

木香

AUCKLANDIAE RADIX

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
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
木香 (飲片) HPLC	28
一、材料.....	28
二、儀器及層析管柱.....	28
三、實驗藥品及試劑來源.....	28
四、方法.....	28
五、結果.....	31
木香 (藥材+飲片) TLC	37
一、方法.....	37
二、萃法選擇及濃度測試.....	38
三、溶媒系統選擇.....	39
四、觀察方式選擇.....	42
五、十批木香樣品檢測.....	43
六、十批木香飲片樣品檢測.....	45

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木香的乾燥根。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：木香

生藥名：AUCKLANDIAE RADIX

英文名：Costus Root

基原：本品為菊科 Compositae 植物木香 *Aucklandia lappa* Decne. 之乾燥根。

採收加工：栽培 2~3 年於秋、冬季採挖，除去莖葉泥砂及鬚根，切段，或縱剖成瓣，乾燥後撞去粗皮。

藥材性狀：本品藥材呈圓柱形或半圓柱形，有時有分支，常加工成 5~15 cm 小段，直徑 0.5~5.5 cm。表面黃棕色或灰褐色，有明顯的縱溝、側根痕或細長側根，有的可見網狀紋理。質堅硬而重，斷面較平坦。氣芳香濃郁而特異，味先甜後苦。

飲片性狀：本品飲片呈類圓形或不規則厚片狀，切面淡灰黃色，皮部厚約佔根半徑的 1/3，形成層環暗棕色，髓部時有裂隙，皮部及木質部有多數大的棕黃色油點（油室）散在，老根木質部中心朽蝕成空洞。

生長分佈：多年生高大草本，喜冷涼濕潤氣候，耐寒、耐旱，怕高溫和強光。生於海拔 2,500~4,000 公尺以上的高山地區。原產於印度，現於四川、雲南、西藏等地皆有栽種。花期 5~8 月，果期 9~10 月。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 木栓層為數列細胞，其外時有殘存栓皮層。
2. 韌皮部較寬厚，韌皮射線明顯，纖維束無或稀疏散在。
3. 形成層斷續成環。
4. 木質部導管束徑向分叉排列，導管單個散在或數個相連。
5. 木纖維少數，多分布在導管間近形成層處及中心部
6. 油室散在韌皮部及木髓線中，呈圓形或橢圓形，常貯有黃色分泌物。
7. 薄壁細胞充滿菊糖。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末棕色。
2. 導管多為網紋導管及有緣孔紋導管。

3. 纖維可見，多呈長梭形，壁厚，紋孔橫裂縫狀、十字形或人字形。偏光顯微鏡下呈亮白色至多彩色。
4. 菊糖碎塊多，呈不規則團塊狀。偏光顯微鏡下呈青白色。
5. 淡黃色油室碎片偶可察見。
6. 木栓細胞形狀不一，壁薄，淡黃棕色。
7. 偶可見草酸鈣小方晶。



圖 1A 木香藥材圖



圖 1B 木香飲片藥材圖

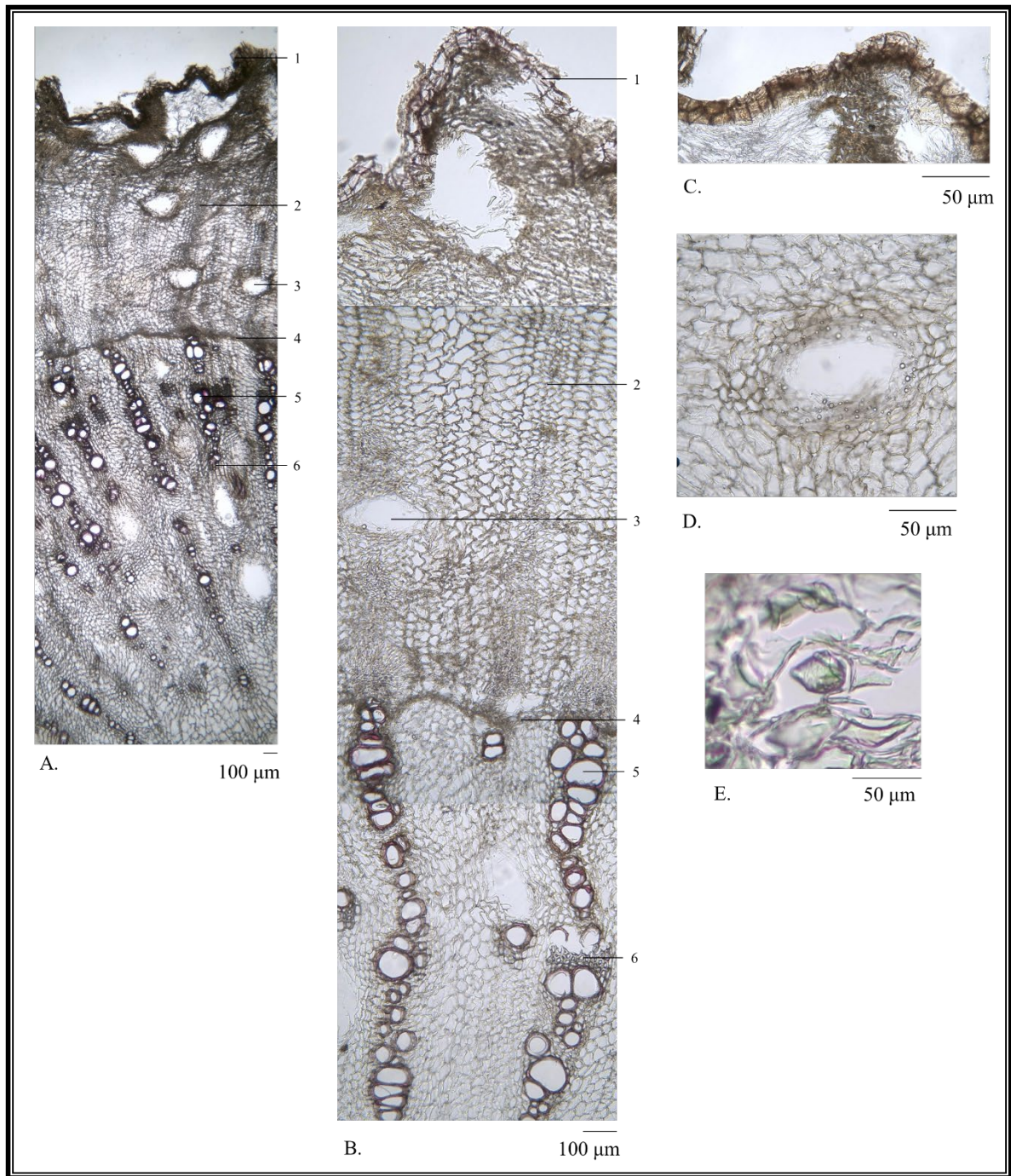


圖 2 木香橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.木栓層 D.油室 E.菊糖

1.木栓層 2.韌皮部 3.油室 4.形成層 5.導管 6.木纖維

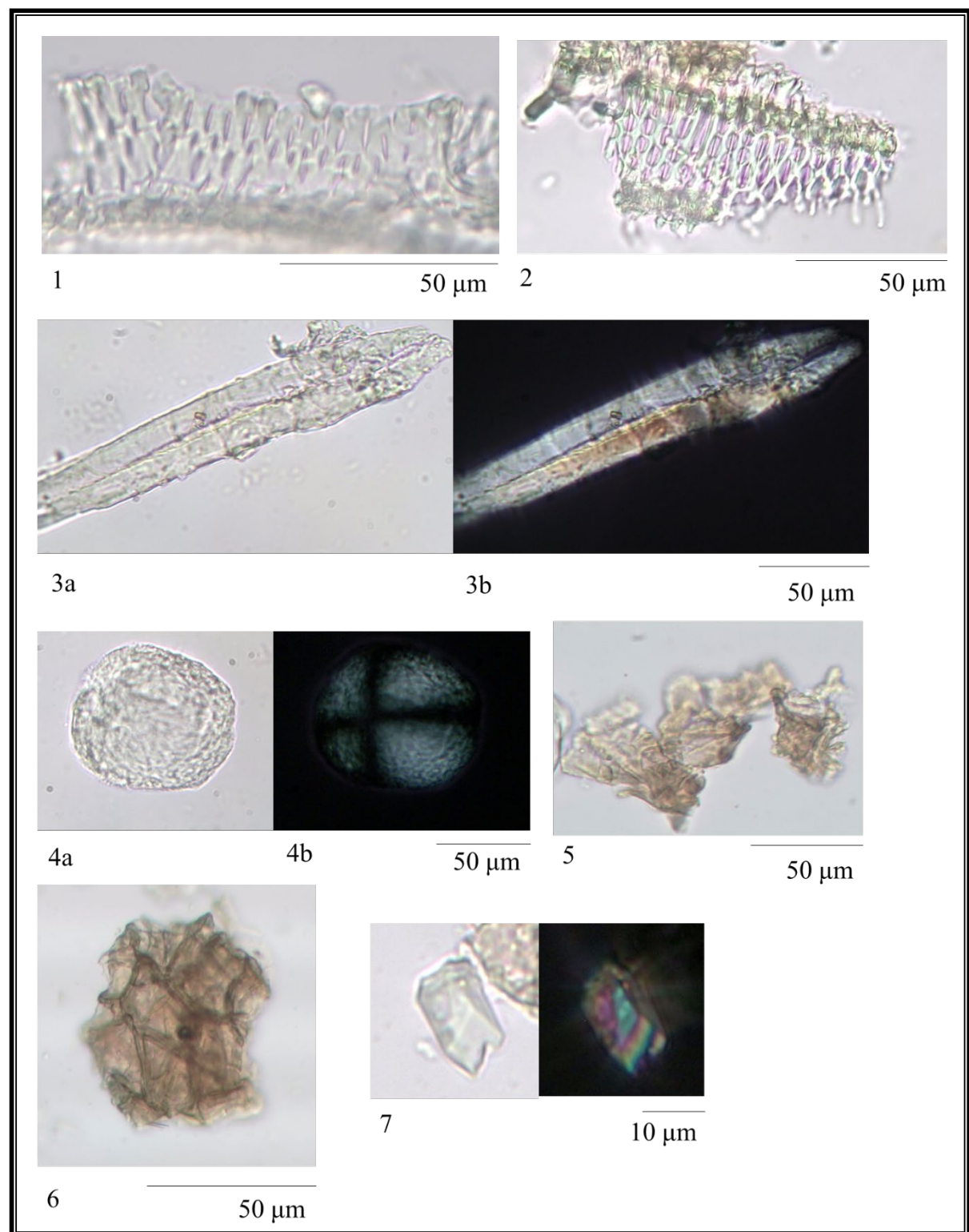


圖 3 木香粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 網紋導管 2. 有緣紋孔導管 3. 纖維束 4. 菊糖 5. 油室碎片 6. 木栓細胞 7. 草酸鈣小方晶

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。59~60 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。677~681 頁。
4. 戴新民(1985)。中藥鑑別手冊。啟業書局。133~135 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。184~190 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。104~105 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。62 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。109 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。52~53 頁。
10. 李家實主編(1993)。中藥鑑定學。貴州科技出版社。100~102 頁。
11. 廣西壯族自治區醫藥研究所(1979)。南方中草藥栽培。人民衛生出版社。244~245 頁。
12. 羅集鵬編著(1996)。生藥學。中國醫藥科技出版社。174~175 頁。

木香(藥材) HPLC

一、材料

購自於臺灣各地中藥店木香藥材共 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 µg/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 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 0.3 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 µg/mL)，以甲醇稀釋成含木香內酯分別為 250、100、50、25、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. 準確吸取去氫木香內酯標準品儲備溶液適量(500 µg/mL)，以甲醇稀釋成含去氫木香內酯分別為 250、100、50、25、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

1. 以木香內酯為 50 µg/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 µg/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：取同一批市售木香粉末，依木香檢品溶液製備方法平行製備 5 份木香檢品溶液，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：取同一批市售木香粉末，依木香檢品溶液製備方法製備木香檢品溶液，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(0.85 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) 臺灣市售木香藥材含量測定

取 10 批市售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) 木香檢品之 UPLC 層析條件

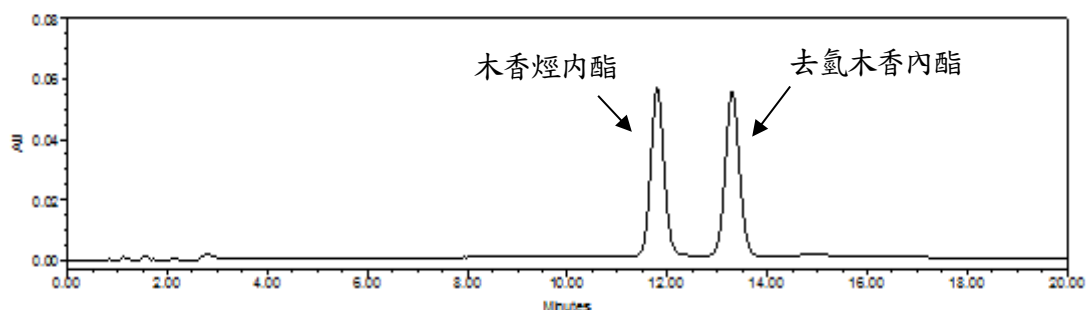
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：UV 225 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μ L
6. 移動相：

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

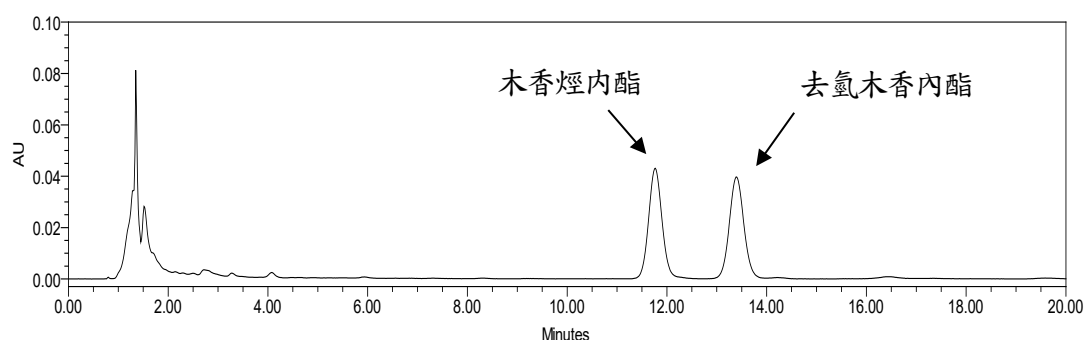
於滯留時間 11.75 與 13.26 分鐘處分別顯示木香煙內酯與去氫木香內酯標準品波峰(圖一)。



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) 市售木香檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 11.76 與 13.24 分鐘處分別顯示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 1.85，拖尾因子(T)為 1.15，去氫木香內酯分離率(R)為 3.43，拖尾因子(T)為 1.12，均在系統適用性要求內。



圖二、市售木香檢品之 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	1.85	3.43
拖尾因子	1.15	1.12

(三) 最佳萃取溶媒評估

以 100% 甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得木香煙內酯與去氫木香內酯的波峰面積最大，顯示 100% 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	1116807	1235099	√
75% 甲醇	940782	1160946	
50% 甲醇	802632	1045996	
乙醇	966279	1216539	
75% 乙醇	1007291	1222078	
50% 乙醇	894323	1121784	

(四) 最佳萃取次數評估

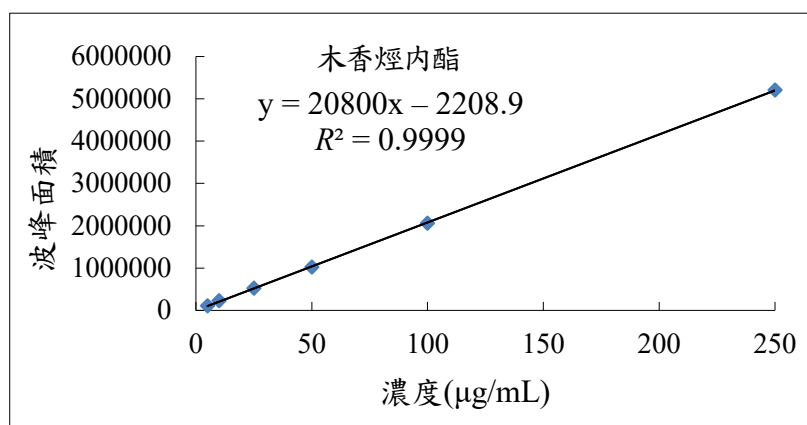
結果顯示萃取 1 次基本上已將木香烚內酯與去氫木香內酯萃取完全(萃取率大於 98%)。

表三、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	1261023	1514580
第 2 次	25688	30870
第 3 次	N.D.	N.D.

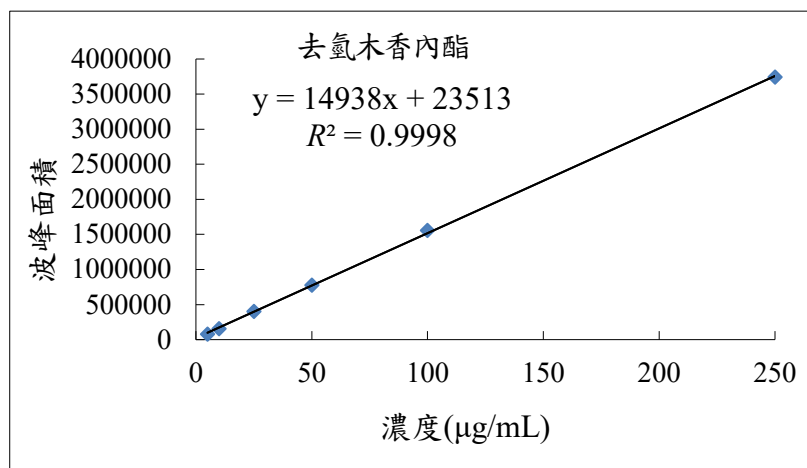
(五) 標準品木香烚內酯與去氫木香內酯檢量線

- 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、木香烚內酯之檢量線圖

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 $\mu\text{g/mL}$ 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、木香煙內酯與去氫木香內酯之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
木香煙內酯	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

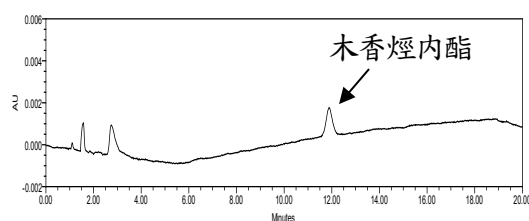
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，木香煙內酯與去氫木香內酯精密度之相對標準差分別為 0.22%與 0.96%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

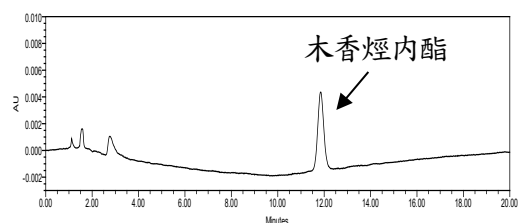
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，木香煙內酯與去氫木香內酯重複性之相對標準差分別為 3.75%與 2.58%，均在系統適用性要求內。木香煙內酯與去氫木香內酯在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準分別為 2.36%與 1.25%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

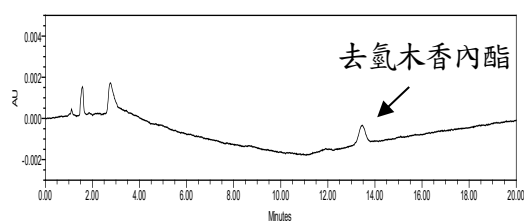
木香烚內酯偵測極限為 1.0 µg/mL(圖五)，定量極限為 5.0 µg/mL(圖六)。
去氫木香內酯偵測極限為 1.0 µg/mL(圖七)，定量極限為 5.0 µg/mL(圖八)。



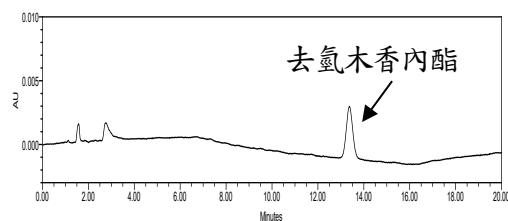
圖五、木香烚內酯之偵測極限層析圖



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.5)	3.75	檢品溶液(No.5)	2.58
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.5)	2.36	檢品溶液(No.5)	1.25
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

木香烇內酯平均添加回收率為 97.0%，相對標準偏差為 0.59% (表六)。去氫木香內酯平均添加回收率為 98.5%，相對標準偏差為 0.25% (表七)。

表六、木香烇內酯添加回收率

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	0.8776	0.85	1.7095	97.87	97.03	0.59
2	0.1	0.8776	0.85	1.6989	96.62		
3	0.1	0.8776	0.85	1.7055	97.40		
4	0.1	0.8776	0.85	1.6994	96.68		
5	0.1	0.8776	0.85	1.6986	96.59		

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	1.0243	1.0	2.0128	98.85	98.46	0.25
2	0.1	1.0243	1.0	2.0095	98.52		
3	0.1	1.0243	1.0	2.0084	98.41		
4	0.1	1.0243	1.0	2.0073	98.30		
5	0.1	1.0243	1.0	2.0065	98.22		

(十) 臺灣市售木香含量測定

10 批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 0.857–1.666%，去氫木香內酯的含量為 1.058–2.017%，木香烚內酯與去氫木香內酯的總量為 1.94–3.683%，建議木香藥材指標成分木香烚內酯的含量不得少於 0.6%。建議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 9000)，理論板數按去氫木香內酯波峰計算應不低於 6000 (實際值為 9800)。

表八、臺灣市售木香檢品之木香烚內酯與去氫木香內酯的含量

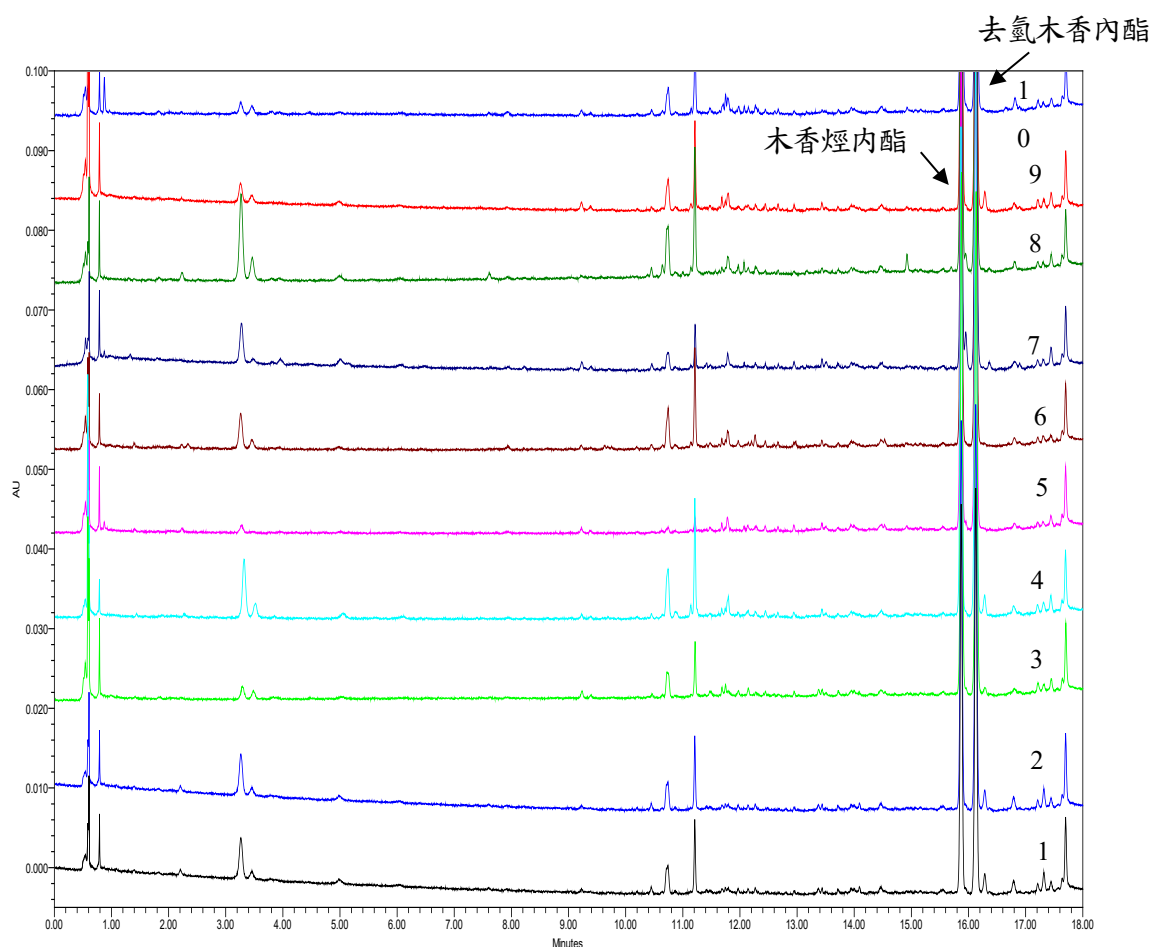
藥材編號 (No.)	木香烚內酯 含量(%)	去氫木香內酯 含量(%)	木香烚內酯與去氫木香內酯 總量(%)
1 (NF)	1.032	1.644	2.676
2 (ND)	1.164	1.453	2.617
3 (CA-1)	1.161	1.503	2.664
4 (CA-2)	1.104	1.445	2.549
5 (CA-3)	0.882	1.058	1.940
6 (CD-1)	0.962	1.440	2.402
7 (CD-2)	0.866	1.502	2.368
8 (SA-1)	1.006	1.725	2.731
9 (SA-2)	1.666	2.017	3.683
10 (SG)	0.857	1.381	2.238
平均值±S.D.	1.070±0.239	1.517±0.248	2.587±0.487

(十一) 木香藥材之 UPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售木香檢品溶液各 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：

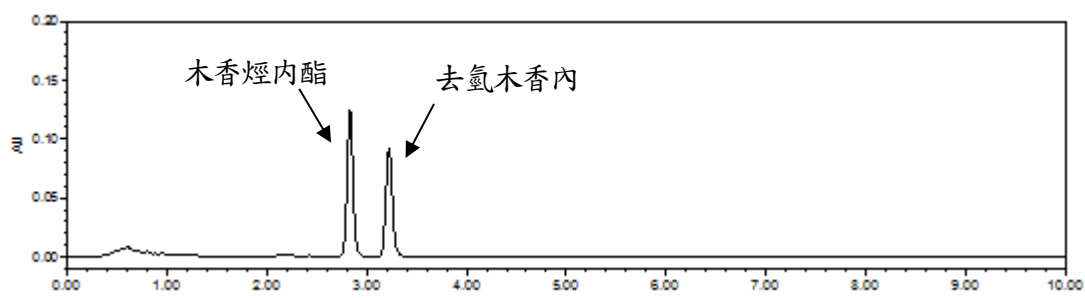
時間(min)	乙腈(%)	0.05%磷酸(v/v, %)
0	10	90
5	10	90
10	23	77
12	40	60
14	60	40
16	65	35
17	80	20
18	90	10



圖九、10 批木香藥材之 UPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品木香烚內酯與去氫木香內酯之 UPLC 層析

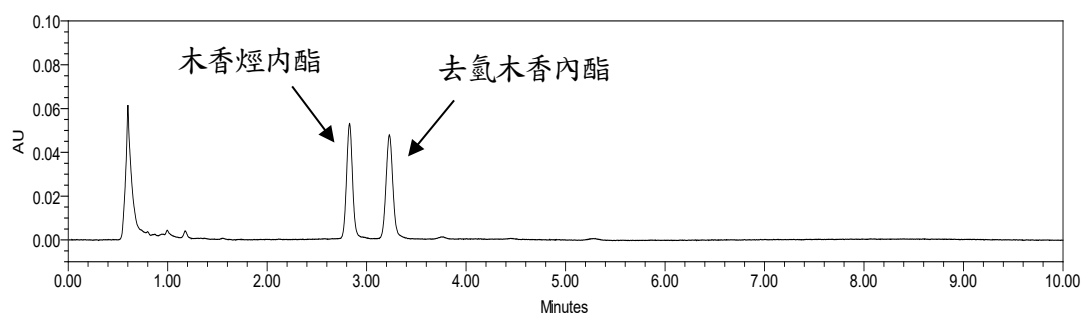
於滯留時間 2.82 與 3.22 分鐘處分別顯示木香烚內酯與去氫木香內酯標準品的波峰(圖十)。



圖十、木香烚內酯與去氫木香內酯標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售木香檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.83 與 3.23 分鐘處分別顯示木香檢品中木香烚內酯與去氫木香內酯的波峰 (圖十一)。

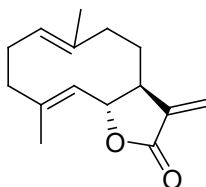


圖十一、市售木香檢品之 UPLC 層析圖

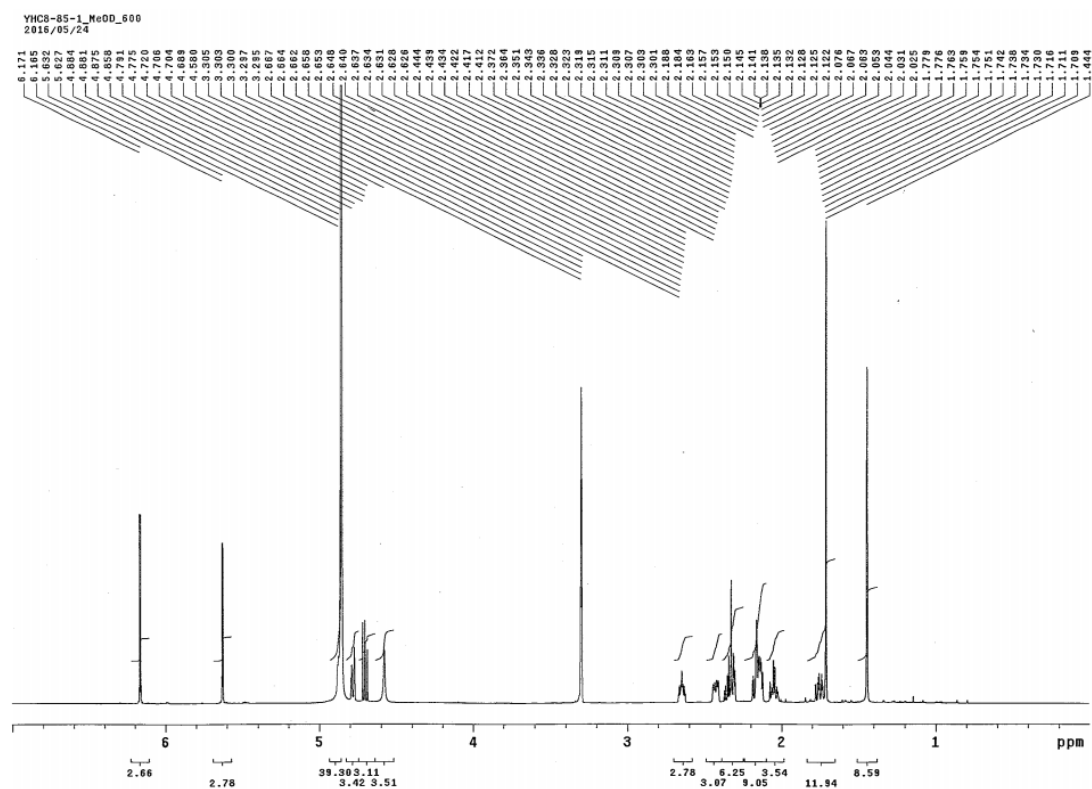
(十四) 木香堇内酯的分子式、分子量與熔點

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) 木香堇内酯的結構

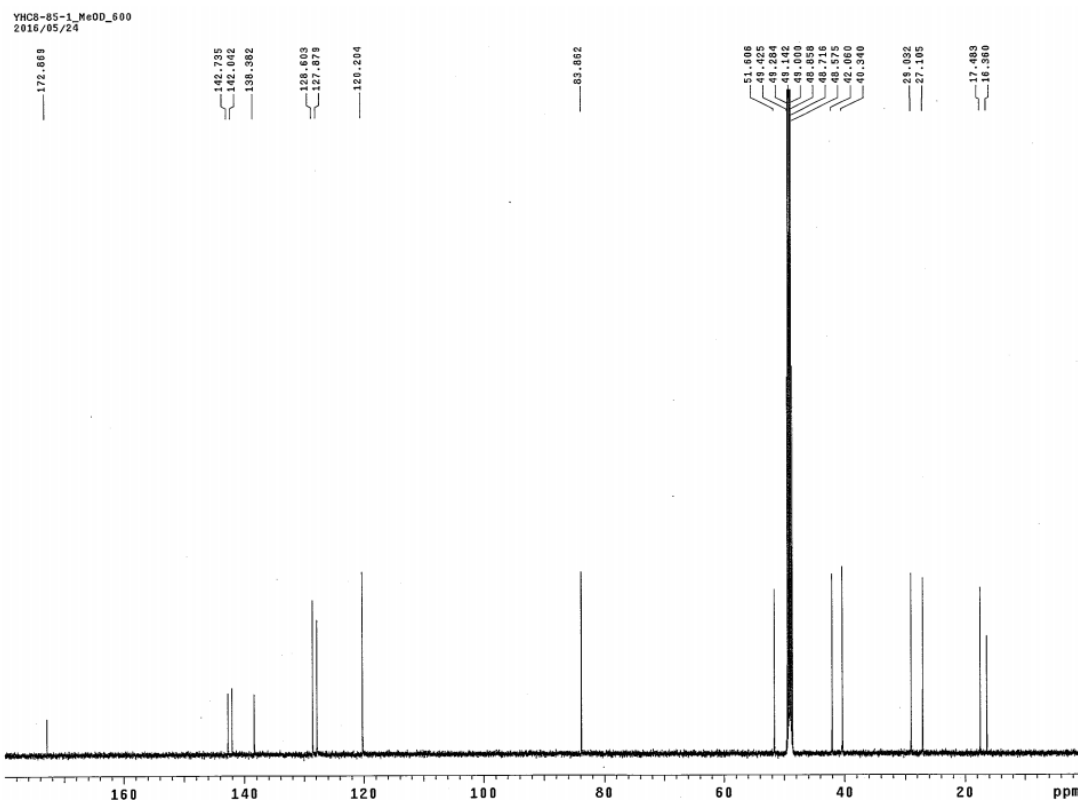


(十六) 木香堇内酯的 1H NMR 圖譜



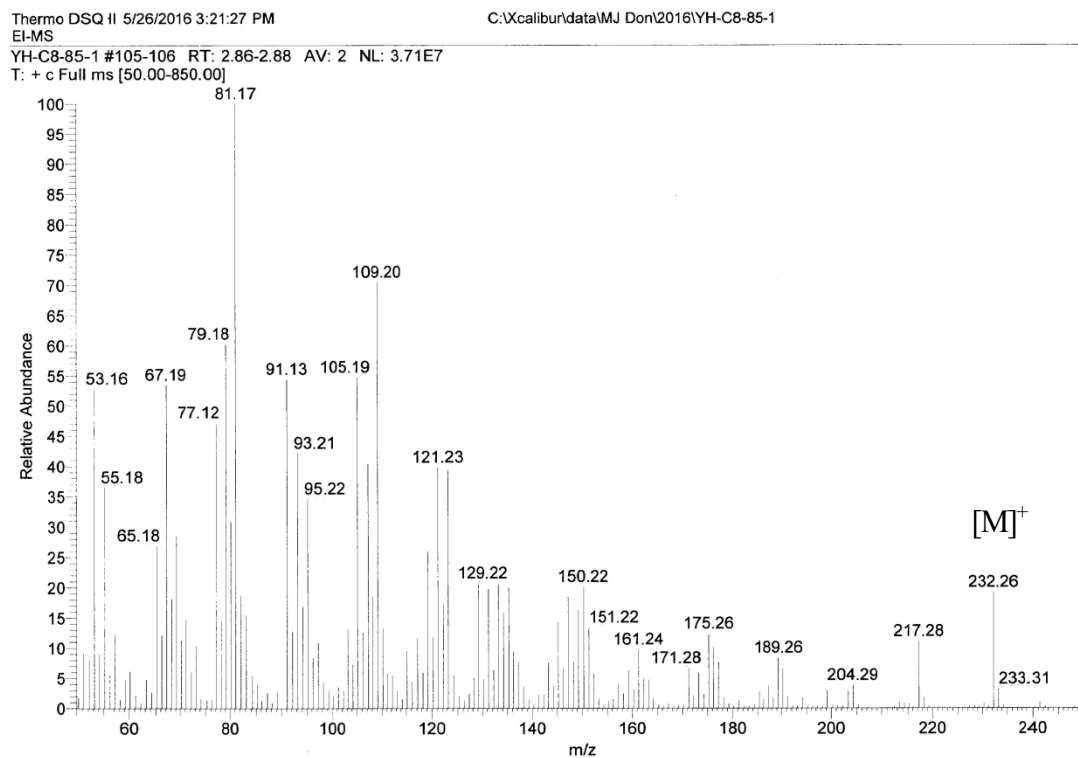
圖十二、木香堇内酯的 1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七) 木香煙內酯的 ^{13}C NMR 圖譜



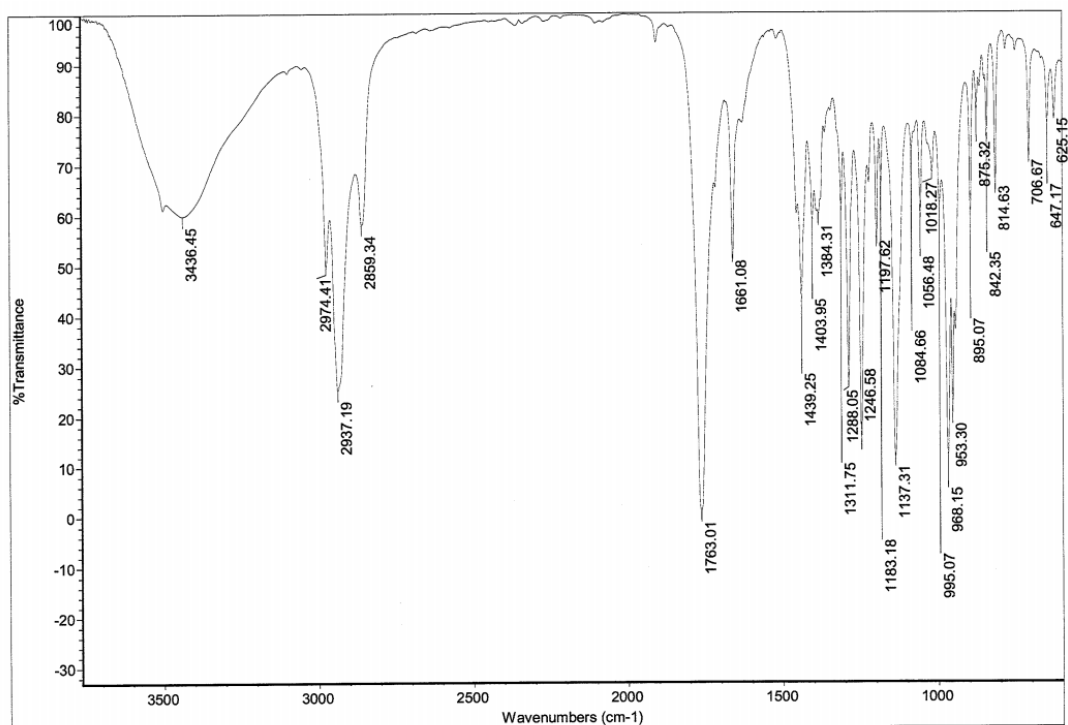
圖十三、木香煙內酯的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 木香煙內酯的 EI-MS 圖譜



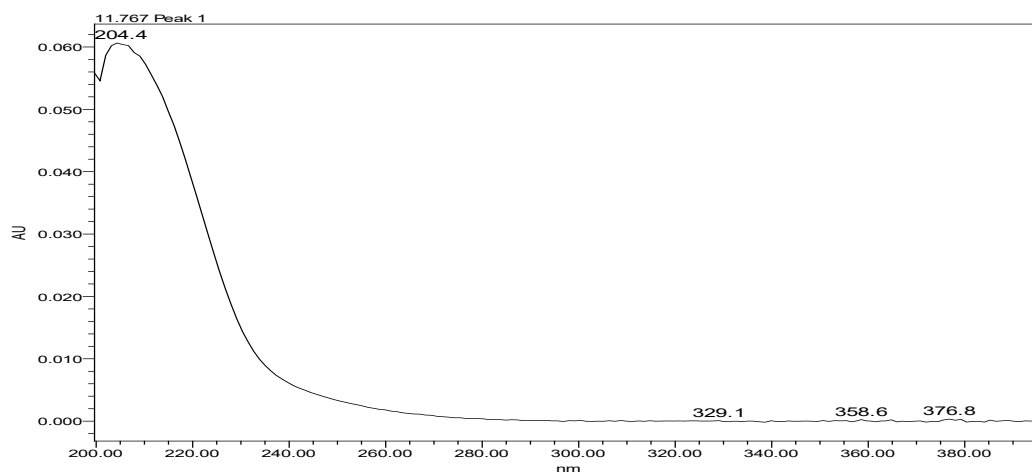
圖十四、木香煙內酯的 EI-MS 圖譜

(十九) 木香煙內酯的 FTIR 圖譜



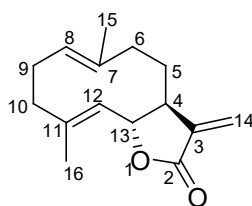
圖十五、木香煙內酯的 FTIR 圖譜

(二十) 木香煙內酯的 UV 圖譜



圖十六、木香煙內酯的 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

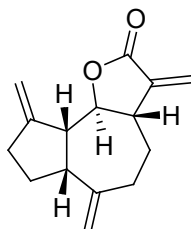
position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	172.9
3	-	142.0
4	2.63–2.67 (m)	51.6
5	1.73–1.78 (m), 2.12–2.16 (m)	29.0
6	2.03–2.08 (m), 2.30–2.34 (m)	40.3
7	-	142.7
8	4.78 (d, 10.2)	128.6
9	2.12–2.16 (m), 2.32–2.37 (m)	27.1
10	2.14–2.19 (m), 2.41–2.44 (m)	42.1
11	-	138.4
12	4.86 (s)	127.9
13	4.58 (br s)	83.9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

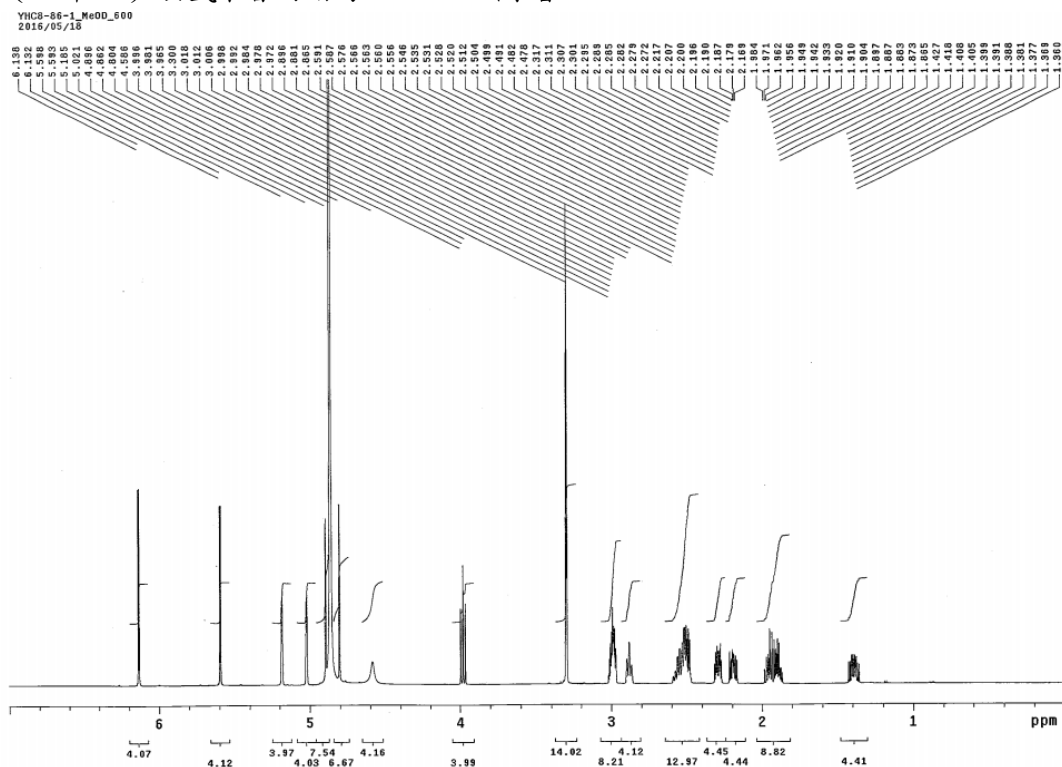
(二十二) 去氫木香內酯的分子式、分子量與熔點

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

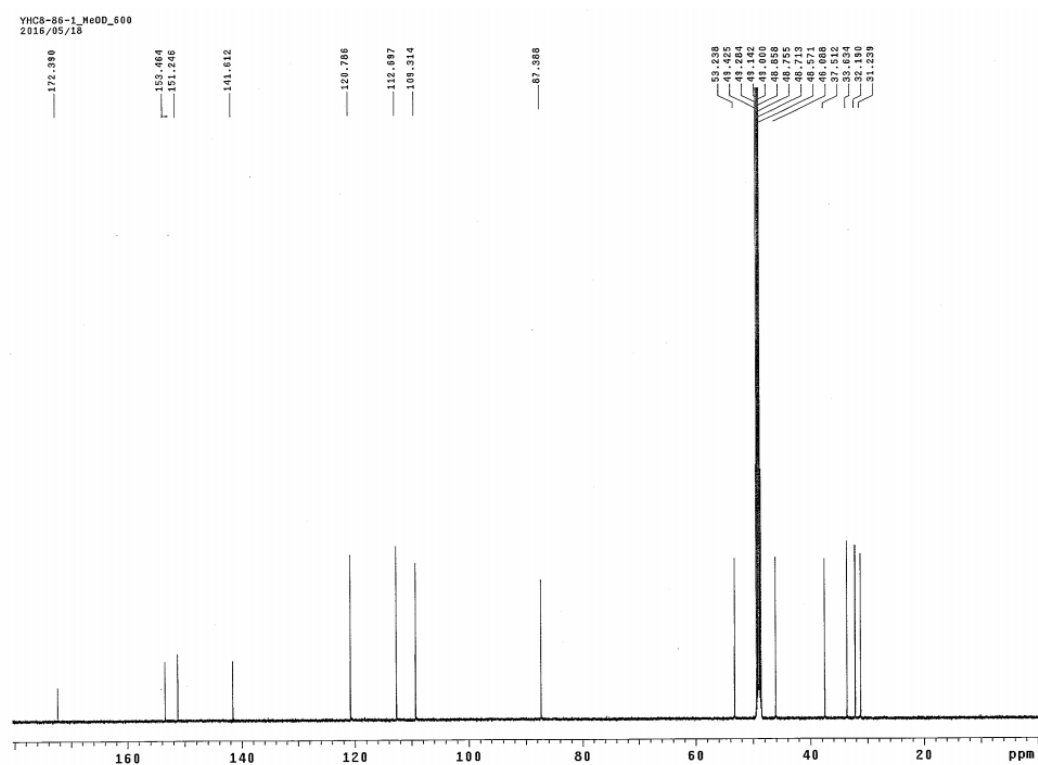


(二十四) 去氫木香內酯的 1H NMR 圖譜



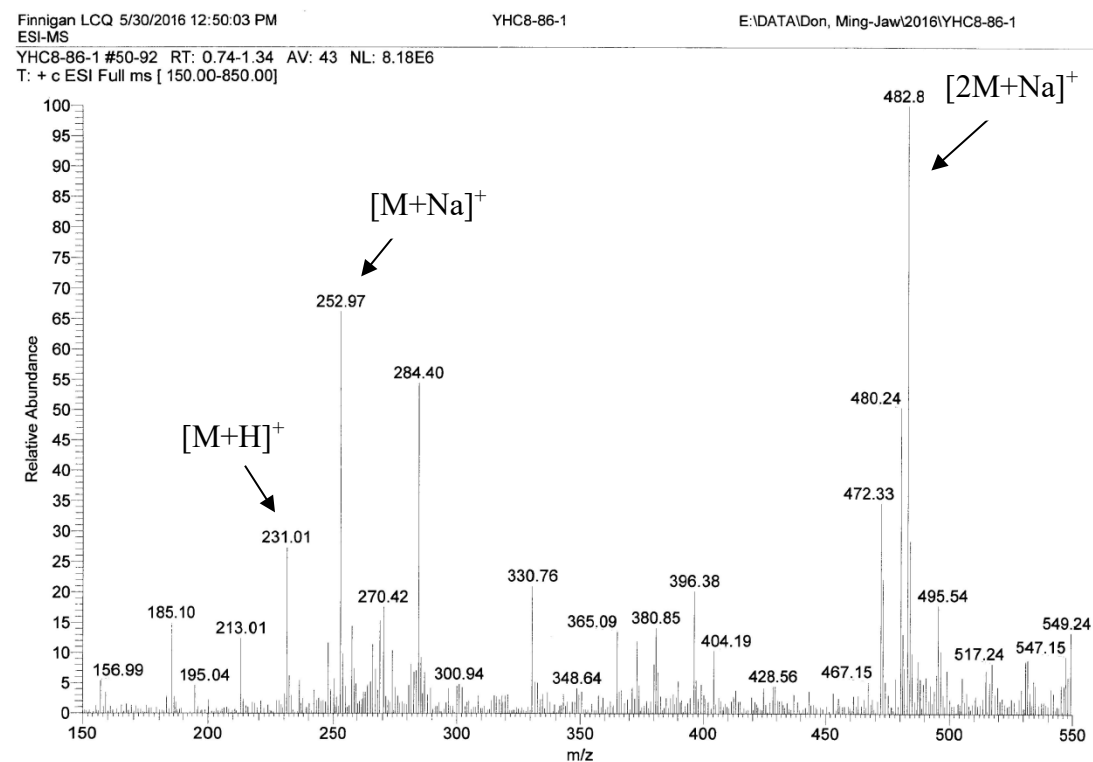
圖十七、去氫木香內酯的 1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(二十五) 去氫木香內酯的 ^{13}C NMR 圖譜



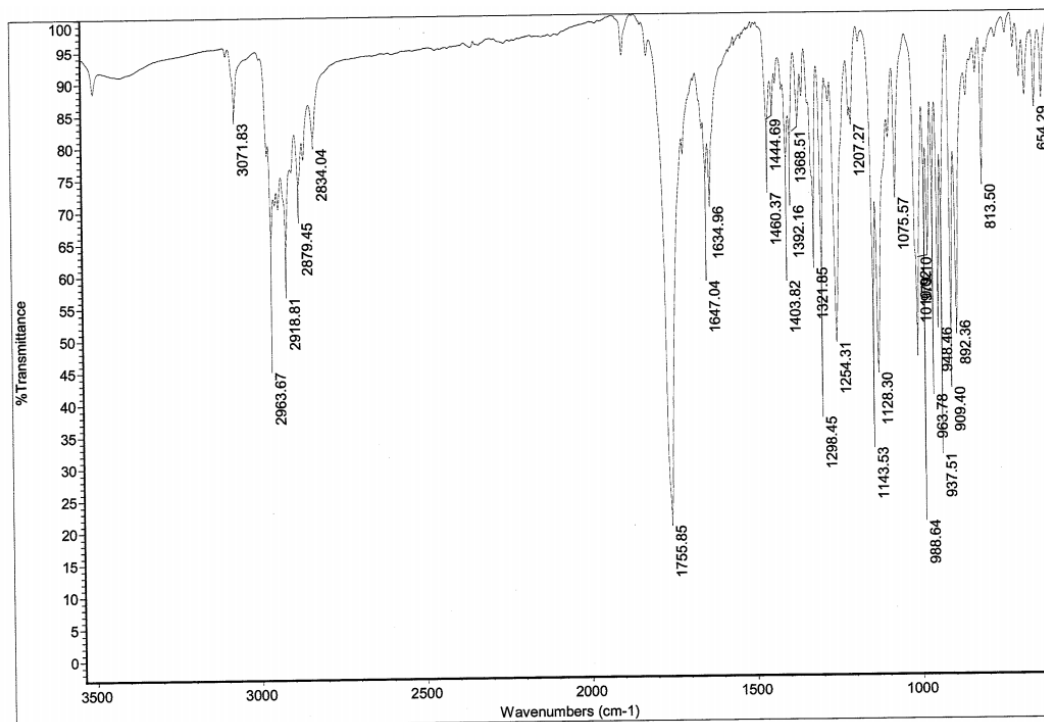
圖十八、去氫木香內酯的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(二十六) 去氫木香內酯的 ESI-MS 圖譜



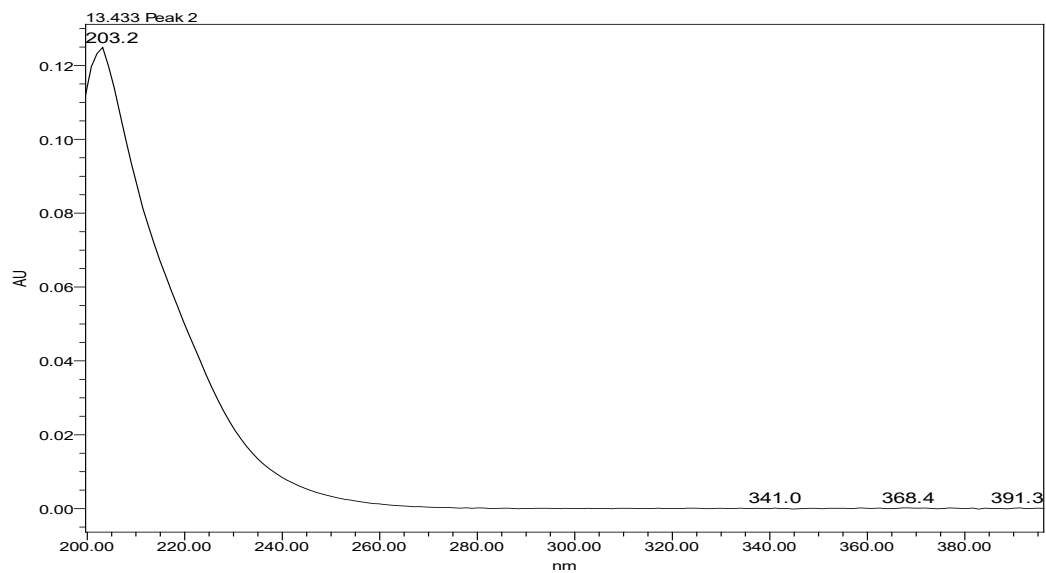
圖十九、去氫木香內酯的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 去氫木香內酯的 FTIR 圖譜



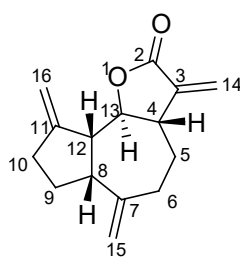
圖二十、去氫木香內酯的 FTIR 圖譜

(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.

木香（飲片）HPLC

一、材料

購自於臺灣各地中藥店木香飲片共 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 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 Column 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

木香飲片最佳萃取溶媒同木香藥材。

（二）最佳萃取次數評估

木香飲片最佳萃取次數同木香藥材。

（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 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 50 μ 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 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 50 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 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烴內酯與去氫木香內酯的含量，即得。

(六) 檢量線

1. 準確吸取木香烴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烴內酯分別為 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. 以木香烴內酯為 50 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以木香烴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

3. 重複性：取同一批市售木香飲片粉末，依木香飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份木香飲片檢品溶液，進樣測定，以木香烴內酯與去氫木香內酯的含量(%)為指標，求出相對標準差。
4. 穩定性：取同一批市售木香飲片粉末，依木香飲片檢品溶液製備方法製備木香飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以木香烴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木香飲片粉末 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木香飲片粉末 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(1.2 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) 臺灣市售木香飲片含量測定

取 10 批市售木香飲片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) 木香檢品之 UPLC 層析條件

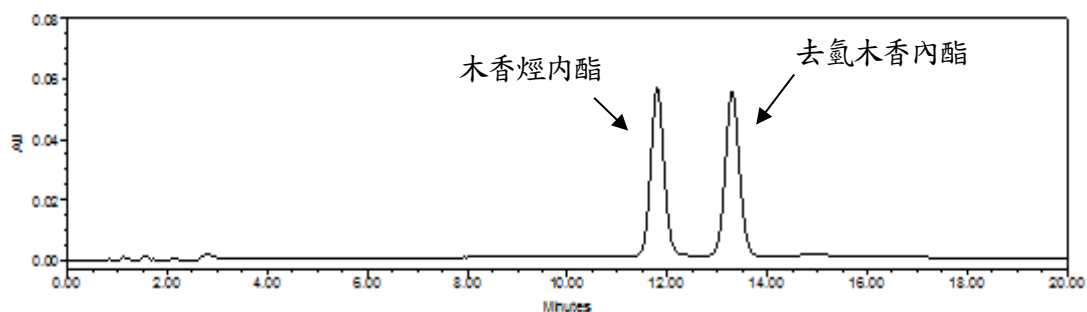
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：UV 225 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1 μ L
6. 移動相：

時間(min)	甲醇(%)	水(%)
0	65	35
10	65	35

五、結果

(一) 標準品木香烚內酯與去氫木香內酯之 HPLC 層析

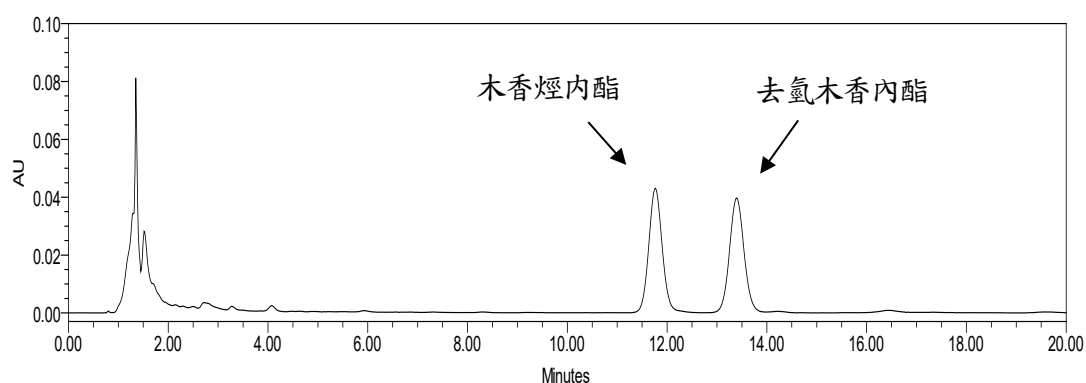
於滯留時間 11.75 與 13.26 分鐘處分別顯示木香烚內酯與去氫木香內酯標準品波峰(圖一)。



圖一、木香烚內酯與去氫木香內酯標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售木香飲片檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 11.76 與 13.39 分鐘處分別顯示木香檢品中木香烚內酯與去氫木香內酯波峰(圖二)。木香烚內酯分離率(R)為 2.07，拖尾因子(T)為 1.01，去氫木香內酯分離率(R)為 3.14，拖尾因子(T)為 1.12，均在系統適用性要求內。



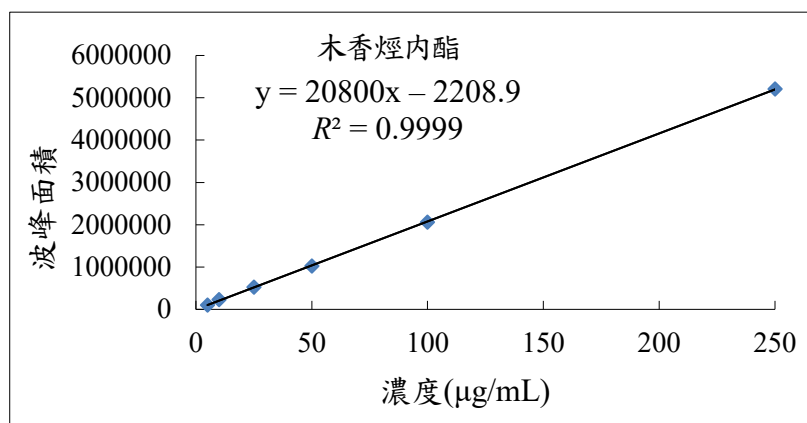
圖二、市售木香飲片檢品之 HPLC 層析圖

表一、木香烚內酯與去氫木香內酯之分離率與拖尾因子

	木香烚內酯	去氫木香內酯
分離率	2.07	3.14
拖尾因子	1.01	1.12

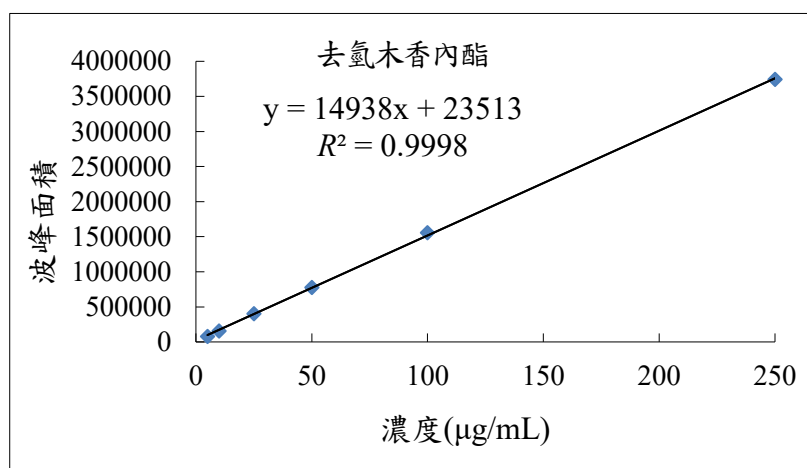
(三) 標準品木香煙內酯與去氫木香內酯檢量線

1. 經不同濃度木香煙內酯(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、木香煙內酯之檢量線圖

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 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖四)。



圖四、去氫木香內酯之檢量線圖

表二、木香煙內酯與去氫木香內酯之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
木香煙內酯	5.0–250	$y = 20800x - 2208.9$	0.9999
去氫木香內酯	5.0–250	$y = 14938x + 23513$	0.9998

(四) 精密度試驗

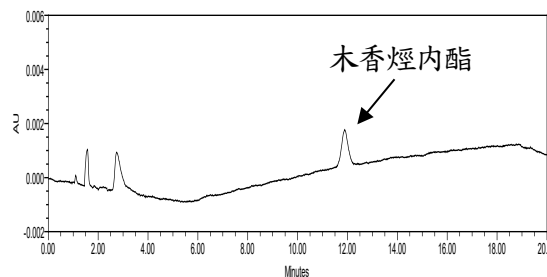
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，木香煙內酯與去氫木香內酯精密度之相對標準差分別為 0.22% 與 0.96%，均在系統適用性要求內。

(五) 重複性與穩定性試驗

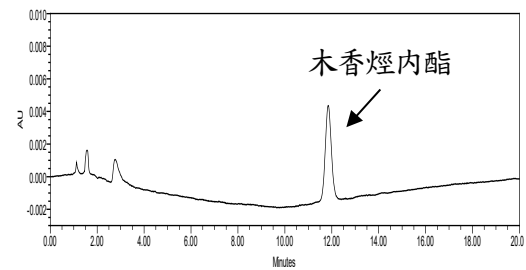
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，木香煙內酯與去氫木香內酯重複性之相對標準差分別為 2.81% 與 2.24%，均在系統適用性要求內。木香煙內酯與去氫木香內酯在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準分別為 3.62% 與 2.34%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

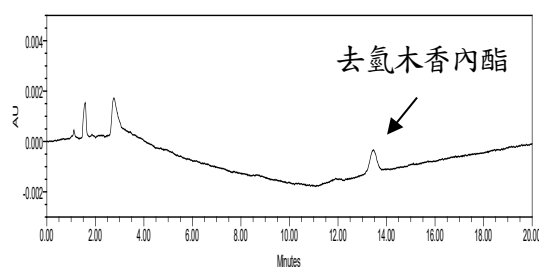
木香煙內酯偵測極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)，定量極限為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖六)。
去氫木香內酯偵測極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖七)，定量極限為 5.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)。



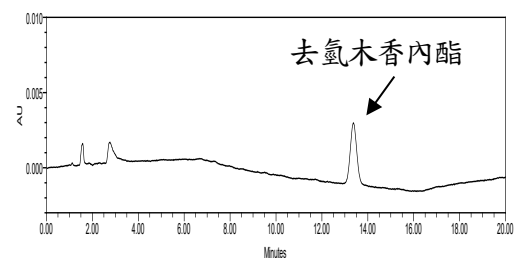
圖五、木香煙內酯之偵測極限層析圖



圖六、木香煙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

表三、各項檢驗分析

檢測項目	木香煙內酯		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.9)	2.81	檢品溶液(No.9)	2.24
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.9)	3.62	檢品溶液(No.9)	2.34
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	-

(七) 添加回收率試驗

木香煙內酯平均添加回收率為 96.8%，相對標準偏差為 0.87% (表四)。去氫木香內酯平均添加回收率為 98.2%，相對標準偏差為 0.29% (表五)。

表四、木香煙內酯添加回收率

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	0.8575	0.80	1.6361	97.33	96.84	0.87
2	0.1	0.8575	0.80	1.6217	95.53		
3	0.1	0.8575	0.80	1.6352	97.21		
4	0.1	0.8575	0.80	1.6295	96.50		
5	0.1	0.8575	0.80	1.6384	97.61		

表五、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	1.2905	1.20	2.4728	98.53	98.20	0.29
2	0.1	1.2905	1.20	2.4635	97.75		
3	0.1	1.2905	1.20	2.4691	98.22		
4	0.1	1.2905	1.20	2.4701	98.30		
5	0.1	1.2905	1.20	2.4692	98.23		

(八) 臺灣市售木香飲片含量測定

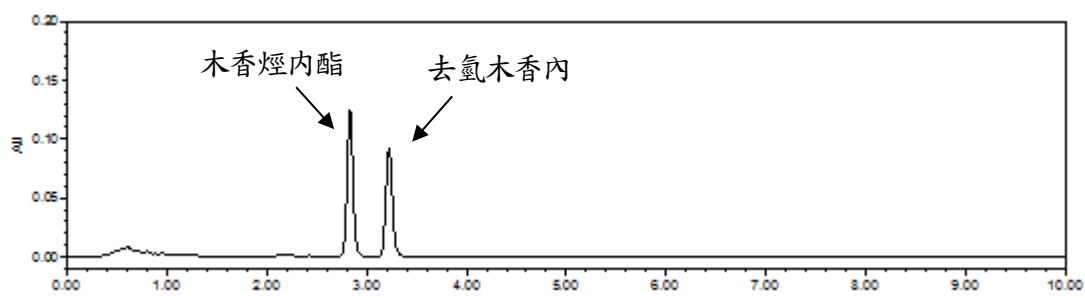
10 批木香飲片之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，木香烚內酯的含量為 0.649–1.006%，去氫木香內酯的含量為 0.943–1.554%，木香烚內酯與去氫木香內酯的總量為 1.592–2.464%，建議木香飲片指標成分木香烚內酯的含量不得少於 0.6%。建議木香飲片指標成分木香烚內酯與去氫木香內酯的總量不得少於 1.30%。理論板數按木香烚內酯波峰計算應不低於 6000 (實際值為 9700)，理論板數按去氫木香內酯波峰計算應不低於 6000 (實際值為 10000)。

表六、臺灣市售木香飲片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)	0.722	1.162	1.884
2 (NJ)	0.946	1.365	2.311
3 (NR)	0.862	1.489	2.351
4 (CA-1)	0.871	1.065	1.936
5 (CA-2)	0.715	1.013	1.728
6 (SC)	0.658	1.554	2.212
7 (SG)	1.006	1.458	2.464
8 (SJ)	0.857	1.376	2.233
9 (SO)	0.851	1.364	2.215
10 (SR)	0.649	0.943	1.592
平均值±S.D.	0.814±0.122	1.279±0.216	2.093±0.337

(九) 標準品木香煙內酯與去氫木香內酯之 UPLC 層析

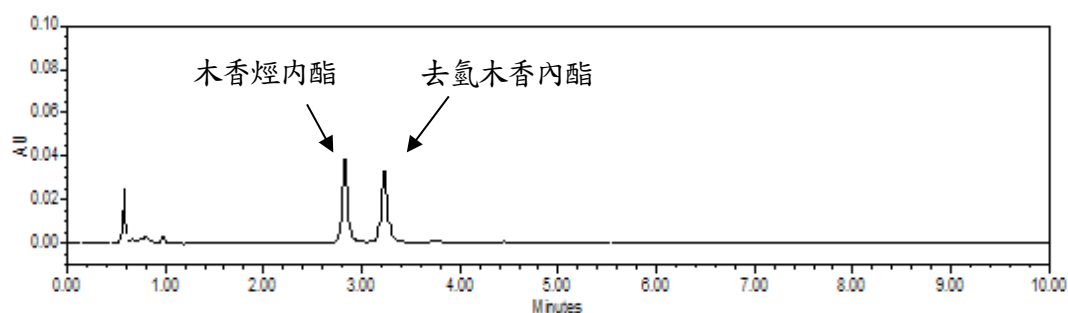
於滯留時間 2.82 與 3.22 分鐘處分別顯示木香煙內酯與去氫木香內酯標準品的波峰(圖九)。



圖九、木香煙內酯與去氫木香內酯標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售木香飲片檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.81 與 3.21 分鐘處分別顯示木香檢品中木香煙內酯與去氫木香內酯的波峰 (圖十)。



圖十、市售木香飲片檢品之 UPLC 層析圖

木香（藥材+飲片）TLC

中文名：木香

生藥拉丁名：AUCKLANDIAE RADIX

英文名：Costus Root

基 原：本品為菊科 Compositae 植物木香 *Aucklandia lappa* Decne.之乾燥根。秋、冬二季採挖根部，去除泥沙及鬚根，切段，大的再縱剖成瓣，乾燥後撞去粗皮。

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 0.5 g，置離心管中，加甲醇 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 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 取木香煙內酯 (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；修飾中華人民共和國藥典 2015)**
——正己烷：乙酸乙酯：甲酸 (15：5：1)
【展開劑 2】(修飾香港中藥材標準第二冊)
——二氯甲烷：正己烷 (5：1)
【展開劑 3】(自行開發)✓
——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℃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

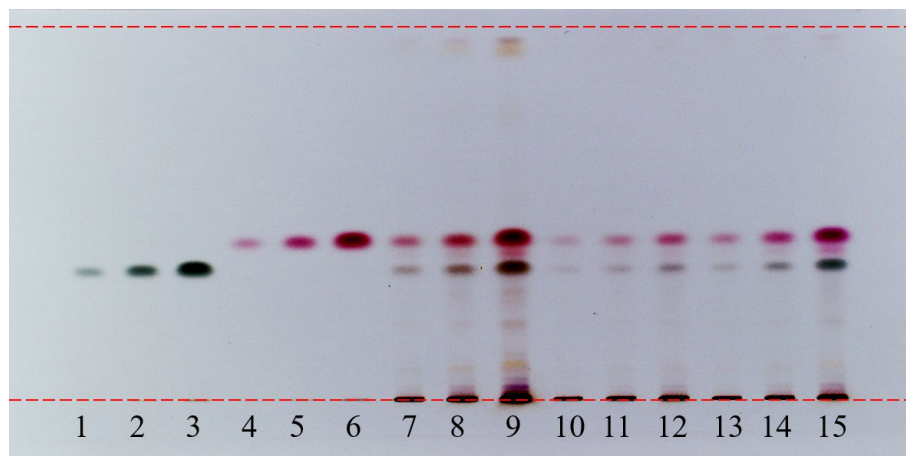
實驗日期：109/05/05

相對溼度(RH)：68%

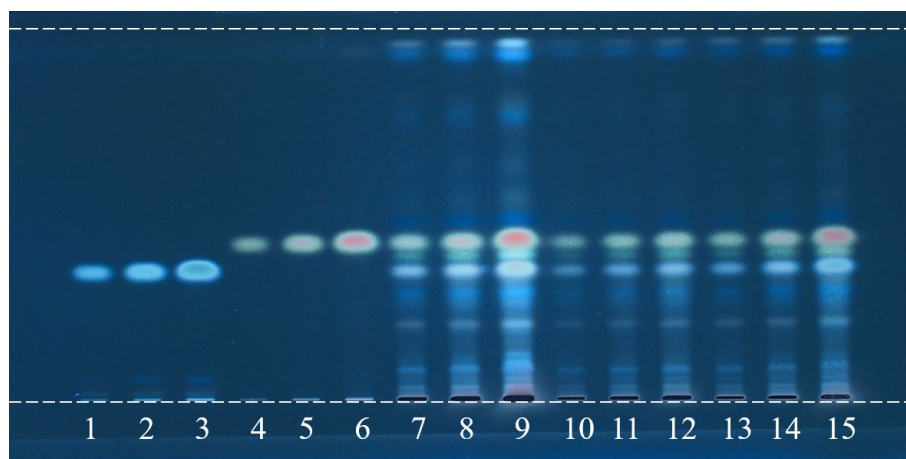
溫度(RT)：27.5 °C

【展開劑 3】 (自行開發)——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 4【萃取方法 1】	1, 2, 5 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 4【萃取方法 2】	1, 2, 5 μ L
13, 14, 15	檢品溶液 4【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

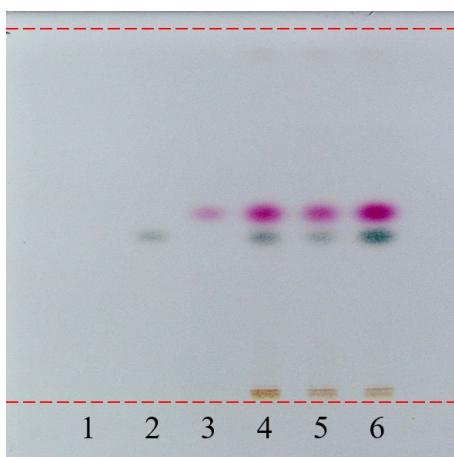
實驗日期：109/05/05

相對溼度(RH)：68%

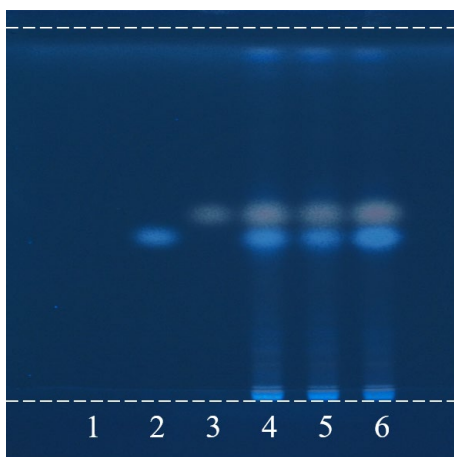
溫度(RT)：27.5 °C

【展開劑 1】【展開劑 1】 (臺灣中藥典第三版 2018；修飾中華人民共和國藥典 2015)——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 0.46，去氫木香內酯 R_f 值為 0.50)

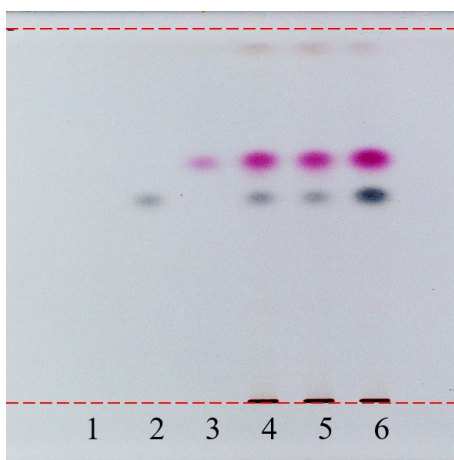


【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(木香煙內酯 R_f 值為 0.46，去氫木香內酯 R_f 值為 0.50)

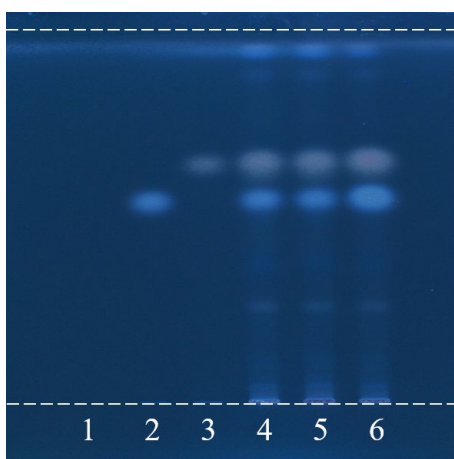


【展開劑 2】(修飾香港中藥材標準第二冊)——二氯甲烷：正己烷 (5：1)

【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 0.54，去氫木香內酯 R_f 值為 0.64)

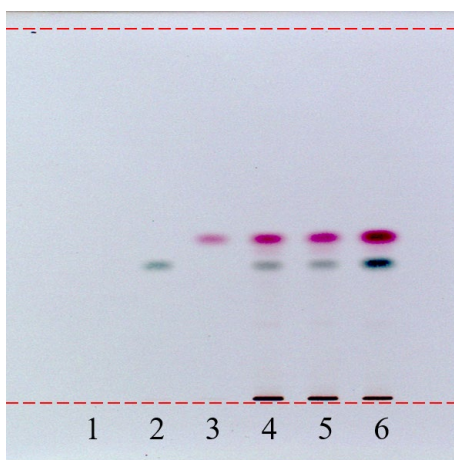


【萃取方法 3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色後紫外光(365 nm)檢出(木香煙內酯 R_f 值為 0.54，去氫木香內酯 R_f 值為 0.64)

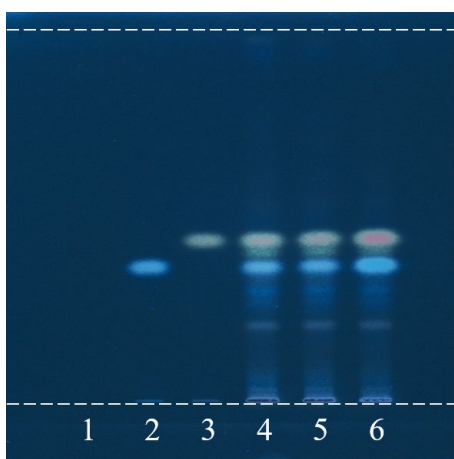


【展開劑 3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯 (19：1)

【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 0.36，去氫木香內酯 R_f 值為 0.43)



【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 0.36，去氫木香內酯 R_f 值為 0.43)



1：Blank

2：木香煙內酯

3：去氫木香內酯

4，5：檢品溶液 4

6：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 3】及【展開劑 3】方式，由於分離效果較佳且斑點較多，故採用自行開發之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：109/05/05

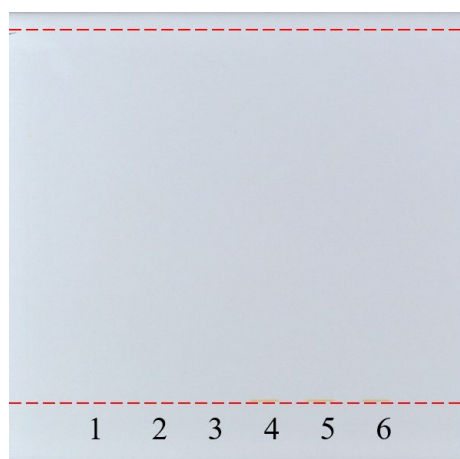
相對溼度(RH)：68%

溫度(RT)：27.5 °C

【展開劑 3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯 (19：1)

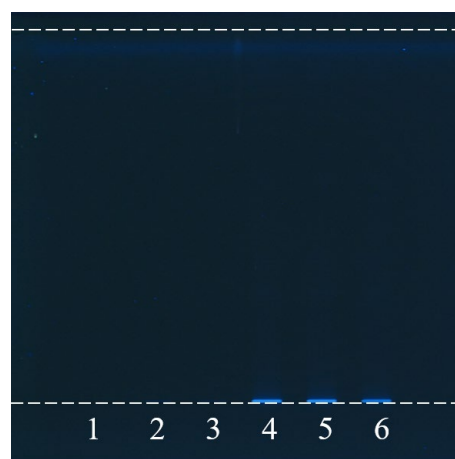
【萃取方法 3】(自行開發) —HPTLC

可見光檢出



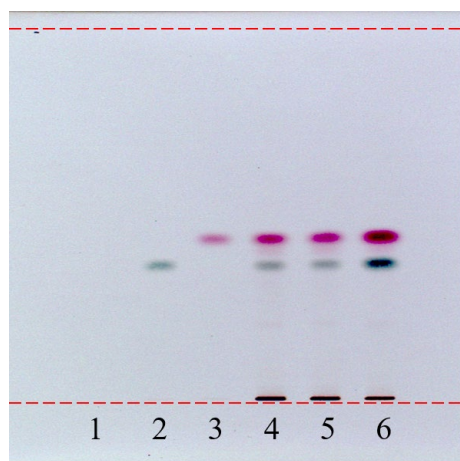
【萃取方法 3】(自行開發) —HPTLC

紫外光(365 nm)檢出



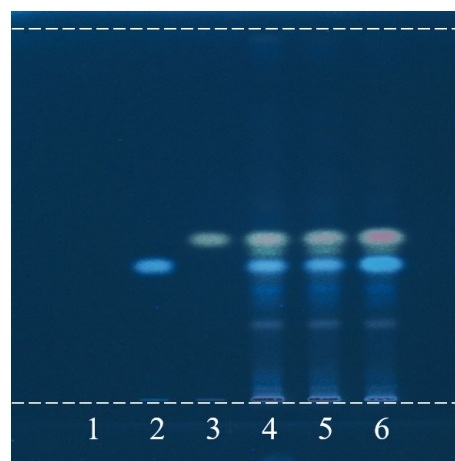
【萃取方法 3】(自行開發) —HPTLC

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 4

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

五、十批木香樣品檢測

實驗日期：109/05/07

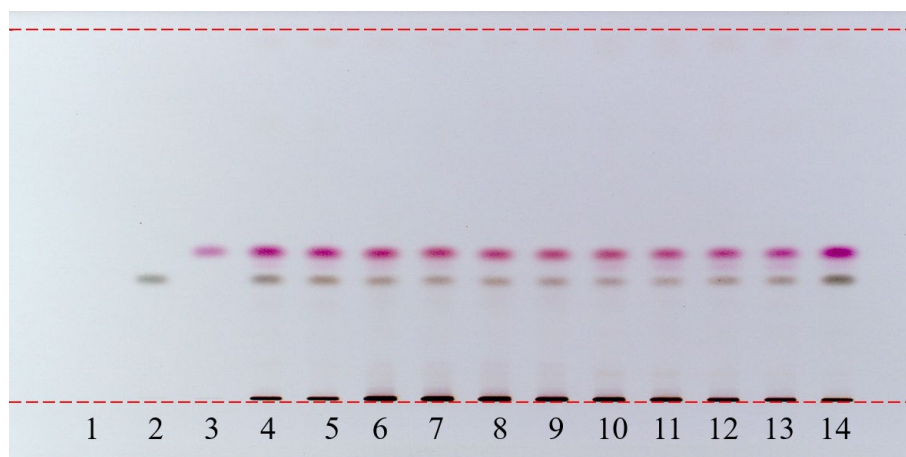
相對溼度(RH)：52%

溫度(RT)：25.6 °C

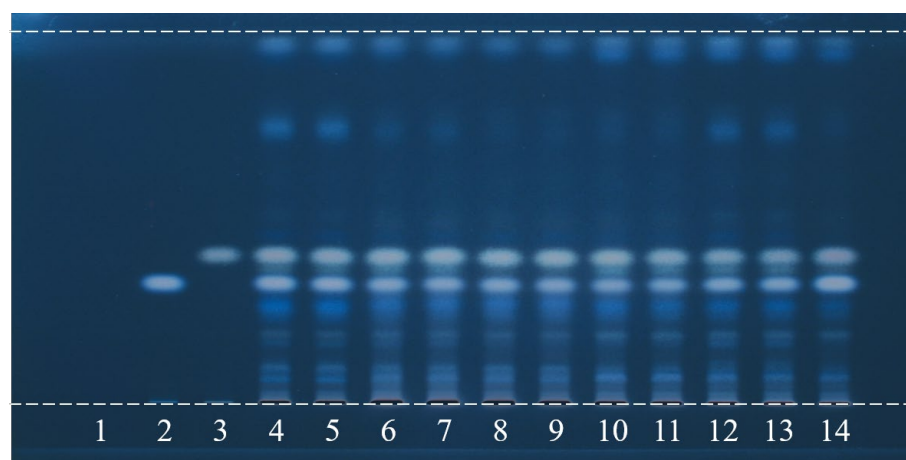
【展開劑 3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯 (19：1)

【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

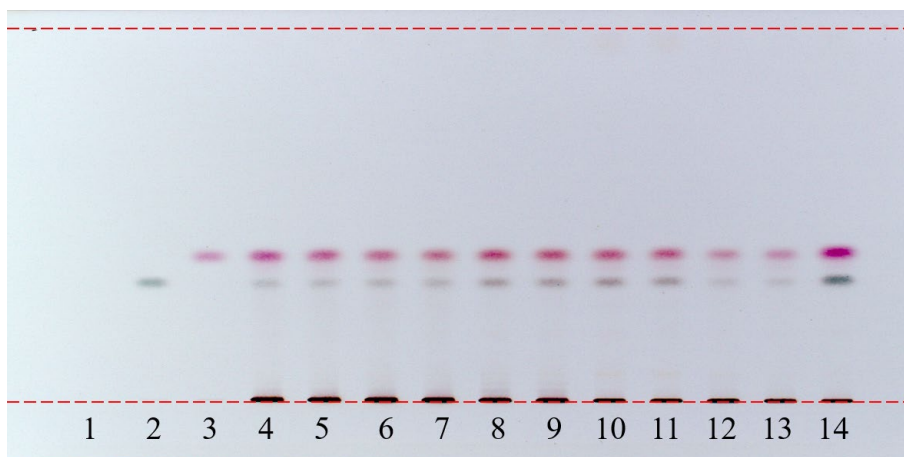


1	Blank	8, 9	檢品溶液 3 (CA1)
2	木香煙內酯(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 4 (CA2)
3	去氫木香內酯(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 5 (CA3)
4, 5	檢品溶液 1 (NF)	14	Spike (檢品溶液 4)
6, 7	檢品溶液 2 (ND)		

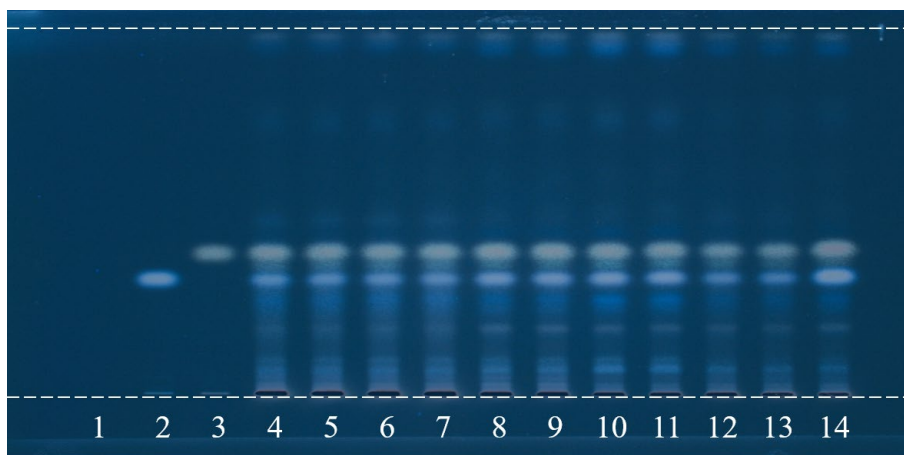
【展開劑 3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯 (19：1)

【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 (SA1)
2	木香煙內酯(1.0 mg/mL)	10，11	檢品溶液 9 (SA2)
3	去氫木香內酯(1.0 mg/mL)	12，13	檢品溶液 10 (SG)
4，5	檢品溶液 6 (CD1)	14	Spike (檢品溶液 4)
6，7	檢品溶液 7 (CD2)		

結論與建議：以自行開發之【萃取方法 3】方式，以自行開發之【展開劑 3】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、十批木香飲片樣品檢測

實驗日期：109/05/07

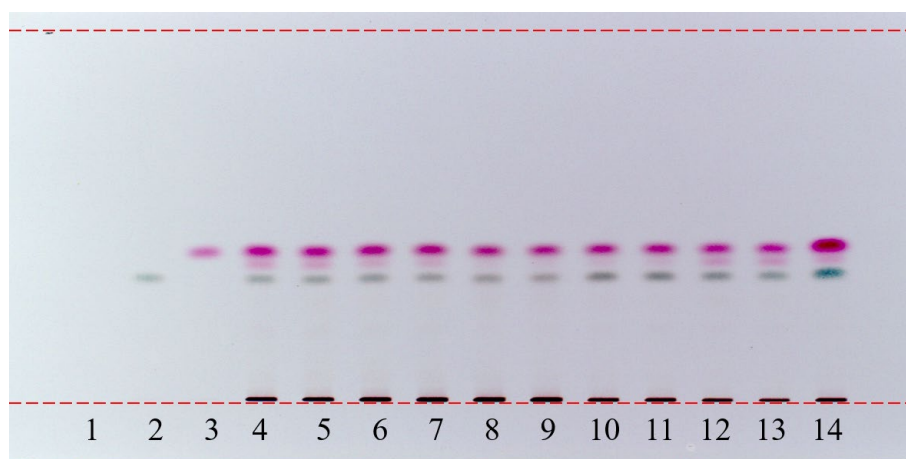
相對溼度(RH)：52%

溫度(RT)：25.6 °C

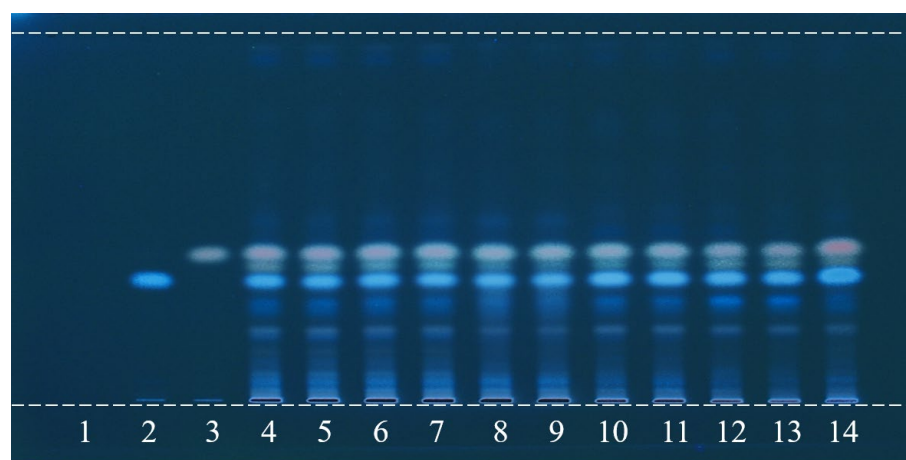
【展開劑 3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯 (19：1)

【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

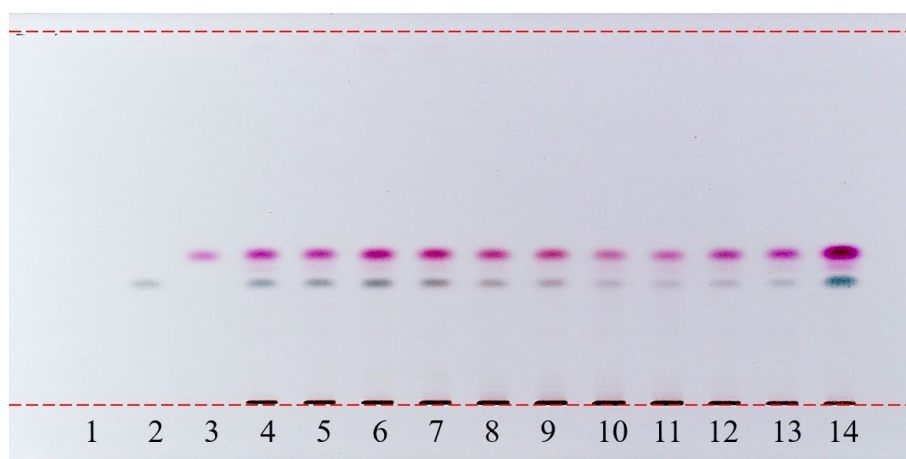


1	Blank	8, 9	檢品溶液 3 (NR)
2	木香煙內酯(1.0 mg/mL)	10, 11	檢品溶液 4 (CA1)
3	去氫木香內酯(1.0 mg/mL)	12, 13	檢品溶液 5 (CA2)
4, 5	檢品溶液 1 (NF)	14	Spike (檢品溶液 2)
6, 7	檢品溶液 2 (NJ)		

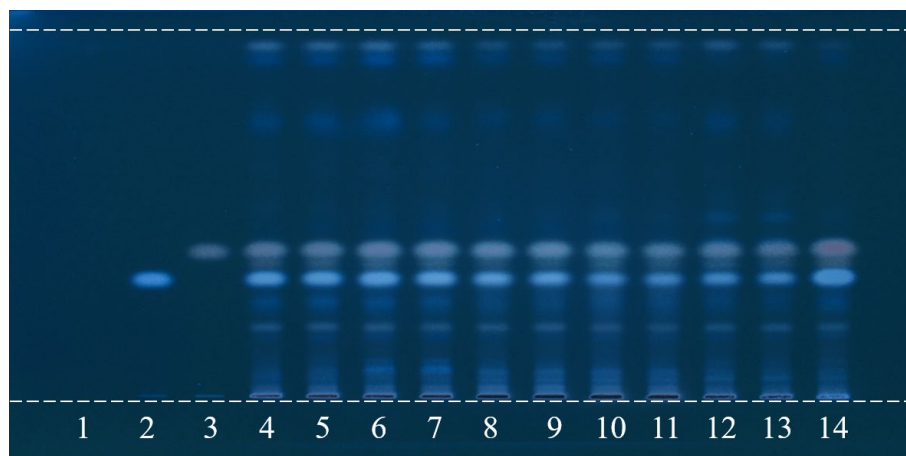
【展開劑 3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯 (19：1)

【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 (SO)
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 (SC)	14	Spike (檢品溶液 2)
6, 7	檢品溶液 7 (SG)		

結論與建議：飲片鑑別同藥材。