

## 草豆蔻

(ALPINIAE KATSUMADAI SEMEN)

### 草豆蔻 MI

|                      |   |
|----------------------|---|
| 一、藥材採購及鑑定.....       | 2 |
| 二、藥材性狀描述（圖 1）.....   | 2 |
| 三、藥材組織顯微鑑別（圖 2）..... | 2 |
| 四、藥材粉末顯微鑑別（圖 3）..... | 3 |

### 草豆蔻 HPLC

|                  |    |
|------------------|----|
| 一、材料.....        | 6  |
| 二、儀器及層析管柱.....   | 6  |
| 三、實驗藥品及試劑來源..... | 6  |
| 四、方法.....        | 6  |
| 五、結果.....        | 12 |

### 草豆蔻 TLC

|                  |    |
|------------------|----|
| 一、方法.....        | 41 |
| 二、萃法選擇及濃度測試..... | 42 |
| 三、溶媒系統選擇.....    | 43 |
| 四、觀察方式選擇.....    | 45 |
| 五、十批樣品檢測.....    | 46 |

## 草豆蔻

### (ALPINIAE KATSUMADAI SEMEN)

#### 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草豆蔻的乾燥近成熟種子。

#### 二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：草豆蔻

生藥名：ALPINIAE KATSUMADAI SEMEN

英文名：Katsumade Galangal Seed

基原：薑科 Zingiberaceae 植物草豆蔻 *Alpinia katsumadai* Hayata 的乾燥近成熟種子。

採收加工：夏、秋二季果實成熟時採收，曬至近全乾，或用水燙過以後曬至半乾，除去果皮後曬乾種子團。

藥材性狀：本藥材為草豆蔻的乾燥近成熟種子。類球形種子團，具 3 條明顯的淺溝，直徑 11~25 mm。表面灰棕色至黃棕色，中間有黃白色或淡棕色隔膜將種子團分成 3 瓣，每瓣有眾多種子緊密連結。種子呈卵圓狀多面體，直徑 1~2.5 mm，長約 3~5.2mm，外被淡棕色膜質假種皮，種脊為一條縱溝，一端有種臍；縱切面可見種皮沿種脊深入部分約佔種子表面積 1/2，胚乳灰白色。質硬。氣香，味辛、微苦。

生長分佈：多年生草本植物，株高 1.5~3 m，生於山地、疏林、溝谷、河邊及林緣濕地，花期 4~6 月，果期 6~8 月。分布於廣東、海南、廣西等地。

#### 三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 假種皮有時殘存，為多角形薄壁細胞。
2. 種皮表皮細胞類圓形，壁較厚。
3. 下皮細胞 1~3 列，略切向延長的薄壁細胞。
4. 色素層由數列細胞組成，細胞邊界不明顯，其間散有類圓形油細胞 1~2 列。
5. 油細胞直徑約 40  $\mu\text{m}$ 。
6. 內種皮為 1 列柵狀厚壁細胞，棕紅色，內壁與側壁極厚，胞腔小，內含硅質塊。
7. 外胚乳細胞充滿細小的澱粉粒及細小草酸鈣方晶。

#### 四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末黃棕色。
2. 內種皮厚壁細胞橙黃色至黃棕色，表面觀呈多角形或類圓形，壁厚，非木化，胞腔內含硅質塊；側面觀呈柵欄狀，內壁及側壁極厚，胞腔偏外側，內含硅質塊；偏光顯微鏡下呈橙黃色或紅棕色。
3. 種皮表皮細胞表面觀呈長條狀，無色或淡黃色，壁稍厚；偏光顯微鏡下呈亮黃色。
4. 下皮細胞表面觀呈長多角形或類長方形，無色或淡黃色，下層常連有種皮表皮細胞。
5. 色素層細胞皺縮，黃棕色至紅棕色，邊界不明顯，含紅棕色物，易碎裂成不規則色素塊。
6. 油細胞常散在於色素層細胞間，呈類圓形或長圓形，含黃綠色油狀物，直徑 16~59  $\mu\text{m}$ 。
7. 外胚乳細胞長方形或多邊形，內含直徑 1~13  $\mu\text{m}$  的草酸鈣方晶。偏光顯微鏡下呈淡白色。

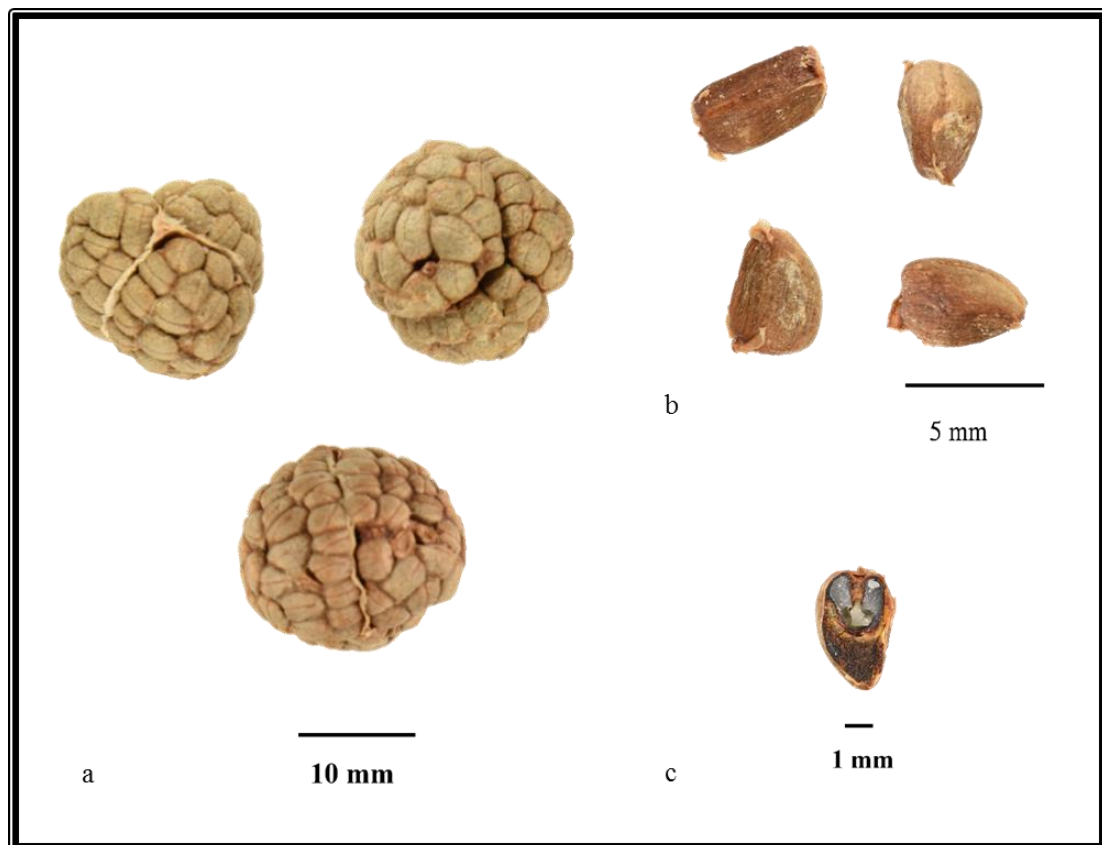


圖 1 草豆蔻藥材圖

a.草豆蔻種子團 b.種子放大圖 c.種子縱切面放大圖

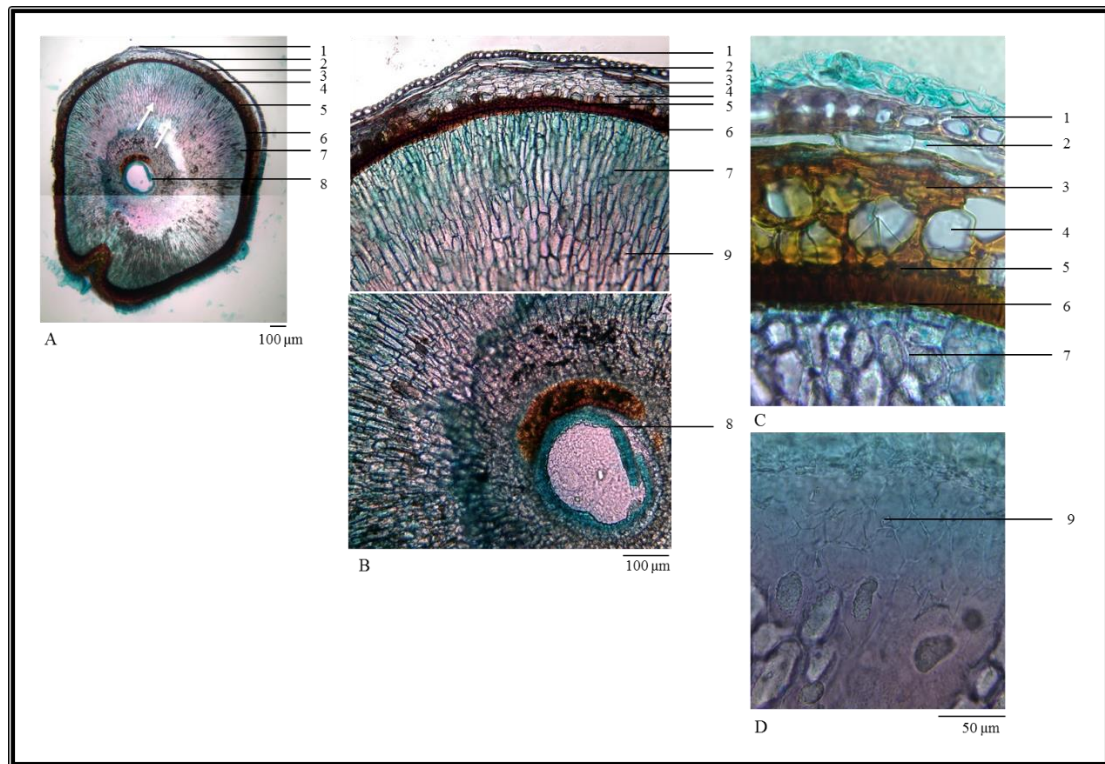


圖 2 草豆蔻橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.橫切面放大圖 C.油細胞及硅質塊 D.草酸鈣方晶

1.種皮表皮 2.下皮 3.色素層 4.油細胞 5.硅質塊 6.內種皮 7.外胚乳  
8.內胚乳 9.草酸鈣方晶

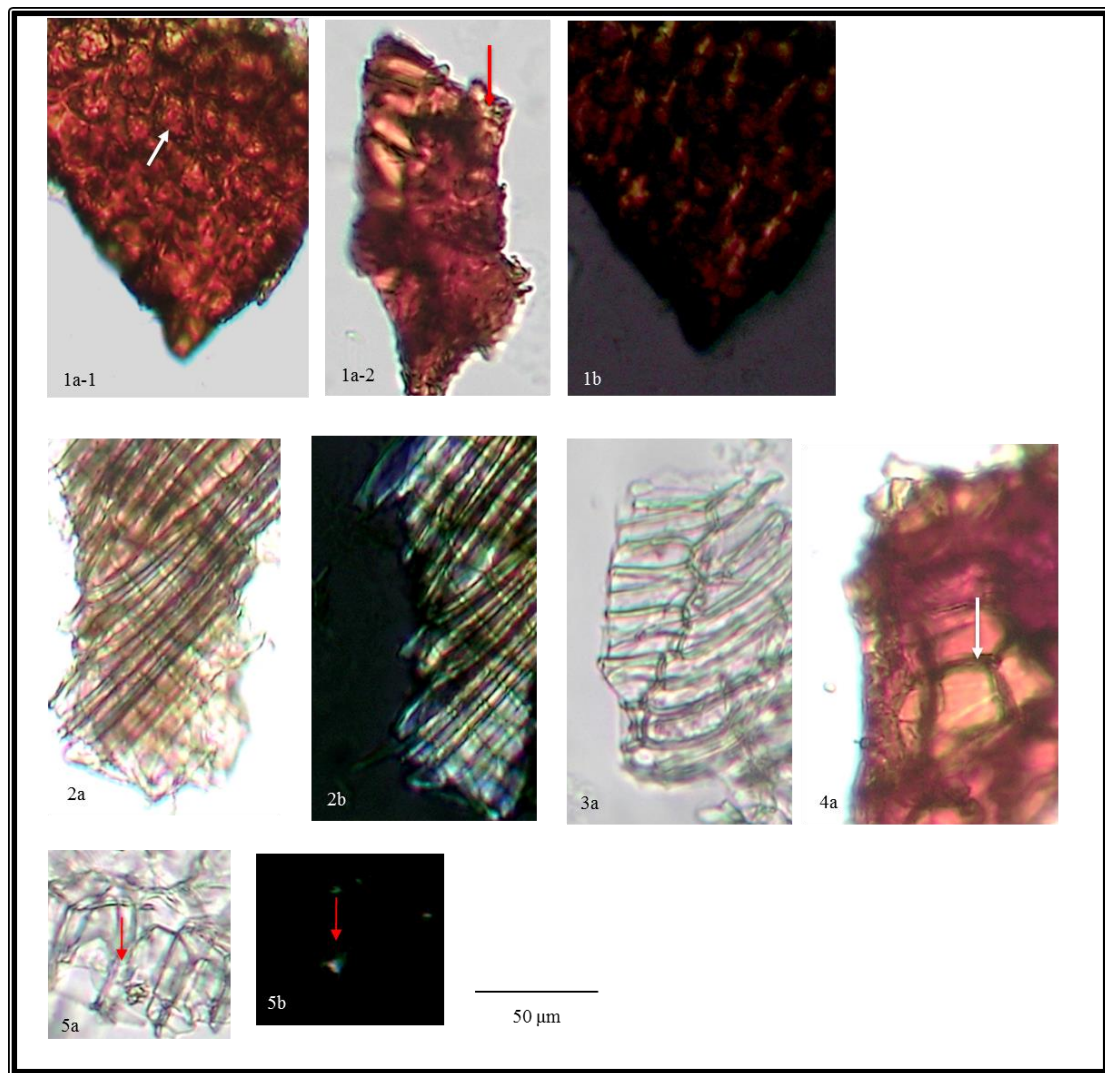


圖 3 草豆蔻粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 含硅質塊的內種皮細胞(1a-1 表面觀，1a-2 側面觀，硅質塊→)
2. 種皮表皮細胞 3. 下皮細胞 4. 色素細胞(油細胞)
5. 外胚乳細胞(草酸鈣方晶→)

## 草豆蔻(*Alpiniae Katsumadai Semen*)

### 一、材料

購自於台灣各地中藥店草豆蔻藥材共 10 批。

### 二、儀器及層析管柱

#### (一) HPLC 儀器及層析管柱

Shimadzu LC-2040C 3D，包含 Quaternary pump、Autosampler、Thermostatted column compartment、Diode-Array Detector；層析管柱 Agilent Zorbax Eclipse XDB-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)。

#### (二) UPLC 儀器及層析管柱

Waters AcQuity Ultra Performance LC，包含 Binary Solvent Manager、Sampler Manager、PDA Detector；層析管柱 Waters Acquity UPLC BEH C<sub>18</sub> Column (100 × 2.1 mm, 1.7 μm)

### 三、實驗藥品及試劑來源

#### (一) 試劑

乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich；乙醇(95%)購自於國韶實業有限公司；甲醇(HPLC grade)購自於 Merck。

#### (二) 標準品

山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)購自於昇漢科技，純度 98%以上。

### 四、方法

#### (一) 最佳萃取溶媒開發

取本品粉末七份，每份精確稱定 0.2 g，置 50 mL 離心管中，精確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇、50%乙醇、水各 20 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × g)，取得濾液搖勻再過濾(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山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)最大波峰面積為最佳草豆蔻萃取溶媒。

## (二) 最佳萃取次數評估

取本品粉末約 0.2 g (過第 20 號篩網)，精確稱定，置 50 mL 離心管中，精確加入甲醇 10 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約  $4000 \times g$ )，濾液加甲醇定容至 10 mL，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22  $\mu\text{m}$ )，取濾液，即得。每針 10  $\mu\text{L}$  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. 標準品為山薑素(Alpinetin):

取標準品山薑素(Alpinetin)精確稱定 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含山薑素(Alpinetin) 1000  $\mu\text{g}$  的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 75  $\mu\text{g/mL}$  製成對照標準品溶液。

### 2. 標準品為喬松素(Pinocembrin):

取標準品喬松素(Pinocembrin)精確稱定 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含喬松素(Pinocembrin) 1000  $\mu\text{g}$  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。

### 3. 標準品為小豆蔻明(Cardamonin):

取標準品小豆蔻明(Cardamonin)精確稱定 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含小豆蔻明(Cardamonin) 1000  $\mu\text{g}$  的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 75  $\mu\text{g/mL}$  製成對照標準品溶液。

### 4. 標準品為檜木酮(Alnustone):

取標準品檜木酮(Alnustone)精確稱定 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含檜木酮(Alnustone) 1000  $\mu\text{g}$  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

取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.2 g，精確稱定，置 50 mL 離心管中，精確加入甲醇 10 mL，超音波震盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘(約  $4000 \times g$ )，取濾液。殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 20 mL 之定量瓶中，加入溶媒至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22  $\mu\text{m}$ )，即得。

## (五) 測定法

分別精確吸取山薑素(Alpinetin)對照標準品溶液(75 µg/mL)、喬松素(Pinocembrin)對照標準品溶液(50 µg/mL)、小豆蔻明(Cardamonin)對照標準品溶液(75 µg/mL)、檳木酮(Alnustone)對照標準品溶液(50 µg/mL)與檢品溶液 10 µL，注入 HPLC，測定，用標準曲線分別計算溶液中山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)的含量，即得。

## (六) 檢量線

### 1. 標準品為山薑素(Alpinetin):

精確吸取山薑素(Alpinetin)標準品儲備溶液適量(1000 µg/mL)，以甲醇稀釋成含山薑素(Alpinetin)分別為 200、100、75、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  $R^2$ 。

### 2. 標準品為喬松素(Pinocembrin):

精確吸取喬松素(Pinocembrin)標準品儲備溶液適量(1000 µg/mL)，以甲醇稀釋製成含喬松素(Pinocembrin)分別為 200、100、75、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  $R^2$ 。

### 3. 標準品為小豆蔻明(Cardamonin):

精確吸取小豆蔻明(Cardamonin)標準品儲備溶液適量(1000 µg/mL)，以甲醇稀釋製成含小豆蔻明(Cardamonin)分別為 200、100、75、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  $R^2$ 。

### 4. 標準品為檳木酮(Alnustone):

精確吸取檳木酮(Alnustone)標準品儲備溶液適量(1000 µg/mL)，以甲醇稀釋製成含檳木酮(Alnustone)分別為 200、100、75、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

##### 1. 標準品為山薑素(Alpinetin):

以山薑素(Alpinetin)濃度為 75 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣五針，以山薑素(Alpinetin)波峰面積為指標，求出相對標準差。

##### 2. 標準品為喬松素(Pinocembrin):

以喬松素(Pinocembrin)濃度為 50 µg/mL 之標準品溶液連續進樣五針，以喬松素(Pinocembrin)波峰面積為指標，求出相對標準差。

##### 3. 標準品為小豆蔻明(Cardamonin):

以小豆蔻明(Cardamonin)濃度為 75 µg/mL 之標準品儲溶液連續進樣五針，以小豆蔻明(Cardamonin)波峰面積為指標，求出相對標準差。

##### 4. 標準品為檳木酮(Alnustone):

以檳木酮(Alnustone)濃度為 50 µg/mL 之標準品儲溶液連續進樣五針，以檳木酮(Alnustone)波峰面積為指標，求出相對標準差。

#### (八) 再現性與穩定性試驗

1. 再現性:取同一批市售草豆蔻粉末，依草豆蔻檢品溶液製備方法平行製備五份草豆蔻檢品溶液，進樣測定，分別以山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性:取同一批市售草豆蔻粉末，依草豆蔻檢品溶液製備方法製備草豆蔻檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)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

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；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. 標準品為山薑素(Alpinetin):

取已知山薑素(Alpinetin)含量的草豆蔻藥材粉末約 0.1 g，精確稱定五份，分別加入 1.3 mL 的山薑素(Alpinetin)溶液(1000 µg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

2.標準品為喬松素(Pinocembrin):

取已知喬松素(Pinocembrin)含量的草豆蔻藥材粉末約 0.1 g，精確稱定五份，分別加入 0.6 mL 的喬松素(Pinocembrin)溶液(1000 µg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

3.標準品為小豆蔻明(Cardamonin):

取已知小豆蔻明(Cardamonin)含量的草豆蔻藥材粉末約 0.1 g，精確稱定五份，分別加入 1.2 mL 的小豆蔻明(Cardamonin)溶液(1000 µg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

4.標準品為檳木酮(Alnustone):

取已知檳木酮(Alnustone)含量的草豆蔻藥材粉末約 0.1 g，精確稱定五份，分別加入 1.2 mL 的檳木酮(Alnustone)溶液(1000 µg/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 XDB-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 µm)
2. 檢測波長：UV 300 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       | 40    | 60   |
| 20      | 50    | 50   |
| 50      | 100   | 0    |

(十二) 臺灣市售草豆蔻含量測定

取十批市售草豆蔻藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 µL 連續三針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)的百分含量。

(十三) 草豆蔻檢品之 UPLC 層析條件

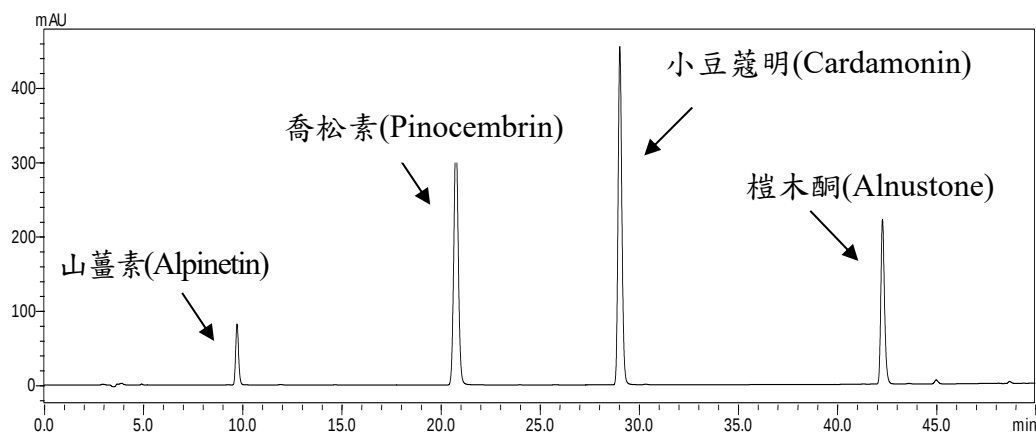
1. 層析管：Waters Acquity UPLC BEH C18 Column (100 × 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 300 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

| 時間(min) | 乙腈(%) | 水(%) |
|---------|-------|------|
| 0       | 40    | 60   |
| 2       | 43    | 57   |
| 5       | 50    | 50   |
| 10      | 100   | 0    |

## 五、結果

### (一) 標準品山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)之 HPLC 層析

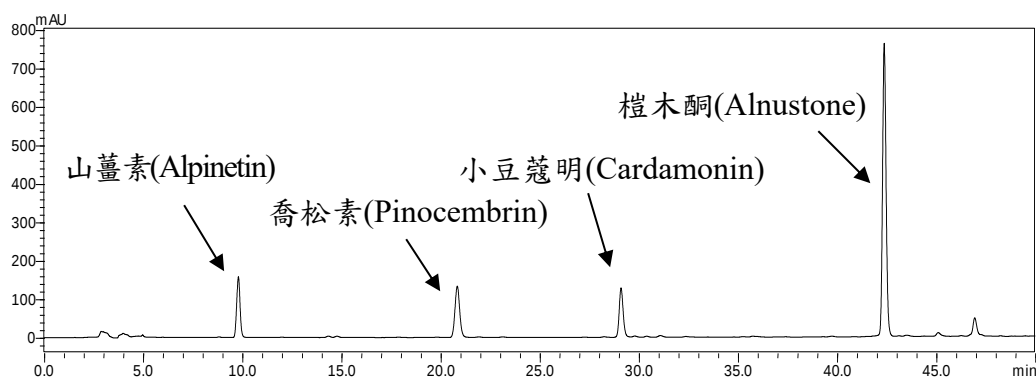
於滯留時間 9.74、20.8、29.0、42.3 分鐘處分別顯示山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)標準品波峰(圖一)。



圖一、山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)標準品溶液之 HPLC 層析圖

### (二) 市售草豆蔻檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 9.57、20.7、28.9、42.1 分鐘處分別顯示草豆蔻檢品中山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)波峰(圖二)。分離率分別為  $R=3.59$ 、 $2.38$ 、 $2.27$ 、 $2.01$ ，拖尾因子分別為  $T=0.98$ 、 $1.00$ 、 $0.99$ 、 $1.01$ ，均在系統適用性要求內。



圖二、市售草豆蔻檢品之 HPLC 層析圖

### (三) 最佳萃取溶媒開發

以甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)的波峰面積最大，顯示甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

| 溶媒     | 山薑素<br>波峰面積<br>(mAU) | 喬松素<br>波峰面積<br>(mAU) | 小豆蔻明<br>波峰面積<br>(mAU) | 檳木酮<br>波峰面積<br>(mAU) | 最佳萃取 |
|--------|----------------------|----------------------|-----------------------|----------------------|------|
| 甲醇     | 1268424              | 940507               | 1971678               | 3211532              | √    |
| 75% 甲醇 | 1178493              | 904277               | 1757987               | 2867285              |      |
| 50% 甲醇 | 1019301              | 775450               | 977837                | 1393740              |      |
| 乙醇     | 1162458              | 852708               | 1843360               | 3045144              |      |
| 75% 乙醇 | 1222797              | 921139               | 1920821               | 3060635              |      |
| 50% 乙醇 | 982376               | 771851               | 1362908               | 2099287              |      |
| 水      | 70357                | 79278                | -                     | -                    |      |

### (四) 最佳萃取次數評估

結果顯示萃取兩次基本上已將山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)萃取完全(>98%)。

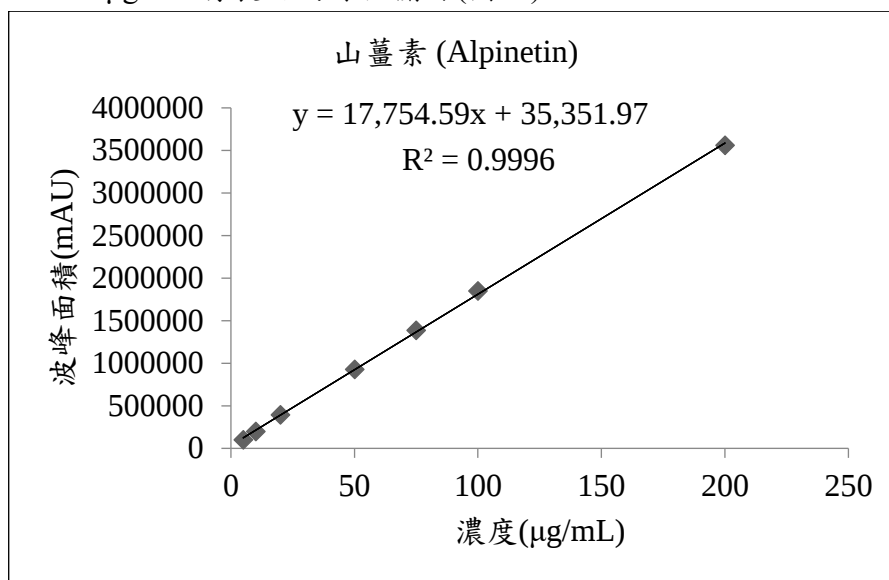
表二、草豆蔻檢品萃取次數評估

| 甲醇萃取次數 | 山薑素<br>波峰面積<br>(mAU) | 喬松素<br>波峰面積<br>(mAU) | 小豆蔻明<br>波峰面積<br>(mAU) | 檳木酮<br>波峰面積<br>(mAU) |
|--------|----------------------|----------------------|-----------------------|----------------------|
| 第一次    | 2750963              | 2067355              | 4303544               | 7084947              |
| 第二次    | 255478               | 178114               | 367429                | 512181               |
| 第三次    | 22635                | 13719                | 32306                 | 34262                |
| 第四次    | 10486                | 5609                 | 16023                 | 13372                |

(五) 標準品山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)、  
檳木酮(Alnustone)檢量線

1.標準品山薑素(Alpinetin)檢量線

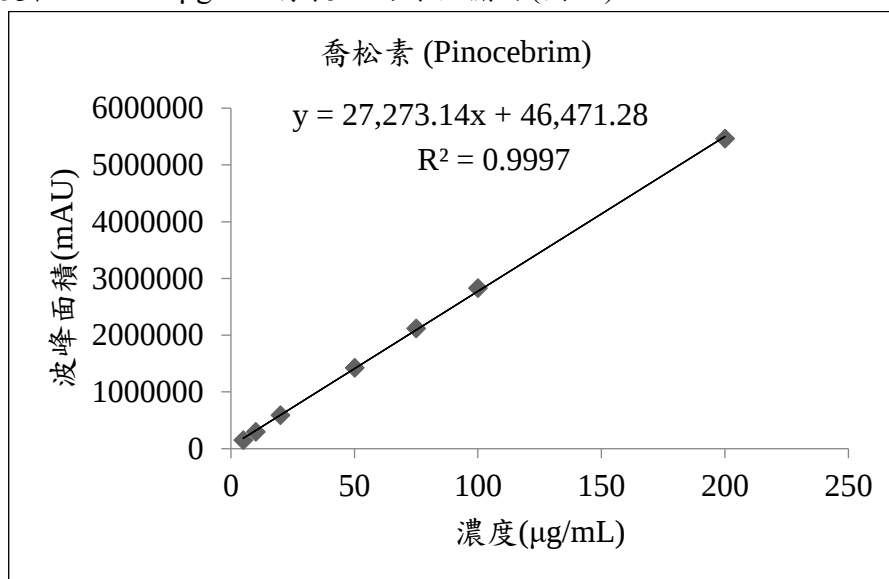
經不同濃度山薑素(Alpinetin) (x)對各自層析波峰面積的反應值(y)所得到的檢量線方程式為  $y = 17754.59x + 35351.97$ ， $R^2 = 0.9996$ ，顯示濃度在 5.0–200  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖三)。



圖三、山薑素(Alpinetin)之檢量線圖

2.標準品喬松素(Pinocembrin)檢量線

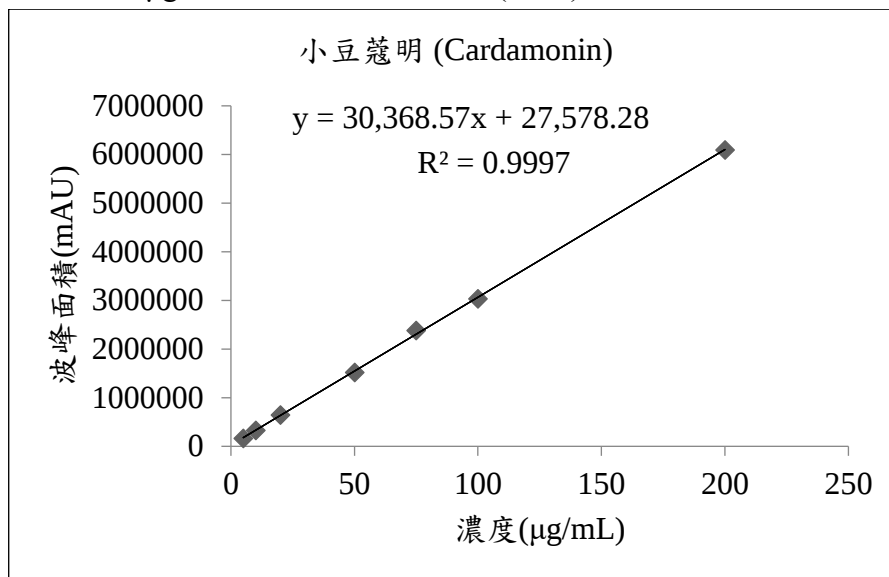
經不同濃度喬松素(Pinocembrin) (x)對各自層析波峰面積的反應值(y)所得到的檢量線方程式為  $y = 27273.14x + 46471.28$ ， $R^2 = 0.9997$ ，顯示濃度在 5.0–200  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖四)。



圖四、喬松素(Pinocembrin)之檢量線圖

### 3.標準品小豆蔻明(Cardamonin)檢量線

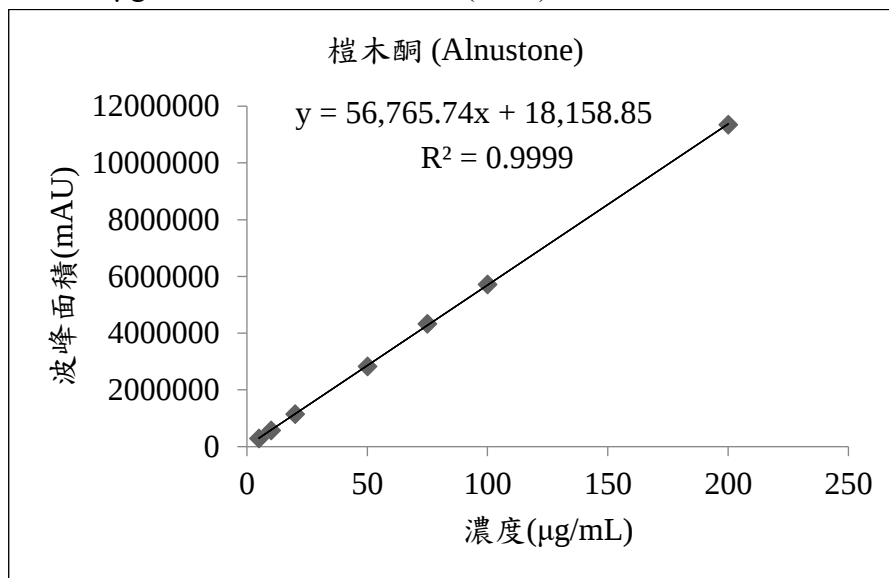
經不同濃度小豆蔻明(Cardamonin) (x)對各自層析波峰面積的反應值(y)所得到的檢量線方程式為  $y = 30368.57x + 27578.28$ ， $R^2 = 0.9997$ ，顯示濃度在 5–200  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖五)。



圖五、小豆蔻明(Cardamonin)之檢量線圖

### 4.標準品檳木酮(Alnustone)檢量線

經不同濃度檳木酮(Alnustone) (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  $y = 56765.74x + 18158.85$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 5–200  $\mu\text{g/mL}$  有良好的線性關係(圖六)。



圖六、檳木酮(Alnustone)之檢量線圖

表三、山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)與小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)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                    | $R^2$  |
|------------------|------------------------|----------------------------|--------|
| 山薑素(Alpinetin)   | 5.0–200                | $y = 17754.59x + 35351.97$ | 0.9996 |
| 喬松素(Pinocembrin) | 5.0–200                | $y = 27273.14x + 46471.28$ | 0.9997 |
| 小豆蔻明(Cardamonin) | 5.0–200                | $y = 30368.57x + 27578.28$ | 0.9997 |
| 檳木酮(Alnustone)   | 5.0–200                | $y = 56765.74x + 18158.85$ | 0.9999 |

#### (六) 精密度與再現性試驗

實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精確度良好，山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)精確度之相對標準差分別為 0.06、0.13、0.03、0.04%，再現性之相對標準差為 2.12、0.64、1.53、2.19%，均在系統適用性要求內。

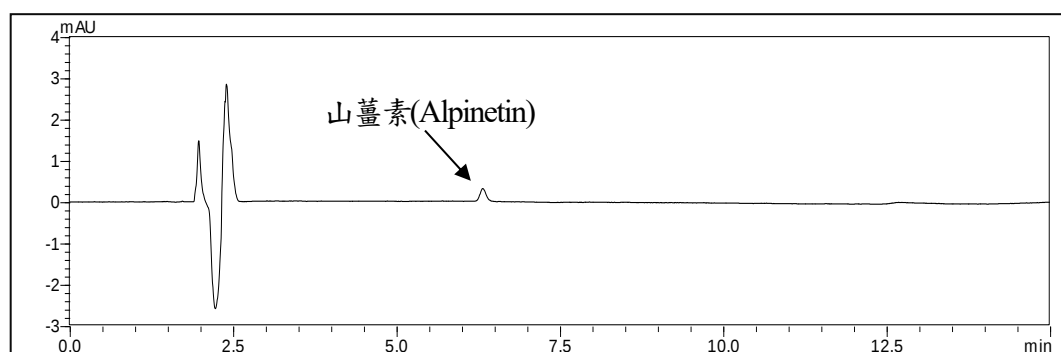
#### (七) 穩定性試驗

由結果可以得知，山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)在 24 小時內穩定，相對標準差分別為 1.90%、2.73%、1.35、2.52%，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。

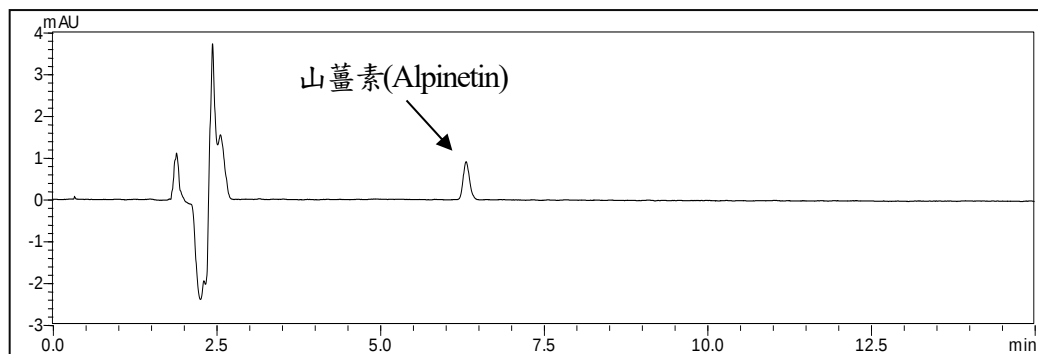
#### (八) 偵測極限與定量極限試驗

1. 標準品為山薑素(Alpinetin):

山薑素(Alpinetin)偵測極限(Limit of Detection, LOD)為  $0.1 \mu\text{g/mL}$  (圖七)，定量極限(Limit of Quantitation, LOQ)為  $0.3 \mu\text{g/mL}$  (圖八)。



圖七、山薑素(Alpinetin)之 LOD 層析圖



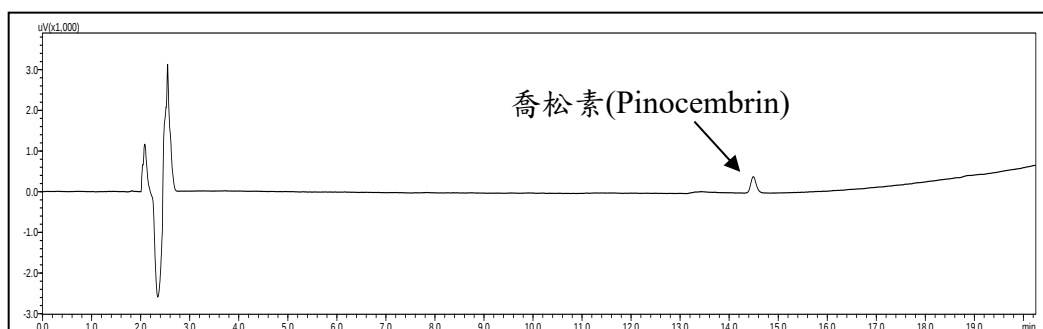
圖八、山薑素(Alpinetin)之 LOQ 層析圖

表四、山薑素(Alpinetin)各項檢驗分析

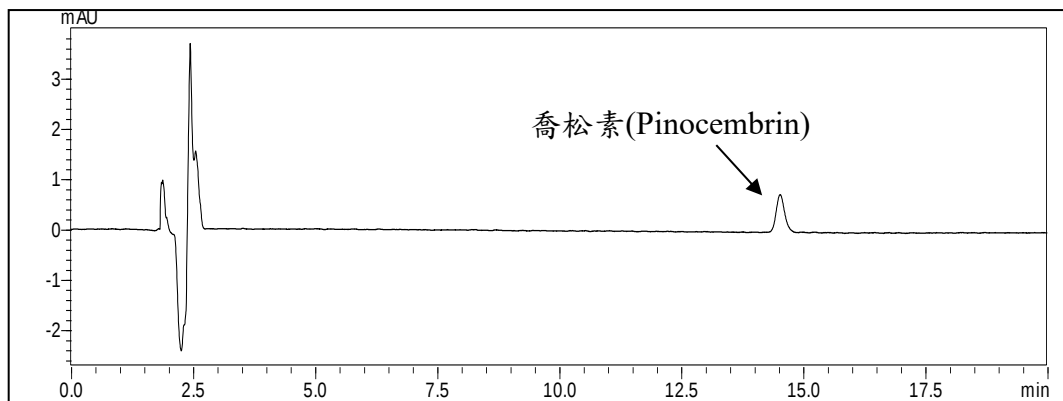
| 檢測項目       | 山薑素(Alpinetin) |            |
|------------|----------------|------------|
|            | 濃度             | R.S.D. (%) |
| 精密度 (n=5)  | 75 µg/mL       | 0.06       |
| 再現性 (n=5)  | 檢品溶液(No.4)     | 2.13       |
| 穩定性 (n=6)  | 檢品溶液(No.4)     | 1.90       |
| 偵測極限 (n=3) | 0.1 µg/mL      | -          |
| 定量極限 (n=3) | 0.3 µg/mL      | -          |

## 2.標準品為喬松素(Pinocembrin):

喬松素(Pinocembrin)偵測極限(Limit of Detection, LOD)為 0.1 µg/mL (圖九)，定量極限(Limit of Quantitation, LOQ)為 0.3 µg/mL (圖十)。



圖九、喬松素(Pinocembrin)之 LOD 層析圖



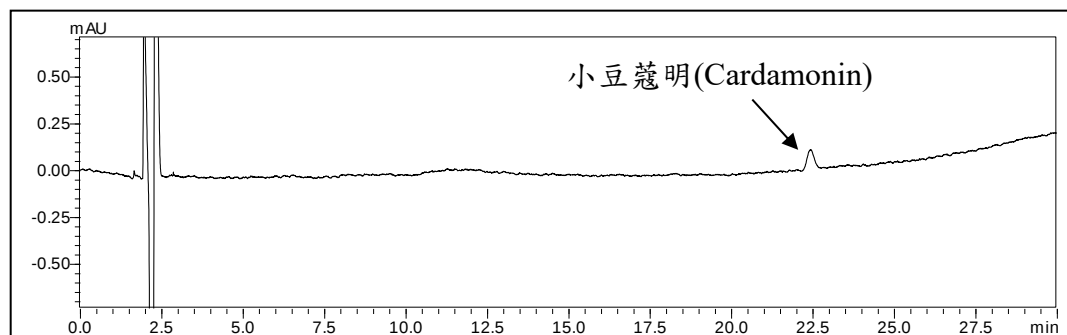
圖十、喬松素(Pinocembrin)之 LOQ 層析圖

表五、喬松素(Pinocembrin)各項檢驗分析

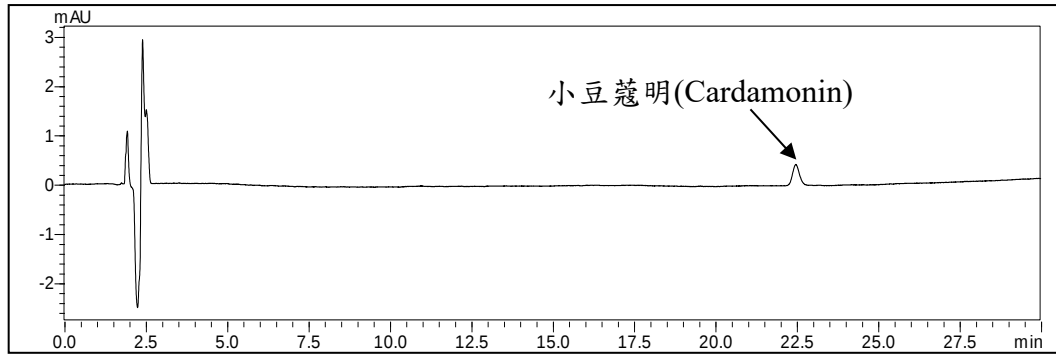
| 檢測項目       | 喬松素(Pinocembrin)     |            |
|------------|----------------------|------------|
|            | 濃度                   | R.S.D. (%) |
| 精密度 (n=5)  | 50 $\mu\text{g/mL}$  | 0.13       |
| 再現性 (n=5)  | 檢品溶液(No.4)           | 0.69       |
| 穩定性 (n=6)  | 檢品溶液(No.4)           | 0.64       |
| 偵測極限 (n=3) | 0.1 $\mu\text{g/mL}$ | -          |
| 定量極限 (n=3) | 0.3 $\mu\text{g/mL}$ | -          |

### 3.標準品為小豆蔻明(Cardamonin):

小豆蔻明(Cardamonin)偵測極限(Limit of Detection, LOD)為 0.05  $\mu\text{g/mL}$  (圖十一)，定量極限(Limit of Quantitation, LOQ)為 0.2  $\mu\text{g/mL}$  (圖十二)。



圖十一、小豆蔻明(Cardamonin)之 LOD 層析圖



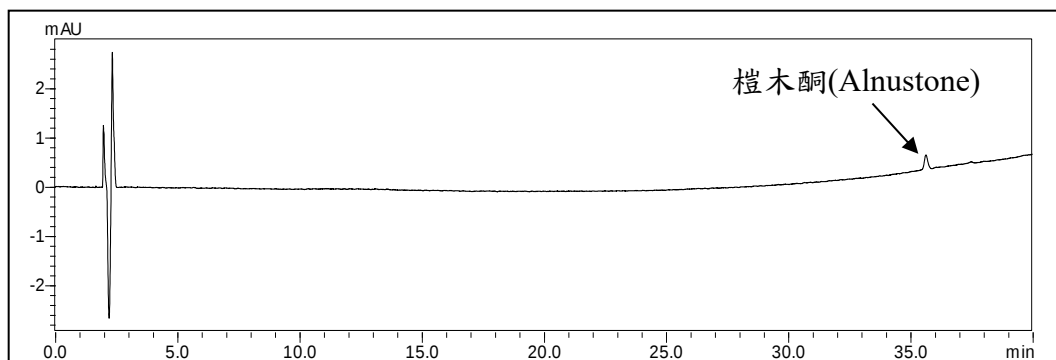
圖十二、小豆蔻明(Cardamonin)之 LOQ 層析圖

表六、小豆蔻明(Cardamonin)各項檢驗分析

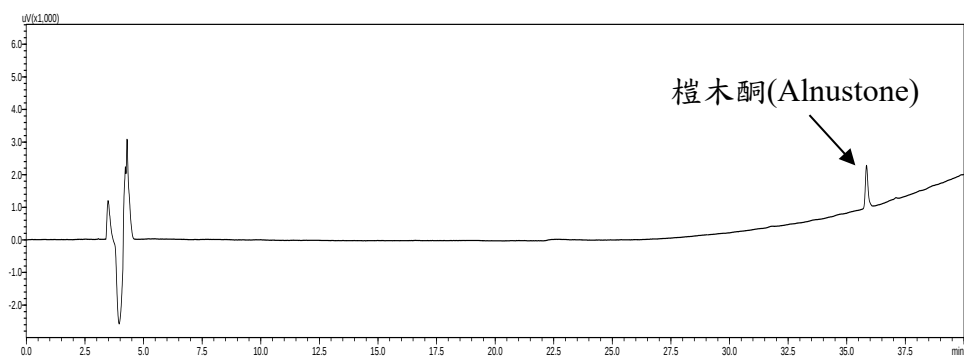
| 檢測項目       | 小豆蔻明(Cardamonin) |            |
|------------|------------------|------------|
|            | 濃度               | R.S.D. (%) |
| 精密度 (n=5)  | 75 µg/mL         | 0.03       |
| 再現性 (n=5)  | 檢品溶液(No.4)       | 1.53       |
| 穩定性 (n=6)  | 檢品溶液(No.4)       | 1.35       |
| 偵測極限 (n=3) | 0.05 µg/mL       | -          |
| 定量極限 (n=3) | 0.2 µg/mL        | -          |

#### 4.標準品為檳木酮(Alnustone):

檳木酮(Alnustone)偵測極限(Limit of Detection, LOD)為 0.05 µg/mL (圖十三)，定量極限(Limit of Quantitation, LOQ)為 0.1 µg/mL (圖十四)。



圖十三、檳木酮(Alnustone)之 LOD 層析圖



圖十四、檳木酮(Alnustone)之 LOQ 層析圖

表七、檳木酮(Alnustone)各項檢驗分析

| 檢測項目       | 檳木酮(Alnustone) |            |
|------------|----------------|------------|
|            | 濃度             | R.S.D. (%) |
| 精密度 (n=5)  | 50 µg/mL       | 0.04       |
| 再現性 (n=5)  | 檢品溶液(No.4)     | 2.19       |
| 穩定性 (n=6)  | 檢品溶液(No.4)     | 2.52       |
| 偵測極限 (n=3) | 0.05 µg/mL     | -          |
| 定量極限 (n=3) | 0.1 µg/mL      | -          |

#### (九) 添加回收率試驗

1.標準品為山薑素(Alpinetin):

添加山薑素(Alpinetin)平均添加回收率 93.4%，相對標準偏差 0.42%。

表八、山薑素(Alpinetin)添加回收率

| 編號 | 藥材稱重<br>(g) | 含有量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 測得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收率<br>(%) | R.S.D.<br>(%) |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|---------------|
| 1  | 0.1         | 1.312       | 1.30        | 2.528       | 93.54      | 93.35        | 0.42          |
| 2  | 0.1         | 1.312       | 1.30        | 2.524       | 93.23      |              |               |
| 3  | 0.1         | 1.312       | 1.30        | 2.533       | 93.92      |              |               |
| 4  | 0.1         | 1.312       | 1.30        | 2.518       | 92.77      |              |               |
| 5  | 0.1         | 1.312       | 1.30        | 2.525       | 93.31      |              |               |

2.標準品為喬松素素(Pinocembrin):

添加喬松素(Pinocembrin)平均添加回收率 96.3%，相對標準偏差 1.45%。

表九、喬松素(Pinocembrin)添加回收率

| 編號 | 藥材稱重<br>(g) | 含有量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 測得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收率<br>(%) | R.S.D.<br>(%) |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|---------------|
| 1  | 0.1         | 0.613       | 0.60        | 1.186       | 95.50      | 96.30        | 1.45          |
| 2  | 0.1         | 0.613       | 0.60        | 1.179       | 94.33      |              |               |
| 3  | 0.1         | 0.613       | 0.60        | 1.193       | 96.67      |              |               |
| 4  | 0.1         | 0.613       | 0.60        | 1.194       | 96.83      |              |               |
| 5  | 0.1         | 0.613       | 0.60        | 1.202       | 98.17      |              |               |

3.標準品為小豆蔻明(Cardamonin):

添加小豆蔻明(Cardamonin)平均添加回收率 91.3%，相對標準偏差 0.94%。

表十、小豆蔻明(Cardamonin)添加回收率

| 編號 | 藥材稱重<br>(g) | 含有量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 測得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收率<br>(%) | R.S.D.<br>(%) |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|---------------|
| 1  | 0.1         | 1.233       | 1.20        | 2.334       | 91.75      | 91.30        | 0.94          |
| 2  | 0.1         | 1.233       | 1.20        | 2.318       | 90.42      |              |               |
| 3  | 0.1         | 1.233       | 1.20        | 2.340       | 92.25      |              |               |
| 4  | 0.1         | 1.233       | 1.20        | 2.315       | 90.17      |              |               |
| 5  | 0.1         | 1.233       | 1.20        | 2.336       | 91.92      |              |               |

4.標準品為檜木酮(Alnustone):

添加檜木酮(Alnustone)平均添加回收率 92.5%，相對標準偏差 2.39%。

表十一、檜木酮(Alnustone)添加回收率

| 編號 | 藥材稱重<br>(g) | 含有量<br>(mg) | 加入量<br>(mg) | 測得量<br>(mg) | 回收率<br>(%) | 平均回收率<br>(%) | R.S.D.<br>(%) |
|----|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|--------------|---------------|
| 1  | 0.1         | 1.167       | 1.20        | 2.283       | 93.00      | 92.50        | 2.39          |
| 2  | 0.1         | 1.167       | 1.20        | 2.286       | 93.25      |              |               |
| 3  | 0.1         | 1.167       | 1.20        | 2.316       | 95.75      |              |               |
| 4  | 0.1         | 1.167       | 1.20        | 2.260       | 91.08      |              |               |
| 5  | 0.1         | 1.167       | 1.20        | 2.240       | 89.42      |              |               |

(十) 台灣市售草豆蔻含量測定

10 批草豆蔻藥材之含量測定結果(乾燥品)如表十一所示，山薑素(Alpinetin)的含量為 0.569–1.683%；喬松素(Pinocembrin)的含量為 0.310–1.208%；小豆蔻明(Cardamonin)的含量為 0.201–1.690%；檳木酮(Alnustone)的含量為 0.412–1.901%；山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)和小豆蔻明(Cardamonin)的總含量為 1.436–4.193%。建議草豆蔻藥材指標成分山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)和小豆蔻明(Cardamonin)的總含量不得少於 1.40%；檳木酮(Alnustone)的含量不得少於 0.50%。理論板數按山薑素(Alpinetin)波峰計算應不低於 10000 (實際值為 17545)；喬松素(Pinocembrin)波峰計算應不低於 10000 (實際值為 37406)；小豆蔻明(Cardamonin)波峰計算應不低於 10000 (實際值為 109307)；檳木酮(Alnustone)波峰計算應不低於 10000 (實際值為 280500)。

表十二、台灣市售草豆蔻檢品之山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)的含量

| 中藥店編號<br>(No.) | 山薑素<br>(Alpinetin)<br>含量(%) | 喬松素<br>(Pinocembrin)<br>含量(%) | 小豆蔻明<br>(Cardamonin)<br>含量(%) | 山薑素+喬松素+小<br>豆蔻明<br>總量(%) |
|----------------|-----------------------------|-------------------------------|-------------------------------|---------------------------|
| 1 (NJ-3)       | 1.123                       | 1.022                         | 0.843                         | 2.988                     |
| 2 (NF-3)       | 1.072                       | 1.208                         | 0.759                         | 3.039                     |
| 3 (NF-4)       | 1.174                       | 0.904                         | 0.653                         | 2.731                     |
| 4 (ND)         | 0.672                       | 1.052                         | 1.311                         | 3.035                     |
| 5 (SA)         | 1.683                       | 0.820                         | 1.690                         | 4.193                     |
| 6 (SC)         | 1.115                       | 0.580                         | 0.528                         | 2.223                     |
| 7 (SU-B)       | 0.569                       | 0.310                         | 0.557                         | 1.436                     |
| 8 (SU-C)       | 0.866                       | 0.515                         | 0.692                         | 2.073                     |
| 9 (SZ-1)       | 0.713                       | 0.839                         | 0.201                         | 1.753                     |
| 10 (SZ-2)      | 0.799                       | 0.777                         | 0.253                         | 1.829                     |

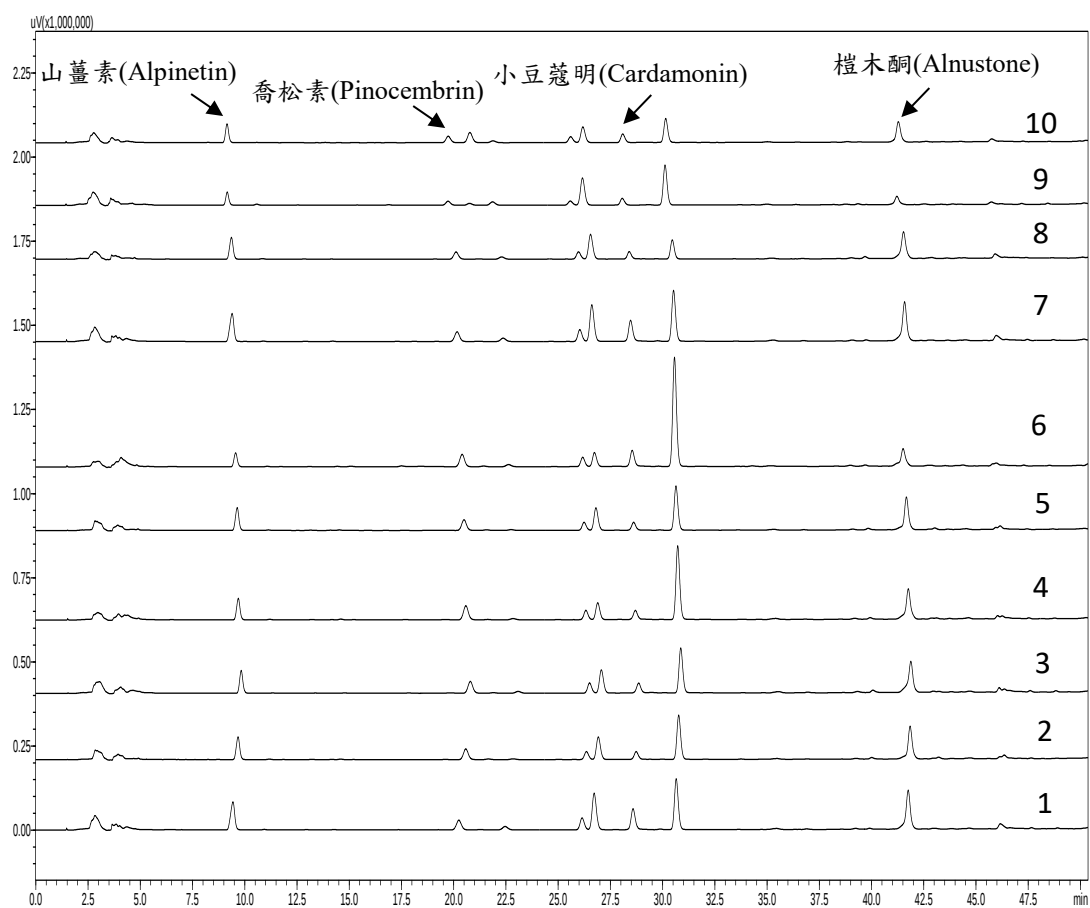
| 中藥店編號<br>(No.) | 檳木酮(Alnustone)<br>含量(%) | 中藥店編號<br>(No.) | 檳木酮(Alnustone)<br>含量(%) |
|----------------|-------------------------|----------------|-------------------------|
| 1 (NJ-3)       | 1.566                   | 6 (SC)         | 1.168                   |
| 2 (NF-3)       | 1.691                   | 7 (SU-B)       | 0.412                   |
| 3 (NF-4)       | 1.901                   | 8 (SU-C)       | 1.007                   |
| 4 (ND)         | 0.993                   | 9 (SZ-1)       | 0.943                   |
| 5 (SA)         | 1.826                   | 10 (SZ-2)      | 1.041                   |

(十一) 市售草豆蔻藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取十批市售草豆蔻檢品溶液各 10  $\mu$ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Agilent Zorbax Eclipse XDB-C18 Column (250  $\times$  4.6 mm, 5  $\mu$ m)
2. 檢測波長：UV 260 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：35  $^{\circ}$ C
5. 注入量：10  $\mu$ L
6. 移動相：

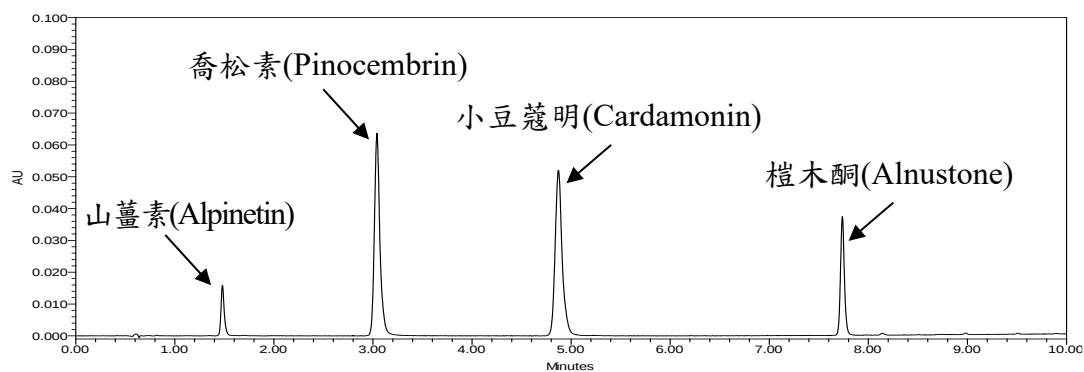
| 時間(min) | 乙腈(%) | 水(%) |
|---------|-------|------|
| 0       | 40    | 60   |
| 20      | 50    | 50   |
| 50      | 100   | 0    |



圖十五、10 批草豆蔻藥材之 HPLC 層析圖

(十二) 標準品山薑素、喬松素、小豆蔻明與檳木酮之 UPLC 層析

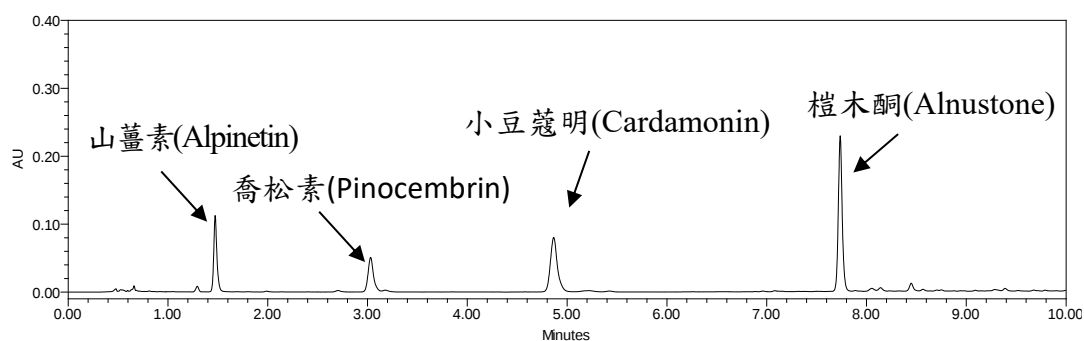
於滯留時間 1.46、3.04、4.87、7.74 分鐘處分別顯示山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)標準品的波峰(圖十六)。



圖十六、山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售草豆蔻檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 1.47、3.03、4.86、7.74 分鐘處分別顯示草豆蔻檢品中山薑素(Alpinetin)、喬松素(Pinocembrin)、小豆蔻明(Cardamonin)與檳木酮(Alnustone)的波峰(圖十七)。

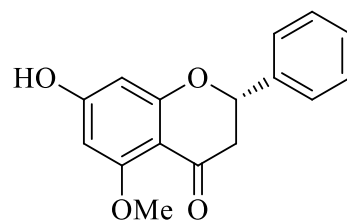


圖十七、市售草豆蔻檢品之 UPLC 層析圖

(十四) 山薑素(Alpinetin)的分子式、分子量與熔點

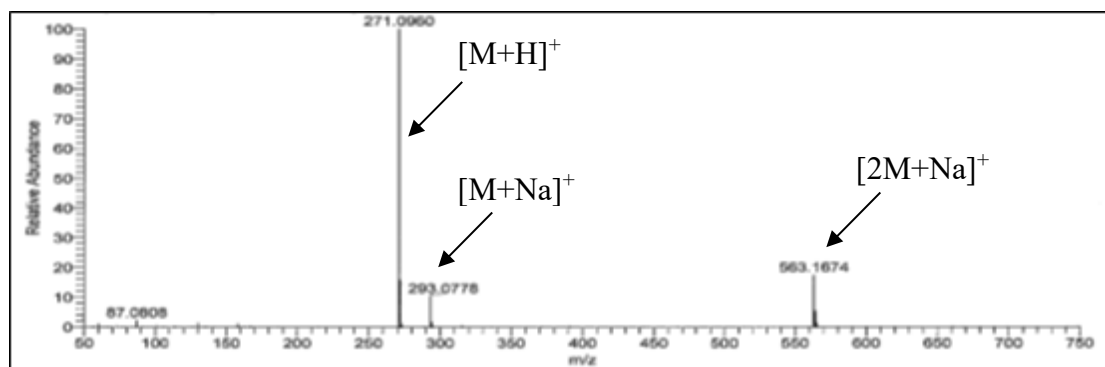
分子式：C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>；Mol. Wt.：270.29；mp：222–224 °C；白色固體。

(十五) 山薑素(Alpinetin)的結構



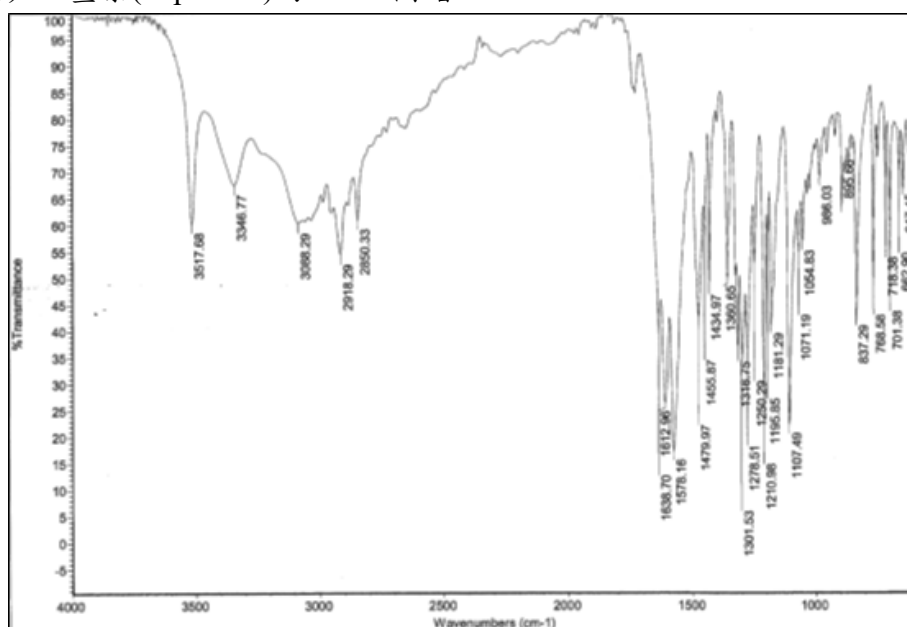


(十八) 山薑素(Alpinetin)的 ESI-MS 圖譜



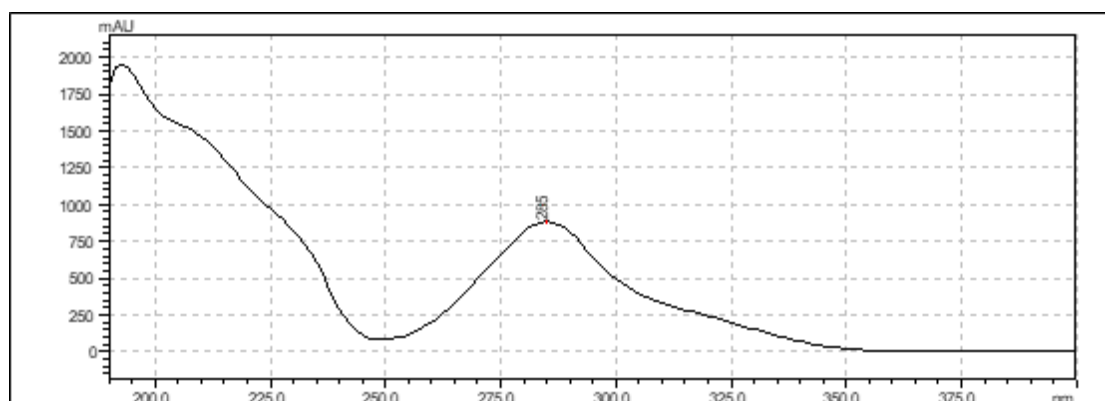
圖二十、山薑素(Alpinetin)的 ESI-MS 圖譜

(十九) 山薑素(Alpinetin)的 FTIR 圖譜



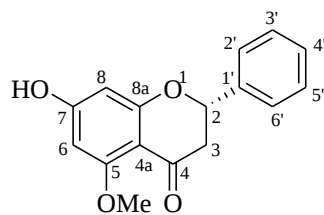
圖二十一、山薑素(Alpinetin)的 FTIR 圖譜

(二十) 山薑素(Alpinetin)的 UV 圖譜



圖二十二、山薑素(Alpinetin)的 UV 圖譜

(二十一) 山薑素(Alpinetin)的氫、碳化學位移



山薑素(Alpinetin)

表十三、山薑素(Alpinetin)的氫、碳化學位移(CD<sub>3</sub>OD)<sup>a</sup>

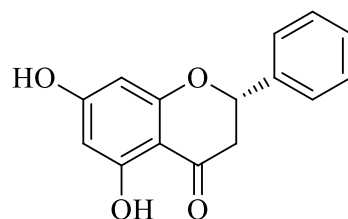
| position | $\delta_H$ (600 MHz)                        | $\delta_C$ (150 MHz) |
|----------|---------------------------------------------|----------------------|
| 2        | 5.42 (dd, 12.6, 3.0)                        | 80.2                 |
| 3        | 2.71 (dd, 16.2, 3.0), 2.98 (dd, 16.2, 12.6) | 46.5                 |
| 4        | -                                           | 191.7                |
| 4a       | -                                           | 105.8                |
| 5        | -                                           | 164.3                |
| 6        | 6.09 (d, 2.4)                               | 94.3                 |
| 7        | -                                           | 167.1                |
| 8        | 6.04 (d, 2.4)                               | 97.1                 |
| 8a       | -                                           | 166.6                |
| 1'       | -                                           | 140.6                |
| 2'       | 7.46–7.48 (m)                               | 127.3                |
| 3'       | 7.38–7.41 (m)                               | 129.7                |
| 4'       | 7.33–7.36 (m)                               | 129.5                |
| 5'       | 7.38–7.41 (m)                               | 129.7                |
| 6'       | 7.46–7.48 (m)                               | 127.3                |
| 5-OMe    | 3.82 (s)                                    | 56.2                 |

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

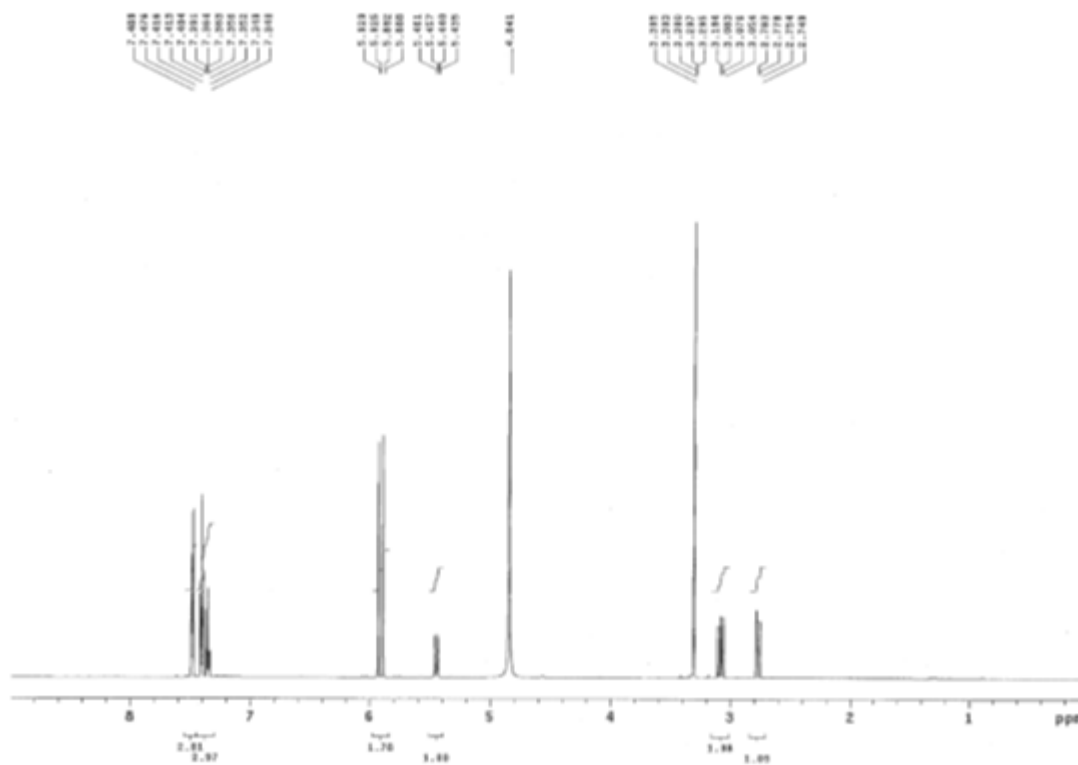
(二十二) 喬松素(Pinocembrin)的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{15}H_{12}O_4$ ；Mol. Wt.：256.26；mp：200–201 °C；白色固體。

(二十三) 喬松素(Pinocembrin)結構

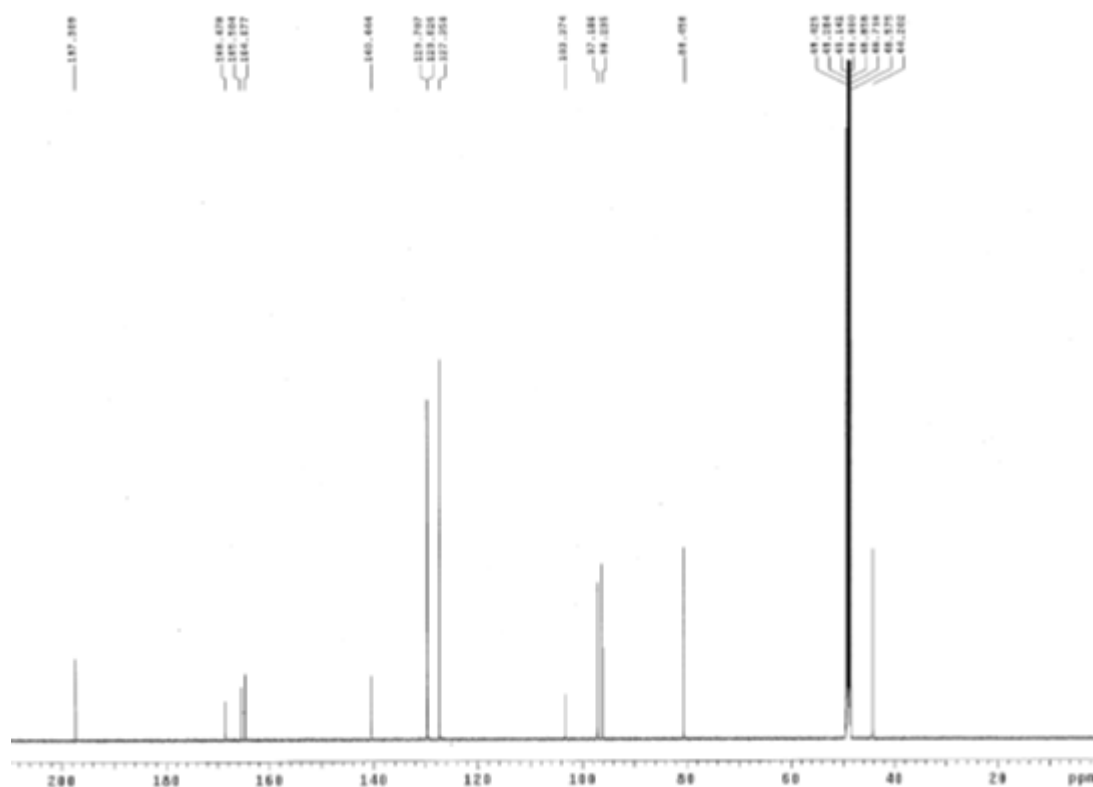


(二十四) 喬松素(Pinocembrin)  $^1H$  NMR 圖譜



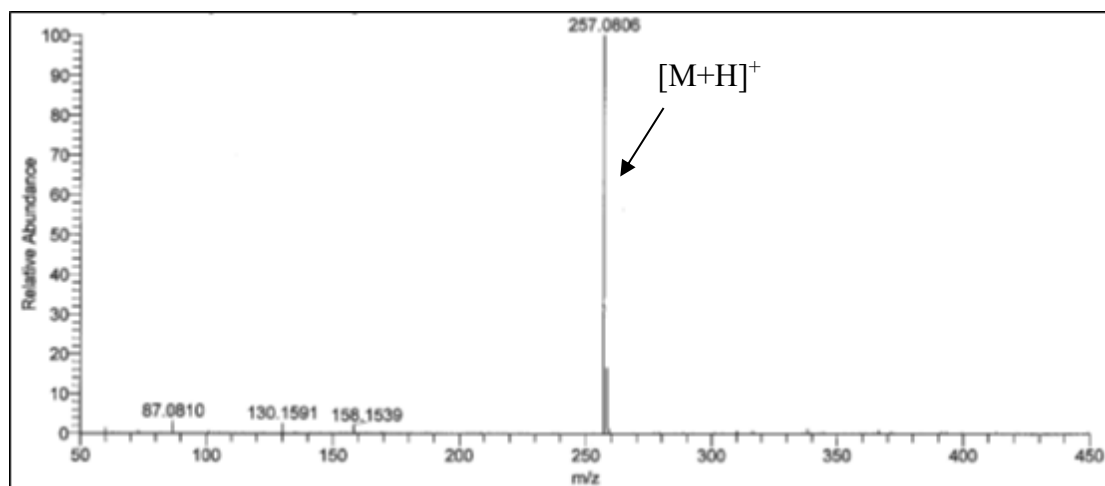
圖二十三、喬松素(Pinocembrin)的  $^1H$  NMR 圖譜( $CD_3OD$ )

(二十五) 喬松素(Pinocembrin)  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜



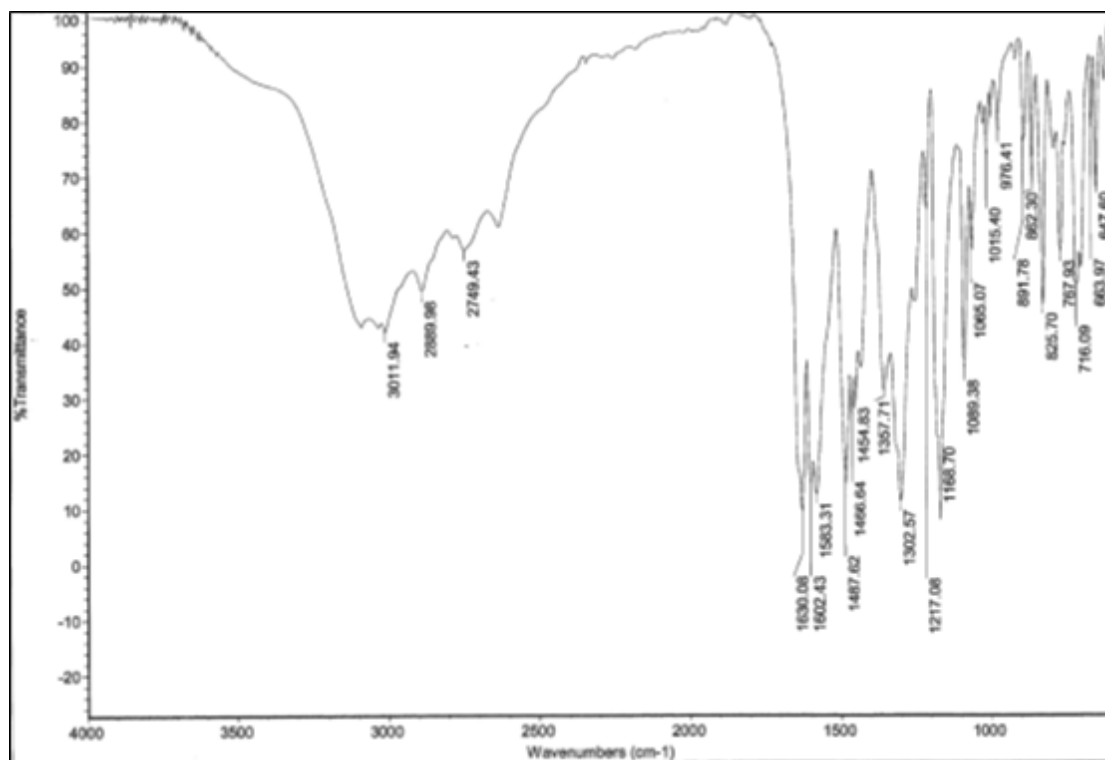
圖二十四、喬松素(Pinocembrin)的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜( $\text{CD}_3\text{OD}$ )

(二十六) 喬松素(Pinocembrin) ESI-MS 圖譜



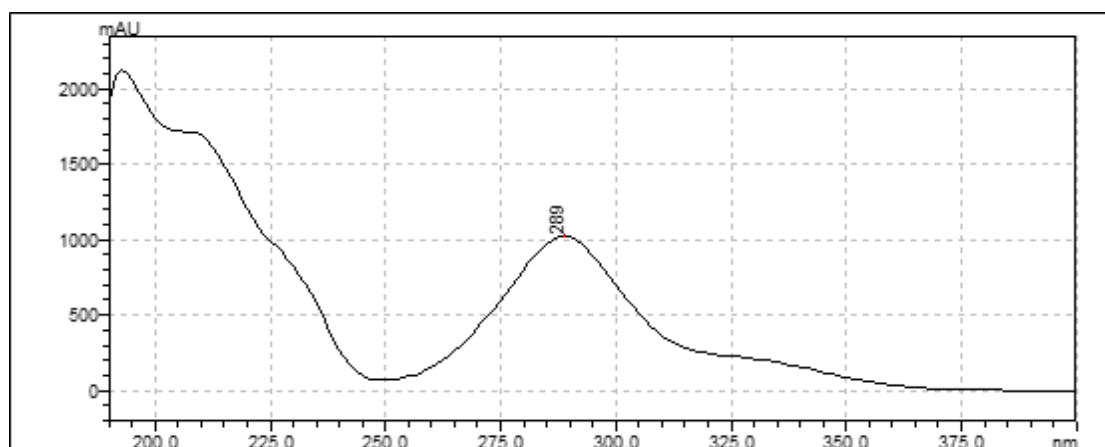
圖二十五、喬松素(Pinocembrin)的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 喬松素(Pinocembrin)的 FTIR 圖譜



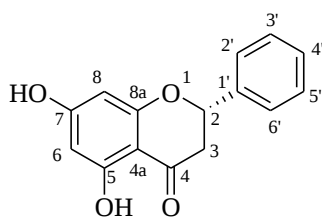
圖二十六、喬松素(Pinocembrin)的 FTIR 圖譜

(二十八) 喬松素(Pinocembrin)的 UV 圖譜



圖二十七、喬松素(Pinocembrin)的 UV 圖譜

(二十九) 喬松素(Pinocembrin)氫、碳化學位移



喬松素(Pinocembrin)

表十四、喬松素(Pinocembrin)氫、碳化學位移(CD<sub>3</sub>OD)<sup>a</sup>

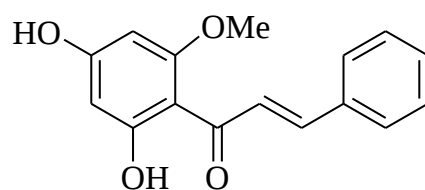
| position | $\delta_H$ (600 MHz)                        | $\delta_C$ (150 MHz) |
|----------|---------------------------------------------|----------------------|
| 2        | 5.45 (dd, 12.6, 3.0)                        | 80.5                 |
| 3        | 2.77 (dd, 17.4, 3.0), 3.08 (dd, 17.4, 12.6) | 44.2                 |
| 4        | -                                           | 197.3                |
| 4a       | -                                           | 103.4                |
| 5        | -                                           | 164.7                |
| 6        | 5.93 (d, 2.4)                               | 96.2                 |
| 7        | -                                           | 168.5                |
| 8        | 5.89 (d, 2.4)                               | 97.2                 |
| 8a       | -                                           | 165.5                |
| 1'       | -                                           | 140.4                |
| 2'       | 7.48 (d, 7.8)                               | 127.4                |
| 3'       | 7.40 (t, 7.8)                               | 129.7                |
| 4'       | 7.34–7.36 (m)                               | 129.6                |
| 5'       | 7.40 (t, 7.8)                               | 129.7                |
| 6'       | 7.48 (d, 7.8)                               | 127.4                |

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

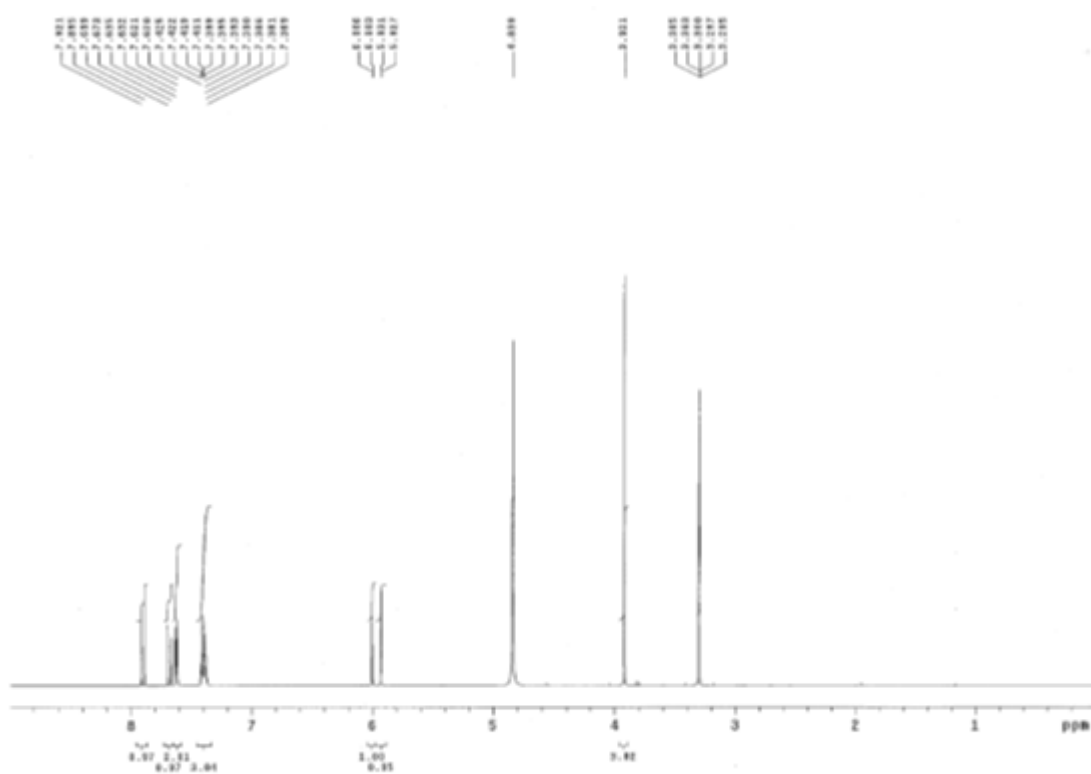
(三十) 小豆蔻明(Cardamonin)的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{16}H_{14}O_4$ ；Mol. Wt.：270.29；mp：194–196 °C；黃色固體。

(三十一) 小豆蔻明(Cardamonin)結構

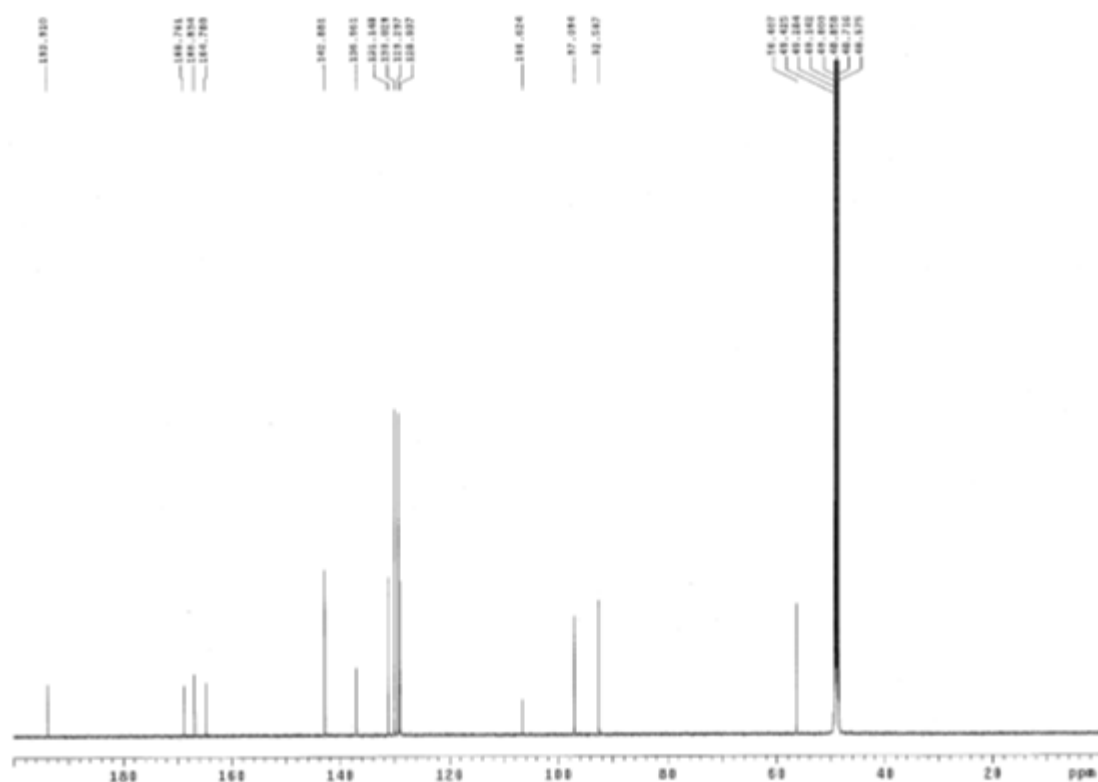


(三十二) 小豆蔻明(Cardamonin)  $^1H$  NMR 圖譜



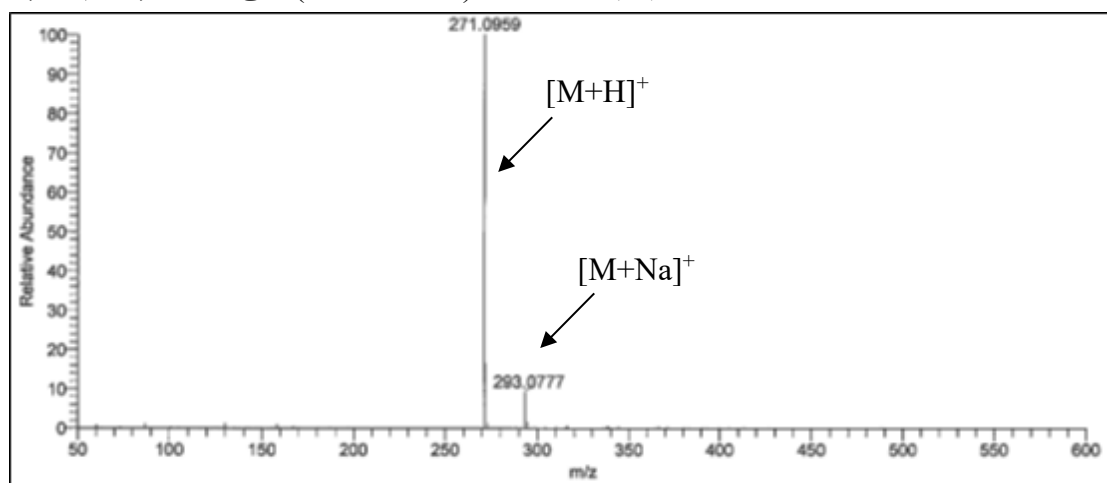
圖二十八、小豆蔻明(Cardamonin)的  $^1H$  NMR 圖譜( $CD_3OD$ )

(三十三) 小豆蔻明(Cardamonin)  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜



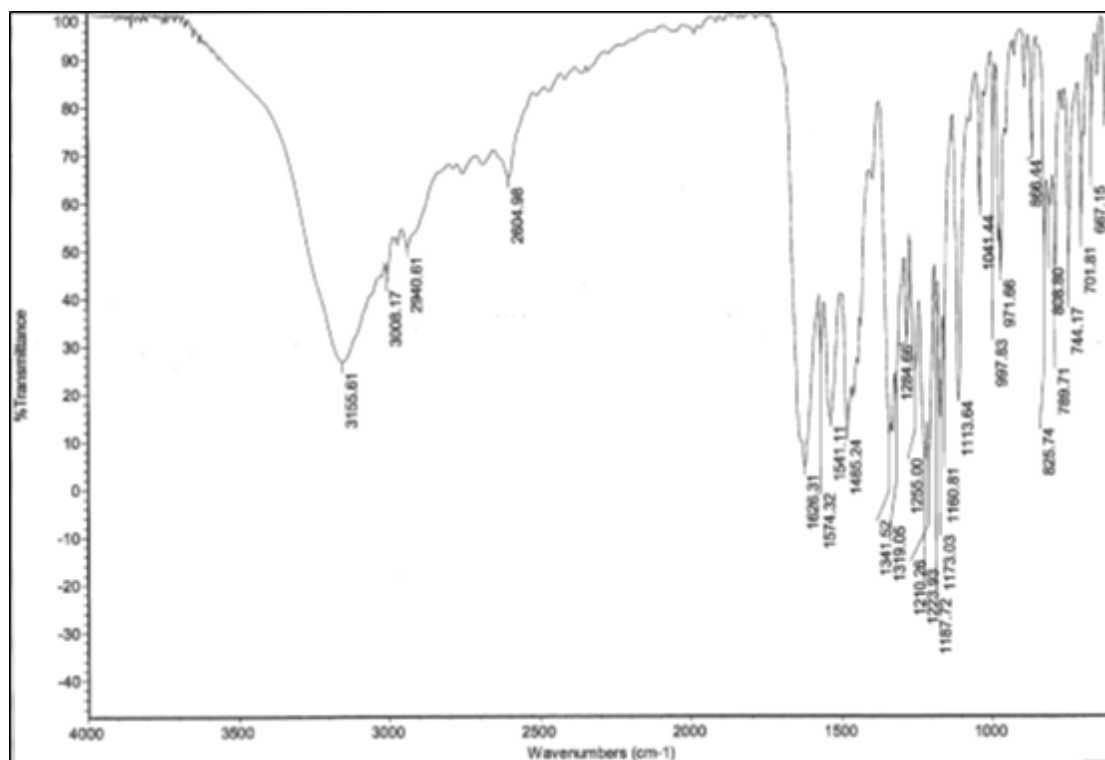
圖二十九、小豆蔻明(Cardamonin)的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜( $\text{CD}_3\text{OD}$ )

(三十四) 小豆蔻明(Cardamonin) ESI-MS 圖譜



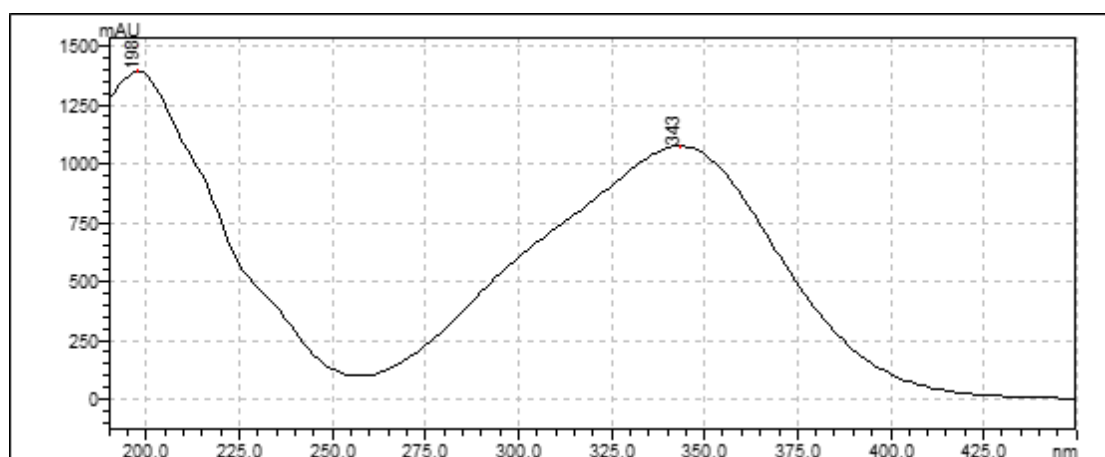
圖三十、小豆蔻明(Cardamonin)的 ESI-MS 圖譜

(三十五) 小豆蔻明(Cardamonin)的 FTIR 圖譜



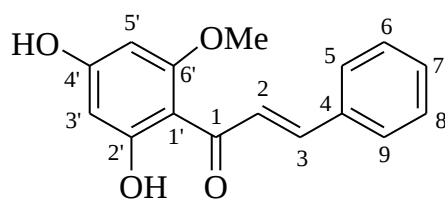
圖三十一、小豆蔻明(Cardamonin)的 FTIR 圖譜

(三十六) 小豆蔻明(Cardamonin)的 UV 圖譜



圖三十二、小豆蔻明(Cardamonin)的 UV 圖譜

(三十七) 小豆蔻明(Cardamonin)氫、碳化學位移



小豆蔻明(Cardamonin)

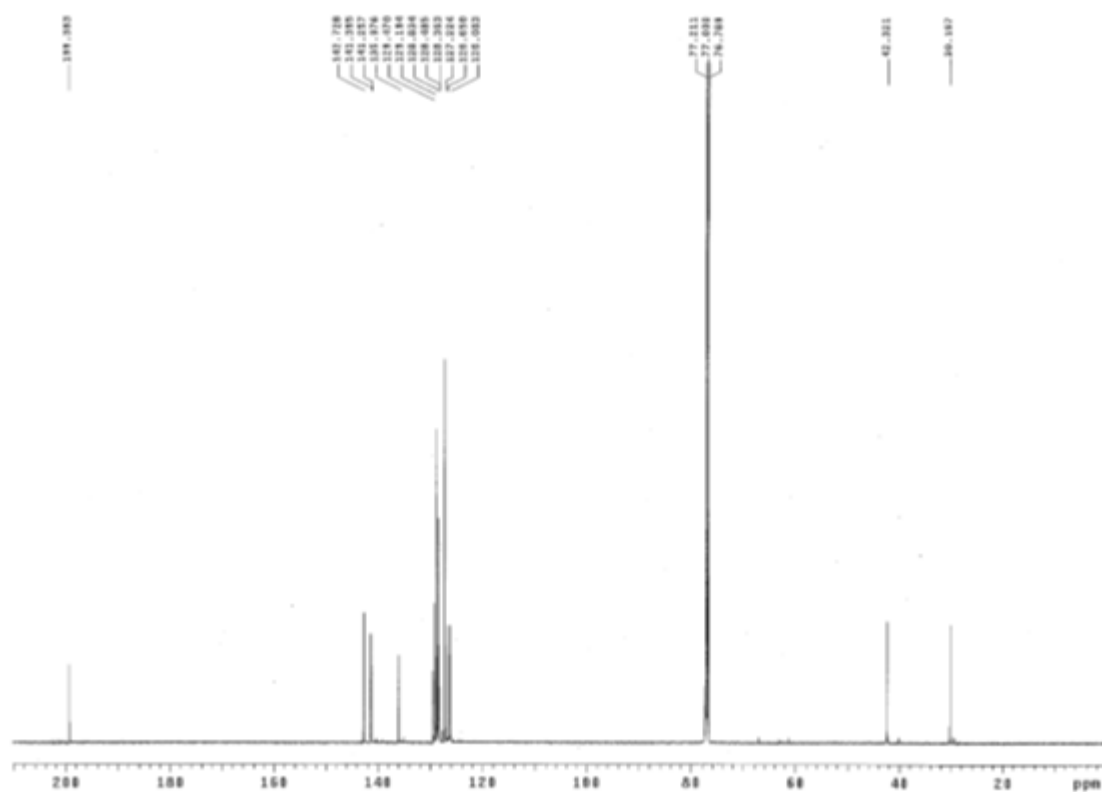
表十五、小豆蔻明(Cardamonin)氫、碳化學位移(CD<sub>3</sub>OD)<sup>a</sup>

| position | $\delta_H$ (600 MHz) | $\delta_C$ (150 MHz) |
|----------|----------------------|----------------------|
| 1        | -                    | 193.9                |
| 2        | 7.91 (d, 15.6)       | 128.9                |
| 3        | 7.69 (d, 15.6)       | 142.9                |
| 4        | -                    | 137.0                |
| 5        | 7.62–7.64 (m)        | 129.3                |
| 6        | 7.37–7.43 (m)        | 130.0                |
| 7        | 7.37–7.43 (m)        | 131.1                |
| 8        | 7.37–7.43 (m)        | 130.0                |
| 9        | 7.62–7.64 (m)        | 129.3                |
| 1'       | -                    | 106.6                |
| 2'       | -                    | 168.8                |
| 3'       | 5.93 (d, 2.4)        | 97.1                 |
| 4'       | -                    | 166.8                |
| 5'       | 6.00 (d, 2.4)        | 92.5                 |
| 6'       | -                    | 164.8                |
| 6'-OMe   | 3.92 (s)             | 56.4                 |

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

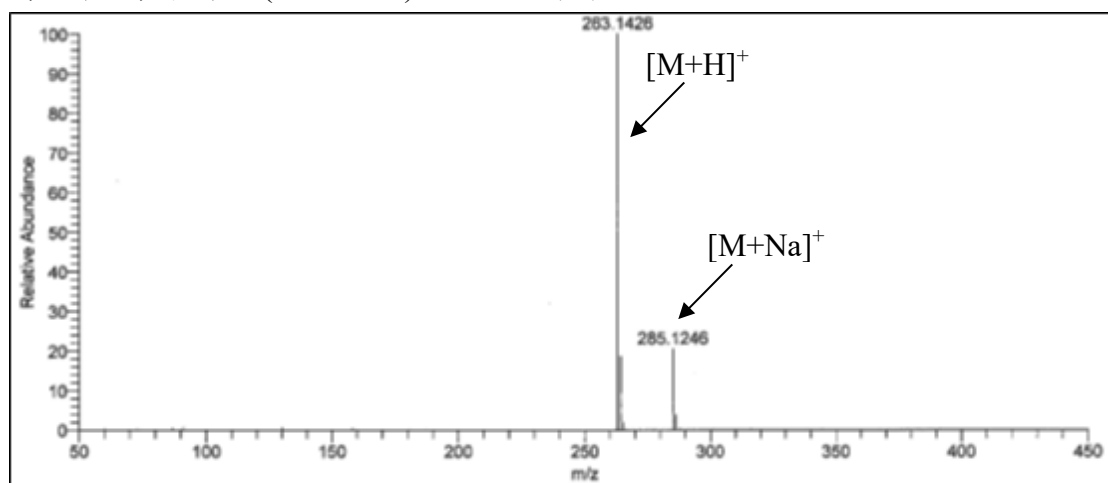


(四十一) 檳木酮(Alnustone)  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜



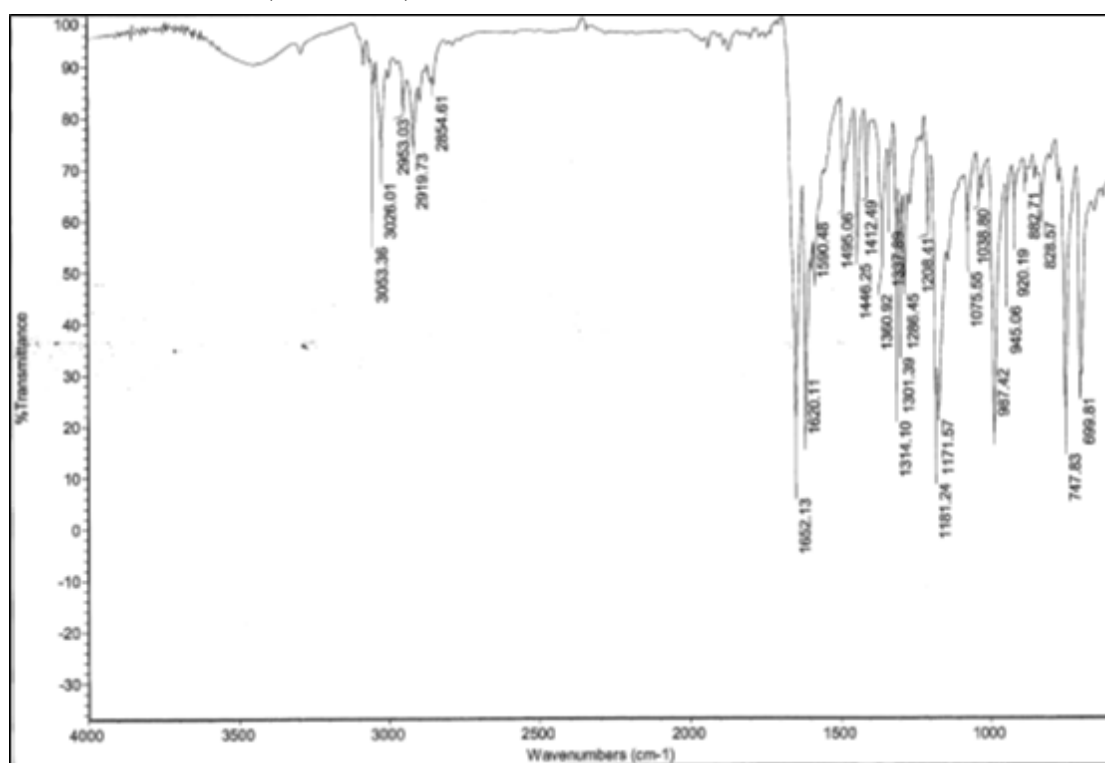
圖三十四、檳木酮(Alnustone)的  $^{13}\text{C}$  NMR 圖譜( $\text{CD}_3\text{OD}$ )

(四十二) 檳木酮(Alnustone) ESI-MS 圖譜



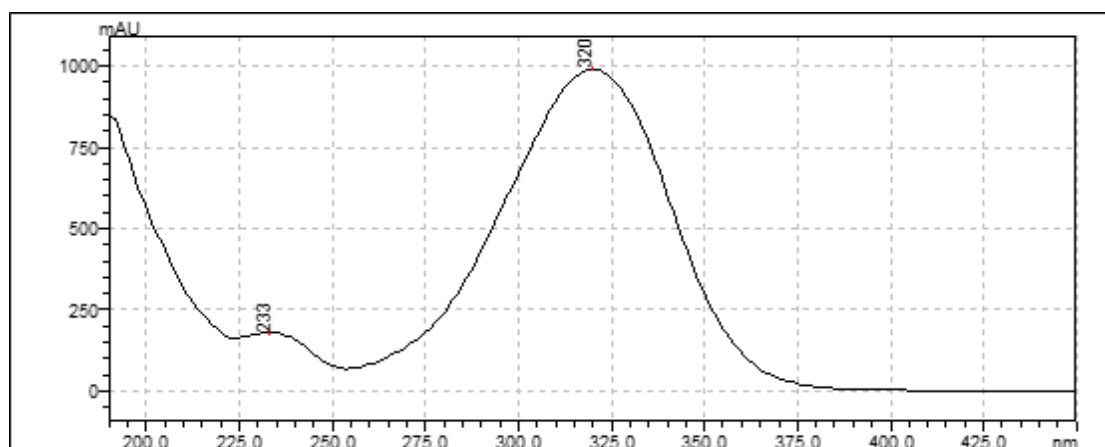
圖三十五、檳木酮(Alnustone)的 ESI-MS 圖譜

(四十三) 檳木酮(Alnustone)的 FTIR 圖譜



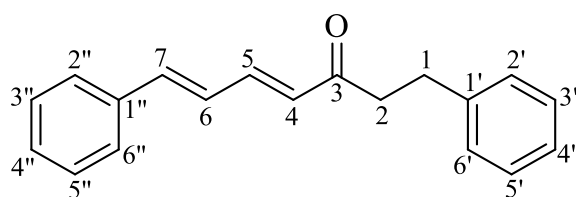
圖三十六、檳木酮(Alnustone)的 FTIR 圖譜

(四十四) 檳木酮(Alnustone)的 UV 圖譜



圖三十七、檳木酮(Alnustone)的 UV 圖譜

(四十五) 檳木酮(Alnustone)氫、碳化學位移



檳木酮(Alnustone)

表十六、檳木酮(Alnustone)氫、碳化學位移(CD<sub>3</sub>OD)<sup>a</sup>

| position | $\delta_H$ (600 MHz) | $\delta_C$ (150 MHz) |
|----------|----------------------|----------------------|
| 1        | 2.91–2.93 (m)        | 31.4                 |
| 2        | 2.95–2.98 (m)        | 42.9                 |
| 3        | -                    | 202.4                |
| 4        | 6.33 (d, 15.6)       | 130.5                |
| 5        | 7.41 (dd, 15.6, 9.6) | 145.1                |
| 6        | 7.00 (dd, 15.6, 9.6) | 128.0                |
| 7        | 7.04 (d, 15.6)       | 143.1                |
| 1'       | -                    | 142.5                |
| 2'       | 7.20–7.22 (m)        | 129.4                |
| 3'       | 7.24–7.26 (m)        | 129.4                |
| 4'       | 7.13–7.16 (m)        | 127.1                |
| 5'       | 7.24–7.26 (m)        | 129.4                |
| 6'       | 7.20–7.22 (m)        | 129.4                |
| 1''      | -                    | 137.6                |
| 2''      | 7.51–7.53 (m)        | 128.4                |
| 3''      | 7.34–7.36 (m)        | 129.9                |
| 4''      | 7.28–7.31 (m)        | 130.2                |
| 5''      | 7.34–7.36 (m)        | 129.9                |
| 6''      | 7.51–7.53 (m)        | 128.4                |

<sup>a</sup>(Multiplicity, *J* in Hz) in ppm.

## 草豆蔻

生藥名：ALPINIAE KATSUMADAI SEMEN

英文名：Katsumada Galangal Seed

基 原：本品為薑科 Zingiberaceae 植物草豆蔻 *Alpinia katsumadai* Hayata 之乾燥近成熟種子。

### 一、方法

- (一) 檢 品 溶 液 **【萃取方法 1】(臺灣中藥典第二版 2013)**  
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波處理 30 分鐘，待冷卻後過濾，定容至 10 mL，作為檢品溶液。  
**【萃取方法 2】(修飾中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第六冊) ✓**  
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 5 mL，超音波處理 5 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 溶 液 取 檳 木 酮(Alnustone)、山 薑 素(Alpinetin)、小 豆 蔻 明(Cardamonin)及 喬 松 素(Pinocembrin)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 F<sub>254</sub>，10 cm × 10 cm、20 cm × 10 cm
- (四) 展 開 劑 **【展開劑 1】(臺灣中藥典第二版 2013)**  
——正己烷：丙酮 (2：1)  
**【展開劑 2】(中華人民共和國藥典 2015)**  
——甲苯：乙酸乙酯：甲醇 (15：4：1)  
**【展開劑 3】(香港中藥材標準第六冊)**  
——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (15：4：1)  
**【展開劑 4】(修飾中華人民共和國藥典 2015) ✓**  
——甲苯：乙酸乙酯：甲醇 (18：1：1)
- (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 於主波長 254 nm 之紫外燈照射下檢視。

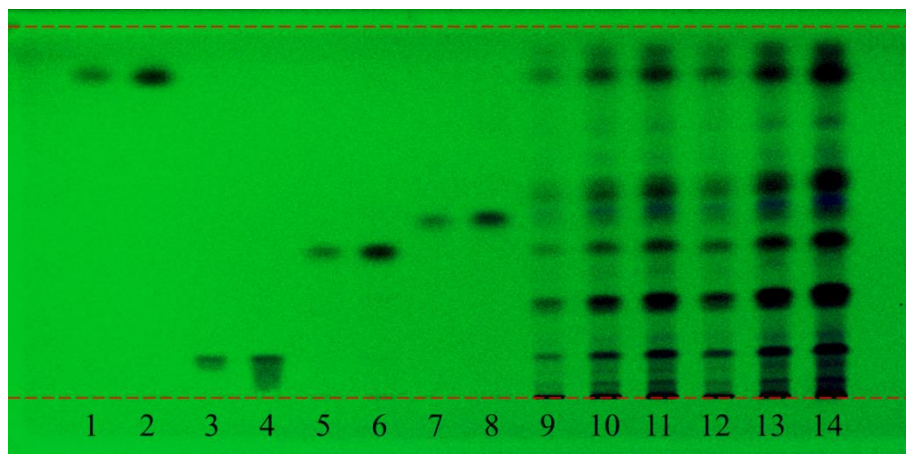
## 二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：106/05/19

相對溼度(RH)：53%

溫度(RT)：27 °C

【展開劑 4】 (修飾中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：乙酸乙酯：甲醇 (18：1：1)



| 編號       | 名稱                           | 點注量           |
|----------|------------------------------|---------------|
| 1，2      | 檳木酮(Alnustone) (1.0 mg/mL)   | 2，5 $\mu$ L   |
| 3，4      | 山薑素(Alpinetin) (1.0 mg/mL)   | 2，5 $\mu$ L   |
| 5，6      | 小豆蔻明(Cardamonin) (1.0 mg/mL) | 2，5 $\mu$ L   |
| 7，8      | 喬松素(Pinocembrin) (1.0 mg/mL) | 2，5 $\mu$ L   |
| 9，10，11  | 檢品溶液 8【萃取方法 1】               | 2，5，8 $\mu$ L |
| 12，13，14 | 檢品溶液 8【萃取方法 2】               | 2，5，8 $\mu$ L |

建議萃法：2 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出標準品檳木酮、山薑素、小豆蔻明及喬松素，而由於製備方法較簡便且快速，故選擇【萃取方法 2】。

建議點注量：檳木酮(Alnustone)標準品溶液 2  $\mu$ L，山薑素(Alpinetin)標準品溶液 2  $\mu$ L，小豆蔻明(Cardamonin)標準品溶液 2  $\mu$ L，喬松素(Pinocembrin)標準品溶液 2  $\mu$ L，檢品溶液【萃取方法 2】2  $\mu$ L。

### 三、溶媒系統選擇

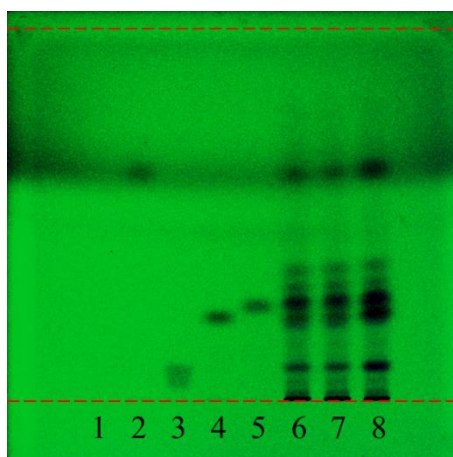
實驗日期：106/05/22

相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：25 °C

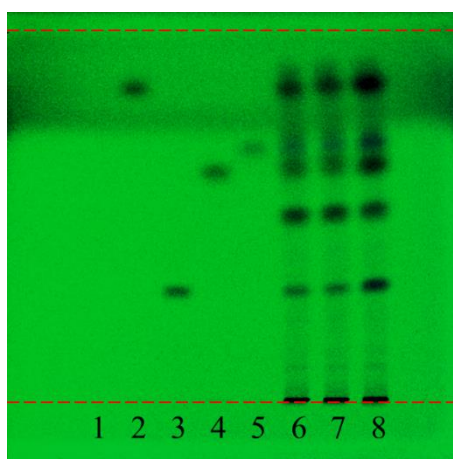
【展開劑 1】 (臺灣中藥典第二版 2013)——正己烷：丙酮 (2：1)

【萃取方法 2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第六冊) ——  
HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(檳木酮  $R_f$  值為 0.60，山薑素  $R_f$  值為 0.07，小豆蔻明  $R_f$  值為 0.21，喬松素  $R_f$  值為 0.24)



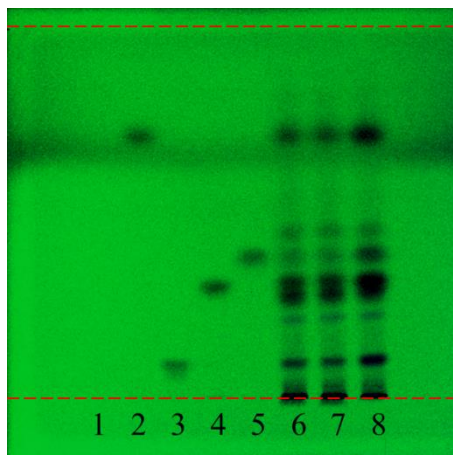
【展開劑 2】 (中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：乙酸乙酯：甲醇 (15：4：1)

【萃取方法 2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第六冊) ——  
HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(檳木酮  $R_f$  值為 0.84，山薑素  $R_f$  值為 0.29，小豆蔻明  $R_f$  值為 0.61，喬松素  $R_f$  值為 0.68)



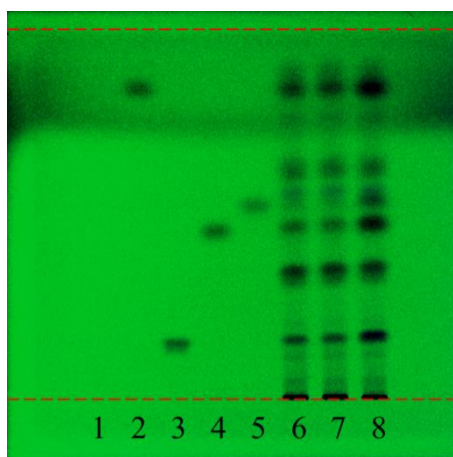
【展開劑 3】 (香港中藥材標準第六冊)——正己烷：乙酸乙酯：甲醇 (15：4：1)

【萃取方法 2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第六冊) —— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(檳木酮  $R_f$  值為 0.70，山薑素  $R_f$  值為 0.08，小豆蔻明  $R_f$  值為 0.29，喬松素  $R_f$  值為 0.37)



【展開劑 4】 (修飾中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：乙酸乙酯：甲醇 (18：1：1)

【萃取方法 2】 (修飾中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第六冊) —— HPTLC 紫外光(254 nm)檢出(檳木酮  $R_f$  值為 0.84，山薑素  $R_f$  值為 0.14，小豆蔻明  $R_f$  值為 0.45，喬松素  $R_f$  值為 0.52)



- 1：Blank
- 2：檳木酮(Alnustone)
- 3：山薑素(Alpinetin)
- 4：小豆蔻明(Cardamonin)
- 5：喬松素(Pinocembrin)
- 6，7：檢品溶液
- 8：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 2】方式，4 種展開劑展開皆可從檢品溶液中分離與檢出檳木酮、山薑素、小豆蔻明及喬松素，而由於分離效果較佳，故採用修飾中華人民共和國藥典 2015 之【展開劑 4】。

#### 四、觀察方式選擇

實驗日期：106/05/22

相對溼度(RH)：58%

溫度(RT)：25 °C

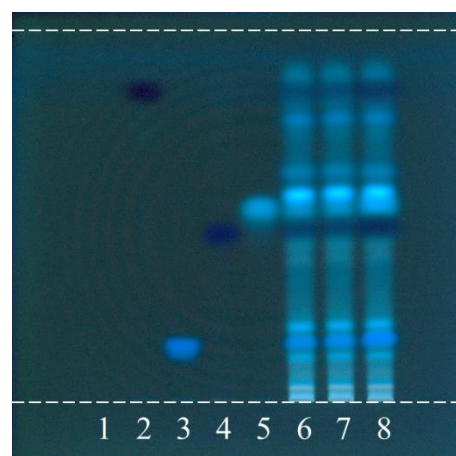
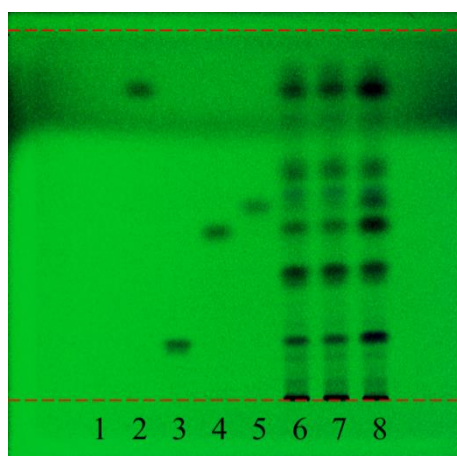
【展開劑 4】(修飾中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：乙酸乙酯：甲醇 (18：1：1)

【萃取方法 2】(修飾中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第六冊)

—HPTLC 紫外光(254 nm)檢出✓

【萃取方法 2】(修飾中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第六冊)

—HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



1：Blank

2：檳木酮(Alnustone)

3：山薑素(Alpinetin)

4：小豆蔻明(Cardamonin)

5：喬松素(Pinocembrin)

6，7：檢品溶液

8：Spike

建議觀察方式：雖於紫外光(365 nm)下檢視出較紫外光(254 nm)有較多明顯之條帶，但以紫外光(254 nm)下檢視可同時顯示檳木酮(Alnustone)、山薑素(Alpinetin)、小豆蔻明(Cardamonin)及喬松素(Pinocembrin)標準品斑點，故以紫外光(254 nm)檢視。

## 五、十批樣品檢測

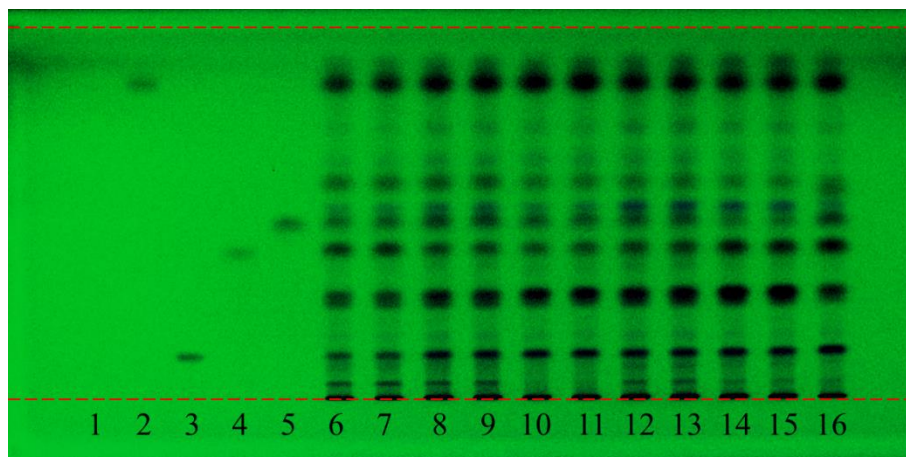
實驗日期：106/07/26

相對溼度(RH)：48%

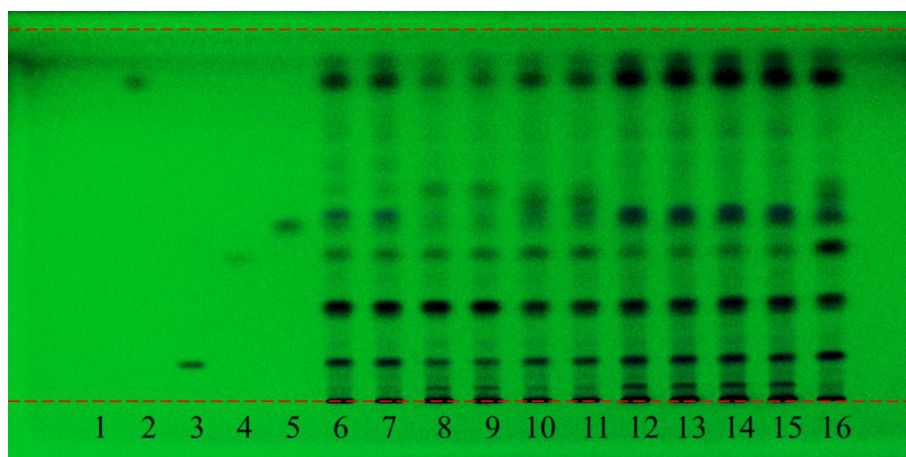
溫度(RT)：28 °C

【展開劑 4】(修飾中華人民共和國藥典 2015)——甲苯：乙酸乙酯：甲醇 (18：1：1)

【萃取方法 2】(修飾中華人民共和國藥典 2015；香港中藥材標準第六冊)——  
HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



|        |                              |
|--------|------------------------------|
| 1      | Blank                        |
| 2      | 檳木酮(Alnustone) (1.0 mg/mL)   |
| 3      | 山薑素(Alpinetin) (1.0 mg/mL)   |
| 4      | 小豆蔻明(Cardamonin) (1.0 mg/mL) |
| 5      | 喬松素(Pinocembrin) (1.0 mg/mL) |
| 6, 7   | 檢品溶液 1 (ND)                  |
| 8, 9   | 檢品溶液 2 (NF-3)                |
| 10, 11 | 檢品溶液 3 (NF-4)                |
| 12, 13 | 檢品溶液 4 (NJ-3)                |
| 14, 15 | 檢品溶液 5 (SA)                  |
| 16     | Spike (檢品溶液 8)               |



|         |                              |
|---------|------------------------------|
| 1       | Blank                        |
| 2       | 檳木酮(Alnustone) (1.0 mg/mL)   |
| 3       | 山薑素(Alpinetin) (1.0 mg/mL)   |
| 4       | 小豆蔻明(Cardamonin) (1.0 mg/mL) |
| 5       | 喬松素(Pinocembrin) (1.0 mg/mL) |
| 6 , 7   | 檢品溶液 6 (SC)                  |
| 8 , 9   | 檢品溶液 7 (SU-2)                |
| 10 , 11 | 檢品溶液 8 (SU-3)                |
| 12 , 13 | 檢品溶液 9 (SZ-1)                |
| 14 , 15 | 檢品溶液 10 (SZ-2)               |
| 16      | Spike (檢品溶液 8)               |

結論與建議：以修飾中華人民共和國藥典 2015 及香港中藥材標準第六冊之【萃取方法 2】方式，並以修飾中華人民共和國藥典 2015 之【展開劑 4】分離與檢出檳木酮(Alnustone)、山薑素(Alpinetin)、小豆蔻明(Cardamonin)及喬松素(Pinocembrin)較佳，於紫外光(254 nm)下檢視較佳。