

川芎

(CHUANXIONG RHIZOMA)

川芎 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

川芎 藥材 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.....	9

川芎 飲片 HPLC

一、材料.....	18
二、儀器及層析管柱.....	18
三、實驗藥品及試劑來源.....	18
四、方法.....	18
五、結果.....	21

川芎 TLC

一、方法.....	25
二、萃法選擇及濃度測試.....	26
三、溶媒系統選擇.....	27
四、觀察方式選擇.....	29
五、十批川芎藥材樣品檢測.....	30
六、十批川芎飲片樣品檢測.....	32

川芎

(CHUANXIONG 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川芎的乾燥根莖。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：川芎

生藥名：CHUANXIONG RHIZOMA

英文名：Chuanxiong Rhizome

基原：繖形科 Umbelliferae 植物芎藭 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 的乾燥根莖。

採收加工：夏季莖上節盤顯著且突出，略帶紫色時採挖，去淨泥土後乾燥，去除鬚根。

藥材性狀：本藥材為芎藭的乾燥根莖。已切成飲片狀，大多為向莖基處縱切成的不整齊片塊，邊緣不整齊，形似蝴蝶。片厚約 2~3 mm，邊緣深棕色，切面類黃色，有錯縱狀紋理，髓部顏色較淡。隨處可見棕黃色小點(油室)，形成層呈不規則波狀多角形花紋，質堅硬，折斷面不規則。香氣濃郁而特殊，味苦、辛，有麻舌感。

生長分佈：多年生草本植物，高 30~60 cm，根莖呈不規則的結節狀拳形，結節頂端有莖基團塊，外皮黃褐色，有香氣。莖常數個叢生，直立，上部分枝，節間中空，下部節明顯膨大成根狀，易生根。分佈於中國四川、貴州、雲南一帶，多為栽培。主產於中國四川(灌縣、崇慶)。雲南亦產，稱作"雲芎"。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

1. 栓皮層具 10 餘列細胞，易脫落，帶有棕色物質。
2. 皮層狹窄，韌皮部寬厚。
3. 有多數油室散在，圓形或橢圓形。
4. 形成層 2~3 列，呈波狀圓環。
5. 木質部導管稀疏，多成單行排列。
6. 導管間不規則散布石細胞群，石細胞類圓形，木化明顯。
7. 導管以階紋導管為主，偶見網紋導管。



圖 1 川芎藥材圖

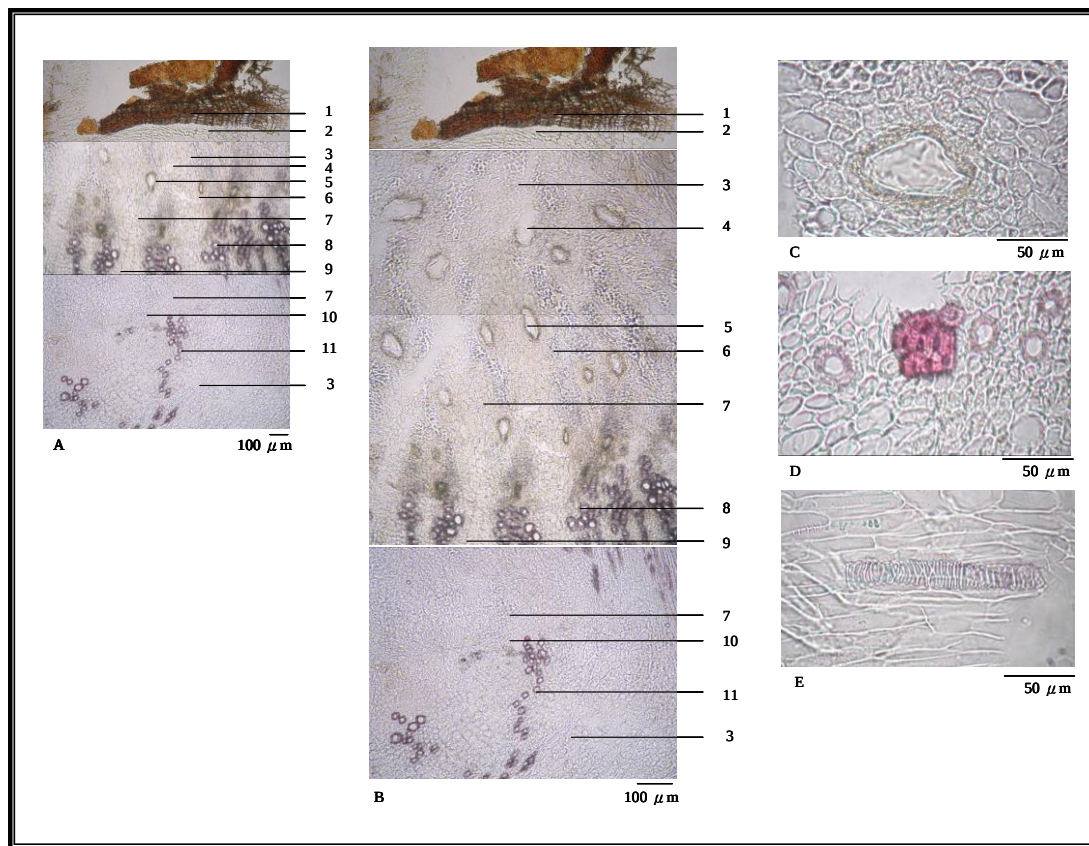


圖 2 川芎橫切面顯微特徵圖

A.橫切面圖 B.橫切面放大圖 C.分泌腔 D.石細胞及導管 E.網紋導管

1.栓皮層 2.栓皮形成層 3.柔細胞 4.裂隙 5.分泌腔 6.皮層 7.韌皮部 8.木質部
9.髓線 10.形成層 11.導管

參考文獻

1. 行政院衛生署中華藥典中藥集編修小組編輯 (2004)。中華中藥典第一版。台北市：行政院衛生署。94-95 頁。
2. 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。95 頁。
3. 張永勳、何玉玲總編輯 (2013)。台灣中藥典圖鑑。台北：衛生福利部。126 頁。
4. 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。29-30 頁。
5. 中華人民共和國香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部編製 (2005)。香港中藥材標準第二冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。224-232 頁。
6. 肖培根等編輯 (2001)。新編中藥志第一卷。北京：化學工業出版社。121-130 頁。
7. 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。551-556 頁。
8. 國家中醫藥管理局《中華本草》編委會編輯 (1999)。中華本草第五冊。上海：上海科學技術出版社。976-984 頁。
9. 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。84-85 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。38 頁。
11. 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。69 頁。
12. 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。38-39 頁。

川芎(CHUANXIONG RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店川芎藥材共 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 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(99.9%)購自於 Merck；醋酸購自於 Merck。

(二) 標準品

標準品阿魏酸(Ferulic acid)購自於 Acros，純度 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 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、75%甲醇、25%甲醇、乙醇、75%乙醇、25%乙醇各 25 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 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阿魏酸最大波峰面積為最佳川芎萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 1.0 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇 25 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，轉移至 25 mL 之定量瓶中，加入甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.22 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

準確稱取標準品阿魏酸 2.5 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含阿魏

酸 250 µg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 30 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 1.0 g，置 50 mL 錐形瓶中，準確加入甲醇 10 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，轉移至 25 mL 之定量瓶中，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，加入甲醇至刻度，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，用標準曲線計算溶液中阿魏酸的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取阿魏酸標準品儲備溶液適量(250 µg/mL)，以甲醇稀釋製成含阿魏酸分別為 100、50、30、15、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

以阿魏酸濃度為 30 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以阿魏酸的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性:取同一批市售川芎粉末，依川芎檢品溶液製備方法平行製備 5 份川芎檢品溶液，進樣測定，以阿魏酸的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性:取同一批市售川芎粉末，依川芎檢品溶液製備方法製備川芎檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以阿魏酸的波峰面積為指標，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

取已知阿魏酸含量的川芎藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 1 mL 的阿魏酸溶液(500 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：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II Column (250 x 4.6 mm, 5 µm)
2. 檢測波長：UV 320 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)	甲醇(%)	0.1%醋酸(v/v, %)
0	25	75
20	25	75

(十二) 臺灣市售川芎含量測定

取 10 批市售川芎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 公式計算樣品阿魏酸的百分含量。

(十三) 川芎檢品之 UPLC 層析條件

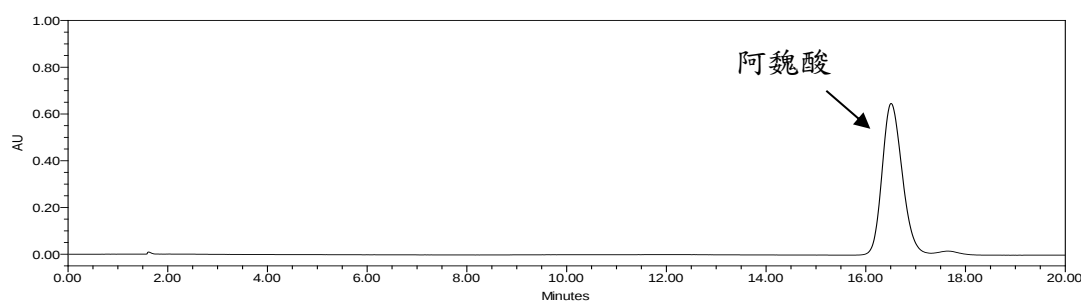
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 µm)
2. 檢測波長：UV 320 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 µL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.1%醋酸(v/v, %)
0	15	85
2	20	80
8	53	47
12	100	0

五、結果

(一) 標準品阿魏酸之 HPLC 層析

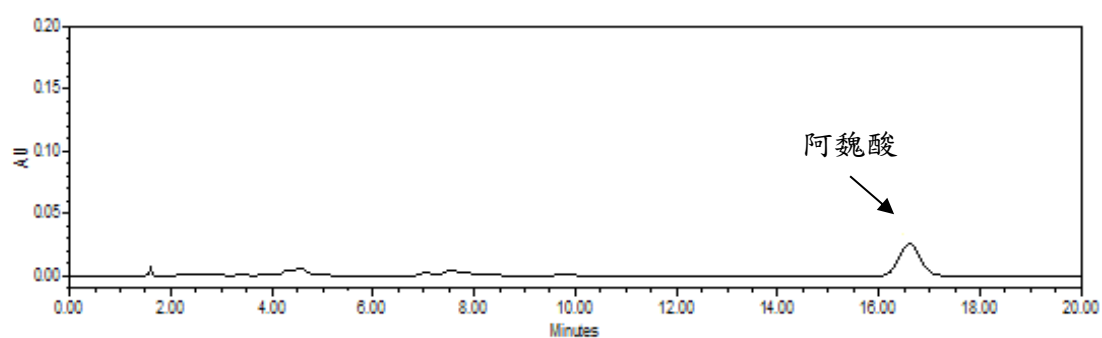
於滯留時間 16.5 分鐘處顯示阿魏酸標準品波峰(圖一)。



圖一、阿魏酸標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售川芎檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 16.6 分鐘處顯示川芎檢品中阿魏酸波峰(圖二)。分離率(R)為 8.09，托尾因子(T)為 1.08，均在系統適用性要求內。



圖二、市售川芎檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

以甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得阿魏酸的波峰面積最大，顯示甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	阿魏酸波峰面積	最佳萃取
甲醇	2052932	√
75% 甲醇	1548235	
50% 甲醇	1730229	
乙醇	1023880	
75% 乙醇	1731701	
50% 乙醇	1695780	

(四) 最佳萃取次數評估

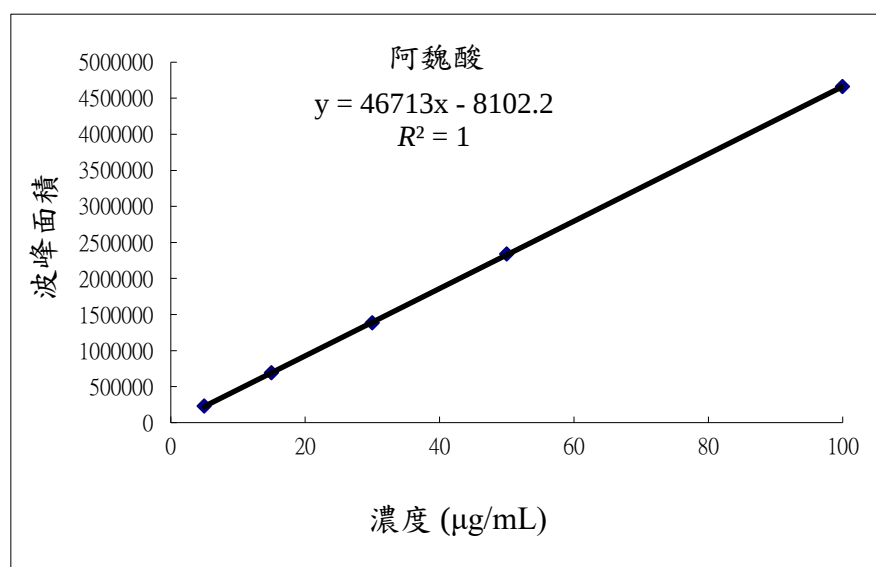
結果顯示萃取 2 次基本上已將阿魏酸萃取完全(萃取率大於 98%)。

表二、川芎檢品萃取次數評估

甲醇萃取次數	阿魏酸波峰面積(AU)
第 1 次	1506649
第 2 次	193453
第 3 次	35547
第 4 次	N.D.

(五) 標準品阿魏酸檢量線

經不同濃度阿魏酸(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 $y = 46713x - 8102.2$ ， $R^2 = 1$ ，顯示濃度在 5.0–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、阿魏酸之檢量線圖

表三、阿魏酸之檢量線方程式

對照標準品	濃度(μg/mL)	線性回歸方程式	R^2
阿魏酸	5.0–100	$y = 46713x - 8102.2$	1

(六) 精密度試驗

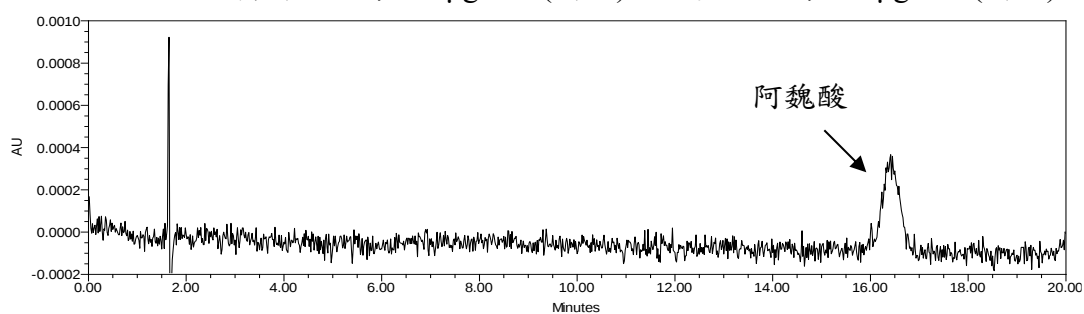
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，阿魏酸精密度之相對標準差為 1.92%，在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

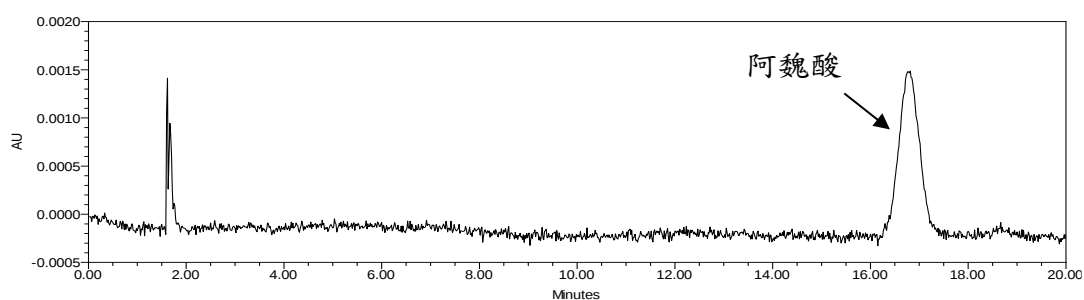
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，阿魏酸重複性之相對標準差為 1.77%，在系統適用性要求內。阿魏酸在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差為 1.84%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

阿魏酸偵測極限為 0.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、阿魏酸之偵測極限層析圖



圖五、阿魏酸之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	阿魏酸	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	30 $\mu\text{g/mL}$	1.92
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.1)	1.77
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.1)	1.84
偵測極限 (n=1)	0.5 $\mu\text{g/mL}$	-
定量極限 (n=1)	1.0 $\mu\text{g/mL}$	-

(九) 添加回收率試驗

阿魏酸平均添加回收率為 92.3%，相對標準偏差為 0.27%。

表五、阿魏酸添加回收率

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	0.50	0.4716	0.50	0.9308	91.83	92.26	0.27
2	0.50	0.4716	0.50	0.9330	92.29		
3	0.50	0.4716	0.50	0.9340	92.48		
4	0.50	0.4716	0.50	0.9336	92.39		
5	0.50	0.4716	0.50	0.9330	92.29		

(十) 臺灣市售川芎含量測定

10 批川芎藥材之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，阿魏酸的含量為 0.062–0.116%。建議川芎藥材指標成分阿魏酸的含量不得少於 0.07%。理論板數按阿魏酸波峰計算應不低於 8000 (實際值為 26000)。

表六、臺灣市售川芎檢品之阿魏酸含量

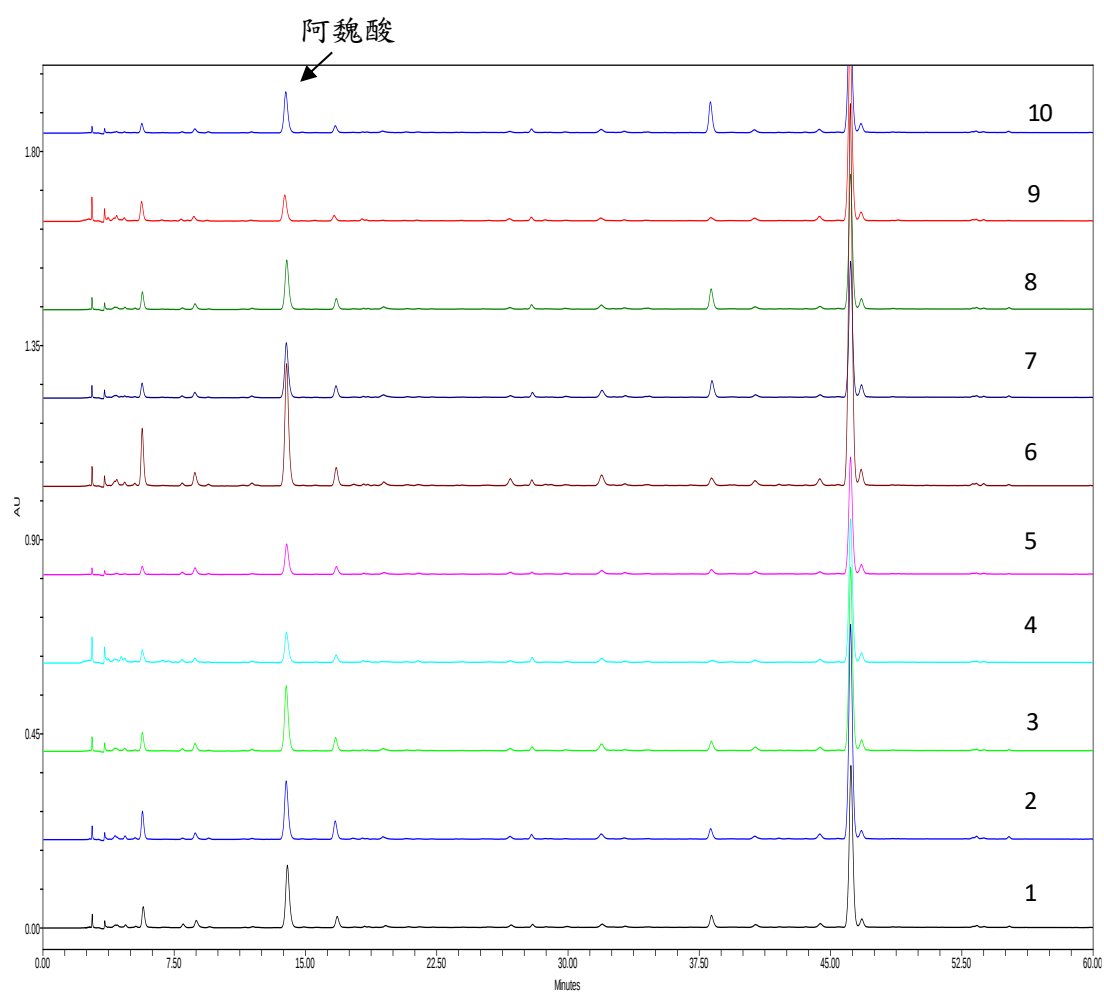
藥材編號(No.)	阿魏酸含量(%)	藥材編號(No.)	阿魏酸含量(%)
1 (NF)	0.081	6 (SC)	0.116
2 (NJ)	0.073	7 (SE)	0.071
3 (NN)	0.083	8 (SG)	0.072
4 (NR)	0.078	9 (SJ)	0.066
5 (CD)	0.062	10 (SR)	0.076

(十一) 川芎藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售川芎檢品溶液各 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 320 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：

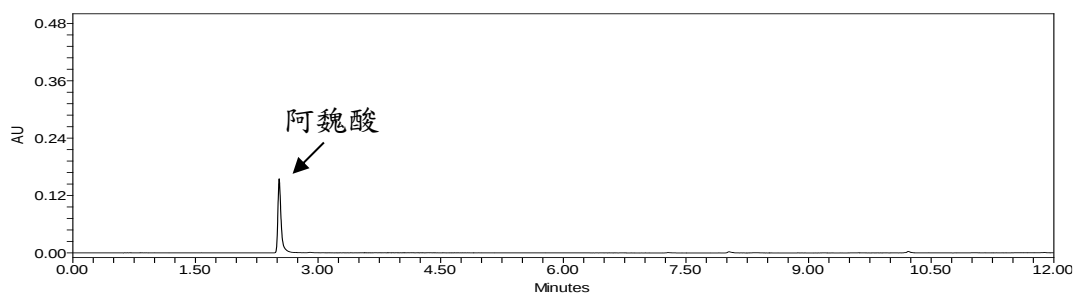
時間(min)	乙腈(%)	0.1%醋酸(v/v, %)
0	15	85
10	20	80
40	53	47
60	100	0



圖六、10 批川芎藥材之 HPLC 指紋圖譜

(十二) 標準品阿魏酸之 UPLC 層析

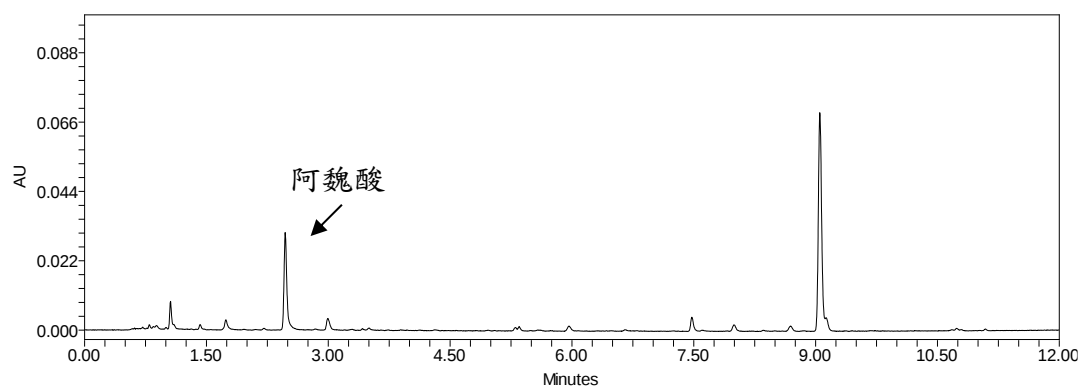
於滯留時間 2.52 分鐘處顯示阿魏酸標準品的波峰(圖七)



圖七、阿魏酸標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售川芎檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.47 分鐘顯示川芎檢品中阿魏酸的波峰(圖八)。

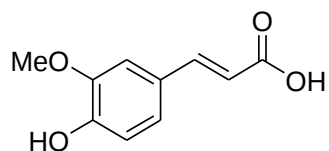


圖八、市售川芎檢品之 UPLC 層析圖

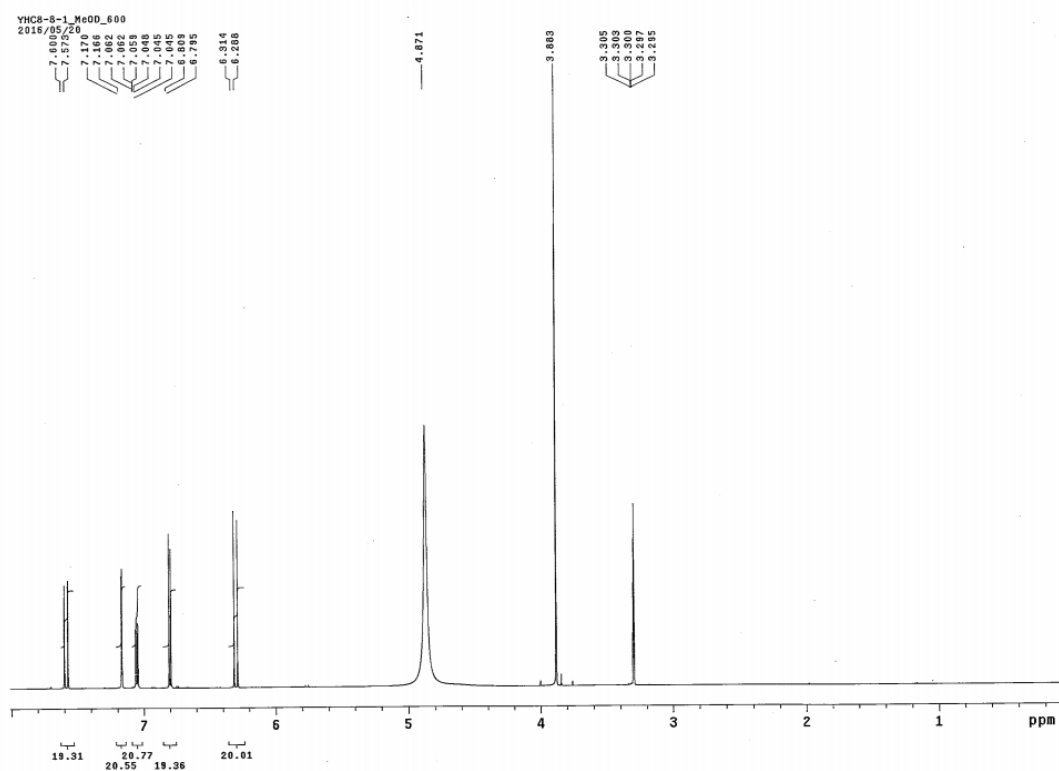
(十四) 阿魏酸的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{10}H_{10}O_4$ ；分子量：194.19；熔點：173–175 °C；白色固體。

(十五) 阿魏酸的結構

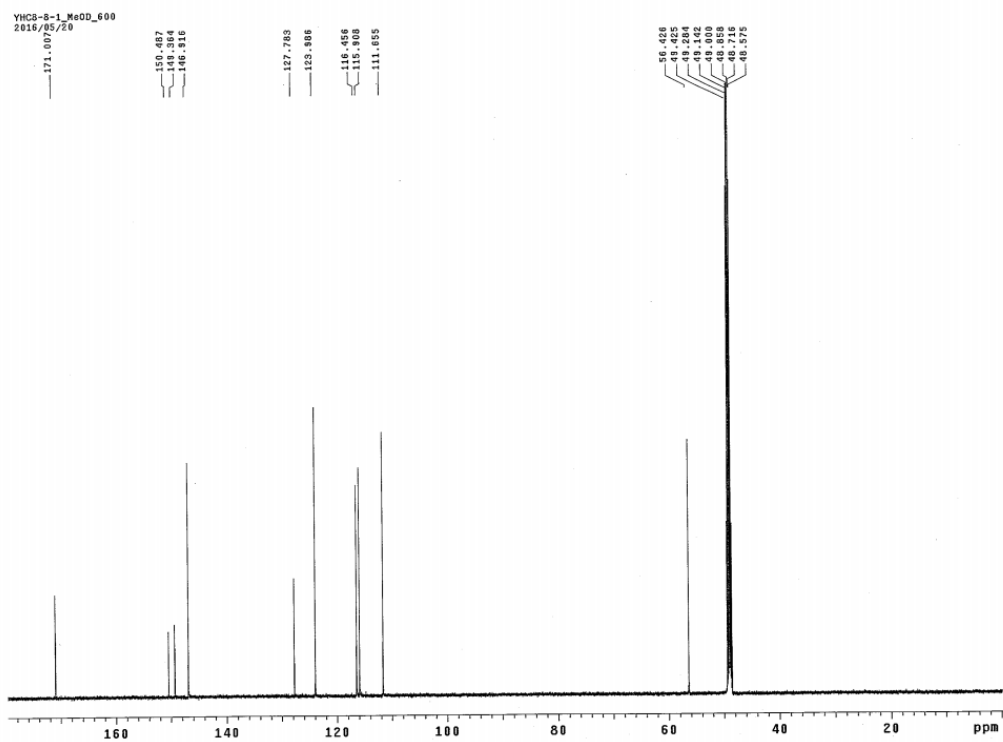


(十六) 阿魏酸的 ^1H NMR 圖譜



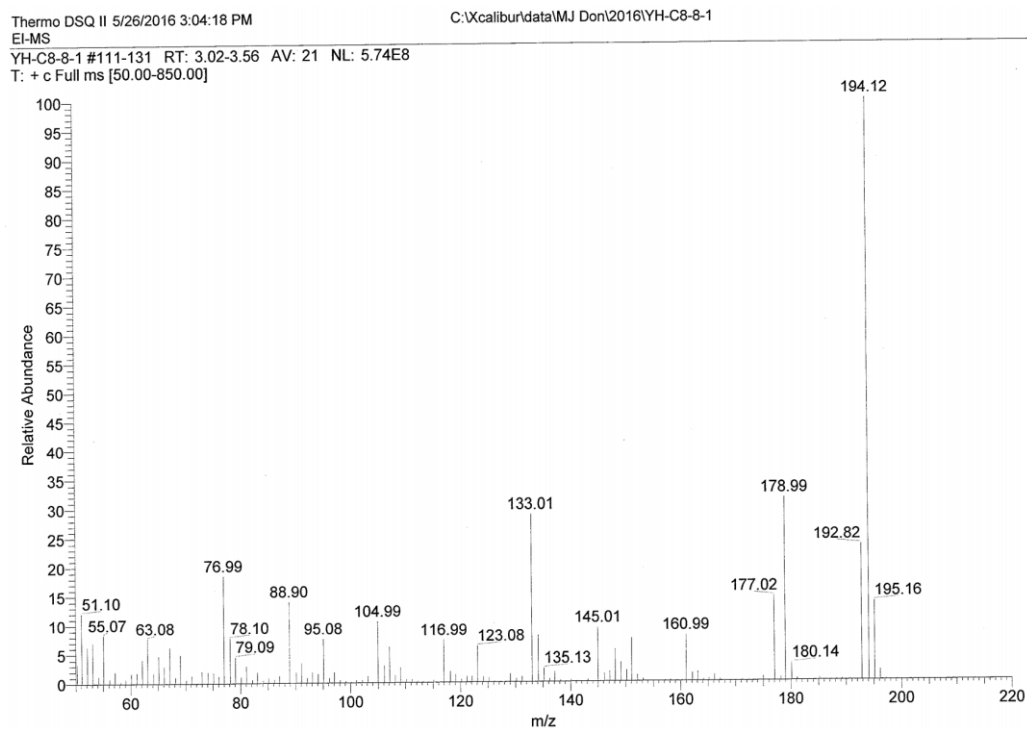
圖九、阿魏酸的 ^1H NMR 圖譜(CD_3OD)

(十七) 阿魏酸的 ^{13}C NMR 圖譜



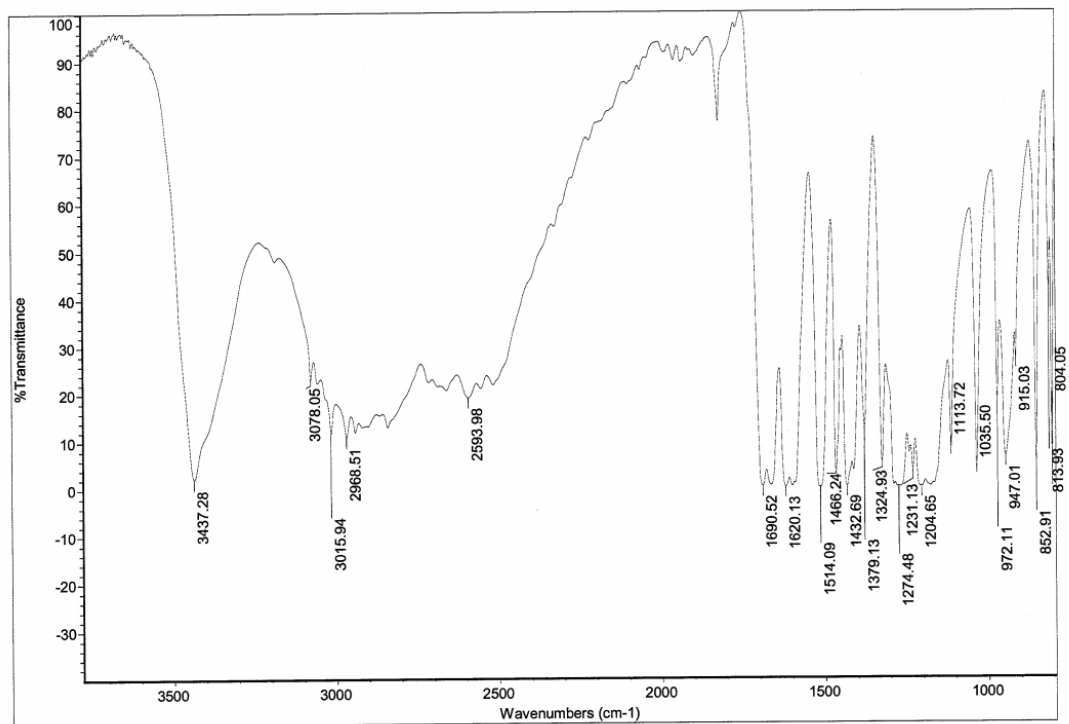
圖十、阿魏酸的 ^{13}C NMR 圖譜(CD_3OD)

(十八) 阿魏酸的 EI-MS 圖譜



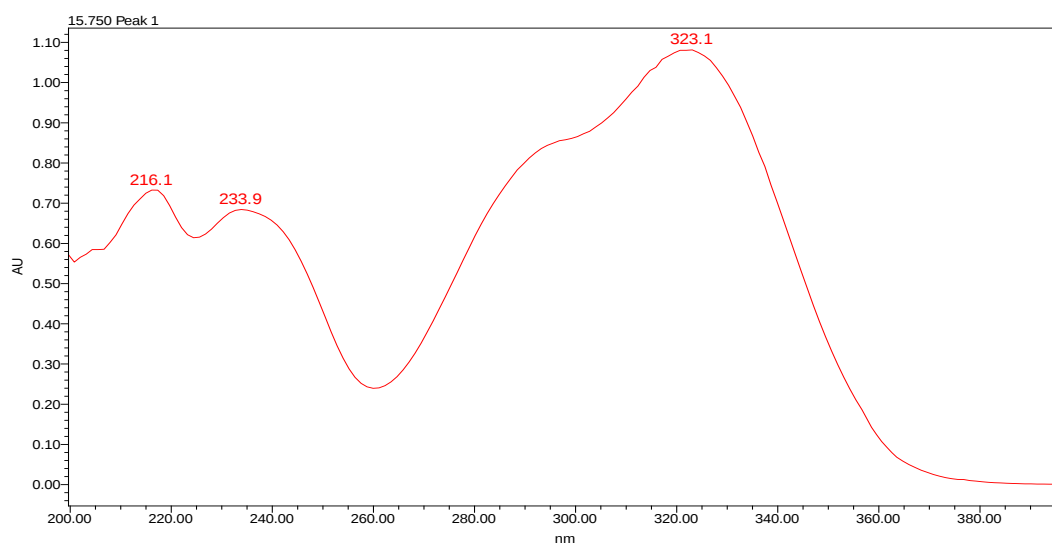
圖十一、阿魏酸的 EI-MS 圖譜

(十九) 阿魏酸的 FTIR 圖譜



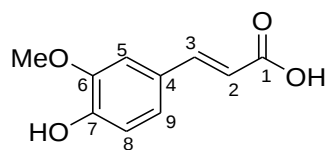
圖十二、阿魏酸的 FTIR 圖譜

(二十) 阿魏酸的 UV 圖譜



圖十三、阿魏酸的 UV 圖譜

(二十一) 阿魏酸的氫、碳化學位移



阿魏酸

表七、阿魏酸的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
1	-	171.0
2	6.30 (d, 15.6)	115.9
3	7.59 (d, 15.6)	146.9
4	-	127.8
5	7.17 (d, 1.8)	111.7
6	-	149.4
7	-	150.5
8	6.80 (d, 8.4)	116.5
9	7.05 (dd, 8.4, 1.8)	124.0
OMe	3.88 (s)	56.4

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

川芎飲片(CHUANXIONG RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥廠與中藥店川芎飲片共 13 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 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(99.9%)購自於 Merck；醋酸購自於 Merck。

(二) 標準品

標準品阿魏酸(Ferulic acid)購自於 Acros，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

川芎飲片最佳萃取溶媒同川芎藥材。

(二) 最佳萃取次數評估

川芎飲片最佳萃取次數同川芎藥材。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品阿魏酸 2.5 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含阿魏酸 250 μg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 30 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 1.0 g，置 50 mL 錐形瓶中，準確加入甲醇 10 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，殘渣部分重複提取 1 次，合併濾液，轉移至 25 mL 之定量瓶中，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，用標準曲線計算溶液中阿魏酸的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取阿魏酸標準品儲備溶液適量(250 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋製成含阿魏酸分別為 100、50、30、15、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

以阿魏酸濃度為 30 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以阿魏酸的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售川芎飲片粉末，依川芎飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份川芎飲片檢品溶液，進樣測定，以阿魏酸的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售川芎飲片粉末，依川芎飲片檢品溶液製備方法製備川芎飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以阿魏酸的波峰面積為指標，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

取已知阿魏酸含量的川芎飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.5 g，分別加入 1 mL 的阿魏酸溶液(500 $\mu\text{g/mL}$)，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 320 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)	甲醇(%)	0.1%醋酸(v/v, %)
0	25	75
20	25	75

(十二) 臺灣市售川芎飲片含量測定

取 10 批市售川芎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 公式計算樣品阿魏酸的百分含量。

(十三) 川芎飲片檢品之 UPLC 層析條件

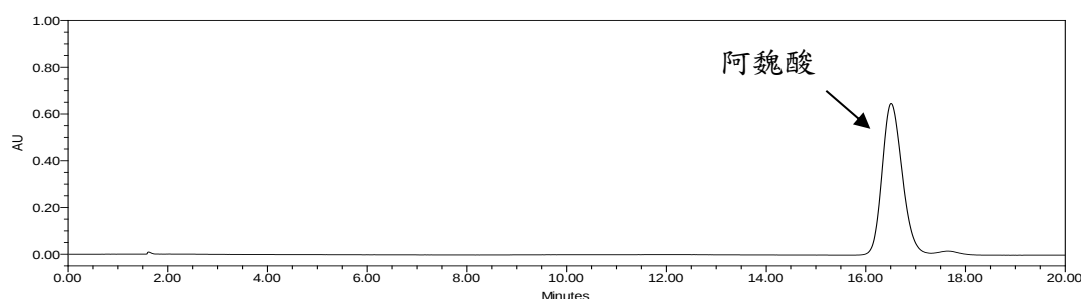
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 320 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：35 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.1%磷酸(v/v, %)
0	15	85
2	20	80
8	53	47
12	100	0

五、結果

(一) 標準品阿魏酸之 HPLC 層析

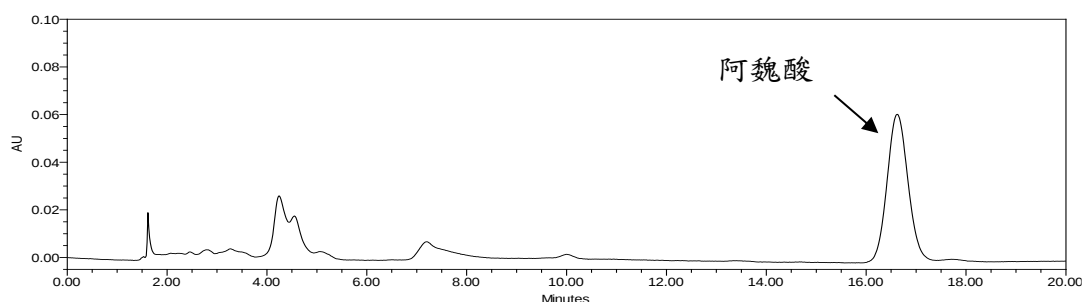
於滯留時間 16.5 分鐘處顯示阿魏酸標準品的波峰(圖一)。



圖一、阿魏酸標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售川芎飲片檢品之 HPLC 層析

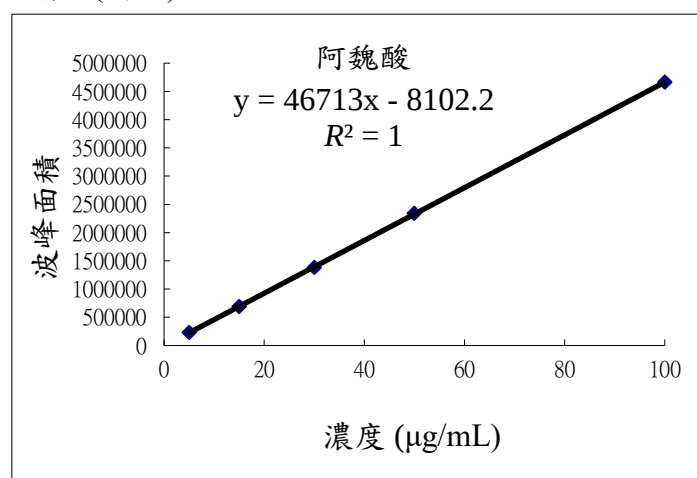
於滯留時間 17.0 分鐘處顯示川芎飲片檢品中阿魏酸的波峰(圖二)。分離率(R)為 8.28，托尾因子(T)為 1.10，均在系統適用性要求內。



圖二、市售川芎飲片檢品之 HPLC 層析圖

(三) 標準品阿魏酸檢量線

經不同濃度阿魏酸(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 $y = 46713x - 8102.2$ ， $R^2 = 1$ ，顯示濃度在 5.0–100 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、阿魏酸之檢量線圖

表一、阿魏酸之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
阿魏酸	5.0–100	$y = 46713x - 8102.2$	1

(四) 精密度試驗

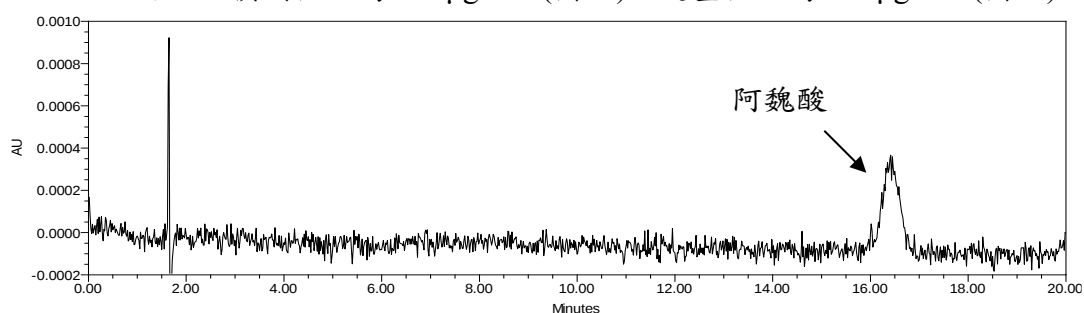
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，阿魏酸精密度之相對標準差為 1.92%，在系統適用性要求內。

(五) 重複性與穩定性試驗

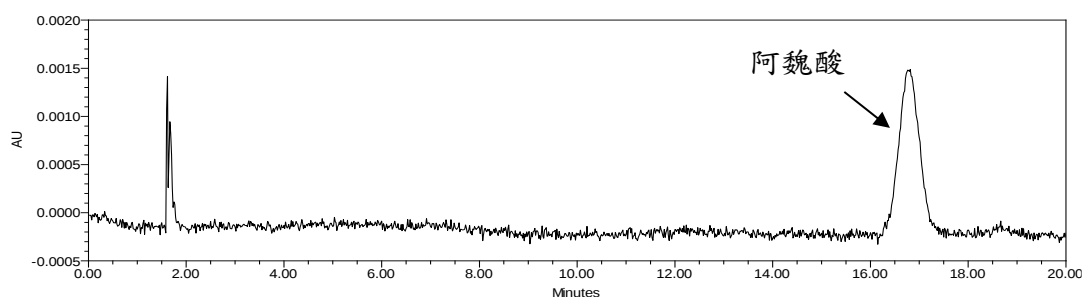
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，阿魏酸重複性之相對標準差為 2.05%，在系統適用性要求內。阿魏酸在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差為 1.76%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

阿魏酸偵測極限為 0.5 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、阿魏酸之偵測極限層析圖



圖五、阿魏酸之定量極限層析圖

表二、各項檢驗分析

檢測項目	阿魏酸	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	30 µg/mL	1.92
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.1)	2.05
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.1)	1.76
偵測極限 (n=1)	0.5 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	1.0 µg/mL	-

(七) 添加回收率試驗

阿魏酸平均添加回收率為 98.2%，相對標準偏差為 0.69%。

表三、阿魏酸添加回收率

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	0.50	0.5060	0.50	1.038	99.01	98.17	0.69
2	0.50	0.5060	0.50	1.038	98.49		
3	0.50	0.5060	0.50	1.036	98.30		
4	0.50	0.5060	0.50	1.036	97.85		
5	0.50	0.5060	0.50	1.037	97.22		

(八) 臺灣市售川芎飲片含量測定

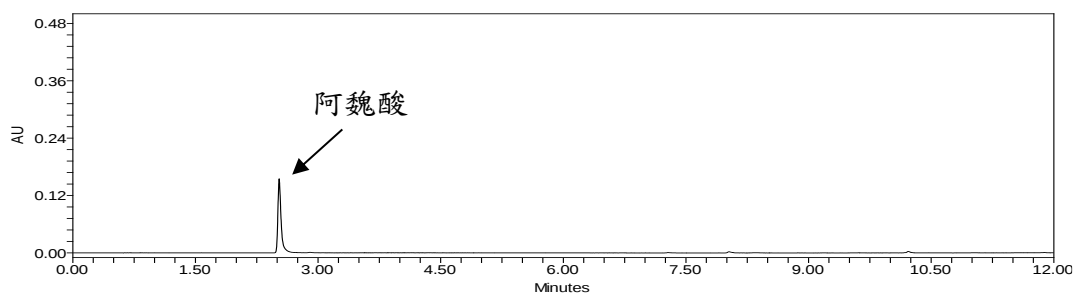
13 批川芎飲片之含量測定結果(乾燥品)如表四所示，阿魏酸的含量為 0.067–0.127%。建議川芎飲片指標成分阿魏酸的含量不得少於 0.07%。理論板數按阿魏酸波峰計算應不低於 8000 (實際值為 26000)。

表四、臺灣市售川芎飲片檢品之阿魏酸含量

藥材編號(No.)	阿魏酸含量(%)	藥材編號(No.)	阿魏酸含量(%)
1 (NB)	0.119	8 (SO)	0.125
2 (NC)	0.127	9 (SU-1)	0.124
3 (ND)	0.068	10 (SU-2)	0.114
4 (NY)	0.103	11 (NSTP)	0.051
5 (CA)	0.071	12 (NKOD)	0.108
6 (SA-1)	0.087	13 (SCSZ)	0.076
7 (SA-2)	0.067		

(九) 標準品阿魏酸之 UPLC 層析

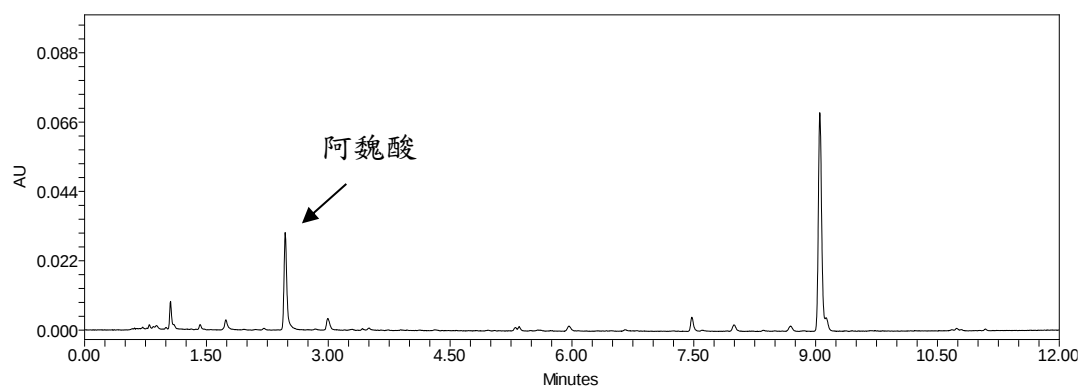
於滯留時間 2.51 分鐘處顯示阿魏酸標準品的波峰(圖六)



圖六、阿魏酸標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售川芎飲片檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.43 分鐘處顯示川芎飲片檢品中阿魏酸的波峰(圖七)。



圖七、市售川芎飲片檢品之 UPLC 層析圖

川芎

生藥名：CHUANXIONG RHIZOMA

英文名：Chuanxiong Rhizome

基 原：本品為繖形科 Umbelliferae 植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort.之乾燥根莖。

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，加熱迴流 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】(香港中藥材標準第二冊)
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，濾液濃縮至乾，殘渣加甲醇 2 mL 使之溶解，作為檢品溶液。
【萃取方法 3】(自行開發) ✓
——取本品粉末 1.0 g，加甲醇 10 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
- (二) 對照標準品 取阿魏酸(Ferulic acid)對照標準品，加甲醇製成每 1 mL 含 0.2 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】(臺灣中藥典第二版 2013)**
——乙酸乙酯：甲醇：水 (8：2：1)
【展開劑 2】(香港中藥材標準第二冊)
——二氯甲烷：乙醚 (2：1)
【展開劑 3】(自行開發) ✓
——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (6：3：1)
- (五) 展 開 槽 10 cm × 10 cm、20 cm × 10 cm
- (六) 展 開 展開槽預先平衡 15 分鐘，上行展開，展開距離 8 cm。
- (七) 顯色&檢視 以 10%硫酸乙醇試液(H₂SO₄/EtOH TS)噴霧後，105 °C 加熱至條帶顯色清晰，於可見光下檢視。

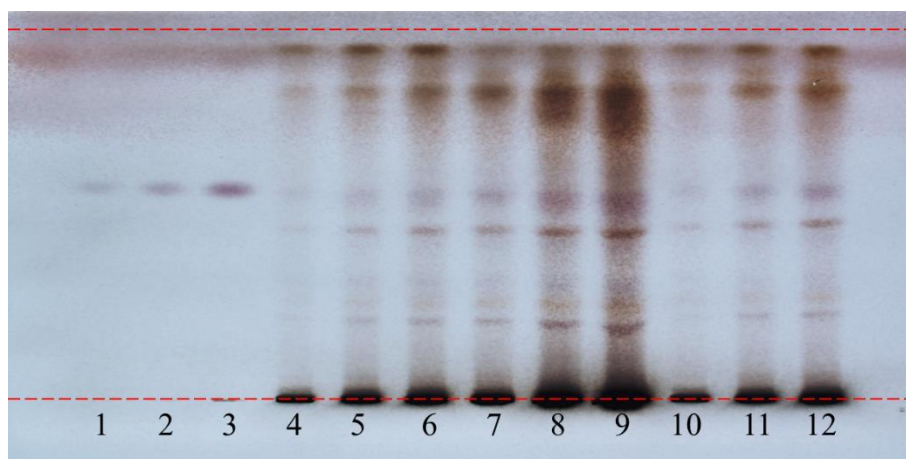
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：107/05/30

相對溼度(RH)：57%

溫度(RT)：27 °C

【展開劑3】 (自行開發)——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (6：3：1)



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	阿魏酸(0.2 mg/mL)	1, 2, 5 μ L
4, 5, 6	檢品溶液 4【萃取方法 1】	2, 5, 8 μ L
7, 8, 9	檢品溶液 4【萃取方法 2】	2, 5, 8 μ L
10, 11, 12	檢品溶液 4【萃取方法 3】	2, 5, 8 μ L

建議萃法：3 種萃法之檢品溶液中皆有分離與檢出標準品阿魏酸，而由於製備方法較簡便快速，故選擇【萃取方法 3】。

建議點注量：阿魏酸標準品溶液 2 μ L，檢品溶液【萃取方法 3】5 μ L。

三、溶媒系統選擇

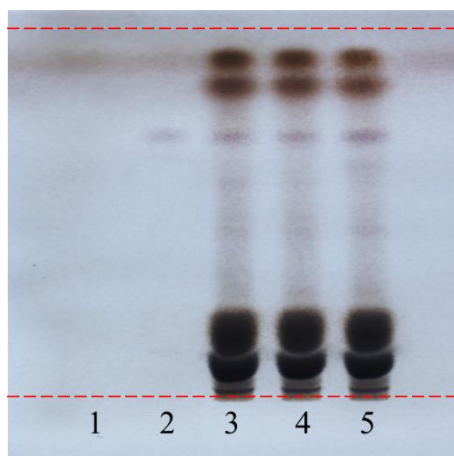
實驗日期：107/05/31

相對溼度(RH)：57%

溫度(RT)：25 °C

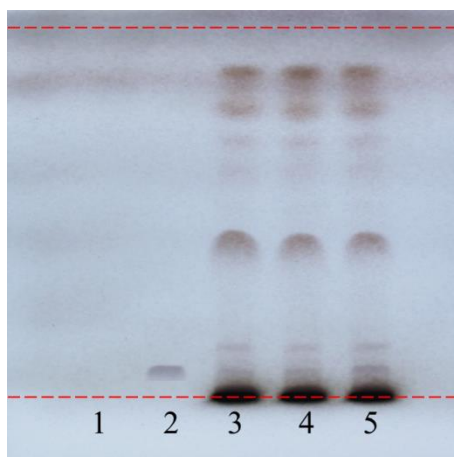
【展開劑 1】 (臺灣中藥典第二版 2013)——乙酸乙酯：甲醇：水 (8：2：1)

【萃取方法 3】 (自行開發)——HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後可見光檢出(阿魏酸 R_f 值為 0.71)



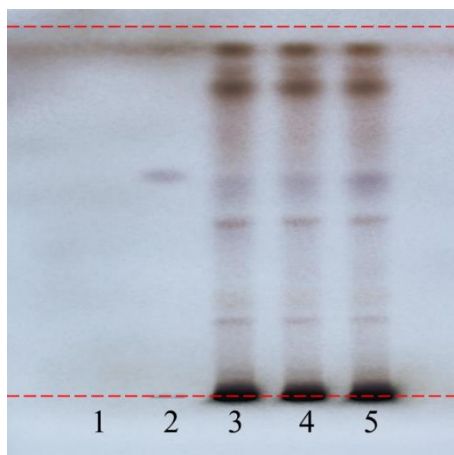
【展開劑 2】 (香港中藥材標準第二冊)——二氯甲烷：乙醚 (2：1)

【萃取方法 3】 (自行開發)——HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後可見光檢出(阿魏酸 R_f 值為 0.07； R_f 值< 0.2)



【展開劑 3】 (自行開發)——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (6：3：1)

【萃取方法 3】 (自行開發)——HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後可見光檢出(阿魏酸 R_f 值為 0.59)



1：Blank

2：阿魏酸

3，4：檢品溶液

5：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 3】方式，3 種展開劑展開皆可從檢品溶液中分離與檢出阿魏酸，而由於指標成分 R_f 值較趨近於中間值，故採用自行開發之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

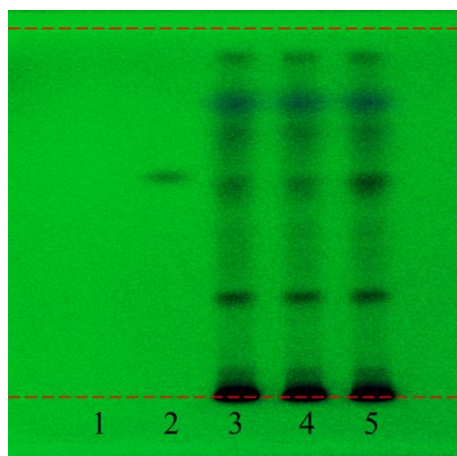
實驗日期：107/05/31

相對溼度(RH)：57%

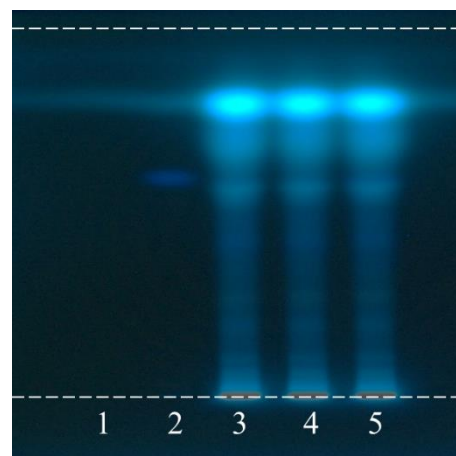
溫度(RT)：25 °C

【展開劑 3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (6：3：1)

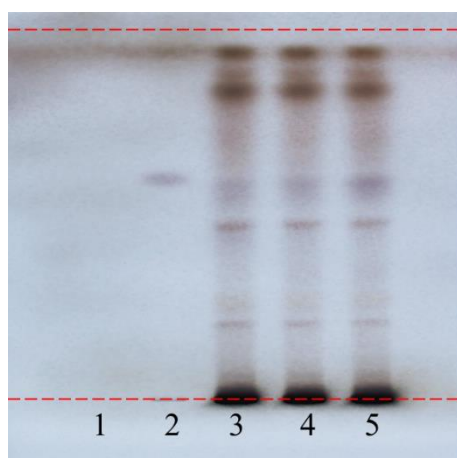
【萃取方法 3】(自行開發)－HPTLC 紫外光(254 nm)檢出



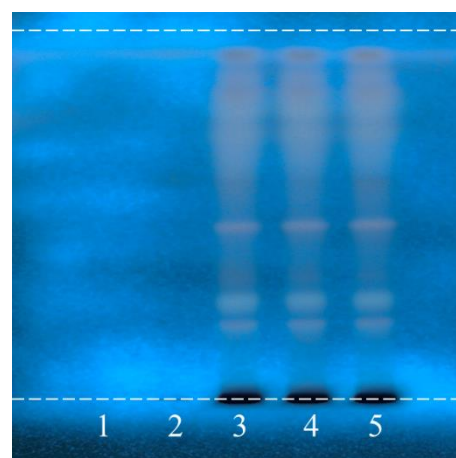
【萃取方法 3】(自行開發)－HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



【萃取方法 3】(自行開發)－HPTLC 顯色/可見光檢出✓



【萃取方法 3】(自行開發)－HPTLC 顯色/紫外光(365 nm)檢出



1：Blank

2：阿魏酸

3，4：檢品溶液 4

5：Spike

建議觀察方式：經 10%硫酸乙醇顯色後，於可見光檢視較其他觀察方式有明顯之阿魏酸標準品斑點。

五、十批川芎藥材樣品檢測

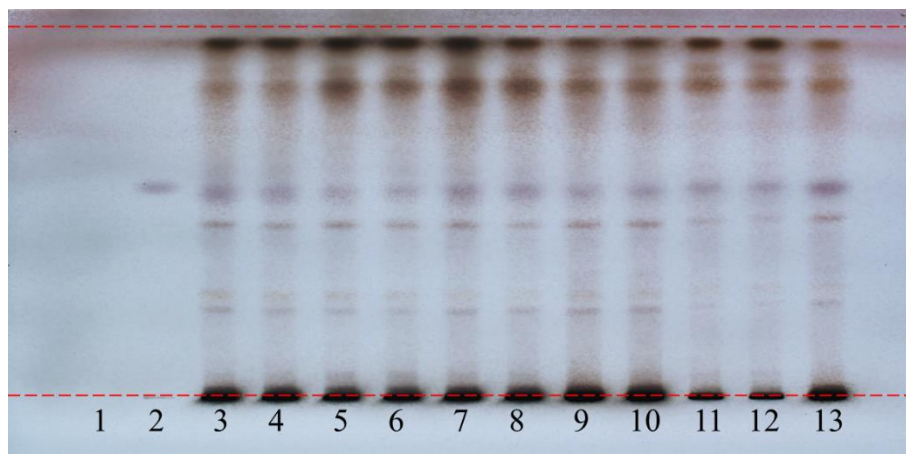
實驗日期：107/05/31

相對溼度(RH)：57%

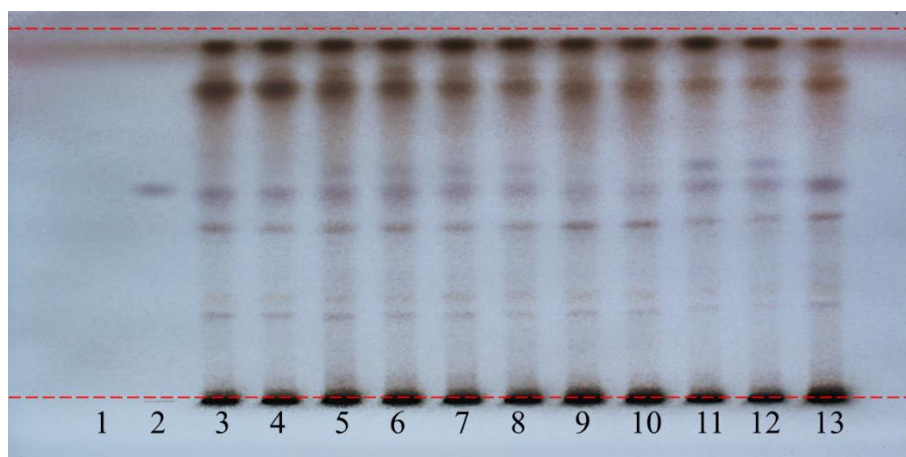
溫度(RT)：25 °C

【展開劑3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (6：3：1)

【萃取方法3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後可見光檢出



1	Blank
2	阿魏酸(0.2 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NF)
5 , 6	檢品溶液 2 (NJ)
7 , 8	檢品溶液 3 (NN)
9 , 10	檢品溶液 4 (NR)
11 , 12	檢品溶液 5 (CD)
13	Spike (檢品溶液 4)



1	Blank
2	阿魏酸(0.2 mg/mL)
3, 4	檢品溶液 6 (SC)
5, 6	檢品溶液 7 (SE)
7, 8	檢品溶液 8 (SG)
9, 10	檢品溶液 9 (SJ)
11, 12	檢品溶液 10 (SR)
13	Spike (檢品溶液 4)

結論與建議：以自行開發之【萃取方法 3】方式，並以自行開發之【展開劑 3】分離與檢出阿魏酸較佳，以 10%硫酸乙醇顯色後，於可見光下檢視較佳。

川芎(飲片)

六、十批川芎飲片樣品檢測

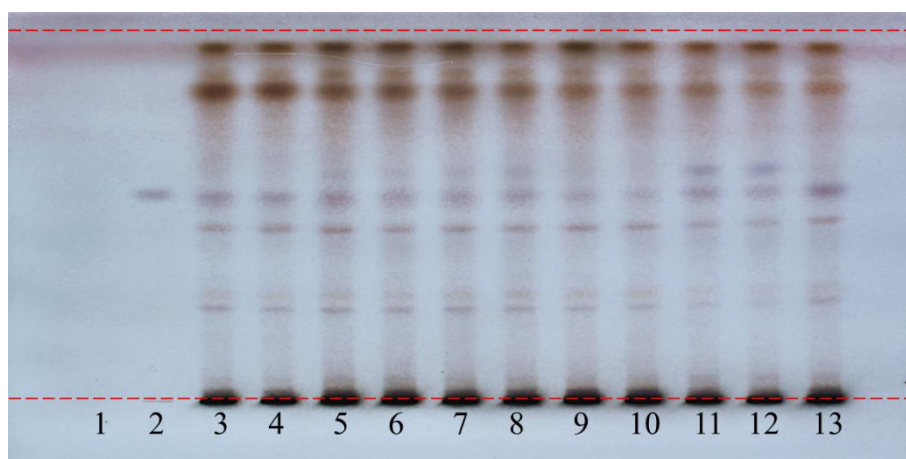
實驗日期：107/06/01

相對溼度(RH)：63%

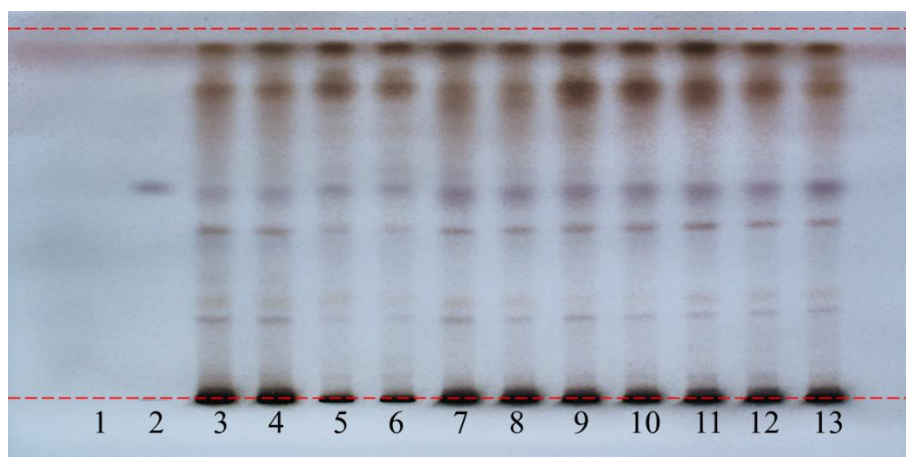
溫度(RT)：26 °C

【展開劑3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯：甲酸 (6：3：1)

【萃取方法3】(自行開發)——HPTLC 10%硫酸乙醇顯色後可見光檢出



1	Blank
2	阿魏酸(0.2 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NB)
5 , 6	檢品溶液 2 (NC)
7 , 8	檢品溶液 3 (ND)
9 , 10	檢品溶液 4 (NY)
11 , 12	檢品溶液 5 (CA)
13	Spike (檢品溶液 4)



1	Blank
2	阿魏酸(0.2 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 6 (SA-1)
5 , 6	檢品溶液 7 (SA-2)
7 , 8	檢品溶液 8 (SO)
9 , 10	檢品溶液 9 (SU-1)
11 , 12	檢品溶液 10 (SU-2)
13	Spike (檢品溶液 4)

結論與建議：飲片鑑別同藥材。