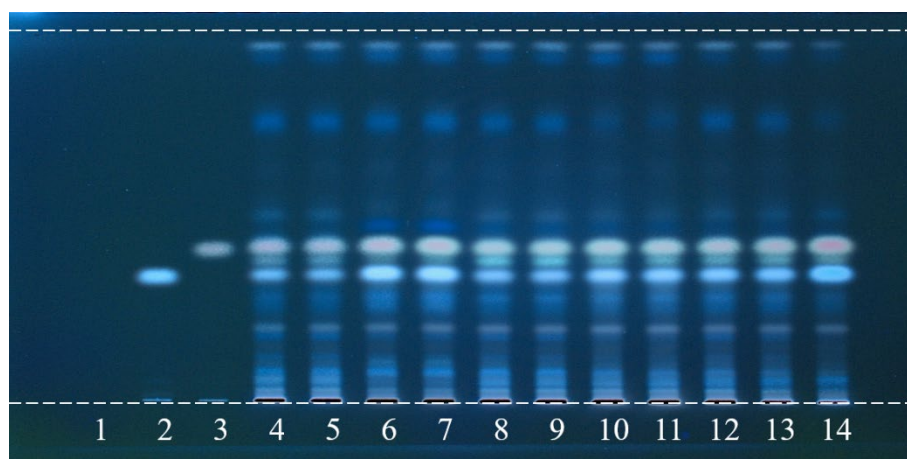
【展開劑 2】(臺灣中藥典第二版 2013；中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：
乙酸乙酯 (19：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色

(1) 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



(2) 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	8, 9	檢品溶液 8 (SE)
2	木香煙內酯(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 9 (SG)
3	去氫木香內酯(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 10 (SR)
4, 5	檢品溶液 6 (CA2)	14	Spike (檢品溶液 3)
6, 7	檢品溶液 7 (SA)		

結論與建議：以自行開發之【萃取方法 3】方式，以修飾臺灣中藥典第二版 2013 之【展開劑 2】分離與檢出木香煙內酯、去氫木香內酯較佳，以 10%硫酸/乙醇顯色後於可見光及紫外光(365 nm)下檢視較佳。

六、十批川木香飲片樣品檢測

實驗日期：109/05/07

相對溼度(RH)：54%

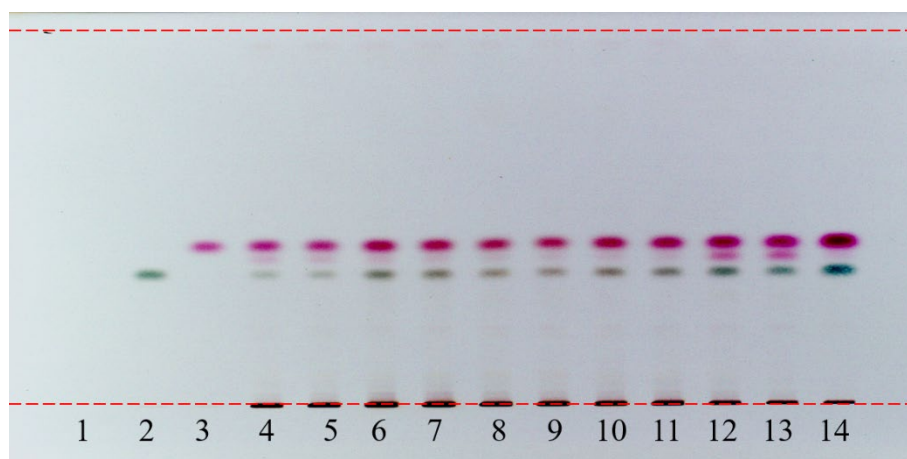
溫度(RT)：25.4 °C

【展開劑 2】(臺灣中藥典第二版 2013；中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：

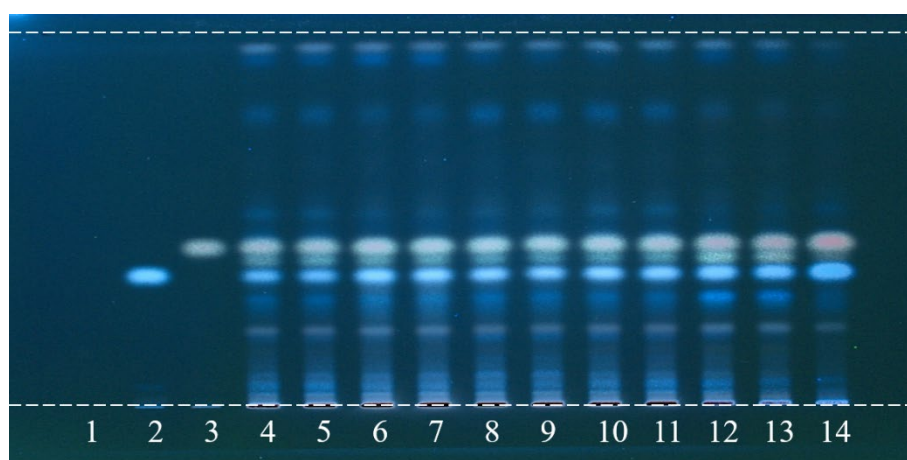
乙酸乙酯 (19：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色

(1) 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



(2) 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出

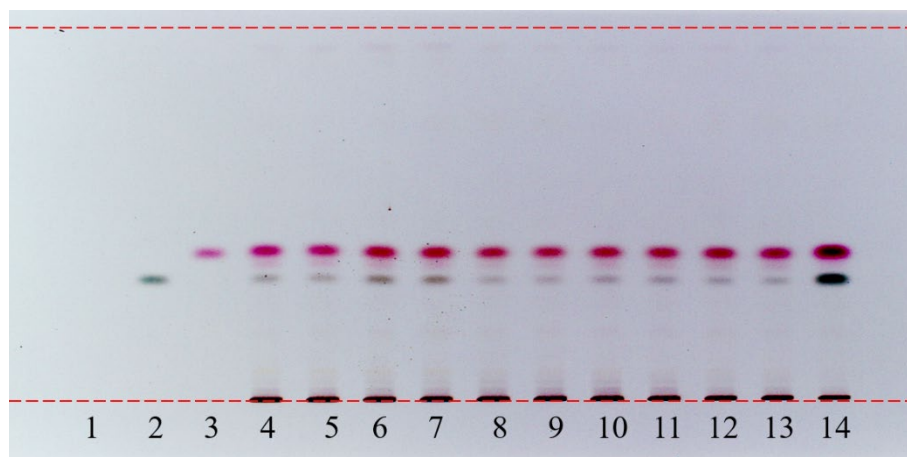


1	Blank	8, 9	檢品溶液 3 (NR)
2	木香煙內酯(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 4 (CA1)
3	去氫木香內酯(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 5 (CA2)
4, 5	檢品溶液 1 (NF)	14	Spike (檢品溶液 3)
6, 7	檢品溶液 2 (NJ)		

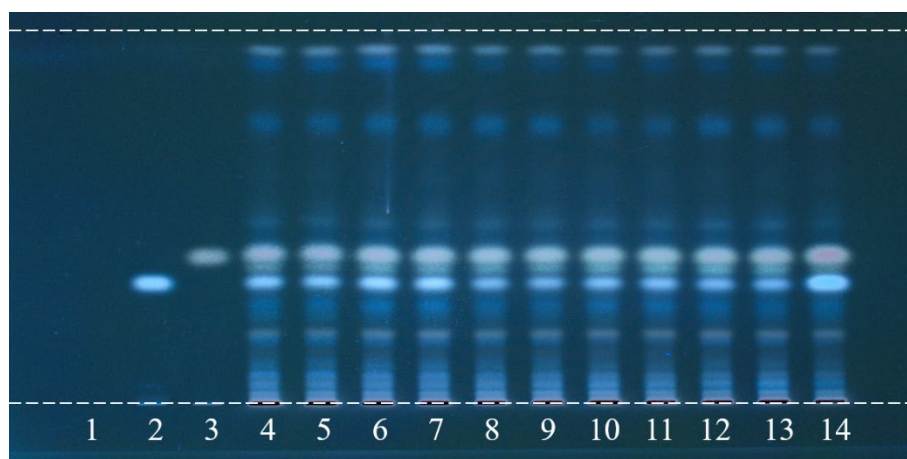
【展開劑 2】(臺灣中藥典第二版 2013；中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：
乙酸乙酯 (19：1)

【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色

(1) 10%硫酸/乙醇顯色後可見光檢出



(2) 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	8，9	檢品溶液 8 (SJ)
2	木香煙內酯(1.0 mg/mL)	10，11	檢品溶液 9 (SU1)
3	去氫木香內酯(1.0 mg/mL)	12，13	檢品溶液 10 (SU2)
4，5	檢品溶液 6 (SC)	14	Spike (檢品溶液 3)
6，7	檢品溶液 7 (SE)		

結論與建議：飲片鑑別同藥材。