

乾薑

(ZINGIBERIS RHIZOMA)

乾薑 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)	2

乾薑 藥材 HPLC

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

乾薑 飲片 HPLC

一、材料	23
二、儀器及層析管柱	23
三、實驗藥品及試劑來源	23
四、方法	23
五、結果	26

乾薑 TLC

一、方法	32
二、萃法選擇及濃度測試	33
三、溶媒系統選擇	34
四、觀察方式選擇	37
五、十批乾薑樣品檢測	39
六、十批乾薑飲片樣品檢測	41

乾薑

(ZINGIBERIS RHIZOMA)

一、藥材採購及鑑定

收集 10 批來自全臺北、中、南、東各地不同通路之中藥販賣業或中藥製造業的藥材樣品，確認所收集之藥材為薑的乾燥塊莖。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：乾薑

生藥名：ZINGIBERIS RHIZOMA

英文名：Dry Ginger Rhizome

基原：薑科 Zingiberaceae 植物薑 *Zingiber officinale* Roscoe 之乾燥根莖。

採收加工：冬季莖葉枯萎時挖取，去淨莖葉、鬚根、泥沙，曬乾或微火烘乾。

藥材性狀：本藥材為不規則之扁平塊狀根莖，具有指狀分枝。表面呈灰黃色或淡灰棕色，粗糙，略具粉性，有縱皺紋和明顯環節。質堅實，斷面黃白色，具顆粒性並略顯粉性，常可見纖維狀維管束。氣芳香特異，味辛辣。

飲片性狀：本品呈不規則縱切片或斜切片，切面黃灰色或淺黃棕色，略顯粉性及纖維狀，有細皺紋與環狀節，內皮層環紋明顯，具黃色油點散在。氣芳香特異，味辛辣。

生長分佈：多年生草本。花期 8 月，10 月下旬至 12 月下旬莖葉枯萎時挖取根莖，宜栽種於地勢略帶傾斜，陽光充足，排水良好的砂質壤土。中國各地多有栽培，主產四川、貴州；台灣亦產。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 木栓層為數列木栓細胞，細胞呈扁長方形或長多角形，淡黃色。
2. 皮層細胞數列，具多數葉跡維管束散佈，油細胞隨處可見。
3. 中心柱佔根莖大部分，散生外韌型維管束。
4. 內皮層明顯。
5. 近中柱鞘處，維管束較小，排列緊密成環。
6. 木質部內側的導管以環紋為主。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末為淡黃棕色，有香氣，味甘辛。
2. 澱粉粒極多，多為單粒，類卵形大小不一，臍點位於較小端，偏光顯微鏡下呈黑十字狀。

3. 草酸鈣方晶細小，甚少。偏光顯微鏡下呈亮白色。
4. 導管可見網紋導管、具緣紋孔導管，直徑達 16~80 μm 。
5. 纖維多成束，直徑 16~40 μm ，偏光顯微鏡下呈多彩狀或亮白色。
6. 非木化纖維較細長，胞腔寬大，偏光顯微鏡下呈亮白色。



圖 1A 乾薑藥材圖



圖 1B 乾薑飲片藥材圖

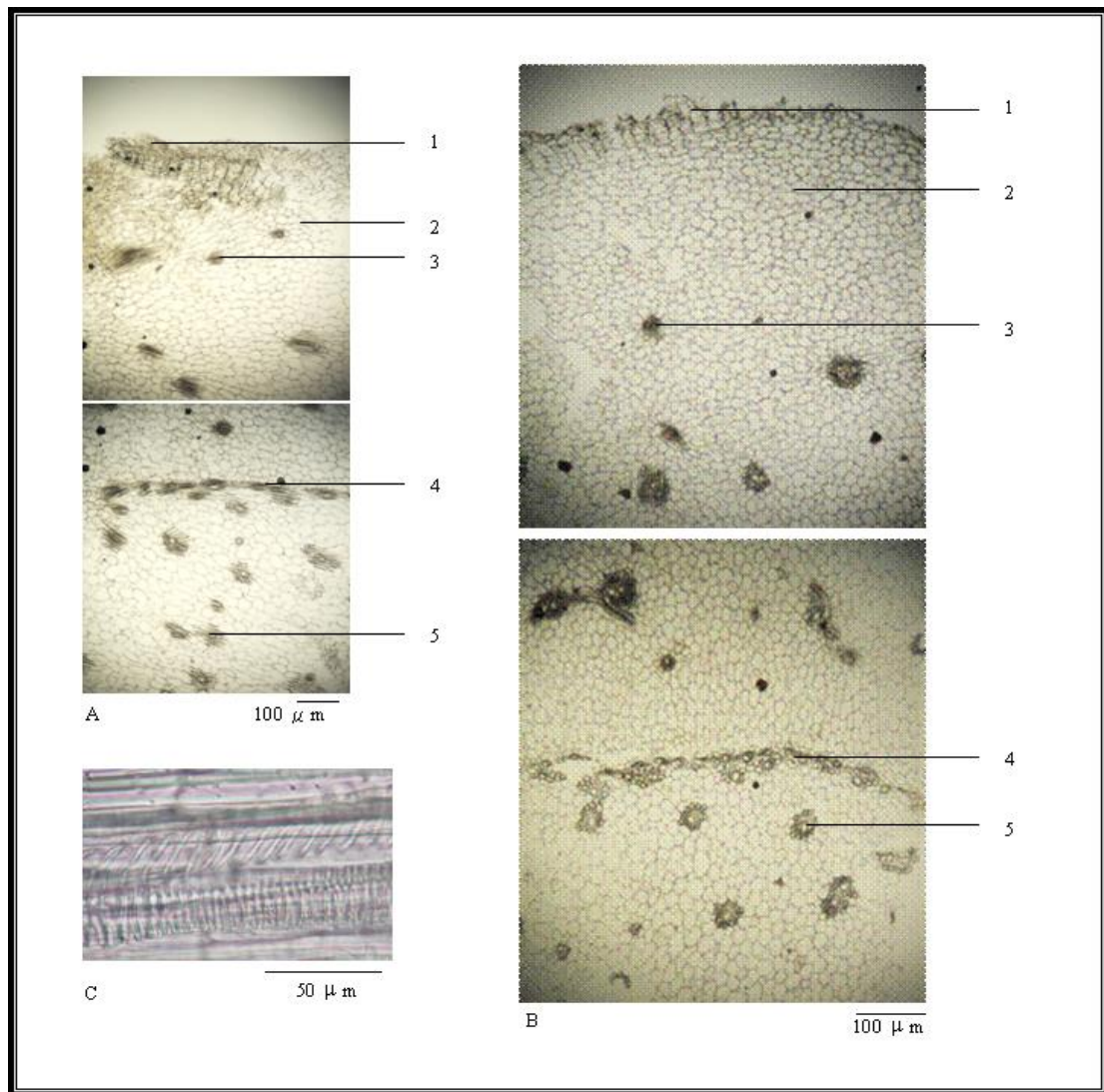


圖 2 乾薑橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.局部組織放大圖 C.導管

1.木栓層 2.皮層 3.葉跡維管束 4.內皮層 5.維管束

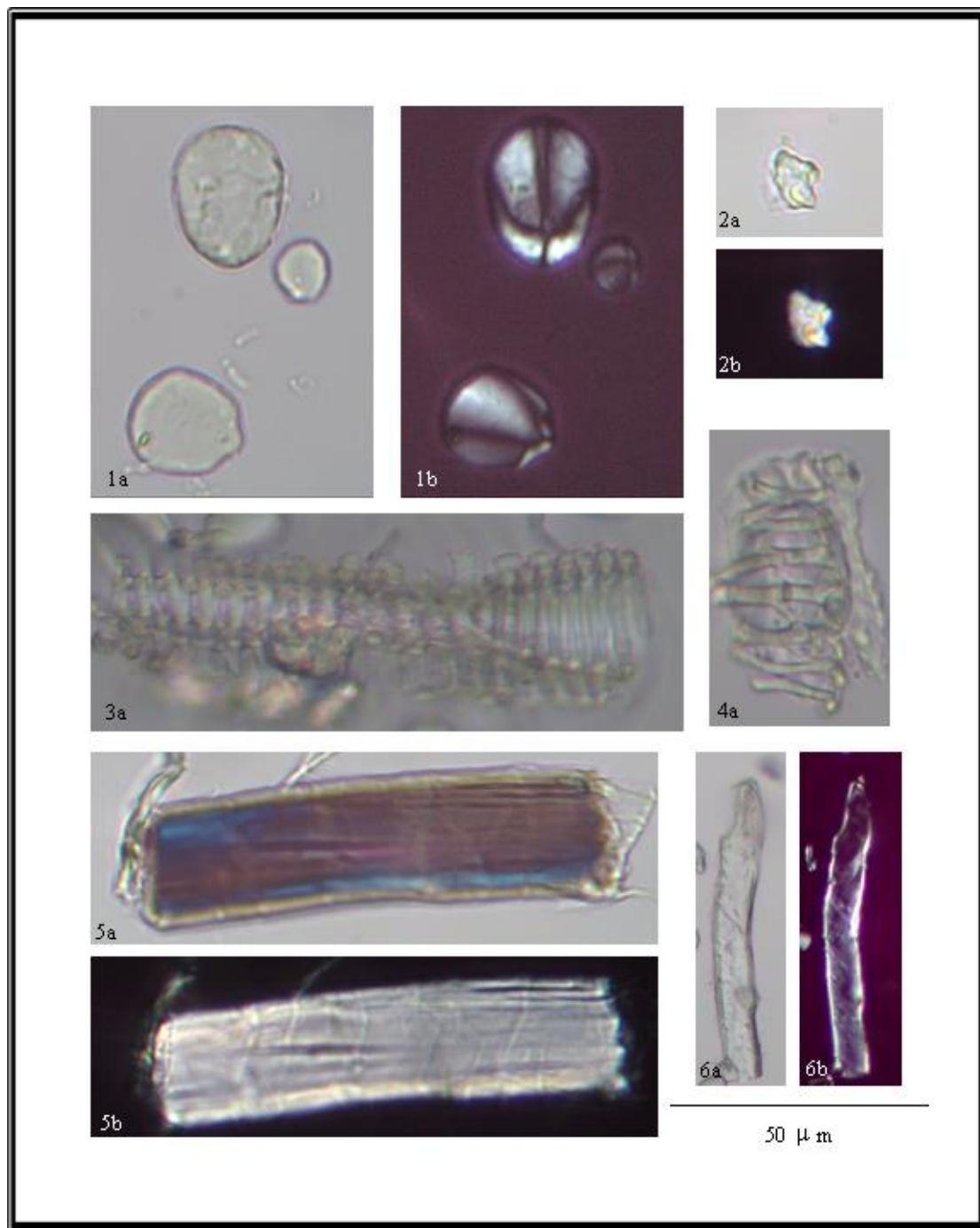


圖 3 乾薑粉末顯微特徵圖

a.光學顯微鏡下特徵 b.偏光顯微鏡下特徵

1.澱粉粒 2.草酸鈣方晶 3.具緣紋孔導管 4.網紋導管 5.纖維束 6.非木化纖維

參考文獻

1. 衛生福利部台灣中藥典第三版編輯工作小組編纂 (2018)。台灣中藥典 (第三版)。台北市：衛生福利部。426~427 頁。
2. 行政院衛生署中醫藥委員會 (1999)。中藥材品質管制—組織形態學鑑定。台北：行政院衛生署中醫藥委員會。317~318 頁。
3. 張永勳、何玉玲等編輯 (2009)。中藥彩色圖鑑。台北：行政院衛生署中醫藥委員會。232~233 頁。
4. 張永勳、何玉玲總編輯 (2013)。台灣中藥典圖鑑。台北：衛生福利部。208 頁。
5. 張賢哲、蔡貴花編著 (2010)。中藥炮製學。台中：中國醫藥大學。308~310 頁。
6. 中國藥品生物製品檢定所、廣東省藥品檢驗所編著 (2011)。中國中藥材真偽鑑別圖典 2：常用根及根莖藥材分冊。廣東：廣東科技出版社。187~188 頁。
7. 肖培根等編輯 (2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。48~52 頁。
8. 徐國鈞、何宏賢、徐珞珊、金蓉鸞等編輯 (1996)。中國藥材學上冊。北京：中國醫藥科技出版社。688~691 頁。
9. 國家中醫藥管理局《中華本草》編委會編輯 (1999)。中華本草第 8 冊。上海：上海科學技術出版社。658~662 頁。
10. 國家藥典委員會編輯 (2010)。中華人民共和國藥典 2010 年版一部。北京：中國醫藥科技出版社。13~14 頁。
11. 張貴君等編輯 (1995)。中藥材及飲片原色圖鑑。哈爾濱：黑龍江科學科技出版社。38~39 頁。
12. 趙中振、陳虎彪等編著 (2010)。常用中藥材鑑別圖典。香港：萬里機構·萬里書店。186~188 頁。

乾薑(ZINGIBERIS RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店乾薑藥材共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Agilent 1100 series，包含 Degasser G1379A、QuatPump G1311A、Sampler G1329B、DAD G1315B；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 4.6 mm, 5 µm)。

(二) UPLC 儀器及層析管柱

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

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(HPLC Grade)購自於 DUKSAN PURE CHEMICALS；乙醇(95%)購自於國韶實業有限公司；乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich Co.。

(二) 標準品

標準品 6-薑辣素(6-Gingerol)購自於 Biotic Chemical Co., LTD.，純度 98% 以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 3 份，每份準確稱取 0.25 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇各 20 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，取上清液過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 µm)，即得。每針 10 µL 注入高效能液相層析儀(HPLC)，以所測得之標準品 6-薑辣素最大波峰面積為最佳乾薑藥材萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.25 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 75%甲醇 20 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 15 分鐘(約 4000 x g)。取上清液轉移至 20 mL 定量瓶中，加 75%甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 µm)，即得。每針 10 µL 注入 HPLC，殘渣部分重複上述方法多次萃取、進樣，直到指標成分被萃取完全，並選出最佳萃取次數。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品 6-薑辣素 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含 6-薑辣素 1000 µg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 µg/mL 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.25 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 75%甲醇 20 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 15 分鐘(約 4000 x g)，取上清液，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 40 mL 定量瓶中，加 75%甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 µm)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 µL，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中 6-薑辣素的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取 6-薑辣素標準品儲備溶液適量(1000 µg/mL)，以甲醇稀釋製成含 6-薑辣素分別為 100、50、20、10、5.0 µg/mL 的標準品溶液。以上溶液各取 10 µL 分別注入 HPLC 進行定量分析，利用標準品之波峰面積(y 軸)和標準品之濃度(x 軸)進行線性回歸，並求得檢量線之方程式 $y = ax + b$ 與相關係數 R^2 。

(七) 精密度試驗

以 6-薑辣素濃度為 20 µg/mL 之標準品儲備液連續進樣 5 針，以 6-薑辣素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售乾薑藥材粉末，依乾薑藥材檢品溶液製備方法平行製備 5 份乾薑藥材檢品溶液，進樣測定，以 6-薑辣素的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售乾薑藥材粉末，依乾薑藥材檢品溶液製備方法製備乾薑藥材檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以 6-薑辣素的波峰面積為指標，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

取已知 6-薑辣素含量的乾薑藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.125 g，分別加入 1.0 mL 的 6-薑辣素溶液(450 $\mu\text{g/mL}$)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十一) HPLC 分析條件

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 280 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	45	55
10	45	55
20	100	0
30	100	0

(十二) 臺灣市售乾薑藥材含量測定

取 10 批市售乾薑藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μL 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品 6-薑辣素的百分含量。

(十三) 乾薑藥材檢品之 UPLC 層析條件

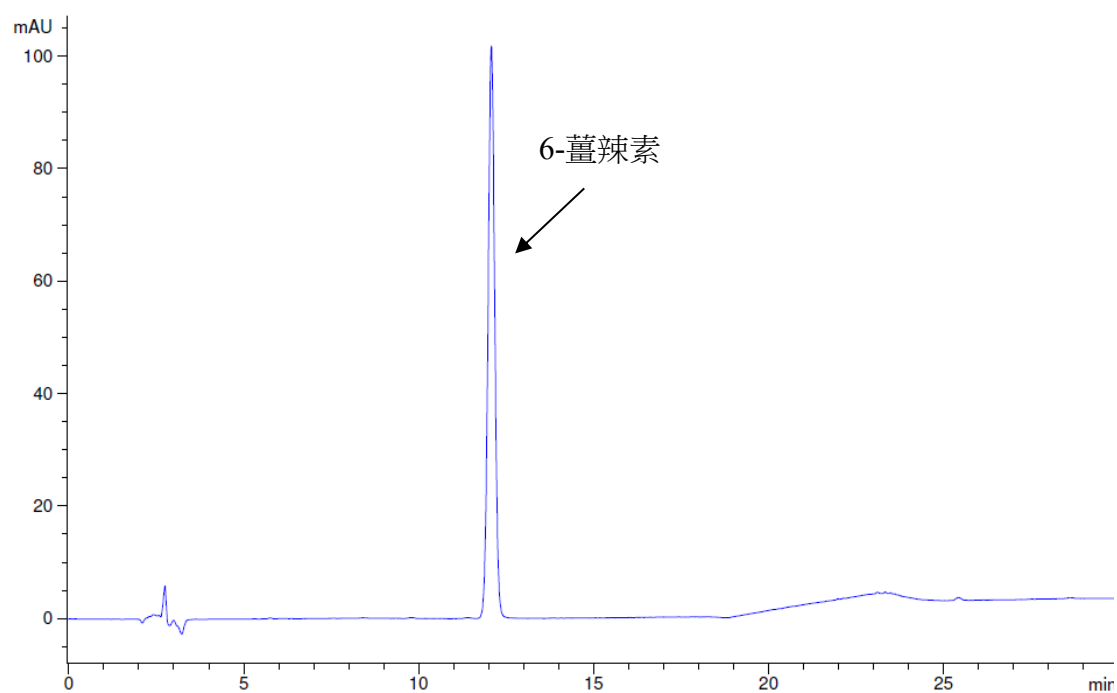
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 280 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：1.0 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	10	90
2	50	50
6	100	0

五、結果

(一) 標準品 6-薑辣素之 HPLC 層析

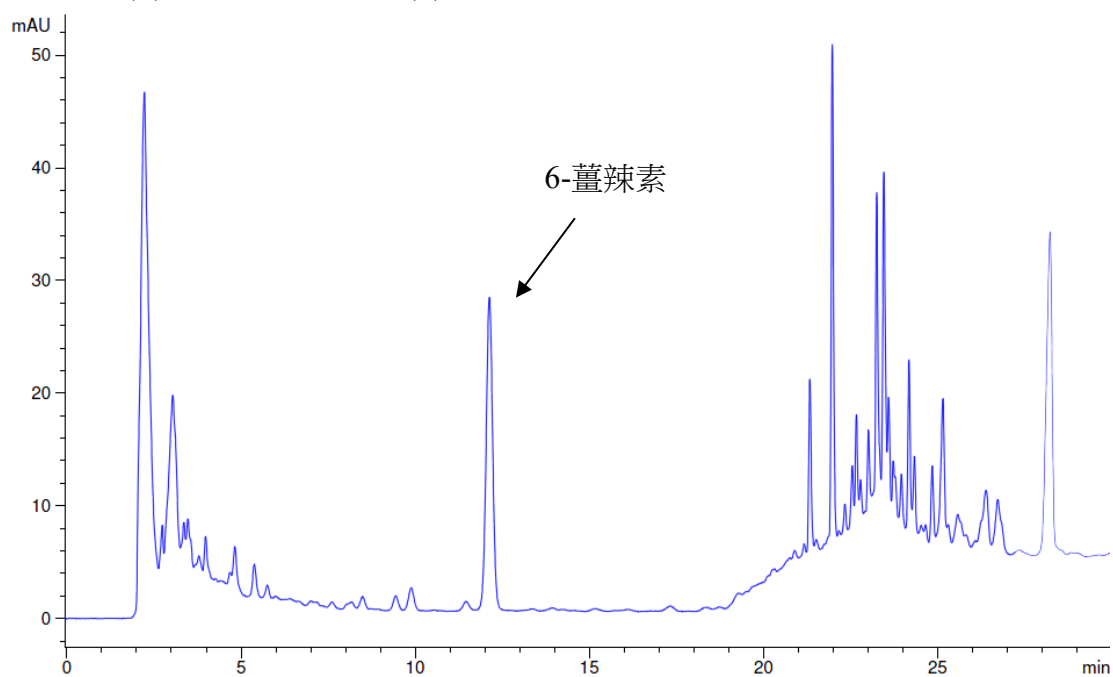
於滯留時間 12.1 分鐘處顯示 6-薑辣素標準品的波峰(圖一)。



圖一、6-薑辣素標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售乾薑藥材檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 12.1 分鐘顯示乾薑藥材檢品中 6-薑辣素的波峰(圖二)，分離率(R)為 2.0，托尾因子(T)為 1.007，均在系統適用性要求內。



圖二、市售乾薑藥材檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

以 75%和 50%甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得 6-薑辣素的波峰面積差異不明顯，因此維持藥典規範之 75%甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	6-薑辣素波峰面積	最佳萃取
甲醇	143.4	
75%甲醇	211.8	√
50%甲醇	214.9	

(四) 最佳萃取次數評估

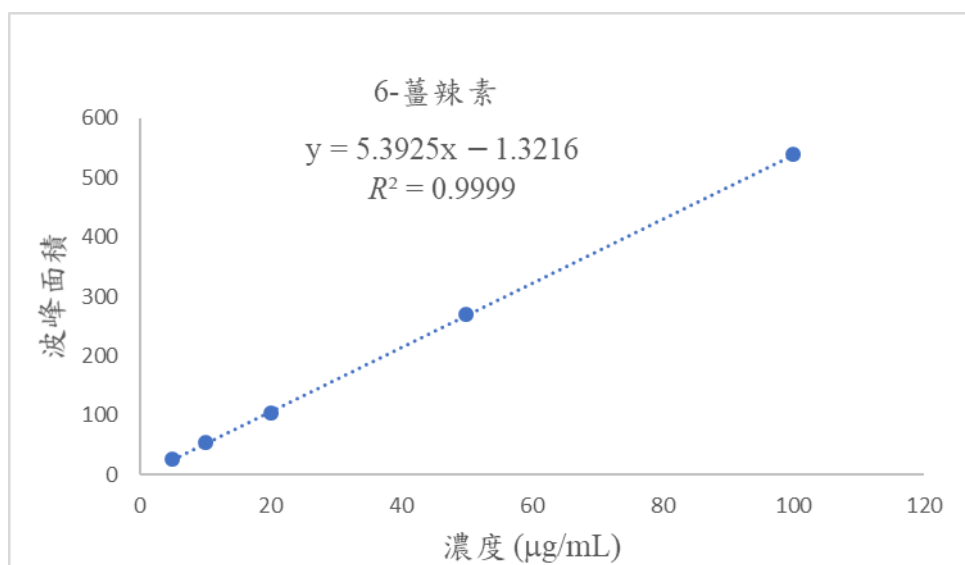
結果顯示萃取 2 次基本上已將 6-薑辣素萃取完全(萃取率大於 98%)

表二、乾薑藥材檢品萃取次數評估

75%甲醇萃取次數	6-薑辣素波峰面積
第 1 次	215.1
第 2 次	9.1
第 3 次	N.D.

(五) 標準品 6-薑辣素檢量線

經不同濃度 6-薑辣素(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 $y = 5.3925x - 1.3216$ ， $R^2 = 0.9999$ 顯示濃度在 5.0–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、6-薑辣素之檢量線圖

表三、6-薑辣素之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
6-薑辣素	5.0–100	$y = 5.3925x - 1.3216$	0.9999

(六) 精密度試驗

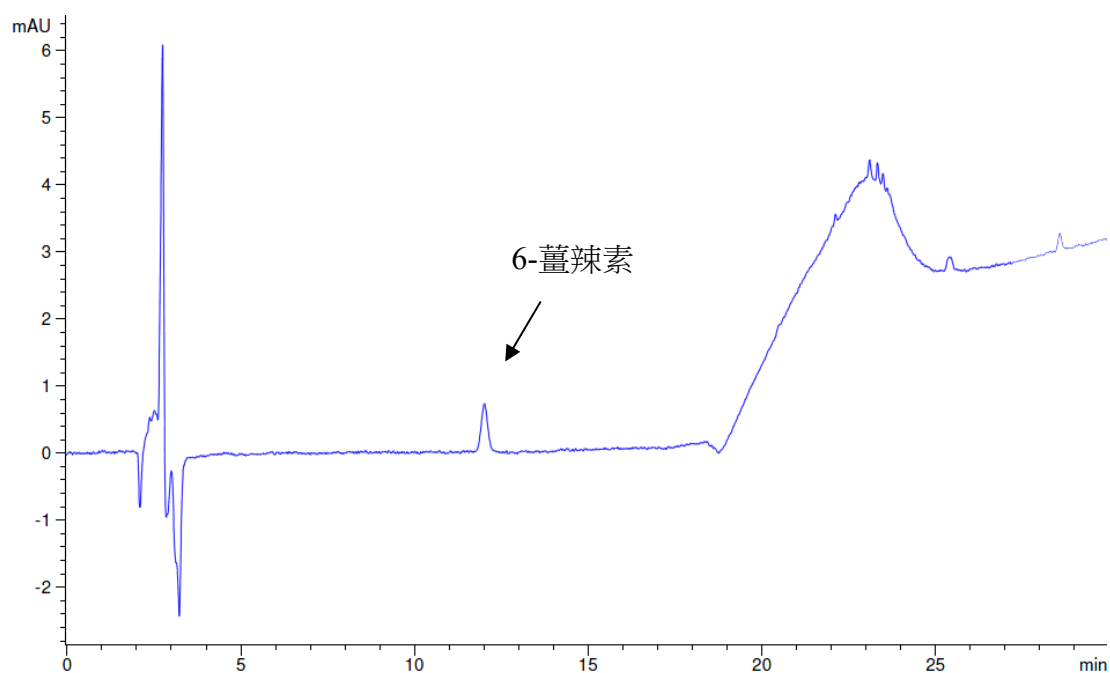
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，6-薑辣素精密度之相對標準差為 0.23%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

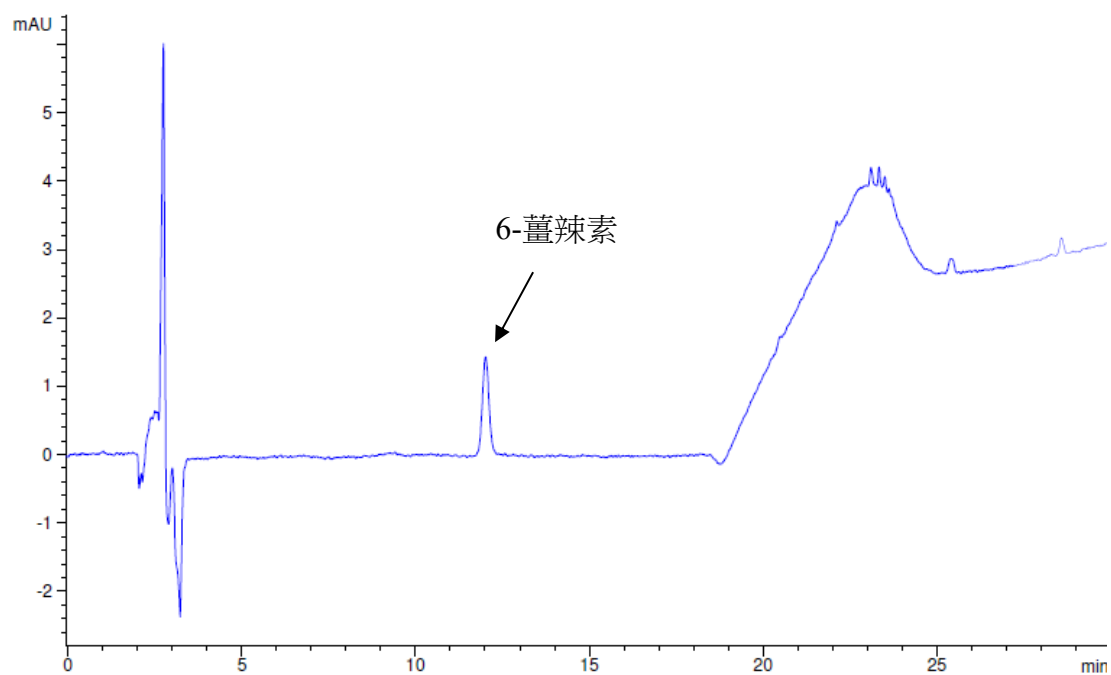
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，6-薑辣素重複性之相對標準差為 1.39%，在系統適用性要求內。6-薑辣素在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差為 1.45%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

6-薑辣素偵測極限為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 4.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、6-薑辣素之偵測極限層析圖



圖五、6-薑辣素之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	6-薑辣素	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 µg/mL	0.23
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.8)	1.39
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.8)	1.45
偵測極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	4.0 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

6-薑辣素平均添加回收率為 102.6%，相對標準偏差為 2.43%。

表五、6-薑辣素添加回收率

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	0.126	0.39	0.45	0.86	104.7	102.64	2.43
2	0.128	0.40	0.45	0.85	100.4		
3	0.125	0.39	0.45	0.84	100.5		
4	0.128	0.40	0.45	0.87	105.8		
5	0.129	0.40	0.45	0.86	101.8		

(十) 臺灣市售乾薑藥材含量測定

10 批乾薑藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，6-薑辣素含量為 0.28%–0.67%。建議乾薑藥材指標成分 6-薑辣素的含量不得少於 0.30%。建議理論板數按 6-薑辣素波峰計算應不低於 5000 (實際值為 115465)。

表六、臺灣市售乾薑檢品之 6-薑辣素含量

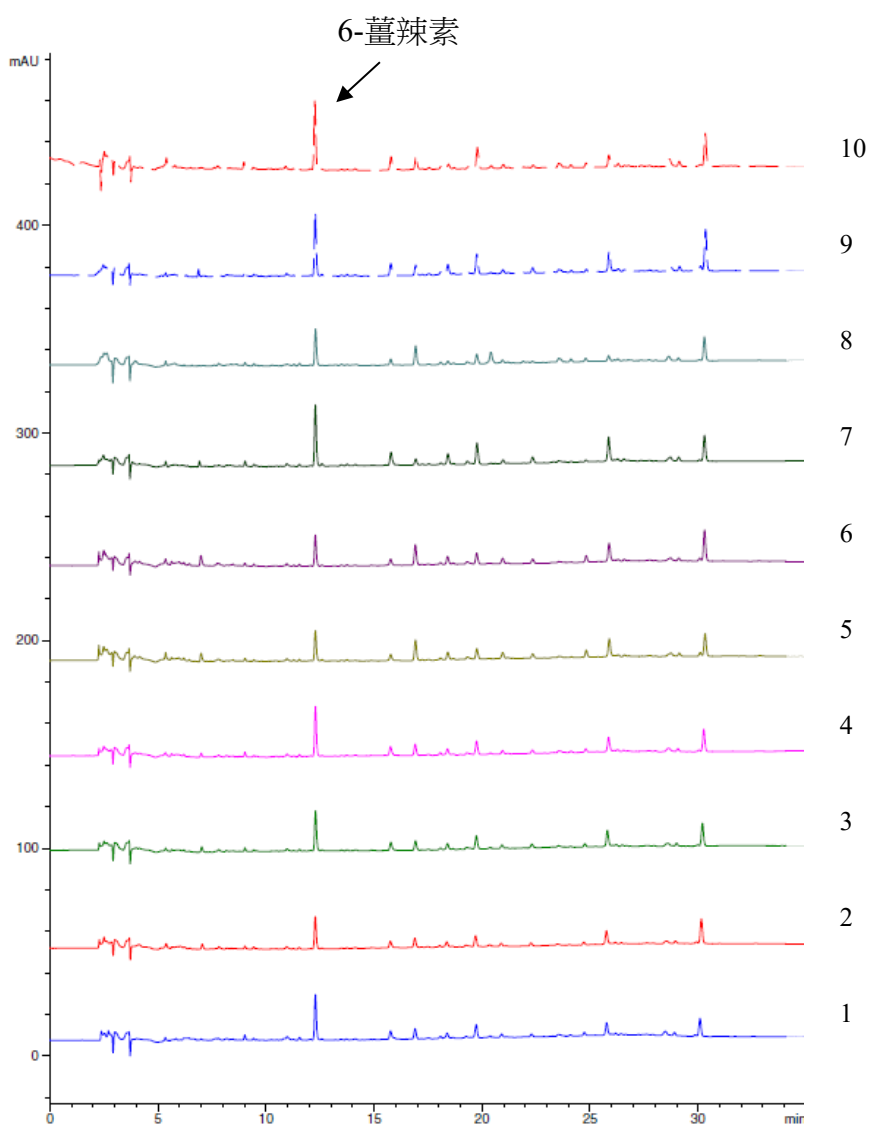
藥材編號(No.)	6-薑辣素含量(%)
1 (NR)	0.43
2 (CE)	0.31
3 (SE)	0.39
4 (SL)	0.47
5 (NF)	0.28
6 (NJ)	0.29
7 (NC-1)	0.60
8 (SA)	0.35
9 (CA)	0.62
10 (NC-2)	0.67
平均值±S.D.	0.441±0.144

(十一) 乾薑藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售乾薑藥材檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 280 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：10 μ L
6. 移動相：

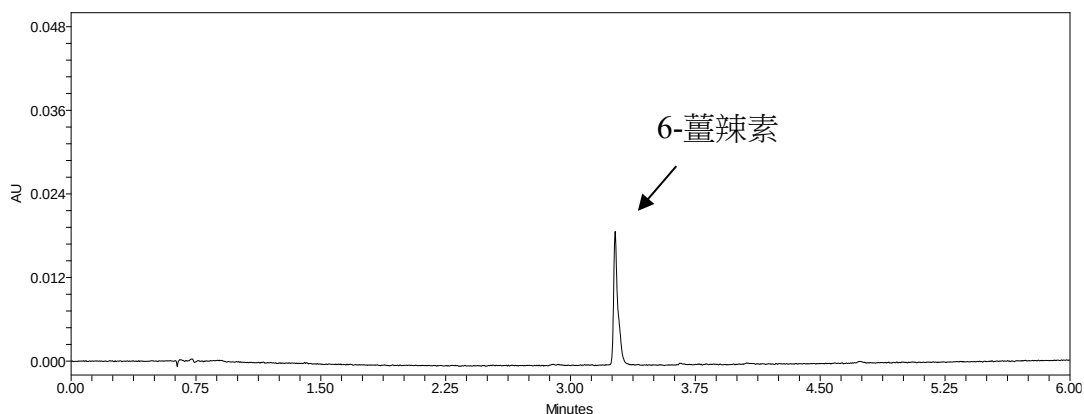
時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	10	90
5	50	50
20	100	0
35	100	0



圖六、10 批乾薑藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品 6-薑辣素之 UPLC 層析

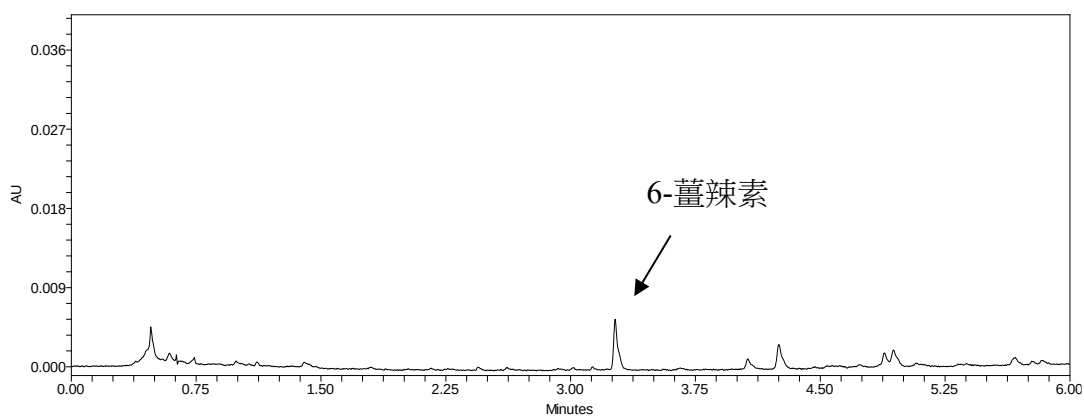
於滯留時間 3.3 分鐘處顯示 6-薑辣素標準品的波峰(圖七)。



圖七、6-薑辣素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售乾薑藥材檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 3.3 分鐘處顯示乾薑藥材檢品中 6-薑辣素的波峰(圖八)。

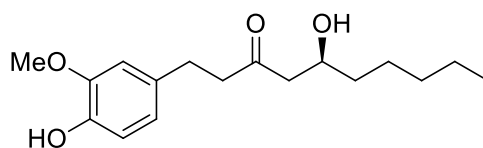


圖八、市售乾薑藥材檢品之 UPLC 層析圖

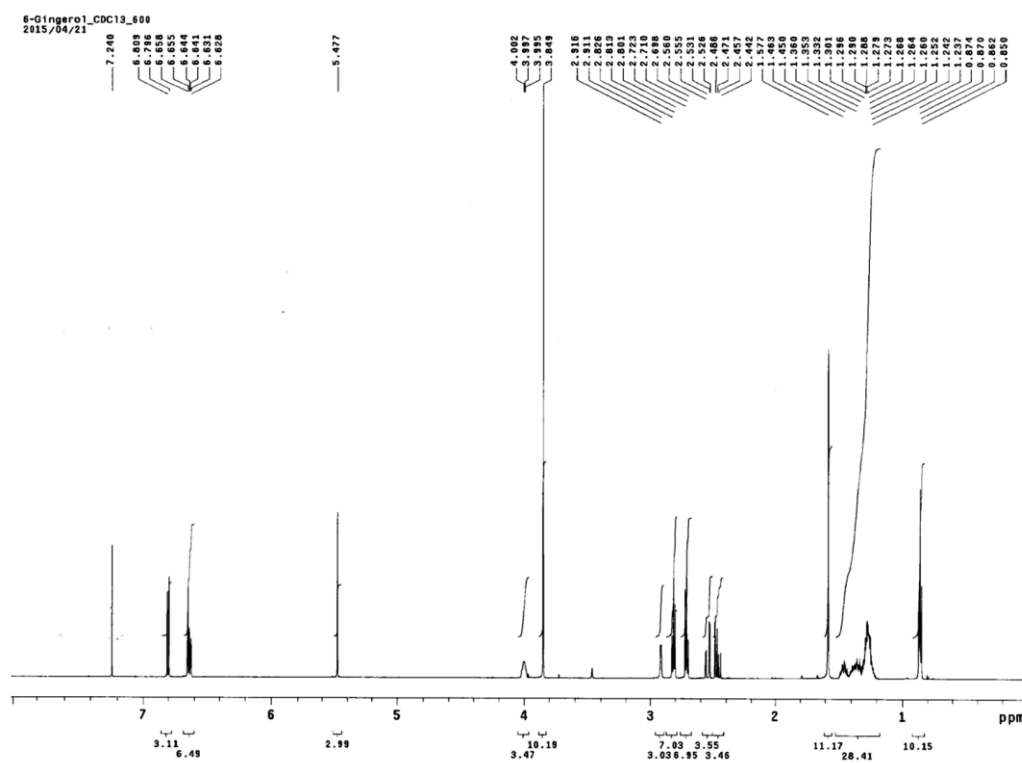
(十四) 6-薑辣素的分子式與分子量

分子式： $C_{17}H_{26}O_4$ ；分子量：294.4；無色油狀。

(十五) 6-薑辣素的結構

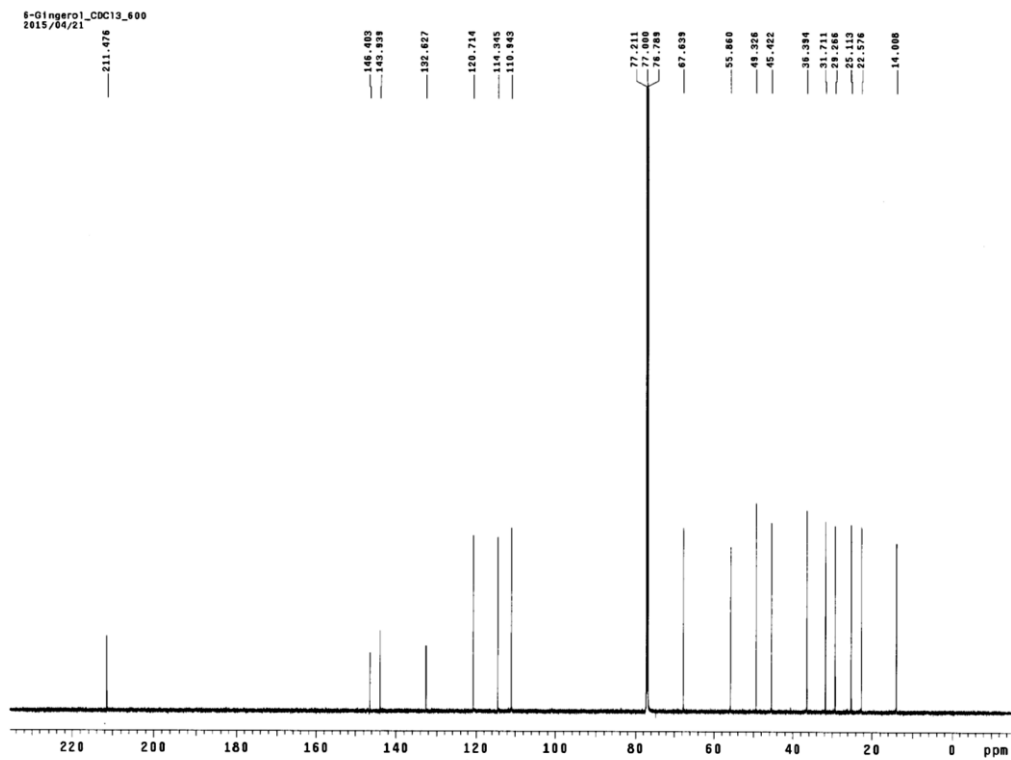


(十六) 6-薑辣素的 ^1H NMR 圖譜



圖九、6-薑辣素的 ^1H NMR 圖譜(CDCl_3)

(十七) 6-薑辣素的 ^{13}C NMR 圖譜



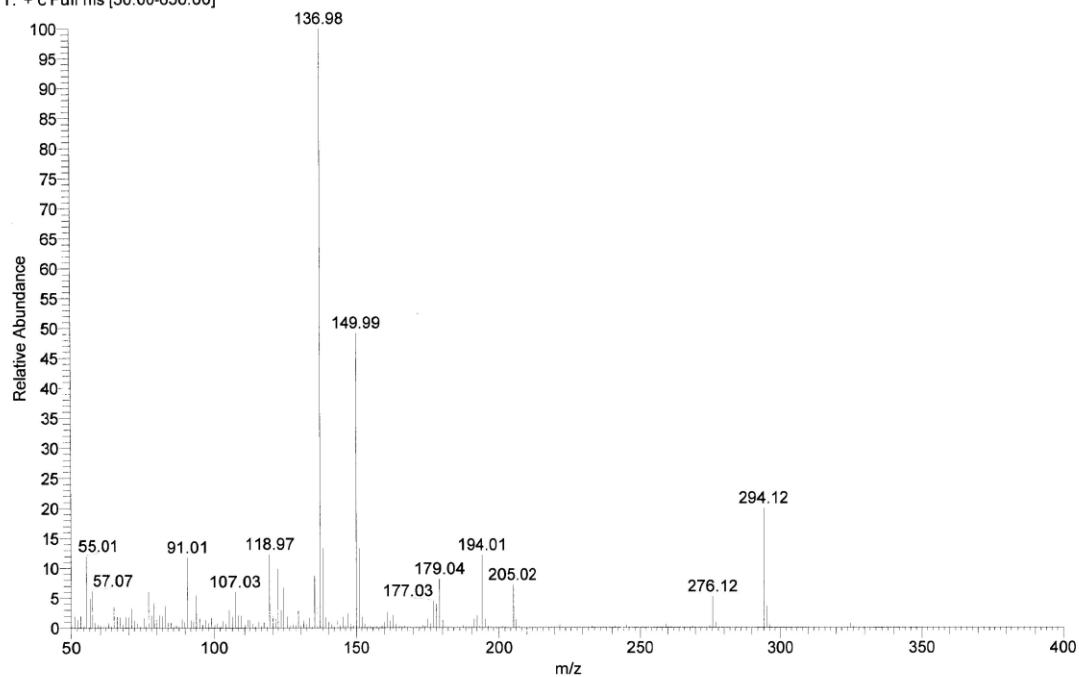
圖十、6-薑辣素的 ^{13}C NMR 圖譜(CDCl_3)

(十八) 6-薑辣素的 EI-MS 圖譜

C:\Xcalibur\data\MJ Don\2015\6-gingerol

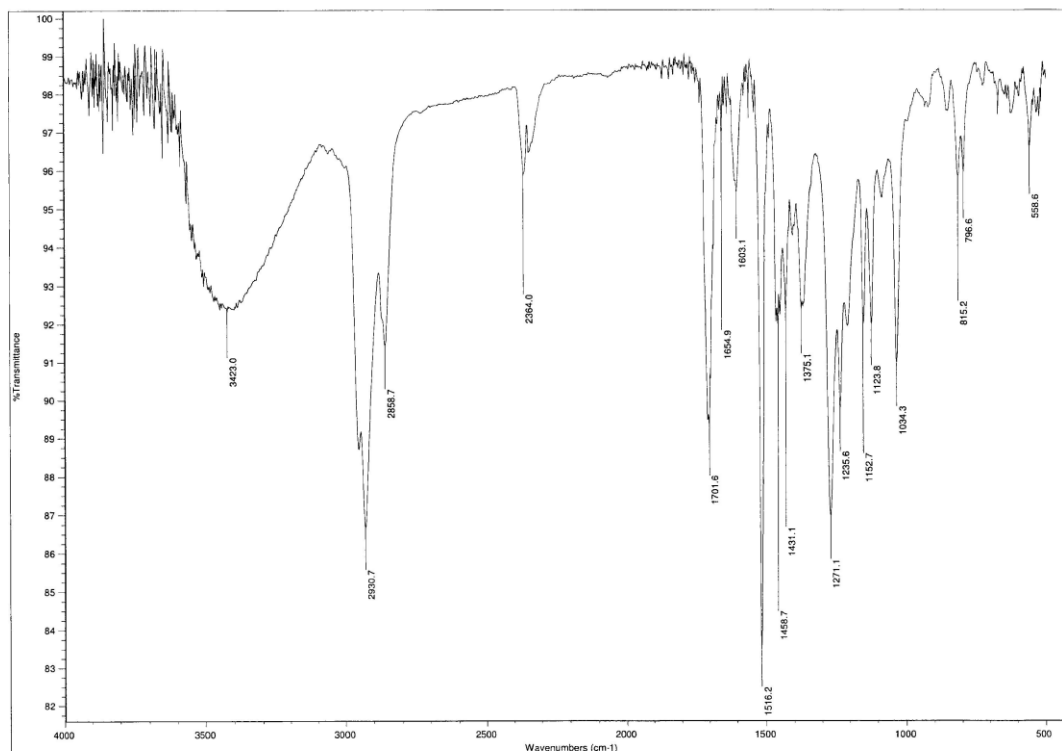
5/11/2015 6:45:09 PM

6-gingerol #104-148 RT: 2.14-3.06 AV: 45 NL: 3.78E8
T: + c Full ms [50.00-650.00]

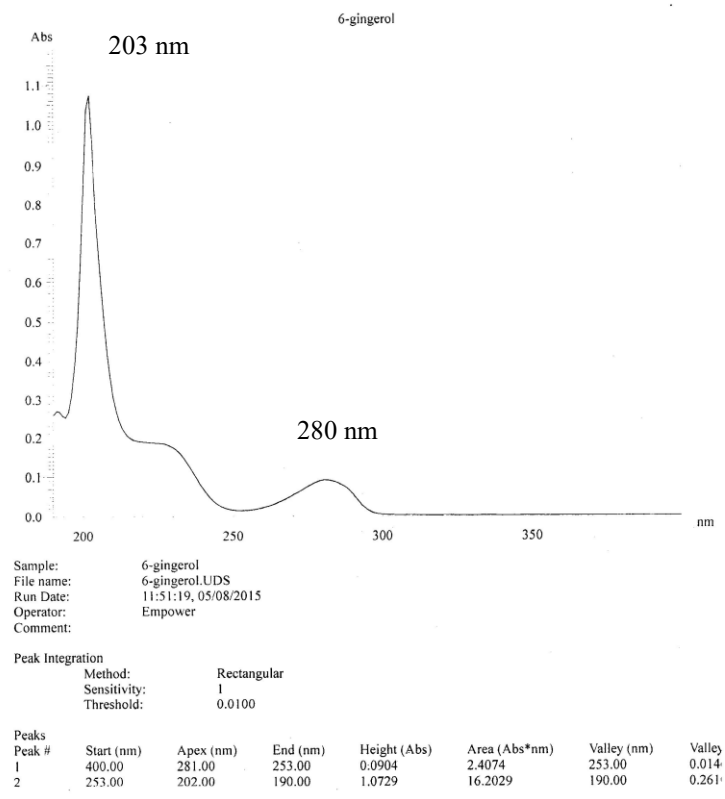


圖十一、6-薑辣素的 ESI-MS 圖譜

(十九) 6-薑辣素的 FTIR 圖譜

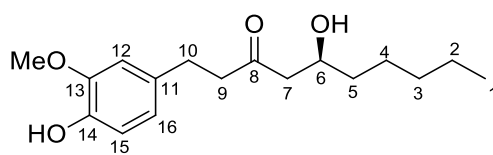


圖十二、6-薑辣素的 FTIR 圖譜
(二十) [6]-薑辣素的 UV 圖譜



圖十三、6-薑辣素的 UV 圖譜

(二十一) 6-薑辣素的氫、碳化學位移



6-薑辣素

表七、6-薑辣素的氫、碳化學位移(CDCl₃)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	0.86	14.0
2	1.24–1.40 (m)	22.6
3	1.24–1.40 (m)	31.7
4	1.24–1.40 (m)	25.1
5	7.67 (s)	36.4
6	3.98–4.02 (m)	67.6
7	2.46 (dd, 17.4, 9.0), 2.54 (dd, 17.4, 9.0)	49.3
8	-	211.5
9	2.71	45.4
10	2.81 (t, 7.2)	29.3
11	-	132.6
12	6.66 (d, 1.80)	110.9
13	-	146.4
14	-	143.9
15	6.80 (d, 7.8)	114.3
16	6.64 (dd, 7.8, 1.8)	120.8
13-OMe	3.85 (s)	55.9
6-OH	2.91 (d, 3.0)	-
14-OH	5.48 (s)	-

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

乾薑飲片(ZINGIBERIS RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店乾薑飲片共 10 批。

二、儀器及層析管柱

(一) HPLC 儀器及層析管柱

Agilent 1100 series，包含 Degasser G1379A、QuatPump G1311A、Sampler G1329B、DAD G1315B；層析管柱 COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 4.6 mm, 5 µm)。

(二) UPLC 儀器及層析管柱

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

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

甲醇(HPLC Grade)購自於 DUKSAN PURE CHEMICALS；乙醇(95%)購

自於國詔實業有限公司；乙腈(99.9%)購自於 Sigma-Aldrich Co.。

(二) 標準品

標準品 6-薑辣素 (6-gingerol)購自於 Biotic Chemical Co., LTD.，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒開發

乾薑飲片最佳萃取溶媒同乾薑藥材。

(二) 最佳萃取次數評估

乾薑飲片最佳萃取次數同乾薑藥材。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品 6-薑辣素 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含 6-薑辣素 1000 µg/mL 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 µg/mL 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.25 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 75%甲醇 20 mL，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 4000 x g)，取上清液，殘渣部分重複提取

1 次，合併濾液，轉移至 40 mL 定量瓶中，加 75% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 μL ，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中 6-薑辣素的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取 6-薑辣素標準品儲備溶液適量(1000 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋製成含 6-薑辣素分別為 100、50、20、10、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 的標準品溶液。以上溶液各取 10 μL 分別注入 HPLC 進行定量分析，利用標準品之波峰面積(y 軸)和標準品之濃度(x 軸)進行線性回歸，並求得檢量線之方程式 $y = ax + b$ 與相關係數 R^2 。

(七) 精密度試驗

以 6-薑辣素濃度為 20 $\mu\text{g/mL}$ 之標準品儲備液連續進樣 5 針，以 6-薑辣素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售乾薑飲片粉末，依乾薑飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份乾薑飲片檢品溶液，進樣測定，以 6-薑辣素的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售乾薑飲片粉末，依乾薑飲片檢品溶液製備方法製備乾薑飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以 6-薑辣素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(九) 偵測極限與定量極限試驗

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

取已知 6-薑辣素含量的乾薑飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.125 g，分別加入 1.0 mL 的 6-薑辣素溶液(650 $\mu\text{g/mL}$)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十一) HPLC 分析條件

1. 層析管：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 280 nm
3. 流速：1.0 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：10 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	45	55
10	45	55
20	100	0
30	100	0

(十二) 臺灣市售乾薑飲片含量測

取 10 批市售乾薑飲片依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μL 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品 6-薑辣素的百分含量。

(十三) 乾薑飲片檢品之 UPLC 層析條件

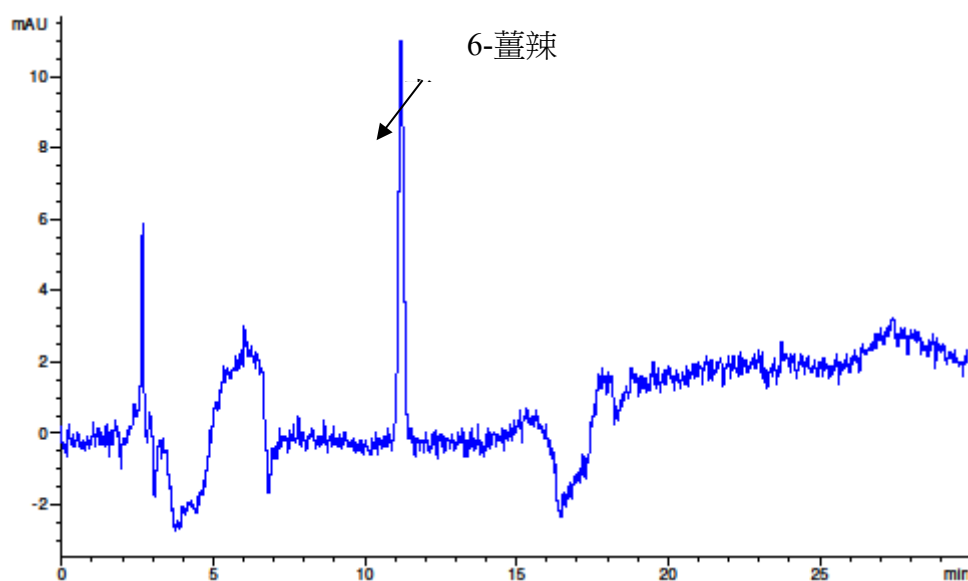
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 280 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	水(%)
0	10	90
2	50	50
6	100	0

五、結果

(一) 標準品 6-薑辣素之 HPLC 層析

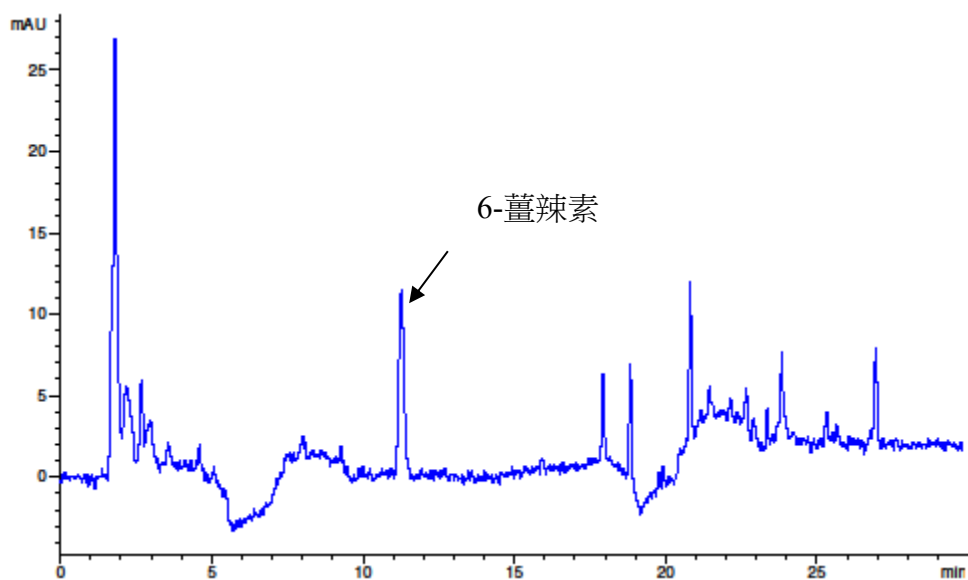
於滯留時間 11.2 分鐘處顯示 6-薑辣素標準品的波峰(圖一)。



圖一、6-薑辣素標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售乾薑飲片檢品之 HPLC 層析

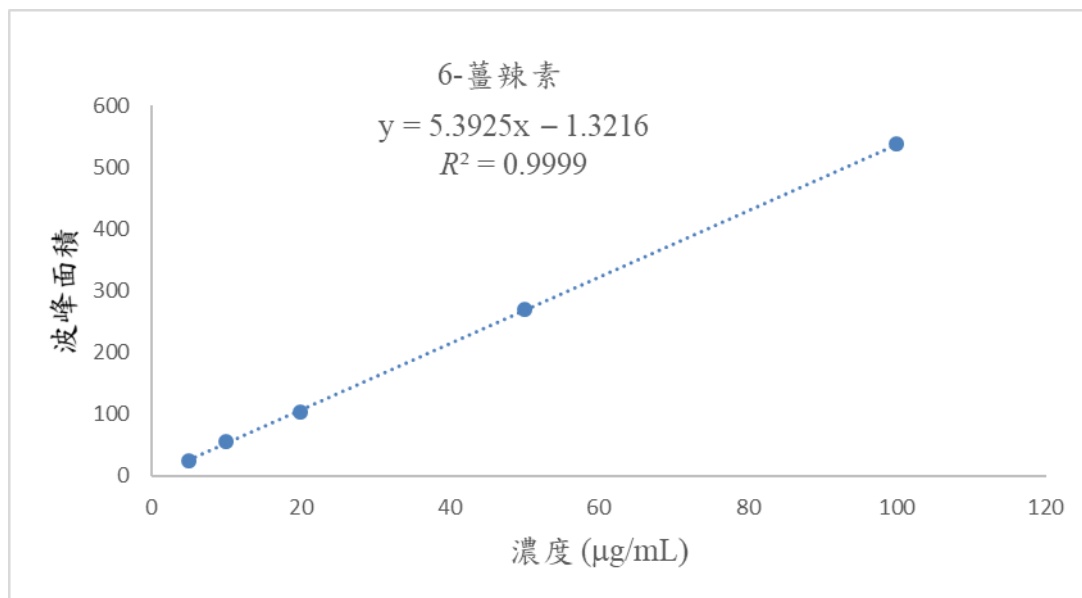
於滯留時間 11.3 分鐘顯示乾薑飲片檢品中 6-薑辣素的波峰(圖二)，分離率 $R = 29.108$ ，托尾因子 $T = 1.059$ ，均在系統適用性要求內。



圖二、市售乾薑飲片檢品之 HPLC 層析圖

(三) 標準品 6-薑辣素檢量線

經不同濃度 6-薑辣素(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 $y = 5.3925x - 1.3216$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 5.0–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、6-薑辣素之檢量線圖

表一、6-薑辣素之檢量線方程式

對照標準品	濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
6-薑辣素	5.0–100	$y = 5.3925x - 1.3216$	0.9999

(四) 精密度與重複性試驗

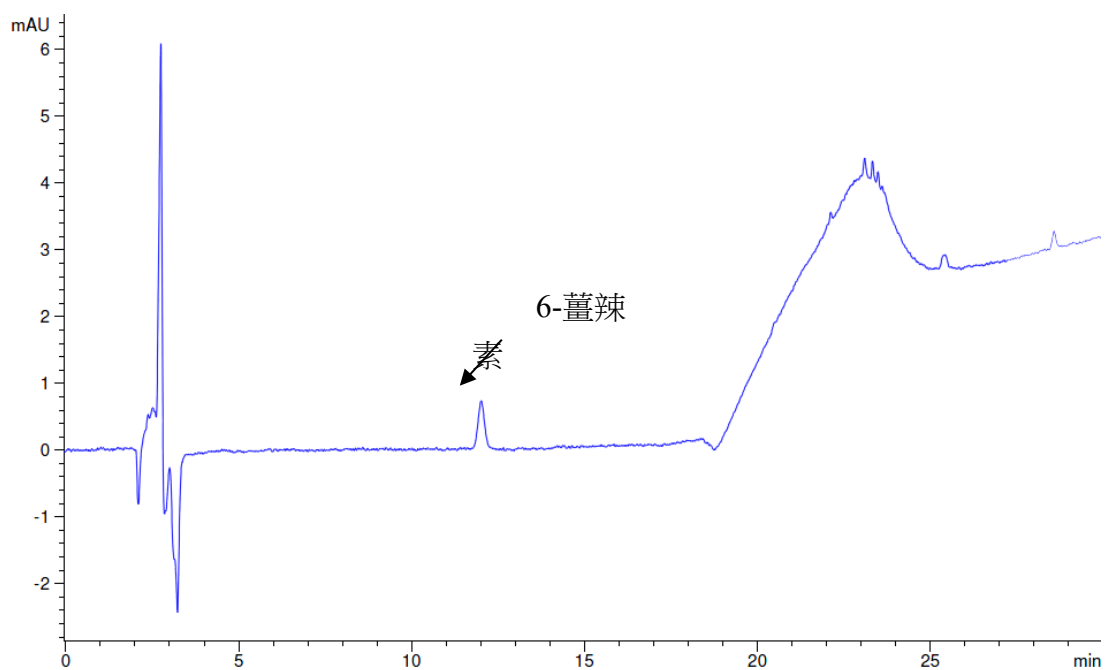
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，6-薑辣素精密度之相對標準差為 0.46%，重複性之相對標準差為 1.90%，均在系統適用性要求內。

(五) 穩定性試驗

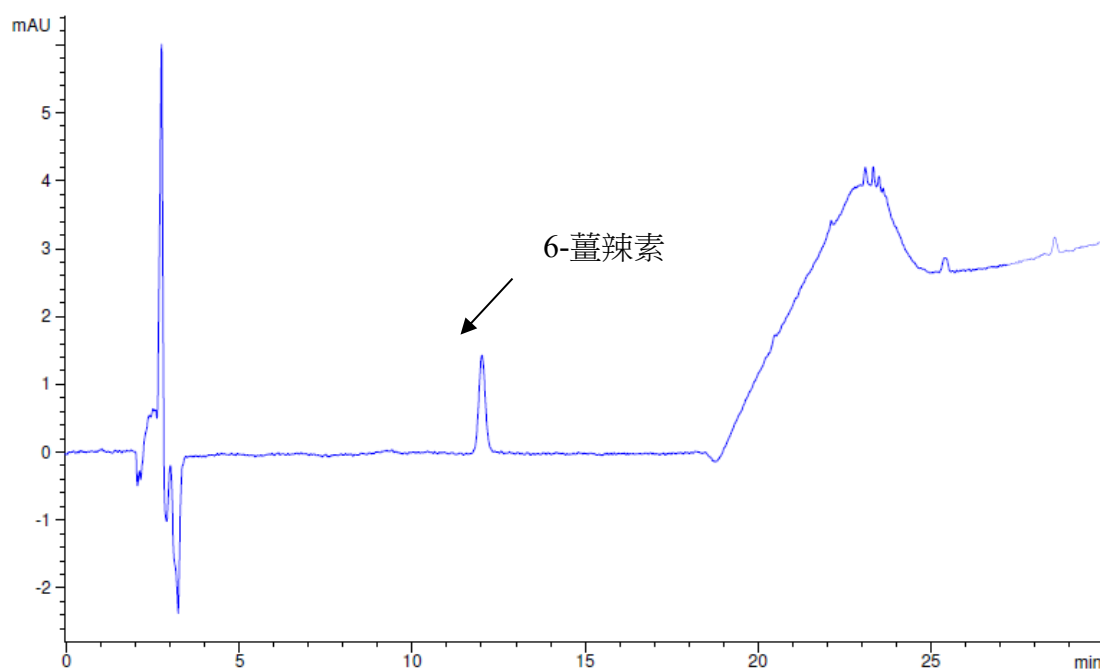
實驗結果顯示，6-薑辣素在 24 小時內穩定，穩定性相對標準差為 2.34%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

6-薑辣素偵測極限(limit of detection, L1.0 OD)為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限(limit of quantitation, LOQ)為 4.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、6-薑辣素之 LOD 層析圖



圖五、6-薑辣素之 LOQ 層析圖

表二、各項檢驗分析

檢測項目	6-薑辣素	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	20 µg/mL	0.46
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.8)	1.90
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.8)	2.34
偵測極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	4.0 µg/mL	-

(七) 添加回收率試驗

添加 6-薑辣素平均添加回收率為 104.7%，相對標準偏差為 2.95%。

表三、6-薑辣素添加回收率

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	0.1 276	0 .50	0 .65	1 .21	10 9.24	10 4.65	2.9 5
2	0.1 257	0 .49	0 .65	1 .17	10 4.22		
3	0.1 25	0 .49	0 .65	1 .16	10 3.04		
4	0.1 291	0 .51	0 .65	1 .16	10 1.03		
5	0.1 285	0 .50	0 .65	1 .19	10 5.73		

(八) 臺灣市售乾薑飲片含量測定

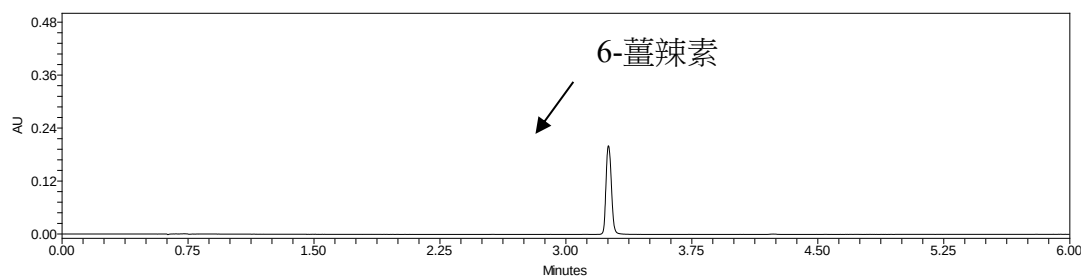
10 批乾薑飲片之含量測定結果(乾燥品)如表四所示，6-薑辣素含量為 0.26%–0.58%。建議乾薑飲片指標成分 6-薑辣素的含量不得少於 0.30%。建議理論板數按 6-薑辣素波峰計算應不低於 5000 (實際值為 20560)。

表四、臺灣市售乾薑飲片檢品之 6-薑辣素含量

藥材編號 (No.)	6-薑辣素含 量(%)	藥材編號 (No.)	6-薑辣素含 量(%)
1 (NF-1)	0.26	6 (NC-1-1)	0.53
2 (NJ-1)	0.32	7 (NC-2-1)	0.58
3 (CE-1)	0.30	8 (NR-1)	0.44
4 (SA-1)	0.34	9 (SL-1)	0.46
5 (SE-1)	0.41	10 (CA-1)	0.52

(九) 標準品 6-薑辣素(Pachymic acid)之 UPLC 層析

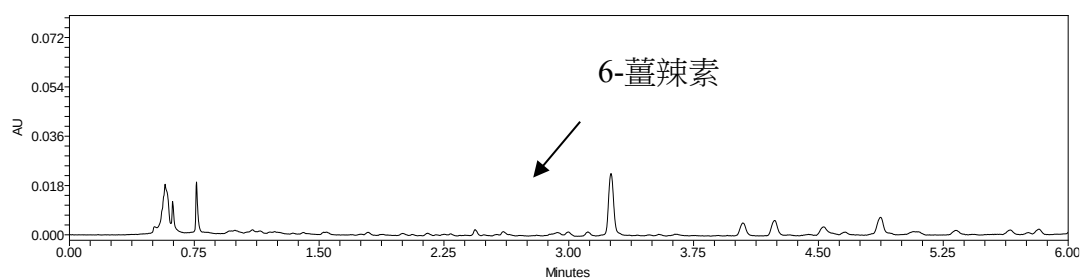
於滯留時間 3.25 分鐘處顯示 6-薑辣素標準品的波峰(圖六)。



圖六、6-薑辣素(Pachymic acid)標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售乾薑檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 3.25 分鐘顯示乾薑檢品中 6-薑辣素的波峰(圖七)。



圖七、市售乾薑檢品之 UPLC 層析圖

乾薑

生藥名：ZINGIBERIS RHIZOMA

英文名：Dry Ginger Rhizome

基 原：本品為薑科 Zingiberaceae 植物薑 *Zingiber officinale* Roscoe 之乾燥根莖。

一、方法

(一) 檢品溶液 【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018) ✓

——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波處理 30 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 1.0 g，加乙酸乙酯 20 mL，超音波處理 10 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。

(二) 對照標準品 液 取 6-薑辣素(6-Gingerol)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 0.5 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：丙酮 (10：1：7)

【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)

——正己烷：乙酸乙酯：丙酮 (10：1：5) ✓

【展開劑 3】(修飾臺灣中藥典第二版 2013)

——甲苯：丙酮 (6：1)

(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 以香莢蘭醛-硫酸試液(Vanillin-H₂SO₄ 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

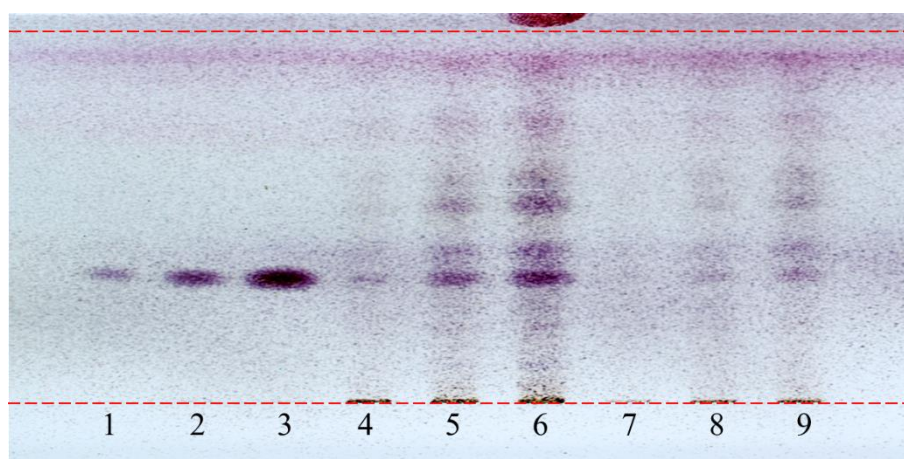
實驗日期：108/05/03

相對溼度(RH)：48%

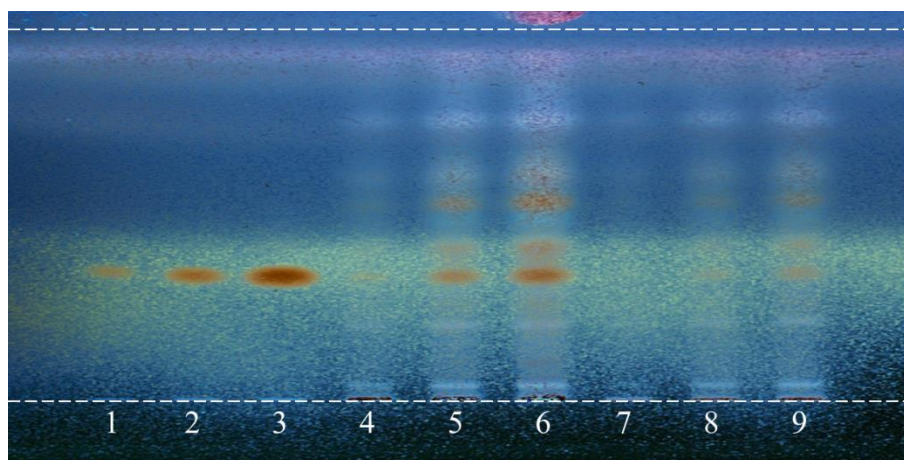
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 2】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：丙酮
(10：1：5)

——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色後可見光檢出



——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色後紫外光(365 nm)檢出



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	6-薑辣素 (0.5 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	檢品溶液 8【萃取方法 1】	2, 5, 8 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 8【萃取方法 2】	2, 5, 8 μ 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 6-薑辣素，由於斑點較清晰，故採用臺灣中藥典萃法，選擇【萃取方法 1】。

建議點注量：6-薑辣素標準品溶液 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】5 μ L。

三、溶媒系統選擇

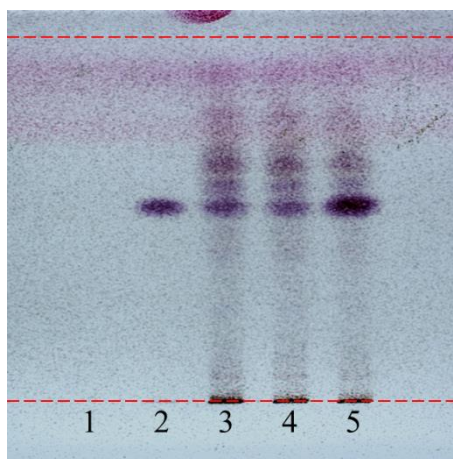
實驗日期：108/05/03

相對溼度(RH)：48%

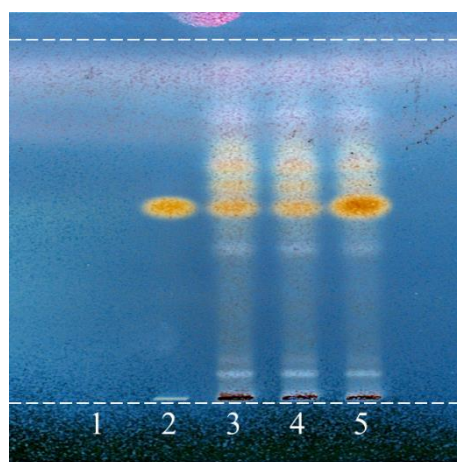
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：丙酮 (10：1：7)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色後可見光檢出(6-薑辣素 R_f 值為 0.52)

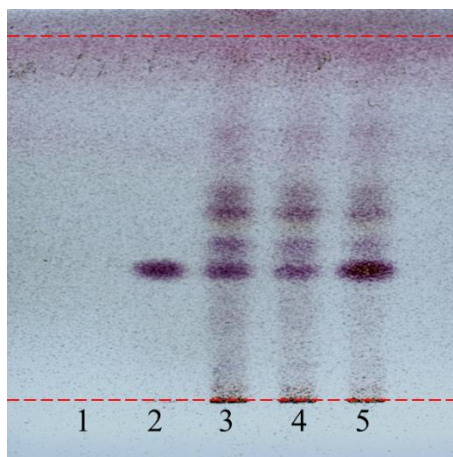


【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(6-薑辣素 R_f 值為 0.52)

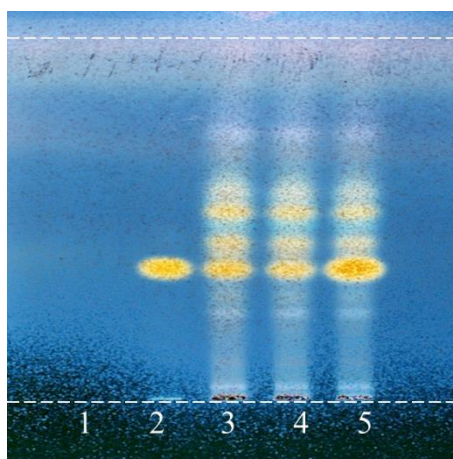


【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：丙酮 (10：1：5) ✓

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色後可見光檢出(6-薑辣素 R_f 值為 0.35)

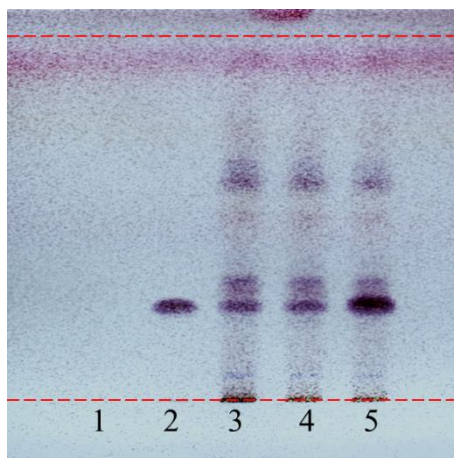


【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色後紫外光(365 nm)檢出(6-薑辣素 R_f 值為 0.35)

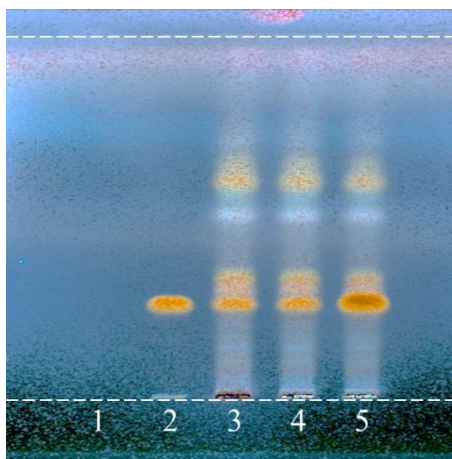


【展開劑 3】 (修飾臺灣中藥典第二版 2013)——甲苯：丙酮 (6：1)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色
後可見光檢出(6-薑辣素 R_f 值為 0.26)



【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色
後紫外光(365 nm)檢出(6-薑辣素 R_f 值為 0.26)



1：Blank

2：6-薑辣素

3，4：檢品溶液 8

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 1】方式，3 種展開劑展開皆可從檢品溶液中分離與檢出 6-薑辣素，由於 R_f 值較合適，故採用修飾臺灣中藥典第三版 2018 之【展開劑 2】。

四、觀察方式選擇

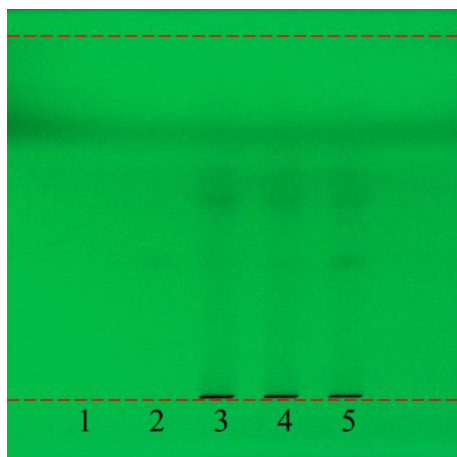
實驗日期：108/05/03

相對溼度(RH)：48%

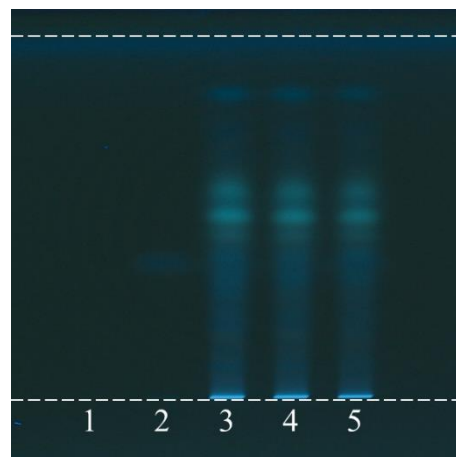
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：丙酮 (10：1：5)

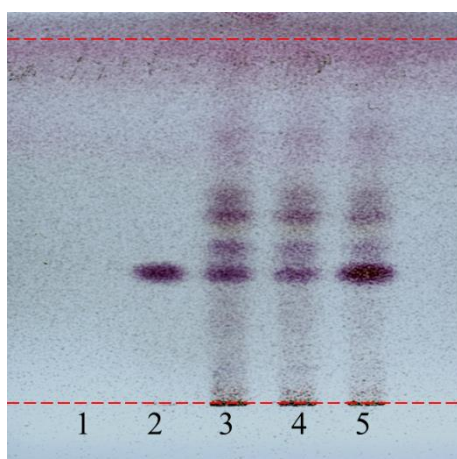
【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)－HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



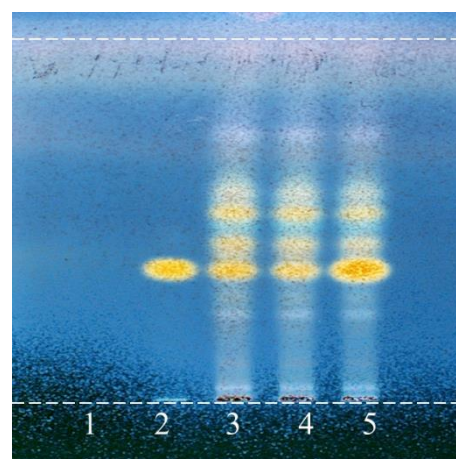
【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)－HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)－HPTLC 顯色/可見光檢出✓



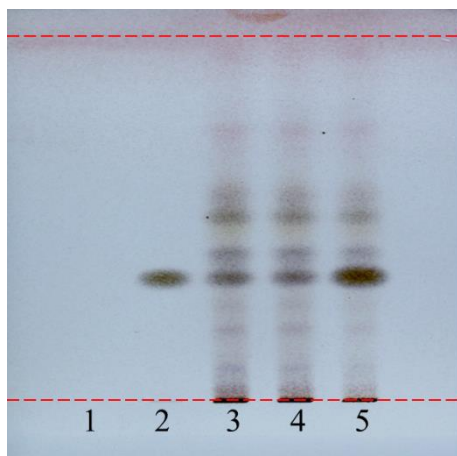
【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)－HPTLC 顯色/紫外光(365 nm)檢出✓



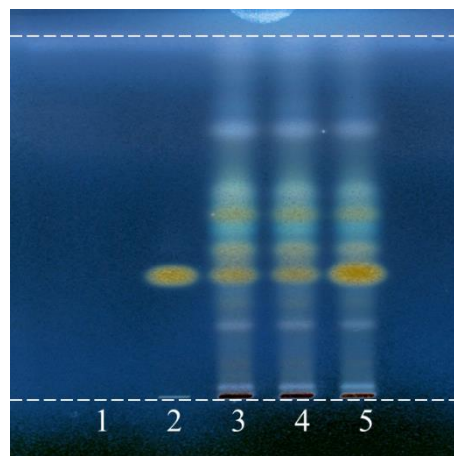
【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)－HPTLC 顯色/可見光檢出✓

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)－HPTLC 顯色/紫外光(365 nm)檢出✓

2018) — HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色/可見光檢出



2018) — HPTLC 10%硫酸/乙醇顯色/紫外光(365 nm)檢出



1 : Blank

2 : 6-薑辣素

3, 4 : 檢品溶液 8

5 : Spike

建議觀察方式：經香莢蘭醛-硫酸試液及 10%硫酸乙醇試液顯色後，於可見光、紫外光(365 nm)下檢視，皆可有較多明顯之條帶及 6-薑辣素標準品斑點。

五、十批乾薑樣品檢測

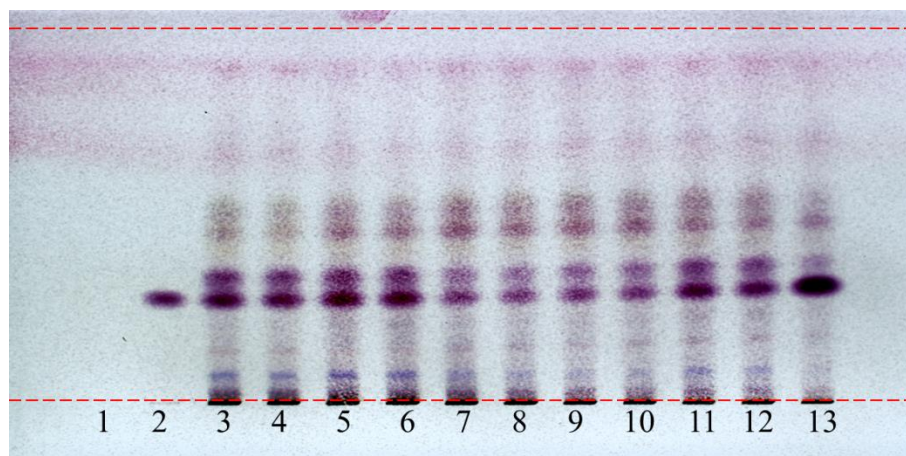
實驗日期：108/05/08

相對溼度(RH)：56%

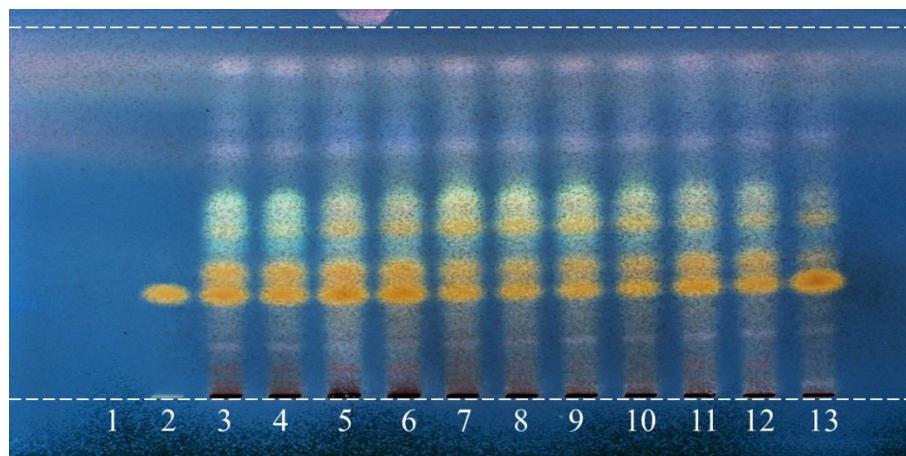
溫度(RT)：26 °C

【展開劑 2】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：丙酮 (10：1：5)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香英蘭醛-硫酸試液顯色後可見光檢出

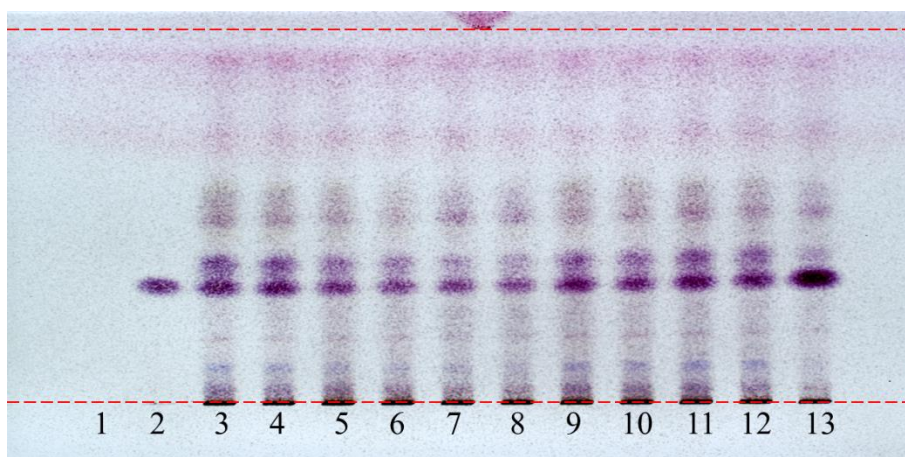


【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香英蘭醛-硫酸試液顯色後紫外光(365 nm)檢出

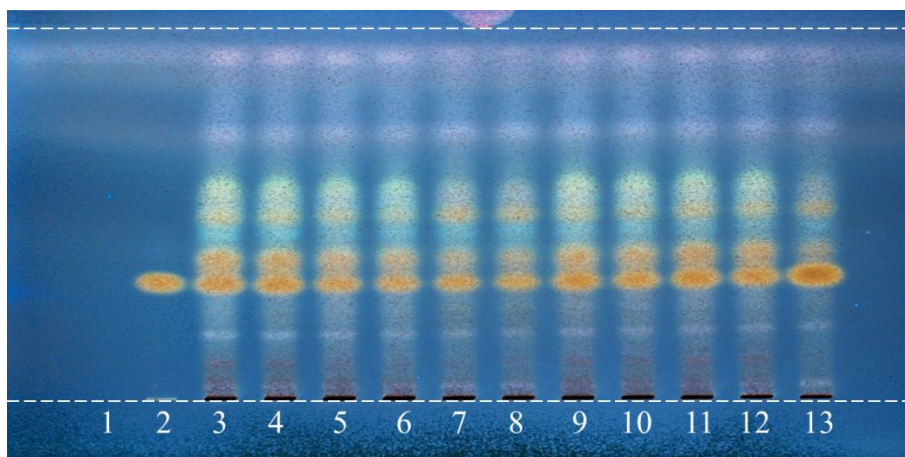


1	Blank
2	6-薑辣素 (0.2 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 1 (NC-1)
5, 6	檢品溶液 2 (NC-2)
7, 8	檢品溶液 3 (NF)
9, 10	檢品溶液 4 (NJ)
11, 12	檢品溶液 5 (NR)
13	Spike (檢品溶液 8)

【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香英蘭醛-硫酸試液顯色後可見光檢出



【萃取方法 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香英蘭醛-硫酸試液顯色後紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	6-薑辣素 (0.2 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 6 (CA)
5, 6	檢品溶液 7 (CE)
7, 8	檢品溶液 8 (SA)
9, 10	檢品溶液 9 (SE)
11, 12	檢品溶液 10 (SL)
13	Spike (檢品溶液 8)

結論與建議：以臺灣中藥典第三版 2018 之【萃取方法 1】方式，並以修飾臺灣中藥典第三版 2018 之【展開劑 2】分離與檢出 6-薑辣素較佳，以香英蘭醛-硫酸試液顯色後，於可見光及紫外光(365 nm)下檢視較佳。

乾薑(飲片)

六、十批乾薑飲片樣品檢測

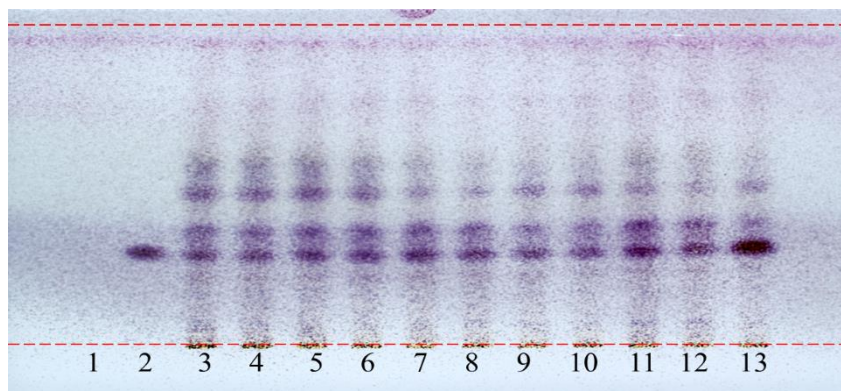
實驗日期：108/05/08

相對溼度(RH)：56%

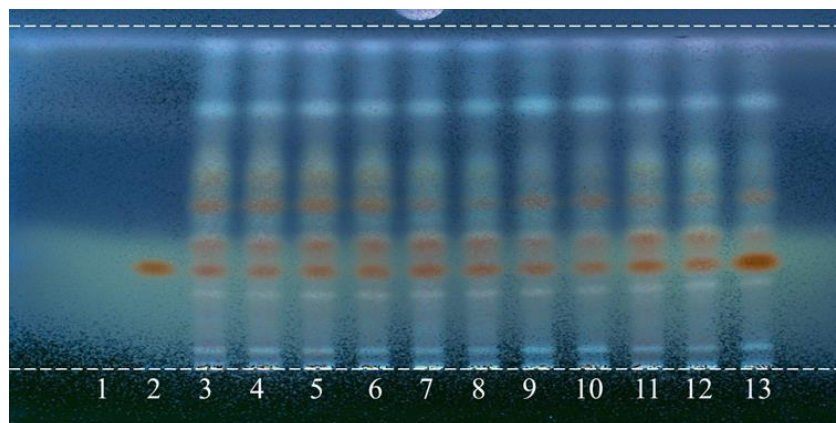
溫度(RT)：26 °C

【展開劑 2】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：丙酮 (10：1：5)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色後可見光檢出



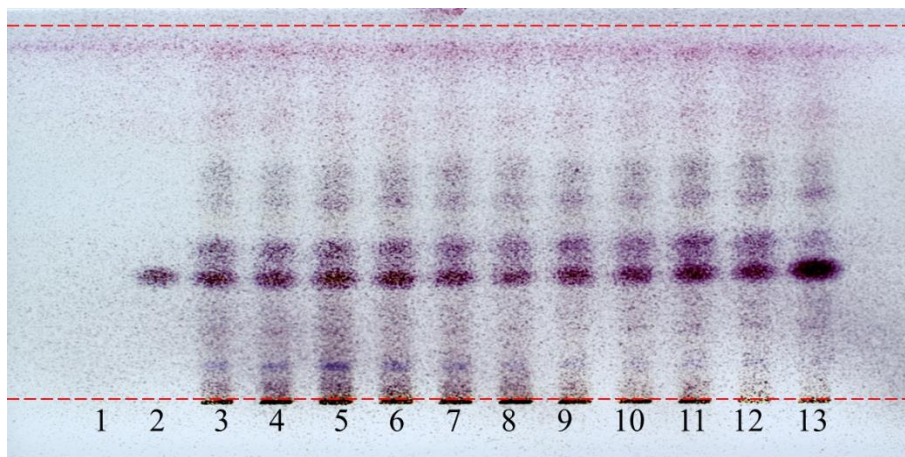
【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯色後紫外光(365 nm)檢出



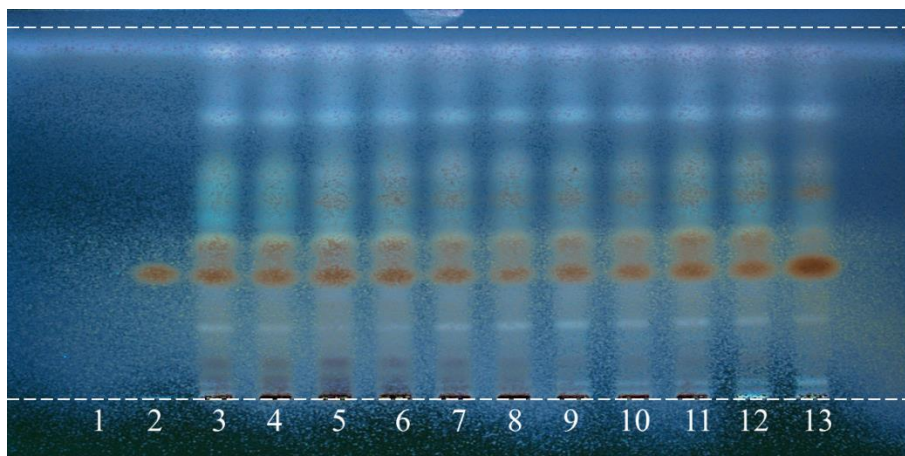
1	Blank
2	6-薑辣素 (0.2 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 1 (NF-1)
5, 6	檢品溶液 2 (NJ-1)
7, 8	檢品溶液 3 (CE-1)
9, 10	檢品溶液 4 (SA-1)
11, 12	檢品溶液 5 (SE-1)
13	Spike (檢品溶液 4)

【展開劑 2】 (修飾臺灣中藥典第三版 2018)——正己烷：乙酸乙酯：丙酮
(10：1：5)

【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯
色後可見光檢出



【萃取方法 1】 (臺灣中藥典第三版 2018)——HPTLC 香莢蘭醛-硫酸試液顯
色後紫外光(365 nm)檢出



1	Blank
2	6-薑辣素 (0.2 mg/mL)
3，4	檢品溶液 6 (NC-1-1)
5，6	檢品溶液 7 (NC-2-1)
7，8	檢品溶液 8 (NR-1)
9，10	檢品溶液 9 (SL-1)
11，12	檢品溶液 10 (CA-1)
13	Spike (檢品溶液 4)

結論與建議：飲片鑑別同藥材。

