

薑黃

(CURCUMAE LONGAE RHIZOMA)

薑黃 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

薑黃 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

薑黃 飲片 HPLC

一、材料.....	39
二、儀器及層析管柱.....	39
三、實驗藥品及試劑來源.....	39
四、方法.....	39
五、結果.....	43

薑黃 TLC

一、方法.....	55
二、萃法選擇及濃度測試.....	56
三、溶媒系統選擇.....	57
四、觀察方式選擇.....	60
五、十批薑黃樣品檢測.....	62
六、十批薑黃飲片樣品檢測.....	64

薑黃

(CURCUMAE LONGAE 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黃的乾燥根莖。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：薑黃

生藥名：CURCUMAE LONGAE RHIZOMA

英文名：Turmeric Rhizome

基原：本品為薑科 Zingiberaceae 植物薑黃 *Curcuma longa* L. 之乾燥根莖。

採收加工：於冬至前後採挖，除去莖葉、泥砂及塊根，煮或蒸至透心，曬乾。

藥材性狀：本品卵圓柱形或紡錘形，有時有分枝，長 2~5 cm，直徑 0.7~3.0 cm，表面黃棕色，粗糙，具縱皺紋、明顯葉痕之環節及鬚根痕。質堅實，不易折斷。氣芳香，味苦、辛。

飲片性狀：本品飲片呈不規則或類圓形厚片，外皮黃棕色，斷面棕黃色至金黃色，角質樣，有蠟樣光澤，內皮層環紋明顯，其中維管束呈點狀散在。氣芳香，味苦、辛。

生長分佈：多年生草本，鬚根粗壯，末端膨大呈紡錘狀塊根。適合溫暖濕潤氣候，喜日照、怕積水、忌連作，宜在排水良好、避風向陽的地方栽培。主產於臺灣、四川、雲南、福建、廣東等地。花期 7~8 月，果期 8~10 月。

三、藥材組織顯微鑑別 (圖 2)

1. 表皮細胞一行，扁平，多破裂。
2. 表皮下有時可見 8~9 列皮層細胞，木栓層生於皮層中，木栓細胞為 2~8 層類長方形或類長多角形細胞，排列整齊，常破裂或呈剝離狀。
3. 皮層薄壁細胞呈類長橢圓形、不規則形，內含糊化澱粉團塊，另可見細胞間隙。
4. 葉跡維管束散生皮層中。
5. 內皮層細胞呈不規則形或有皺縮樣，明顯成環。
6. 中柱內有維管束散生，韌皮部不明顯。
7. 薄壁細胞中可見細小草酸鈣方晶。

四、藥材粉末顯微鑑別 (圖 3)

1. 本品粉末黃色至亮黃色。
2. 可見糊化澱粉團塊，呈淡黃色。
3. 導管多為網紋導管，亦可見螺紋及階紋導管。
4. 木栓細胞呈黃棕色。
5. 可見細小草酸鈣方晶，偏光顯微鏡下呈亮黃色至多彩色。
6. 可見澱粉粒，層紋明顯，偏光顯微鏡下呈黑十字。
7. 具單細胞非腺毛，黃色至深黃色，偏光顯微鏡下呈亮黃色。



圖 1A 薑黃藥材圖



圖 1B 薑黃飲片藥材圖

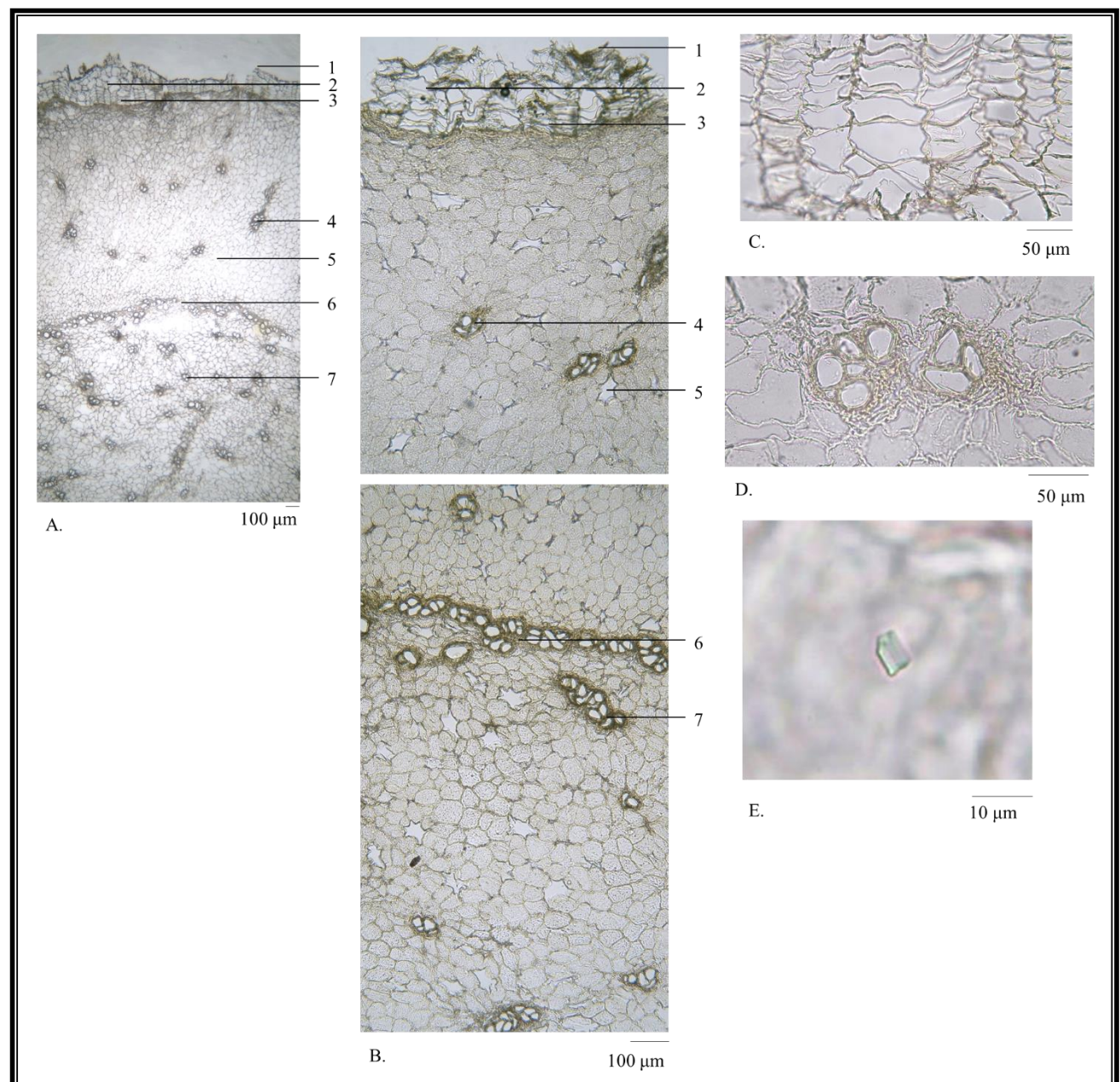


圖 2 薑黃橫切面顯微特徵圖

A.橫切面 B.橫切面放大圖 C.木栓層 D.維管束 E.草酸鈣方晶

1.表皮 2.皮層 3.木栓層 4.葉跡維管束 5.裂隙 6.內皮層 7.維管束

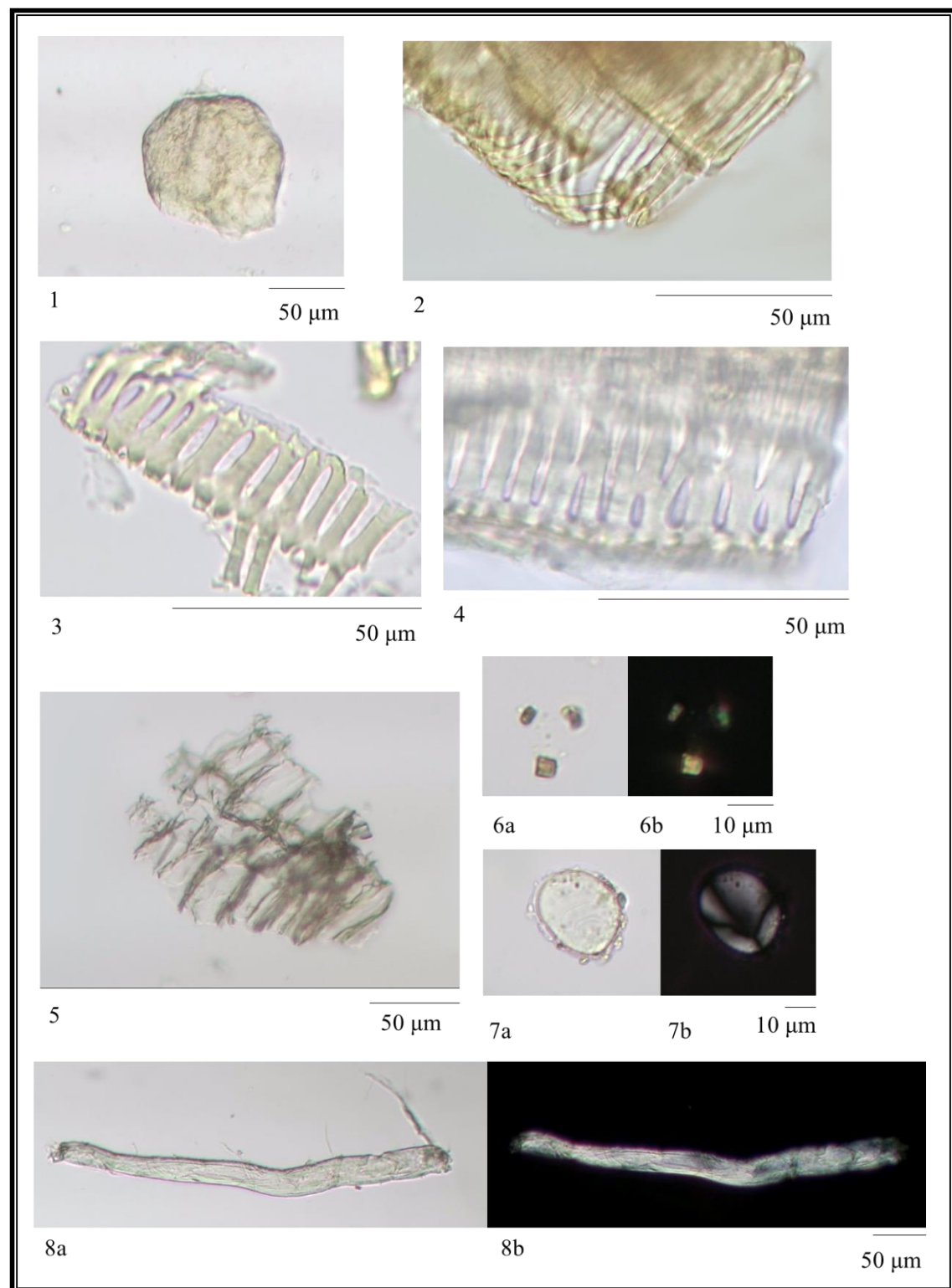


圖 3 薑黃粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 糊化澱粉塊 2. 螺紋導管 3. 階紋導管 4. 網紋導管 5. 木栓細胞 6. 草酸鈣方晶 7. 澱粉粒 8. 單細胞非腺毛

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。427~428 頁。
2. 張賢哲、蔡貴花編著(2010)。中藥炮製學。台中：中國醫藥大學。326~327 頁。
3. 戴新民(1987)。現代本草中國藥材學上冊。啟業書局。490~493 頁。
4. 張憲昌、溫彩玉、林哲輝(2006)。市售莪朮、薑黃、鬱金類藥材隻鑑別。藥物食品檢驗局調查研究年報 24:151-156 2006。
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。740~743 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。481 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。264 頁。
8. 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。158~159 頁。
9. 李家實主編(1993)。中藥鑑定學。貴州科技出版社。127 頁。
10. 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 98~100 頁。
11. 蘇中武、喬傳卓主編(1989)。生藥學。上海醫科大學出版社。204~205 頁。
12. 郭生楨主編 (1987)。藥用植物栽培技術。319~323 頁。
13. 徐乃良、岑麗華編著(1991)。名貴中草藥栽培技術。廣西民族出版社。84~88 頁。

薑黃(CURCUMAE LONGAE RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店薑黃藥材共 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 Agilent ZORBAX SB-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、Sample Manager、PDA Detector；層析管柱 Waters ACQUITY UPLC BEH C18 Column (100 × 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，甲醇(99.9%)購自於 Mallinckrodt Baker Inc.；乙腈(99.9%)和乙醇(95%)皆購自於景明化工。

(二) 標準品

標準品去二甲氧基薑黃素(Bidemethoxycurcumin)、去甲氧基薑黃素(Demethoxycurcumin)與薑黃素(Curcumin)購自於普思生物科技公司，純度皆 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取方法評估

取本品粉末準確稱取 0.2 g，置 25 mL 圓底燒瓶中，準確加入甲醇 10 mL，稱定重量，加熱迴流 30 分鐘，放冷後再稱定重量，以甲醇補足減失的重量，搖勻、離心，精確量取上清液 1 mL，置 10 mL 定量瓶中，加甲醇稀釋至刻度，搖勻再過濾(syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。

取本品粉末準確稱取 0.2 g，置 15 mL 離心管，準確加入甲醇 10 mL，稱定重量，進行超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，再稱定重量，以甲醇補足重量，搖勻、離心，精確量取上清液 1 mL，置 10 mL 定量瓶中，加甲醇稀釋至刻度，搖勻再過濾(syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。

上述二檢品溶液分別以每針 10 μL 注入 HPLC，以所測得之標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素最大波峰面積為最佳薑黃萃取方法。

(二) 最佳萃取溶媒評估

取本品粉末 4 份，每份準確稱定 0.2 g，置 15 mL 離心管中，準確加入甲醇、75% 甲醇、乙醇、75% 乙醇各 10 mL，稱定重量，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，再稱定重量，以甲醇補足重量，搖勻、離心，精確量取上清液 1 mL，置 10 mL 定量瓶中，搖勻再過濾(syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。每針 10 μ L 注入 HPLC，以所測得之標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素最大波峰面積為最佳薑黃萃取溶媒。

(三) 最佳萃取次數評估

取本品粉末準確稱定 0.1 g，置 50 mL 離心管中，準確加入 75% 甲醇 20 mL，稱定重量，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz) 30 分鐘，再稱定重量，以 75% 甲醇補足重量，搖勻、離心，精確量取上清液，過濾(syringe filter, PTFE 0.45 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，並選出最佳萃取次數。

(四) 對照標準品溶液

1. 準確稱取標準品去二甲氧基薑黃素 2.0 mg 加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含有去二甲氧基薑黃素 200 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 10 μ g/mL 製成去二甲氧基薑黃素對照標準品溶液。
2. 準確稱取標準品去甲氧基薑黃素 2.0 mg 加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含有去二甲氧基薑黃素 200 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 10 μ g/mL 製成去甲氧基薑黃素對照標準品溶液。
3. 準確稱取標準品薑黃素 5.0 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含有薑黃素 500 μ g 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 μ g/mL 製成薑黃素對照標準品溶液。

(五) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.1 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，取上清液，殘渣部分重複提取 1 次，合併上清液，置入 50 mL 之定量瓶中，加 75% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(syringe filter, PTFE 0.45 μ m)，即得。

(六) 測定法

分別準確吸取對照標準品溶液、檢品溶液 10 μ L，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的含量，即得。

(七) 檢量線

1. 準確吸取去二甲氧基薑黃素標準品儲備溶液(200 µg/mL)適量，以甲醇稀釋製成含去二甲氧基薑黃素分別為 25、20、15、10、5、2 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. 準確吸取去甲氧基薑黃素標準品儲備溶液(200 µg/mL)適量，以甲醇稀釋製成含去甲氧基薑黃素分別為 25、20、15、10、5、2 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. 準確吸取薑黃素標準品儲備溶液(500 µg/mL)適量，以甲醇稀釋製成含薑黃素分別為 50、40、30、20、10、4 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 。

(八) 精密度試驗

1. 以去二甲氧基薑黃素濃度為 10 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以去二甲氧基薑黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。
2. 以去甲氧基薑黃素濃度為 10 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以去甲氧基薑黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。
3. 以薑黃素濃度為 20 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以薑黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(九) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售薑黃粉末，依薑黃檢品溶液製備方法平行製備五份薑黃檢品溶液，進樣測定，以去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售薑黃粉末，依薑黃檢品溶液製備方法製備薑黃檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(十) 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 $\geq 3:1$ 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 $\geq 10:1$ 時之濃度，作為定量極限估計值。

(十一) 添加回收率試驗

1. 取已知去二甲氧基薑黃素含量的薑黃藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.05 g，分別加入 2.0 mL 的去二甲氧基薑黃素溶液(0.2 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知去甲氧基薑黃素含量的薑黃藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.05 g，分別加入 2.0 mL 的去甲氧基薑黃素溶液(0.2 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
3. 取已知薑黃素含量的薑黃藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.05 g，分別加入 1.2 mL 的薑黃素溶液(0.5 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十二) HPLC 分析條件

1. 層析管：Agilent ZORBAX SB-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：430 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(%)	1%乙酸(v/v, %)
0	45	55
10	45	55
12	50	50
18	50	50
25	90	10

(十二) 臺灣市售薑黃含量測定

取 10 批市售薑黃藥材依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，各取 10 μ L 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的百分含量。

(十三) 薑黃檢品之 UPLC 層析條件

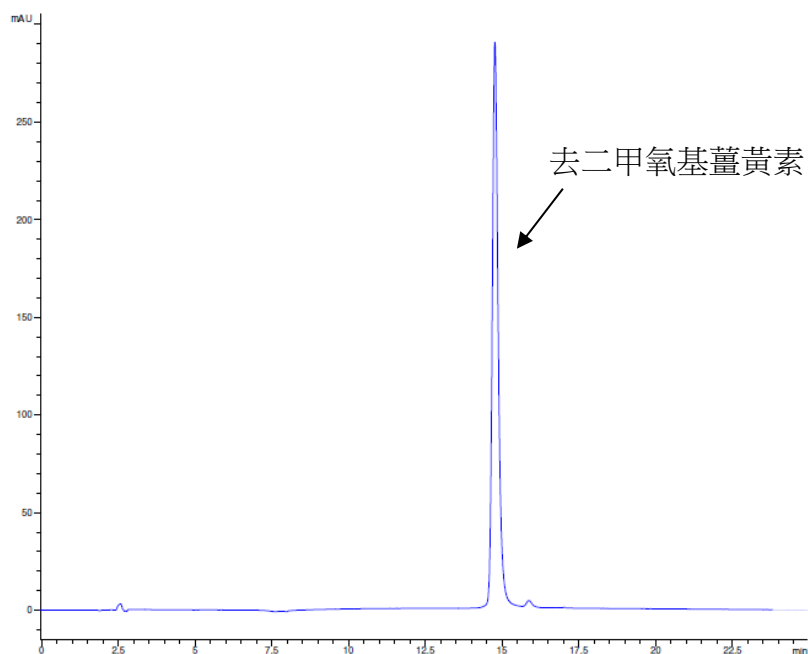
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC BEH C18 Column (100 × 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：430 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	1%乙酸(v/v, %)
0	45	55
2	45	55
3	50	50
5	50	50
7	90	10

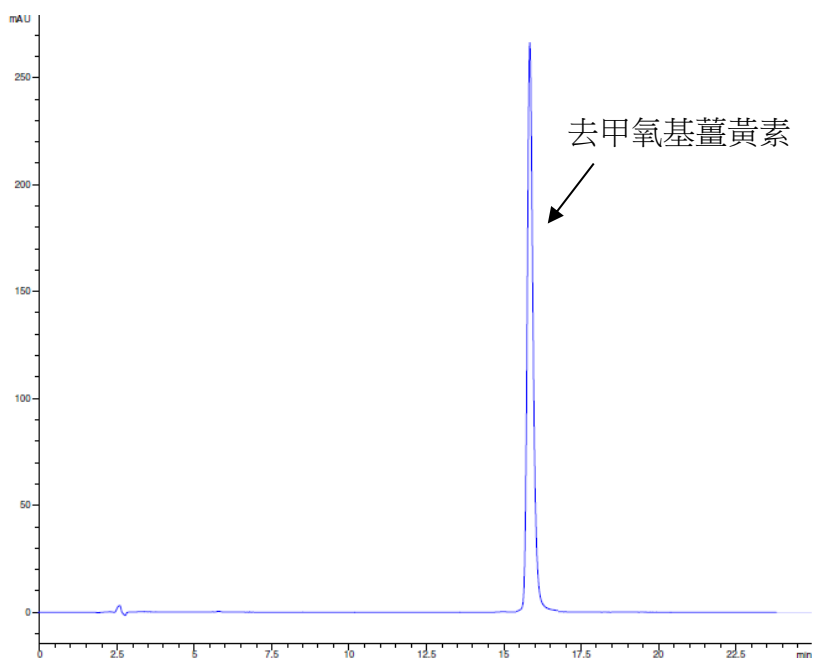
五、結果

(一) 標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素之 HPLC 層析

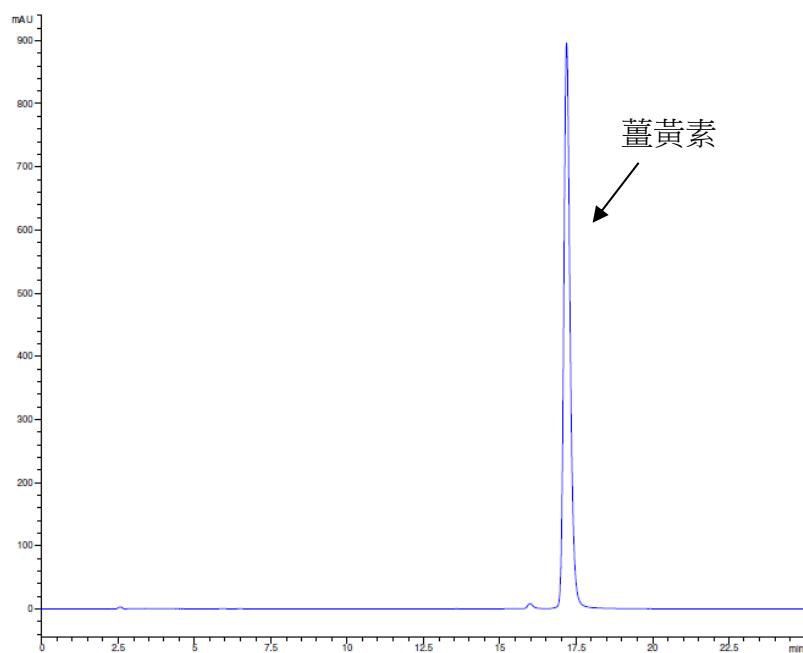
於滯留時間 14.7 分鐘處顯示去二甲氧基薑黃素標準品波峰(圖一)。
於滯留時間 15.7 分鐘處顯示去甲氧基薑黃素標準品波峰(圖二)。於滯留時間 17.1 分鐘處顯示薑黃素標準品的波峰(圖三)。



圖一、去二甲氧基薑黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖



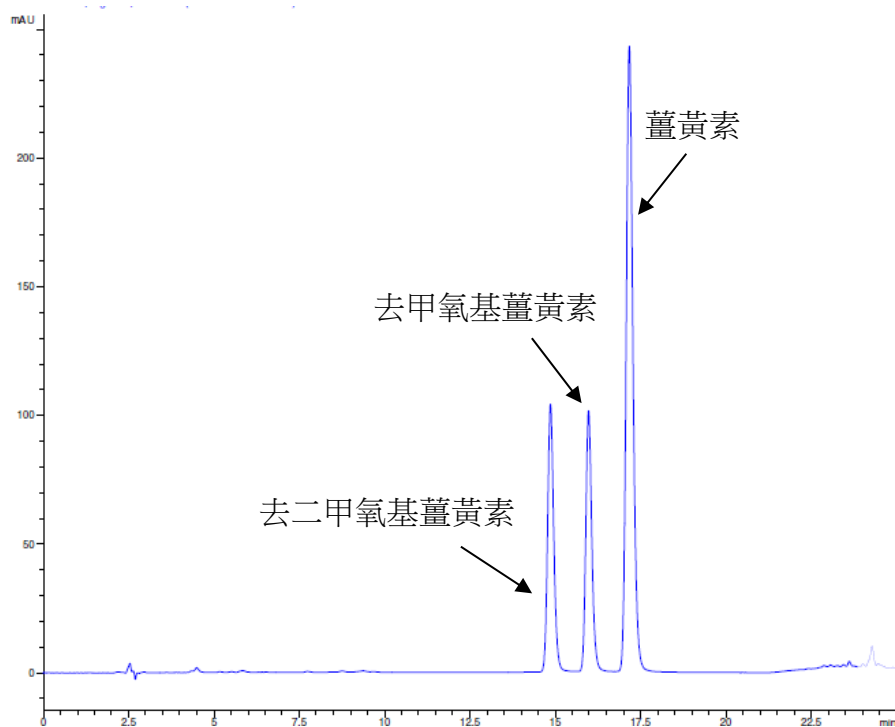
圖二、去甲氧基薑黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖



圖三、薑黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售薑黃檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 14.7、15.7 與 17.1 分鐘分別顯示薑黃檢品中去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素之波峰(圖四)。去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素之分離率(R)分別為 39.8、3.45 和 3.52，托尾因子(T)分別為 1.16、1.19 和 1.18，均在系統適用性要求內(表一)。



圖四、市售薑黃檢品之 HPLC 層析圖

表一、標準品之分離率與托尾因子

	去二甲氧基薑黃素	去甲氧基薑黃素	薑黃素
分離率(<i>R</i>)	39.8	3.45	3.52
托尾因子(<i>T</i>)	1.16	1.19	1.18

(三) 最佳萃取方法與萃取溶媒評估

1. 萃取方法

以甲醇為溶媒，利用超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz)與加熱迴流所得去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的波峰面積相差不大，但超音波振盪處理較為簡便(表二)。

表二、不同萃取方法比較

方法	標準品波峰面積		
	去二甲氧基薑黃素	去甲氧基薑黃素	薑黃素
加熱迴流	357	457	1164
超音波振盪	378	420	1158

2. 萃取溶媒

以 75% 甲醇為溶媒，超音波振盪處理(功率 300 W，頻率 40 kHz)，藥材所得去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的波峰面積最大(表三)，顯示 75% 甲醇為最佳萃取溶媒。

表三、不同萃取溶媒比較

溶劑	標準品波峰面積			最佳萃取
	去二甲氧基薑黃素	去甲氧基薑黃素	薑黃素	
甲醇	378	420	1158	
75% 甲醇	524	521	1333	√
乙醇	386	436	1178	
75% 乙醇	489	494	1279	

(四) 最佳萃取次數評估

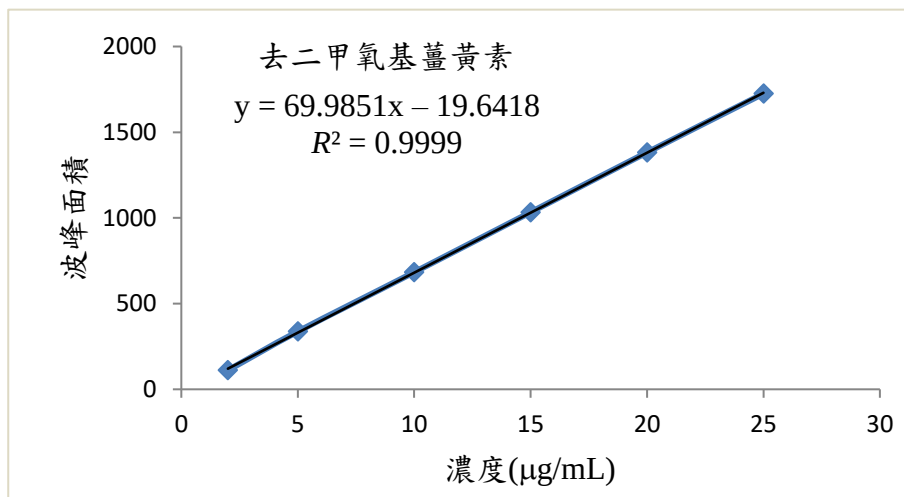
結果顯示萃取 2 次基本上已將去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素萃取完全(萃取率皆大於 99%)(表四)。

表四、薑黃檢品萃取次數評估

萃取次數	標準品波峰面積		
	去二甲氧基薑黃素	去甲氧基薑黃素	薑黃素
第 1 次	1238	1238	3157
第 2 次	80	80	202
第 3 次	10	12	30

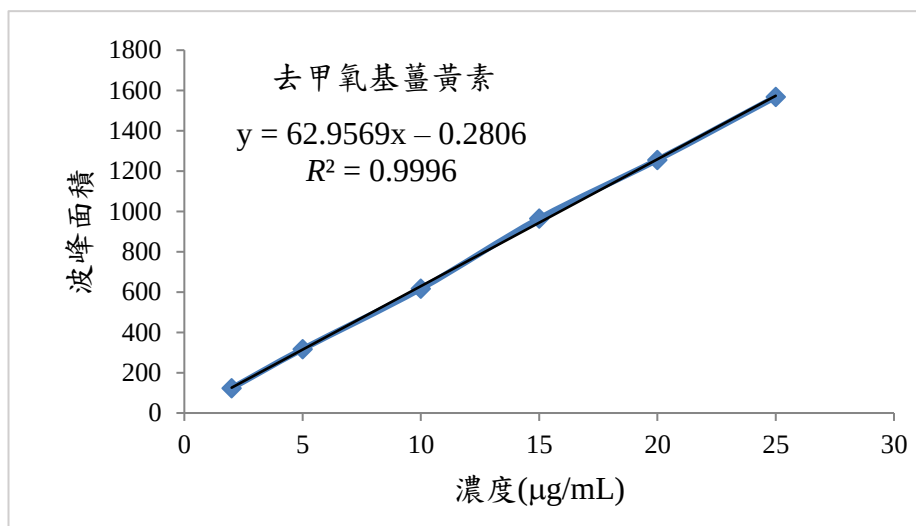
(五) 標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素檢量線

經不同濃度去二甲氧基薑黃素(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 $y = 69.9851x - 19.6418$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 2.0–25 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



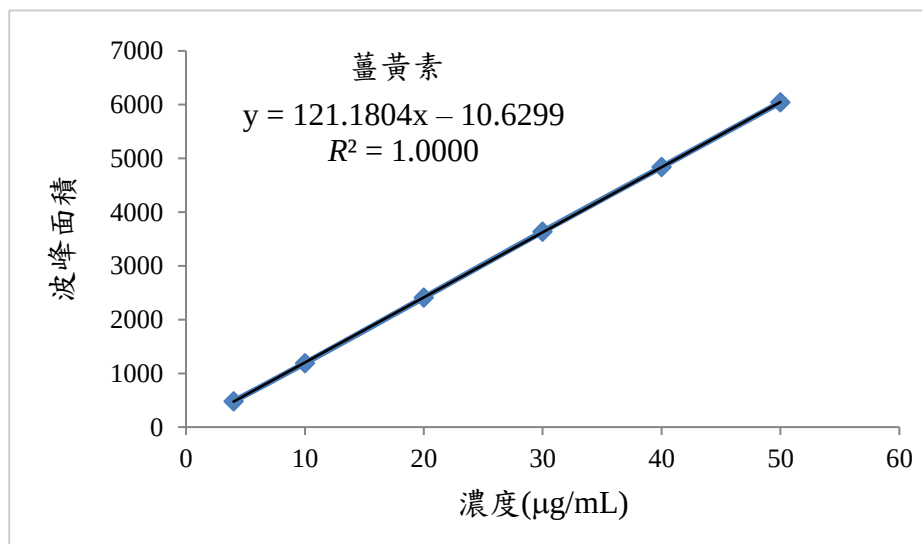
圖五、去二甲氧基薑黃素之檢量線圖

經不同去甲氧基薑黃素(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 $y = 62.9569x - 0.2806$ ， $R^2 = 0.9996$ ，顯示濃度在 2.0–25 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖六)。



圖六、去甲氧基薑黃素之檢量線圖

經不同薑黃素(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 $y = 121.1804x - 10.6299$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 4.0–50 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖七)。



圖七、薑黃素之檢量線圖

表五、去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
去二甲氧基薑黃素	2.0–25	$y = 69.9851x - 19.6418$	0.9999
去甲氧基薑黃素	2.0–25	$y = 62.9569x - 0.2806$	0.9996
薑黃素	4.0–50	$y = 121.1804x - 10.6299$	1.0000

(六) 精密度試驗

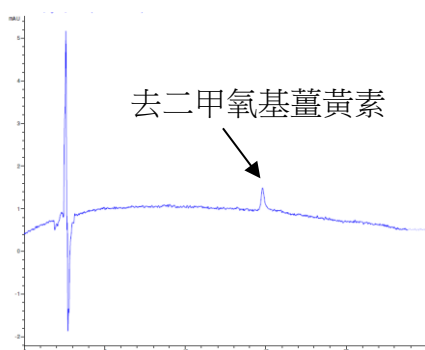
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素精密度之相對標準差分別為 0.57%、0.82% 和 0.60%，均在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

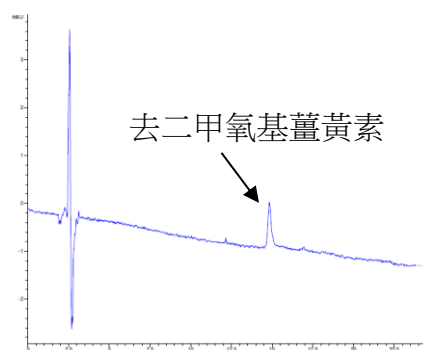
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素重複性之相對標準差分別為 0.99%、1.44% 與 0.80%，均在系統適用性要求內。去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差分別為 0.78%、0.81% 與 0.77%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

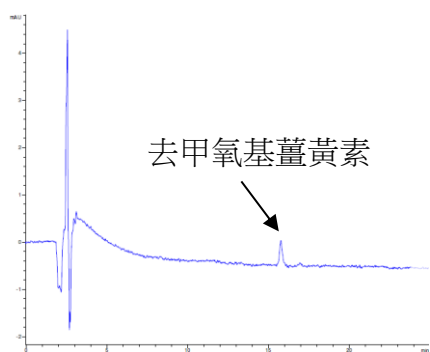
去二甲氧基薑黃素偵測極限為 $0.1 \mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限為 $0.2 \mu\text{g/mL}$ (圖九)。去甲氧基薑黃素偵測極限為 $0.1 \mu\text{g/mL}$ (圖十)，定量極限為 $0.2 \mu\text{g/mL}$ (圖十一)。薑黃素偵測極限為 $0.1 \mu\text{g/mL}$ (圖十二)，定量極限為 $0.2 \mu\text{g/mL}$ (圖十三)。



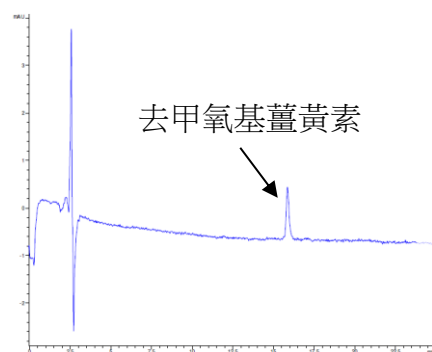
圖八、去二甲氧基薑黃素之偵測極限層析圖



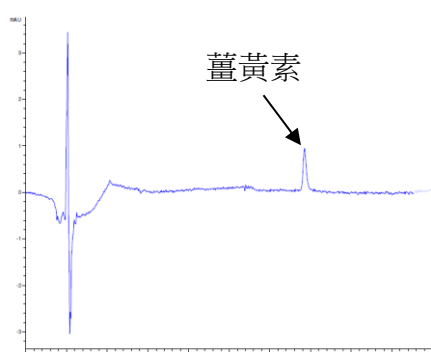
圖九、去二甲氧基薑黃素之定量極限層析圖



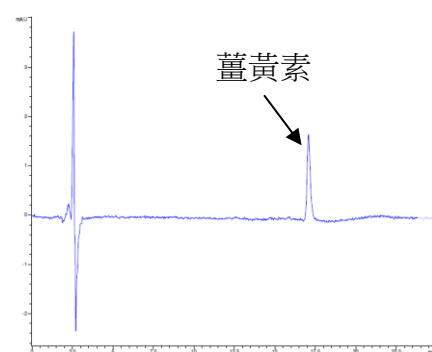
圖十、去甲氧基薑黃素之偵測極限層析圖



圖十一、去甲氧基薑黃素之定量極限層析圖



圖十二、薑黃素之偵測極限層析圖



圖十三、薑黃素之定量極限層析圖

表六、各項檢驗分析

檢測項目	去二甲氧基薑黃素		去甲氧基薑黃素		薑黃素	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度(n=5)	10 µg/mL	0.57	10 µg/mL	0.82	20 µg/mL	0.60
重複性(n=5)	檢品溶液 (No. 4)	0.99	檢品溶液 (No. 4)	1.44	檢品溶液 (No. 4)	0.80
穩定性 (n=6)	檢品溶液 (No. 4)	0.78	檢品溶液 (No. 4)	0.81	檢品溶液 (No. 4)	0.77
偵測極限 (n=1)	0.1 µg/mL	-	0.1 µg/mL	-	0.1 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	0.2 µg/mL	-	0.2 µg/mL	-	0.2µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

去二甲氧基薑黃素平均添加回收率為 96.1%，相對標準偏差為 1.80% (表七)。去甲氧基薑黃素平均添加回收率為 96.8%，相對標準偏差為 2.87% (表八)。薑黃素平均添加回收率為 97.9%，相對標準偏差為 2.29% (表九)。

表七、去二甲氧基薑黃素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 4)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0499	0.472	0.4	0.848	94.2	96.14	1.80
2	0.0502	0.474	0.4	0.869	98.5		
3	0.0498	0.471	0.4	0.860	97.3		
4	0.0501	0.474	0.4	0.854	95.2		
5	0.0498	0.471	0.4	0.853	95.5		

表八、去甲氧基薑黃素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 4)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0499	0.495	0.4	0.872	94.4	96.78	2.87
2	0.0498	0.494	0.4	0.891	99.2		
3	0.0501	0.497	0.4	0.880	95.8		
4	0.0500	0.496	0.4	0.897	100.3		
5	0.0501	0.497	0.4	0.874	94.3		

表九、薑黃素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 4)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0502	0.700	0.6	1.267	94.6	97.90	2.29
2	0.0500	0.697	0.6	1.293	99.4		
3	0.0500	0.697	0.6	1.283	97.8		
4	0.0502	0.700	0.6	1.283	97.2		
5	0.0499	0.695	0.6	1.298	100.5		

(十) 臺灣市售薑黃含量測定

10 批薑黃藥材之含量測定結果(乾燥品)如表十所示，去二甲氧基薑黃素為 0.47–2.44%，去甲氧基薑黃素含量為 0.5–1.86%，薑黃素含量為 0.66–1.53%，總含量為 1.63–5.70%。建議薑黃藥材指標成分薑黃素的含量不得少於 1.0%或去二甲氧基薑黃素、去二甲氧基薑黃素與薑黃素總量不得少於 1.5%。理論板數按去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素與薑黃素波峰計算均應不低於 10,000 (實際值分別為 31,000、40,000 和 37,000)。

表十、臺灣市售薑黃檢品之標準品含量

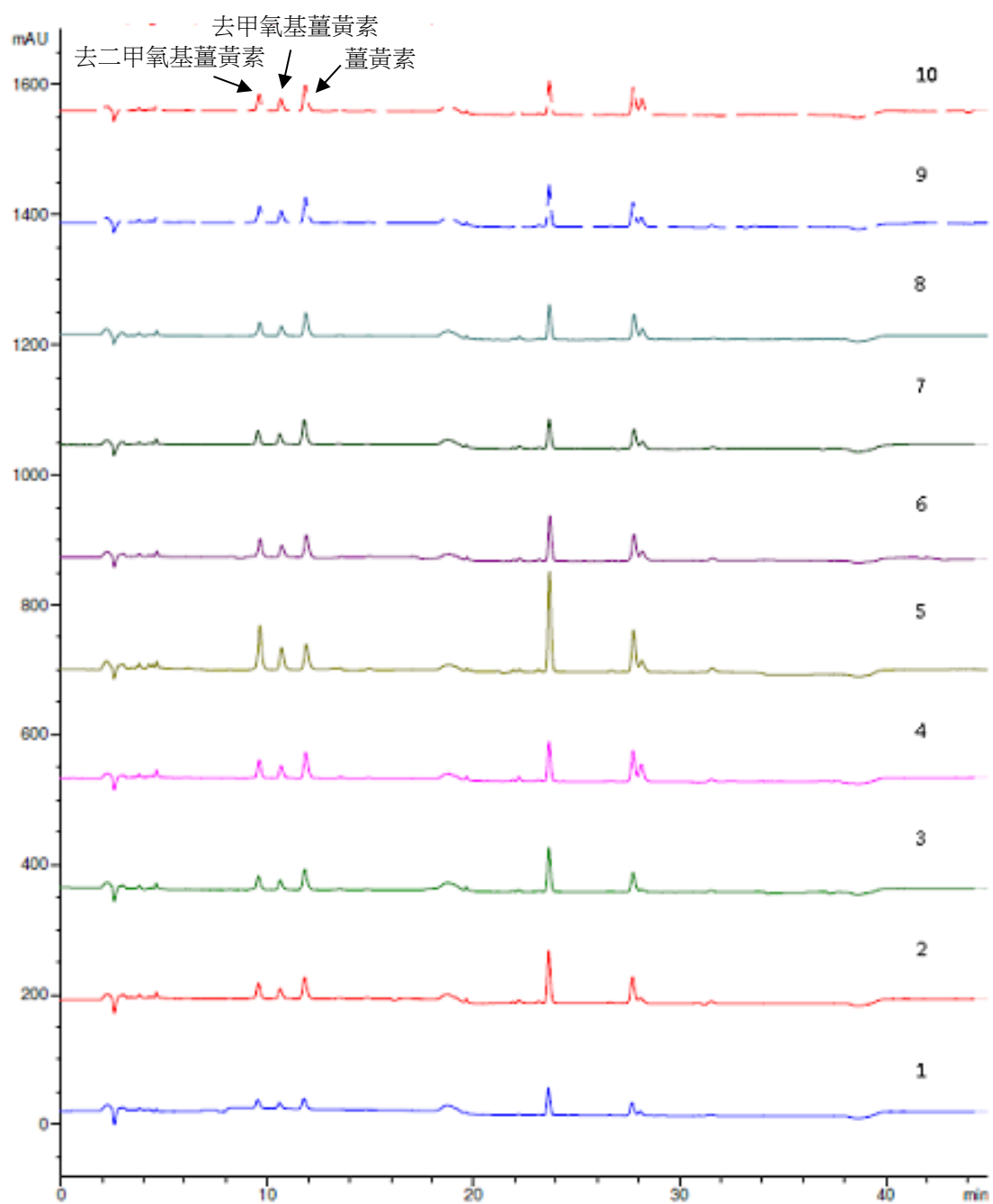
藥材編號 (No.)	標準品含量(%)			總量(%)
	去二甲氧基薑黃素	去二甲氧基薑黃素	薑黃素	
1 (CA)	0.47	0.50	0.66	1.63
2 (NJ)	0.83	0.87	1.25	2.95
3 (NN)	0.74	0.80	1.18	2.72
4 (SC)	1.04	1.09	1.53	3.66
5 (SUB)	2.44	1.86	1.40	5.70
6 (SUC)	1.03	1.00	1.30	3.33
7 (CA-2)	0.78	0.87	1.35	3.00
8 (CA-3)	0.80	0.85	1.32	2.97
9 (NFB)	0.92	0.99	1.39	3.30
10 (SA)	0.96	1.05	1.46	3.47
平均值±S.D.	1.00±0.53	0.99±0.35	1.28±0.24	3.27±1.02

(十一) 薑黃藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售薑黃檢品溶液各 10 µL 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

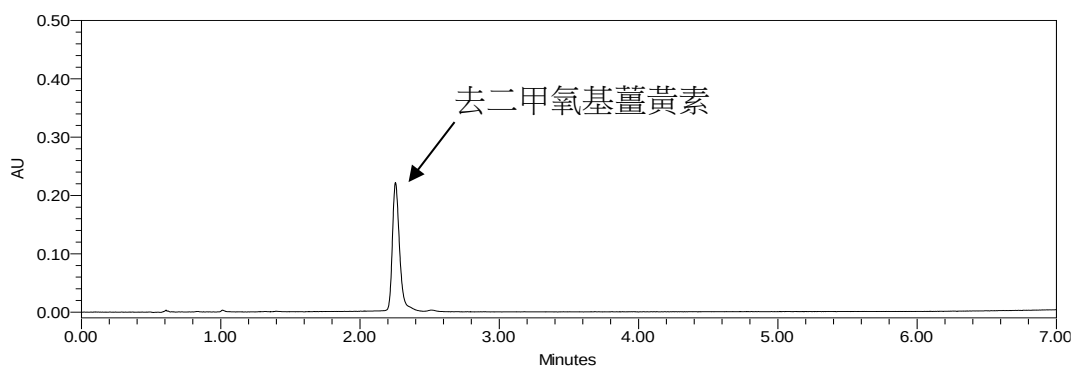
- 層析管：Agilent ZORBAX SB-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 µm)
- 檢測波長：UV 250 nm
- 流速：1.0 mL/min
- 管柱溫度：室溫
- 注入量：10 µL
- 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	1%乙酸(v/v, %)
0	50	50
15	50	50
16	75	25
45	75	75

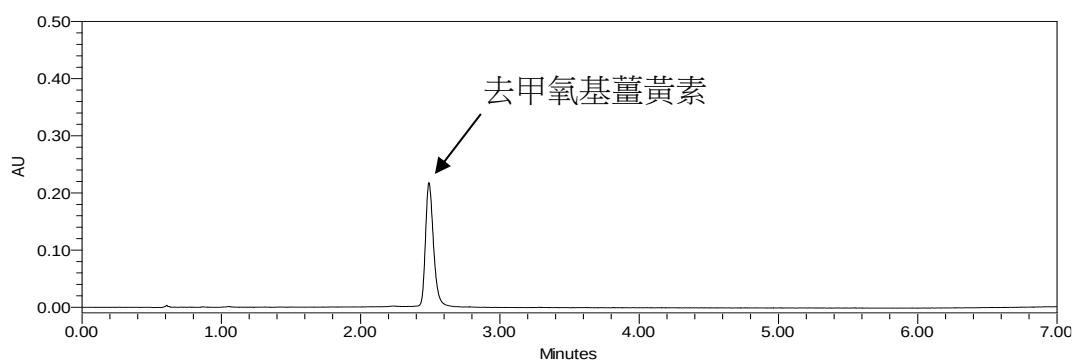


圖十四、10批薑黃藥材之 HPLC 指紋圖譜

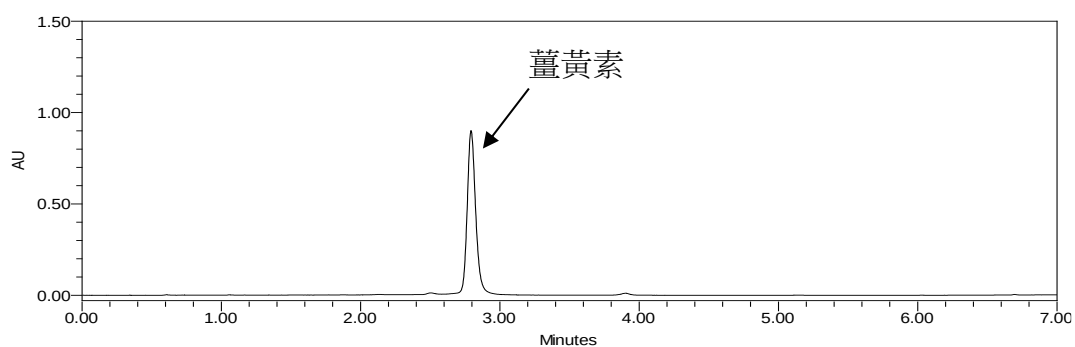
(十二) 標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素與薑黃素之 UPLC 層析
於滯留時間 2.25 分鐘顯示去二甲氧基薑黃素標準品的波峰(圖十五)。於滯留時間 2.49 分鐘顯示去甲氧基薑黃素標準品的波峰(圖十六)。於滯留時間 2.79 分鐘顯示薑黃素標準品的波峰(圖十七)。



圖十五、去二甲氧基薑黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖



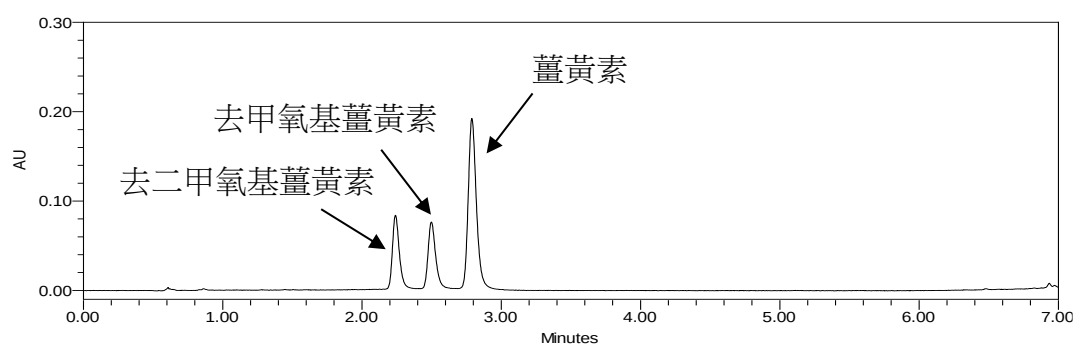
圖十六、去甲氧基薑黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖



圖十七、薑黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售薑黃檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.24、2.50 和 2.79 分鐘分別顯示薑黃檢品中去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的波峰(圖十八)。

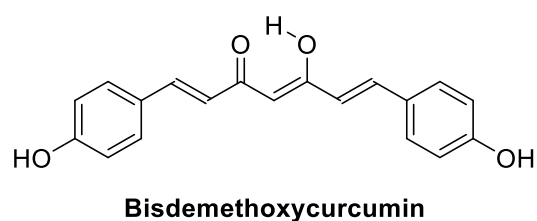


圖十八、市售薑黃檢品之 UPLC 層析圖

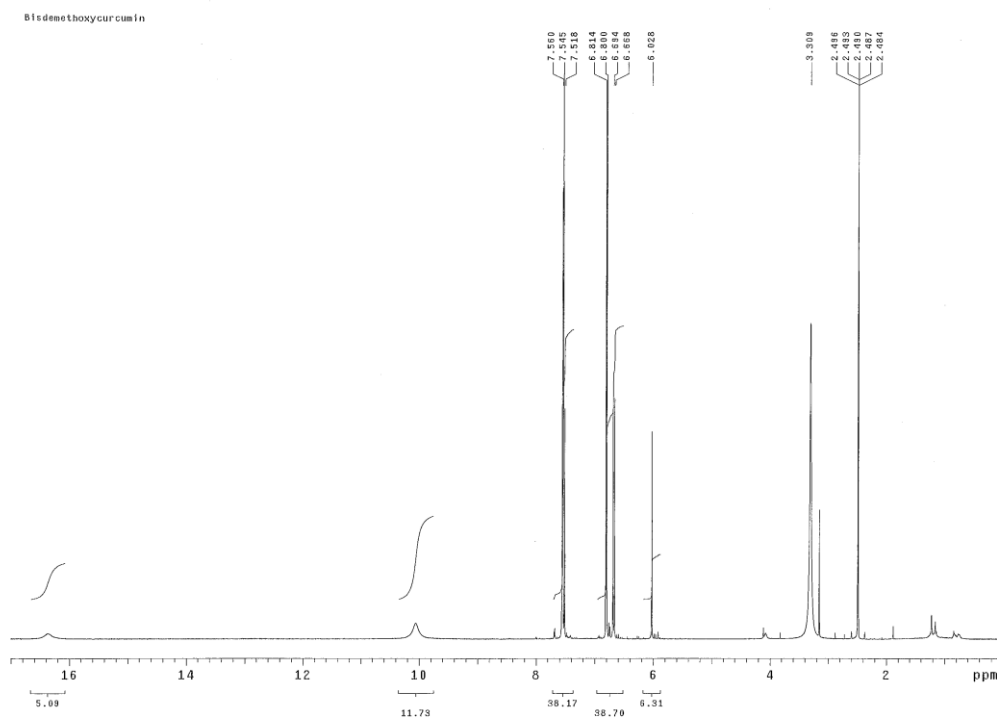
(十四) 去二甲氧基薑黃素的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{19}H_{16}O_4$ ；分子量：308.33；熔點：232–234 °C；黃色固體。

(十五) 去二甲氧基薑黃素的結構

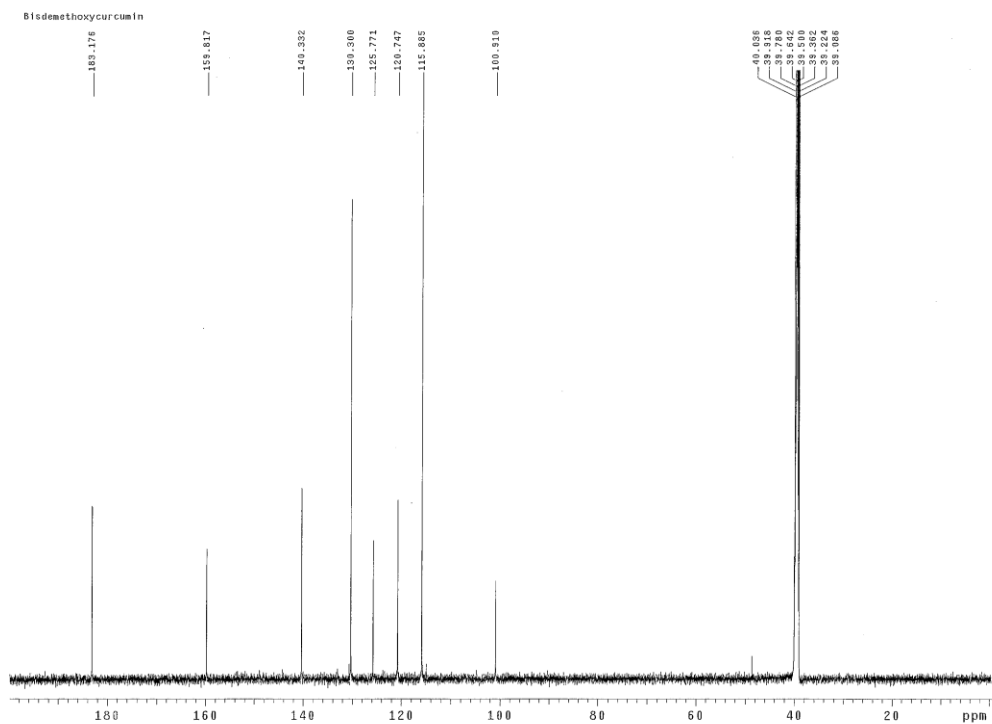


(十六) 去二甲氧基薑黃素的 ^1H NMR 圖譜



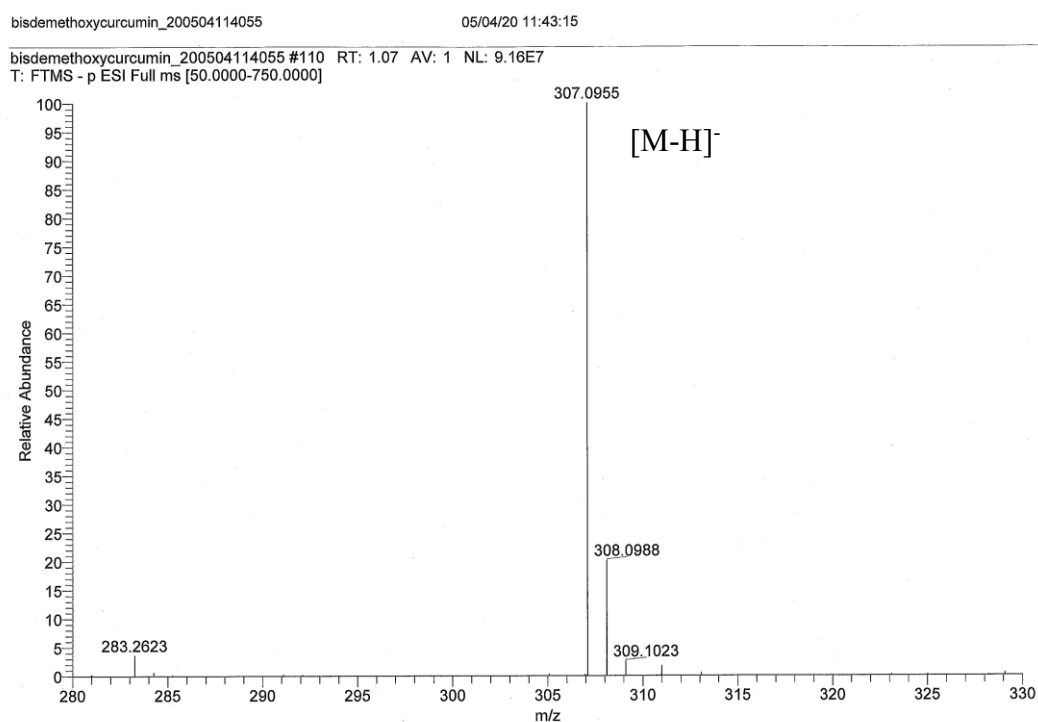
圖十九、去二甲氧基薑黃素的 ^1H NMR 圖譜($\text{DMSO}-d_6$)

(十七) 去二甲氧基薑黃素的 ^{13}C NMR 圖譜



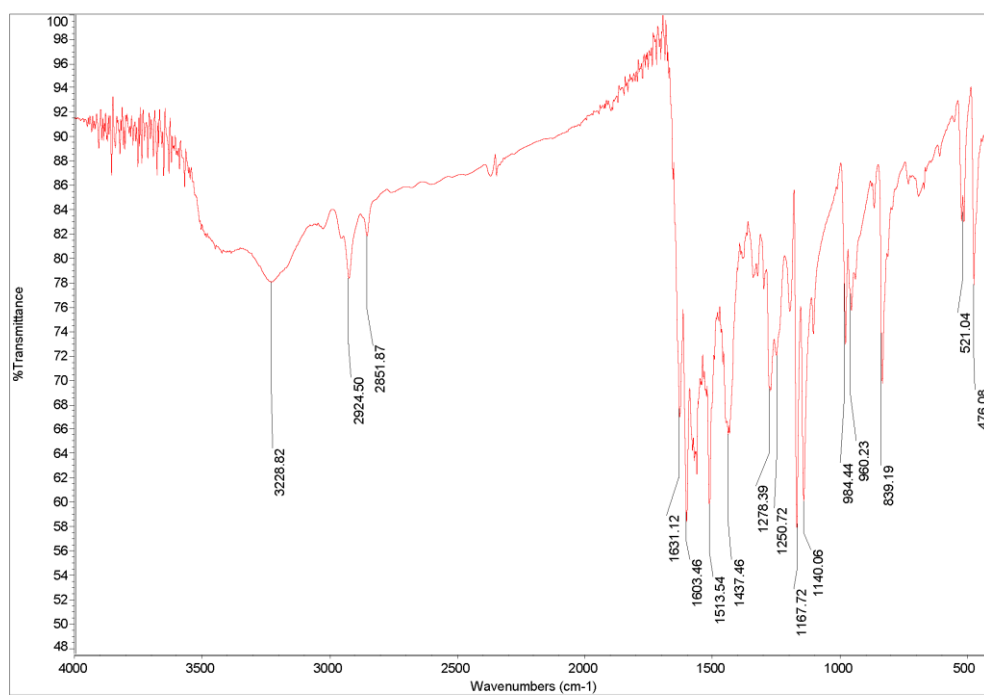
圖二十、去二甲氧基薑黃素的 ^{13}C NMR 圖譜($\text{DMSO}-d_6$)

(十八) 去二甲氧基薑黃素的 ESI-MS 圖譜



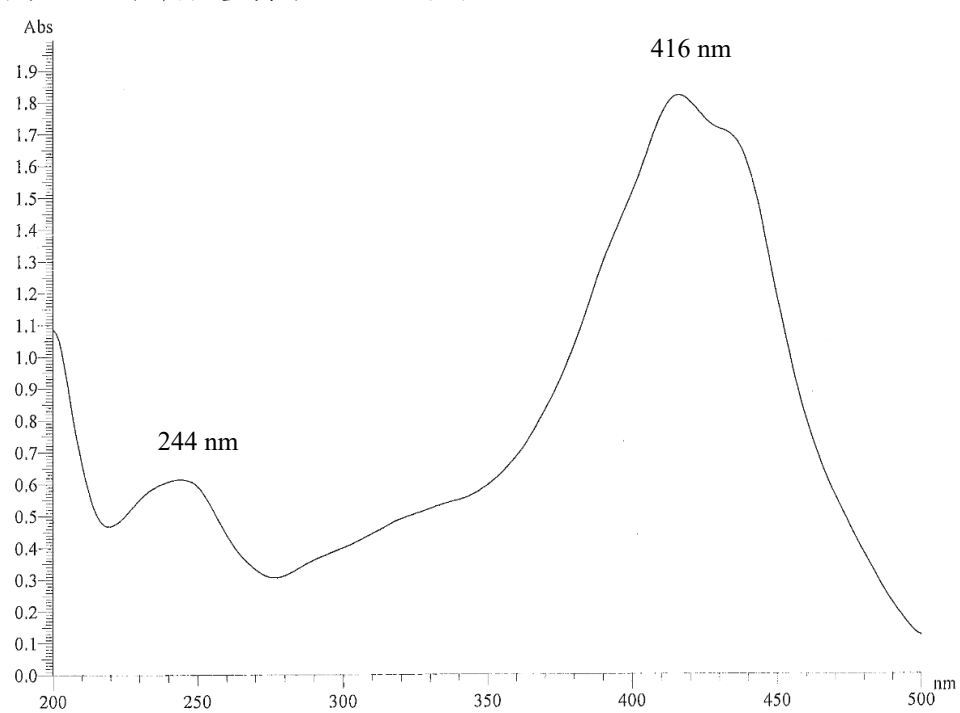
圖二十一、去二甲氧基薑黃素的 ESI-MS 圖譜

(十九) 去二甲氧基薑黃素的 FTIR 圖譜



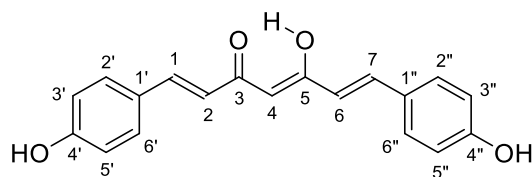
圖二十二、去二甲氧基薑黃素的 FTIR 圖譜

(二十) 去二甲氧基薑黃素的 UV 圖譜



圖二十三、去二甲氧基薑黃素的 UV 圖譜

(二十一) 去二甲氧基薑黃素的氫、碳化學位移



表十一、去二甲氧基薑黃素的氫、碳化學位移(DMSO- d_6)^a

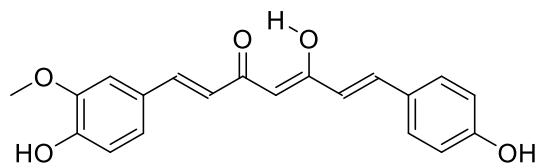
position	d _H (600 MHz)	d _C (150 MHz)
1	7.53 (d, 15.6)	140.33
2	6.68 (d, 15.6)	120.75
3		183.18
4	6.03 (s)	100.91
5		183.18
6	6.68 (d, 15.6)	120.75
7	7.53 (d, 15.6)	140.33
1'		125.77
2'	7.55 (d, 8.4)	130.30
3'	6.81 (d, 8.4)	115.89
4'		159.82
5'	6.81 (d, 8.4)	115.89
6'	7.55 (d, 8.4)	130.30
1''		125.77
2''	7.55 (d, 8.4)	130.30
3''	6.81 (d, 8.4)	115.89
4''		159.82
5''	6.81 (d, 8.4)	115.89
6''	7.55 (d, 8.4)	130.30
5-OH	16.36 (br s)	
4'-OH	10.06 (br s)	

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

(二十二) 去甲氧基薑黃素的分子式、分子量與熔點

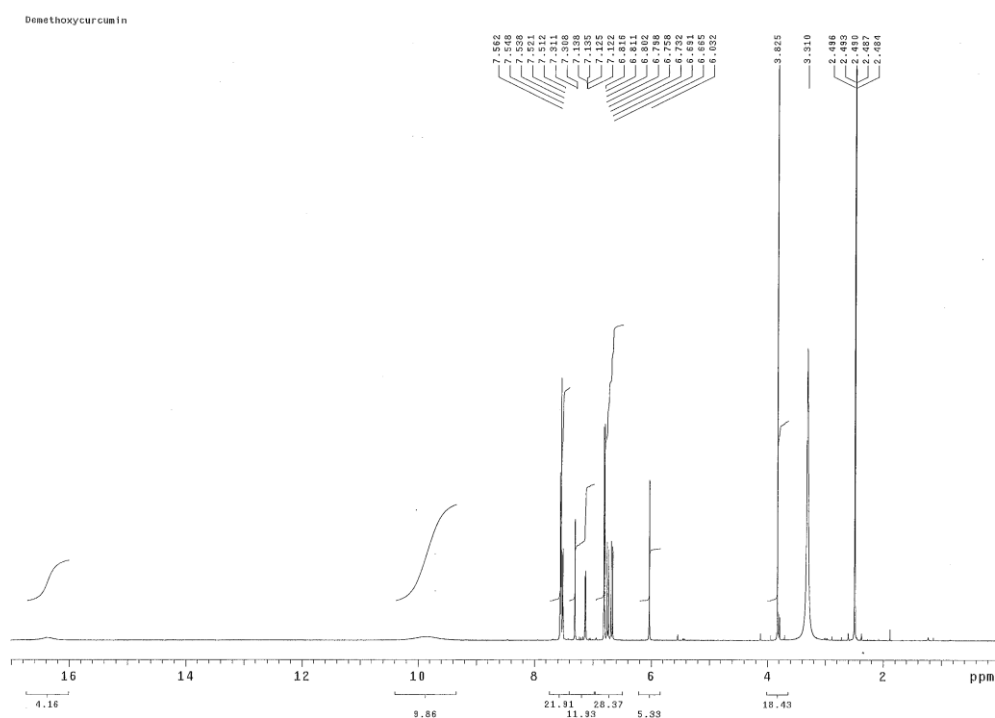
分子式： $C_{20}H_{18}O_5$ ；分子量：338.36；熔點：166–168 °C；黃色固體。

(二十三) 去甲氧基薑黃素的結構



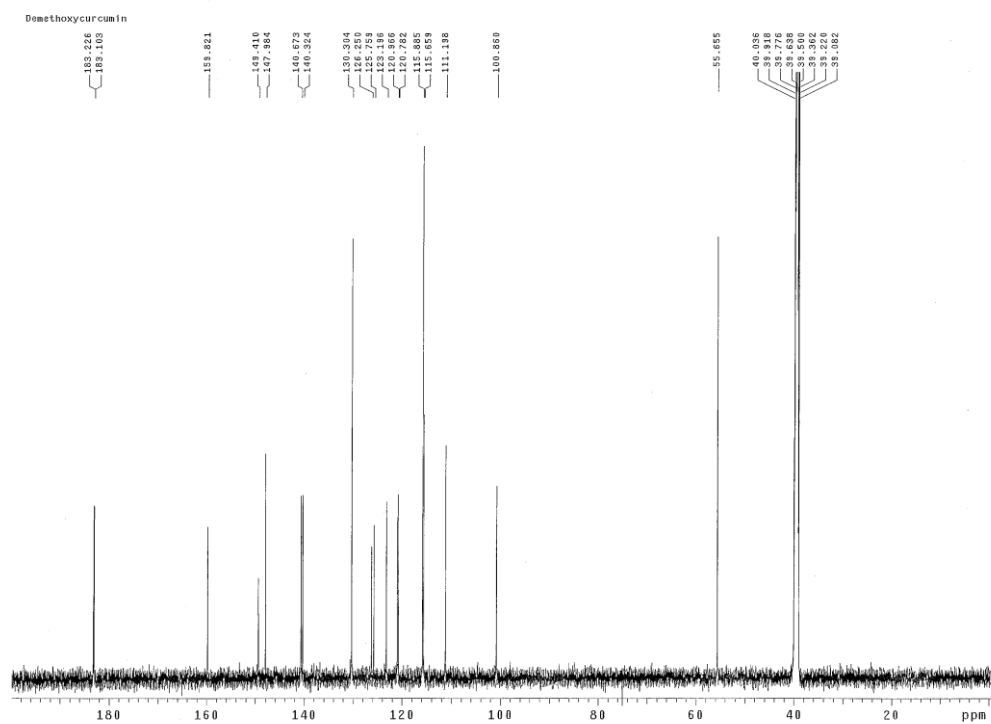
Demethoxycurcumin

(二十四) 去甲氧基薑黃素的 ^1H NMR 圖譜

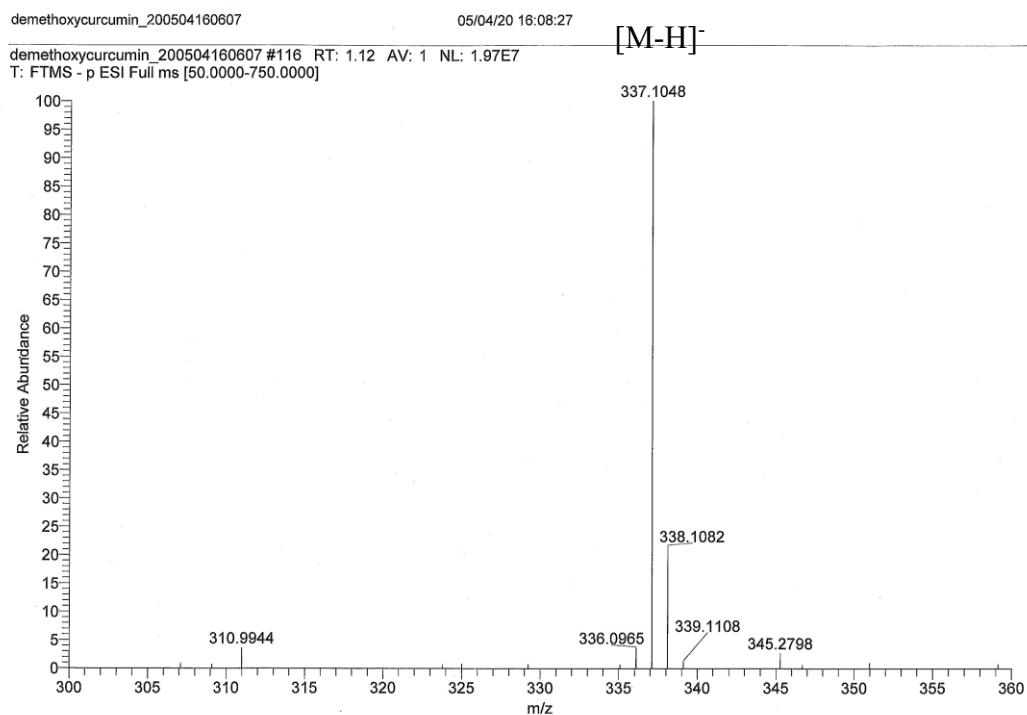


圖二十四、去甲氧基薑黃素的 ^1H NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(二十五) 去甲氧基薑黃素的 ^{13}C NMR 圖譜

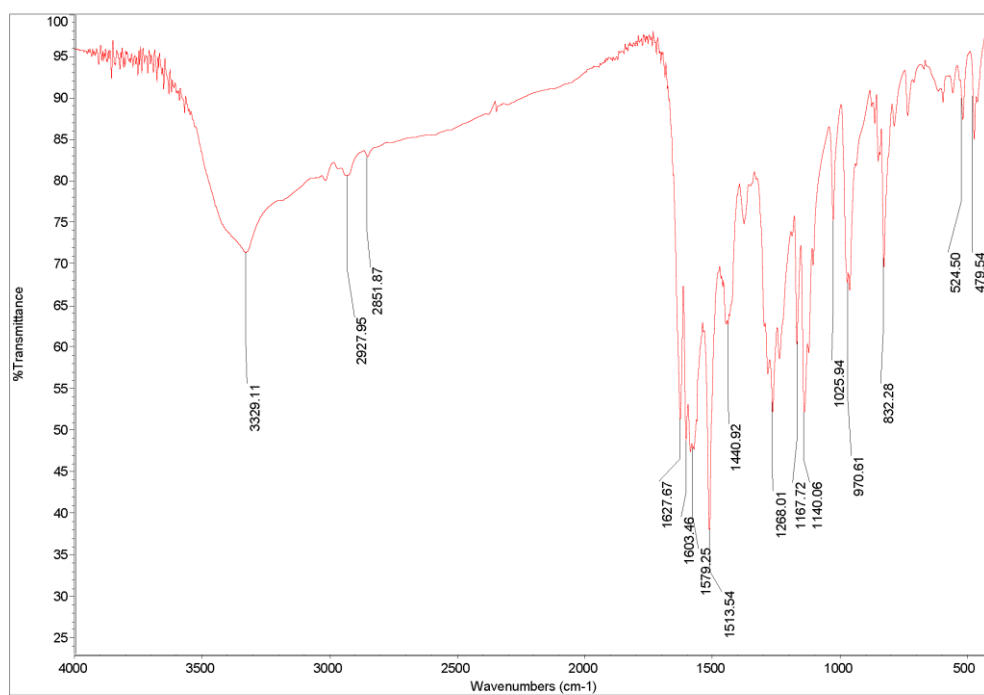


(二十六) 去甲氧基薑黃素的 ESI-MS 圖譜



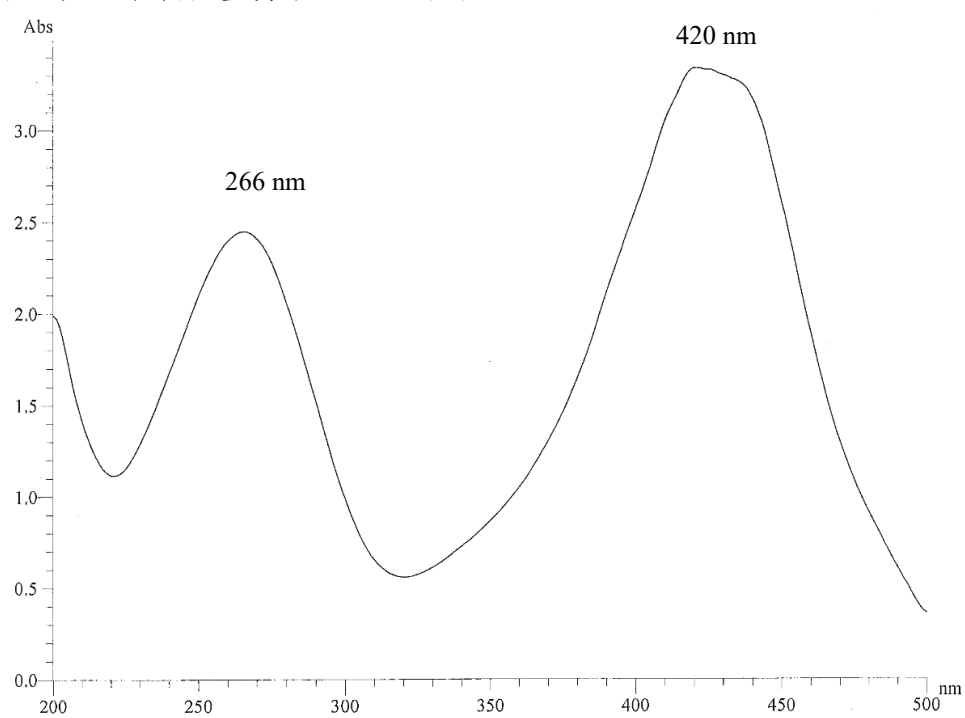
圖二十六、去甲氧基薑黃素的 ESI-MS 圖譜

(二十七) 去甲氧基薑黃素的 FTIR 圖譜



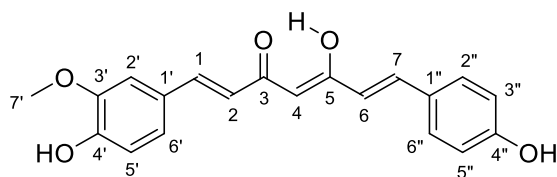
圖二十七、去甲氧基薑黃素的 FTIR 圖譜

(二十八) 去甲氧基薑黃素的 UV 圖譜



圖二十八、去甲氧基薑黃素的 UV 圖譜

(二十九) 去甲氧基薑黃素的氫、碳化學位移



表十二、去甲氧基薑黃素的氫、碳化學位移(DMSO- d_6)^a

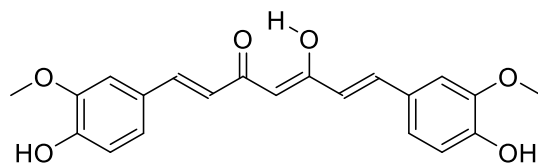
position	d _H (600 MHz)	d _C (150 MHz)
1	7.52 (d, 15.6)	140.67
2	6.75 (d, 15.6)	120.97
3		183.10
4	6.03 (s)	100.86
5		183.23
6	6.68 (d, 15.6)	120.78
7	7.53 (d, 15.6)	140.32
1'		126.25
2'	7.31 (d, 1.8)	111.20
3'		147.98
4'		149.41
5'	6.80 (d, 7.8)	115.66
6'	7.13 (dd, 7.8, 1.8)	123.20
7'		55.66
1''		125.76
2''	7.56 (d, 8.4)	130.30
3''	6.81 (d, 8.4)	115.89
4''		159.82
5''	6.81 (d, 8.4)	115.89
6''	7.56 (d, 8.4)	130.30
5-OH	16.38 (br s)	
4'-OH	9.80 (br s)	

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

(三十) 薑黃素的分子式、分子量與熔點

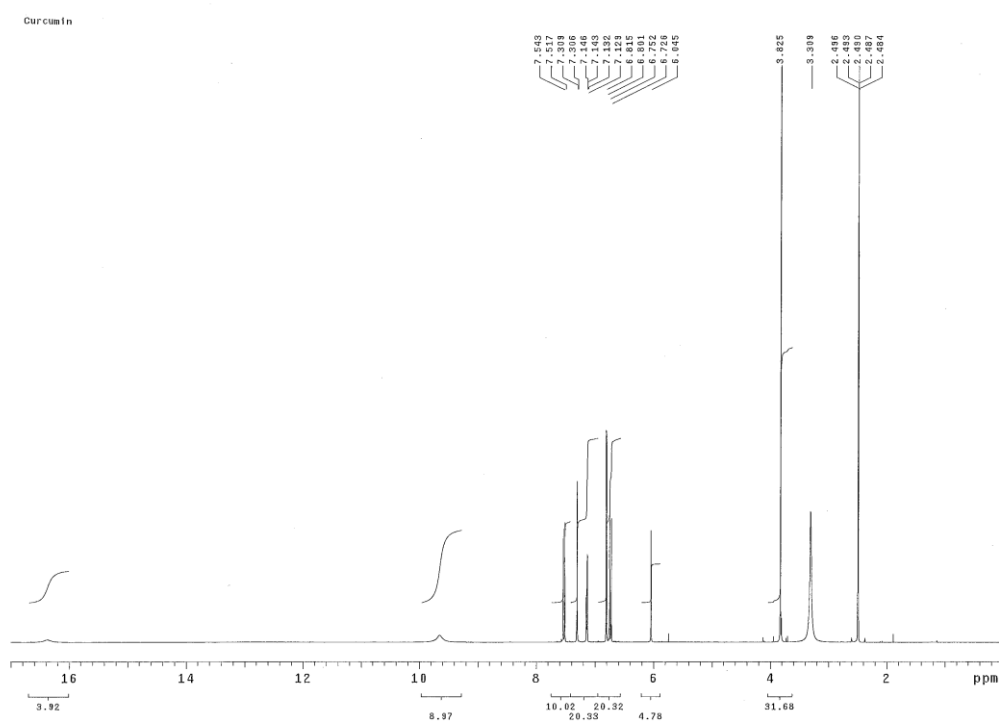
分子式： $C_{21}H_{20}O_6$ ；分子量：368.39；熔點：177–179 °C；黃色固體。

(三十一) 薑黃素的結構



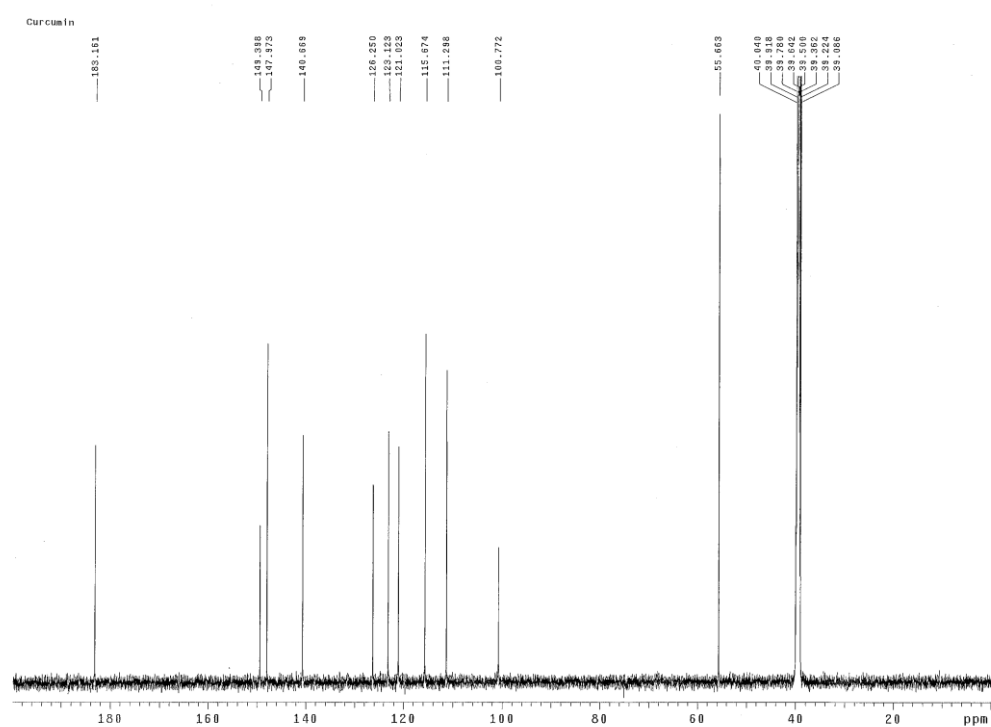
Curcumin

(三十二) 薑黃素的 ^1H NMR 圖譜



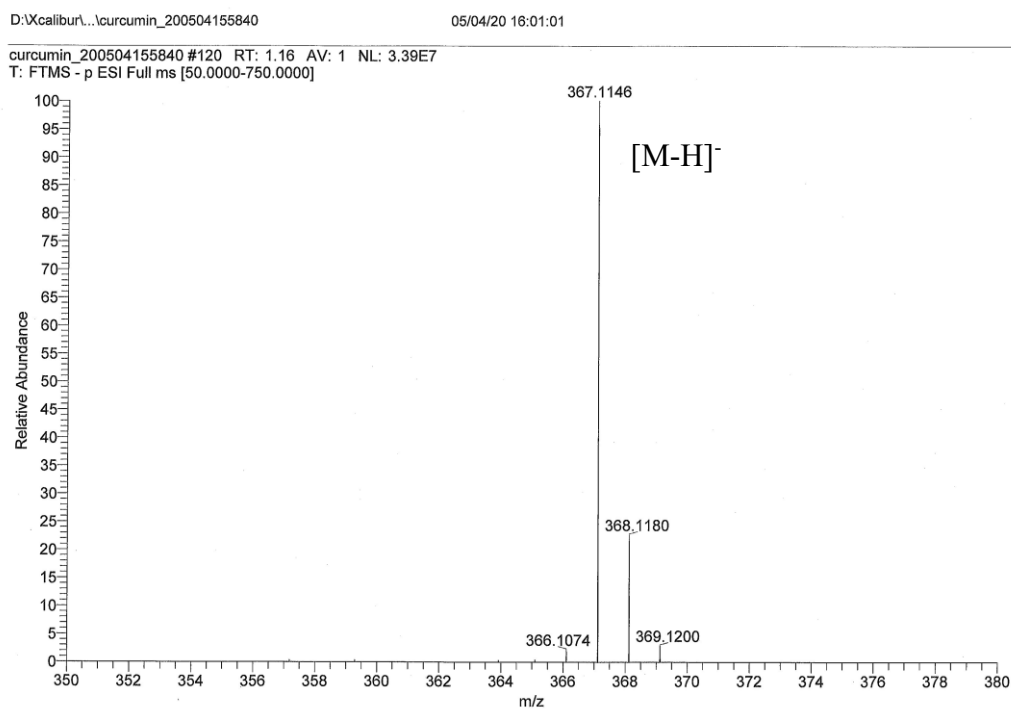
圖二十九、薑黃素的 ^1H NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(三十三) 薑黃素的 ^{13}C NMR 圖譜



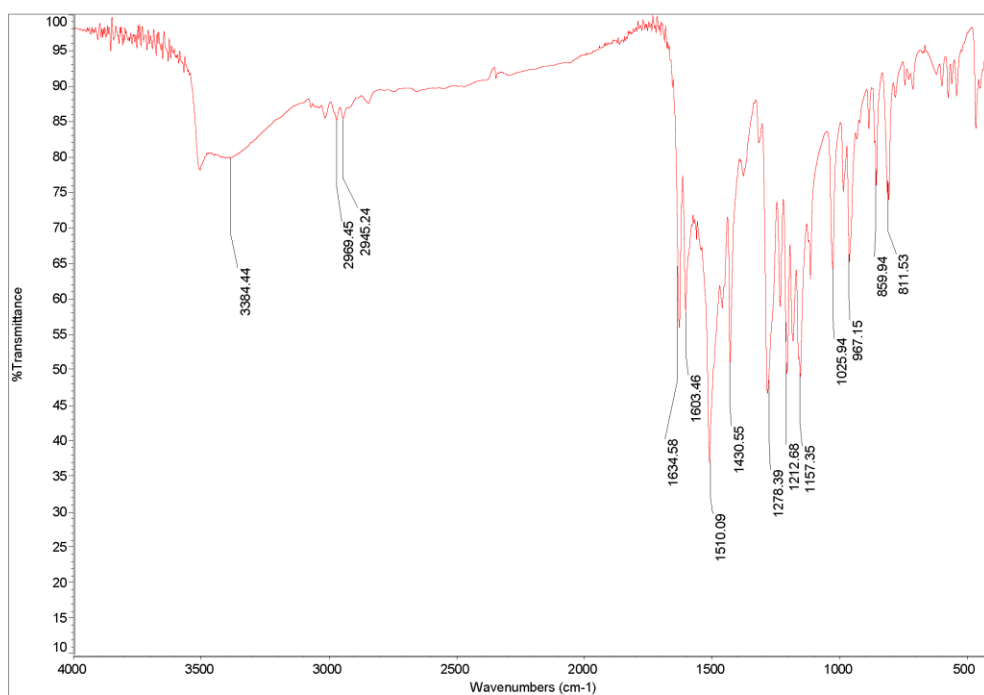
圖三十、薑黃素的 ^{13}C NMR 圖譜(DMSO- d_6)

(三十四) 薑黃素的 ESI-MS 圖譜



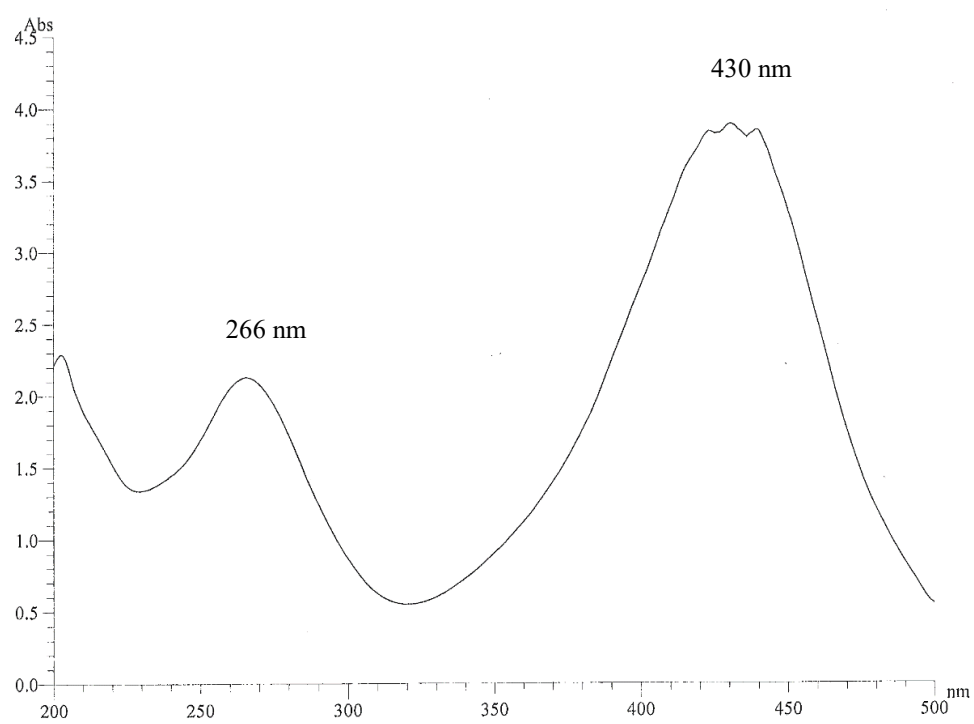
圖三十一、薑黃素的 ESI-MS 圖譜

(三十五) 薑黃素的 FTIR 圖譜



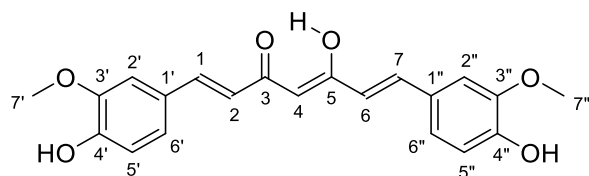
圖三十二、薑黃素的 FTIR 圖譜

(三十六) 薑黃素的 UV 圖譜



圖三十三、薑黃素的 UV 圖譜

(三十七) 薑黃素的氫、碳化學位移



表十三、薑黃素的氫、碳化學位移(DMSO-*d*₆)^a

position	d _H (600 MHz)	d _C (150 MHz)
1	7.53 (d, 15.6)	140.67
2	6.74 (d, 15.6)	121.06
3		183.16
4	6.05 (s)	100.77
5		183.16
6	6.74 (d, 15.6)	121.06
7	7.53 (d, 15.6)	140.67
1'		126.25
2'	7.31 (d, 1.8)	111.30
3'		147.97
4'		149.40
5'	6.81 (d, 8.4)	115.67
6'	7.14 (d, 8.4, 1.8)	123.12
7'	3.83 (s)	55.66
1''		126.25
2''	7.31 (d, 1.8)	111.30
3''		147.97
4''		149.40
5''	6.81 (d, 8.4)	115.67
6''	7.14 (d, 8.4, 1.8)	123.12
7''	3.83 (s)	55.66
5-OH	16.38 (br s)	
4'-OH	9.65 (br s)	

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

薑黃飲片(CURCUMAE LONGAE RHIZOMA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店薑黃飲片共 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 Agilent ZORBAX SB-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、Sample Manager、PDA Detector；層析管柱 Waters ACQUITY UPLC BEH C18 Column (100 × 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，甲醇(99.9%)購自於 Mallinckrodt Baker Inc.；乙腈(99.9%)和乙醇(95%)皆購自於景明化工。

(二) 標準品

標準品去二甲氧基薑黃素(Bidemethoxycurcumin)、去甲氧基薑黃素(Demethoxycurcumin)與薑黃素(Curcumin)購自於普思生物科技公司，純度皆 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取方法評估

薑黃飲片最佳萃取方法同薑黃藥材。

(二) 最佳萃取溶媒評估

薑黃飲片最佳萃取溶媒同薑黃藥材。

(三) 最佳萃取次數評估

薑黃飲片最佳萃取次數同薑黃藥材。

(四) 對照標準品溶液

準確稱取標準品去二甲氧基薑黃素 2.0 mg 加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含有去二甲氧基薑黃素 200 μg 的儲備溶液，並以甲醇稀釋至 10 μg/mL 製成去二甲氧基薑黃素對照標準品溶液；準確稱取標準品去甲氧基薑黃素 2.0 mg 加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含有去二甲氧基薑黃素 200

µg 的儲備溶液，並以甲醇稀釋至 10 µg/mL 製成去甲氧基薑黃素對照標準品溶液；準確稱取標準品薑黃素 5.0 mg，加 10 mL 的甲醇製成每 1 mL 含有薑黃素 500 µg 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 20 µg/mL 製成薑黃素對照標準品溶液。

(五) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.1 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 300W，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 50 mL 之定量瓶中，加 75% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(syringe filter, PTFE 0.45 µm)，即得。

(六) 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標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的含量，即得。

(七) 檢量線

1. 準確吸取去二甲氧基薑黃素標準品儲備溶液(200 µg/mL)適量，以甲醇稀釋製成含去二甲氧基薑黃素分別為 25、20、15、10、5、2 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. 準確吸取去甲氧基薑黃素標準品儲備溶液(200 µg/mL)適量，以甲醇稀釋製成含去甲氧基薑黃素分別為 25、20、15、10、5、2 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. 準確吸取薑黃素標準品儲備溶液(500 µg/mL)適量，以甲醇稀釋製成含去薑黃素分別為 50、40、30、20、10、4 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 。

(八) 精密度試驗

1. 以去二甲氧基薑黃素濃度為 10 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以去二甲氧基薑黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。
2. 以去甲氧基薑黃素濃度為 10 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以去甲氧基薑黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

3. 以薑黃素濃度為 20 µg/mL 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以薑黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(九) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售薑黃飲片粉末，依薑黃飲片檢品溶液製備方法平行製備五份薑黃飲片檢品溶液，進樣測定，以去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素及薑黃素的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售薑黃飲片粉末，依薑黃飲片檢品溶液製備方法製備薑黃飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素及薑黃素的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(十) 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 $\geq 3:1$ 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 $\geq 10:1$ 時之濃度，作為定量極限估計值。

(十一) 添加回收率試驗

1. 取已知去二甲氧基薑黃素含量的薑黃飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.05 g，分別加入 1.5 mL 的去二甲氧基薑黃素溶液(0.2 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
2. 取已知去甲氧基薑黃素含量的薑黃飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.05 g，分別加入 1.5 mL 的去甲氧基薑黃素溶液(0.2 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。
3. 取已知薑黃素含量的薑黃飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.05 g，分別加入 1.0 mL 的薑黃素溶液(0.5 mg/mL)，並按檢品溶液製備方法操作測定。

(十二) HPLC 分析條件

1. 層析管：Agilent ZORBAX SB-C18 Column (250 × 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：430nm
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(%)	1%乙酸(v/v, %)
0	45	55
10	45	55
12	50	50
18	50	50
25	90	10

(十二) 臺灣市售薑黃飲片含量測定

取 10 批市售薑黃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 公式計算樣品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的百分含量。

(十三) 薑黃飲片檢品之 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：430 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：室溫
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

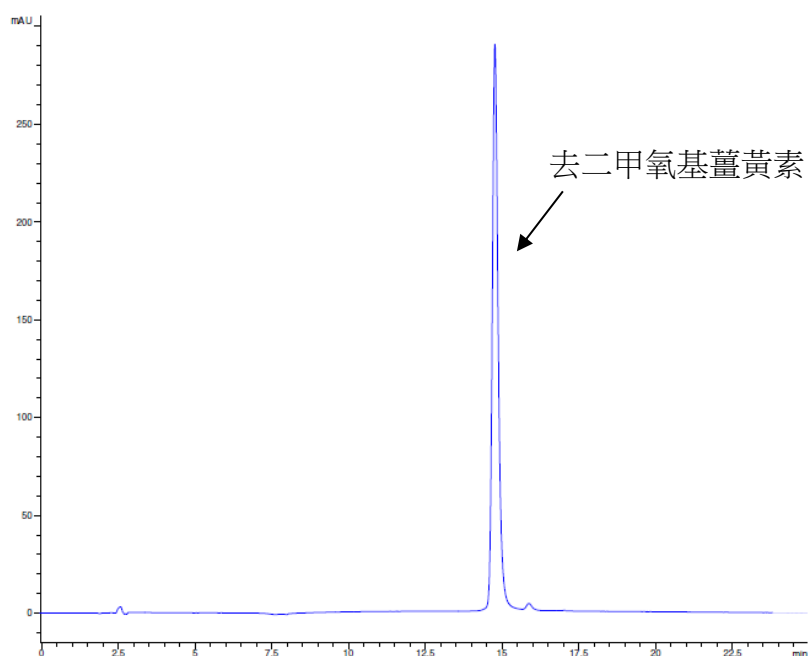
時間(min)	乙腈(%)	1%乙酸(v/v, %)
0	45	55
2	45	55
3	50	50
5	50	50
7	90	10

五、結果

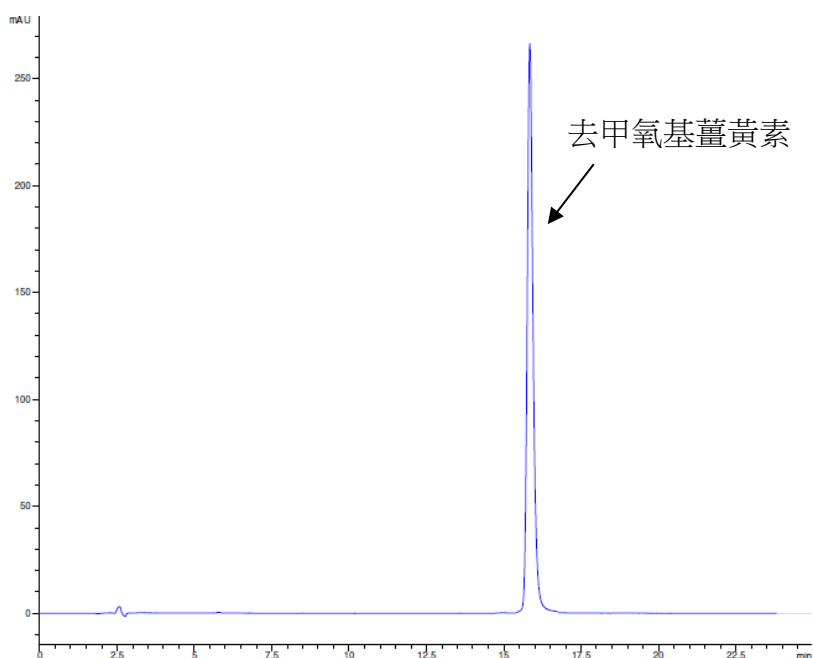
(一) 標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素之 HPLC 層析

於滯留時間 14.7 分鐘處顯示去二甲氧基薑黃素標準品波峰(圖一)。

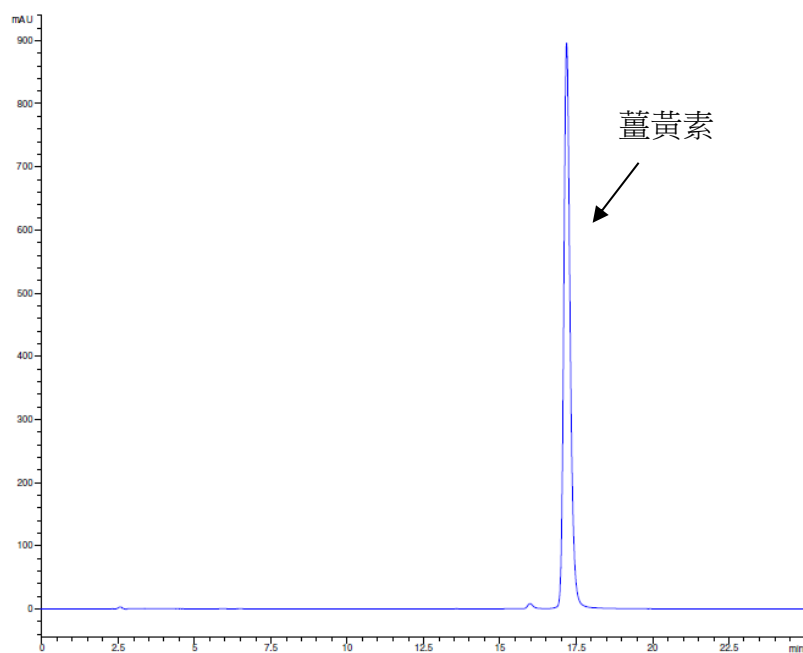
於滯留時間 15.7 分鐘處顯示去甲氧基薑黃素標準品波峰(圖二)。於滯留時間 17.1 分鐘處顯示薑黃素標準品的波峰(圖三)。



圖一、去二甲氧基薑黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖



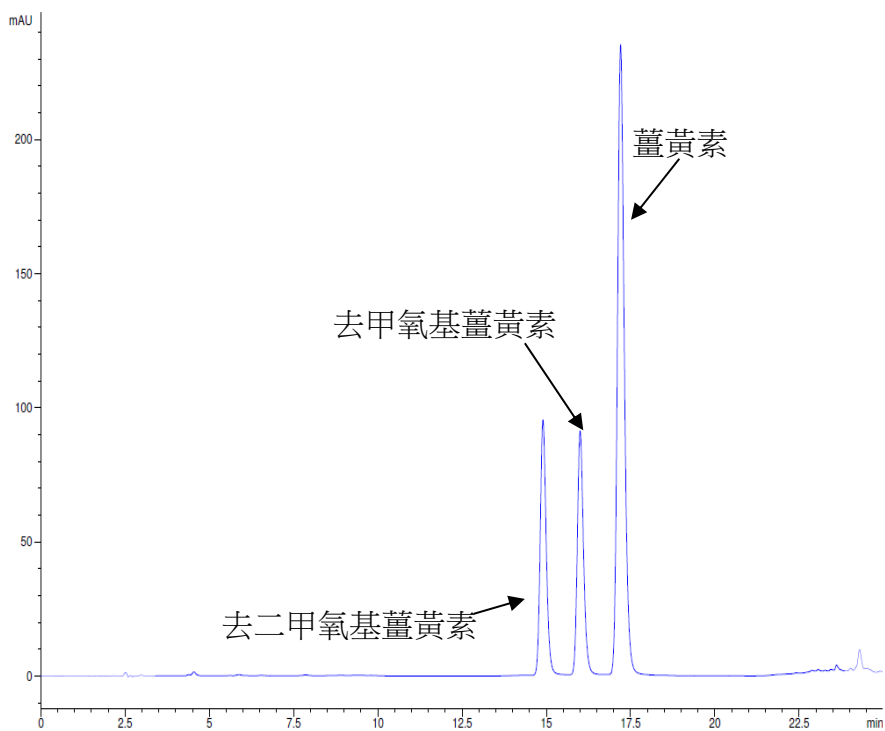
圖二、去甲氧基薑黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖



圖三、薑黃素標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售薑黃飲片檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 14.7、15.7 與 17.1 分鐘分別顯示薑黃飲片檢品中去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素、薑黃素的波峰(圖四)。去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素之分離率(R)分別為 53.2、3.37 和 3.45，拖尾因子(T)分別為 1.17、1.19 和 1.19，均在系統適用性要求內(表一)。



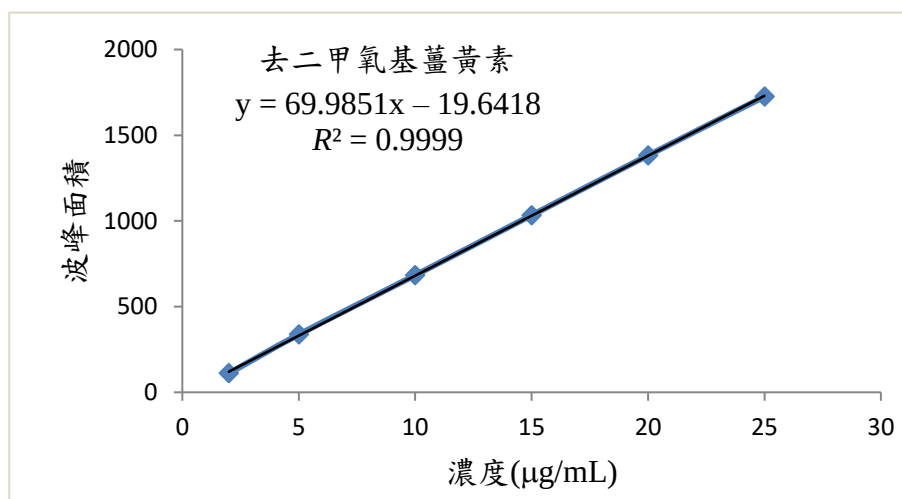
圖四、市售薑黃飲品檢品之 HPLC 層析圖

表一、標準品之分離率與拖尾因子

	去二甲氧基薑黃素	去甲氧基薑黃素	薑黃素
分離率(R)	53.2	3.37	3.45
拖尾因子(T)	1.17	1.19	1.19

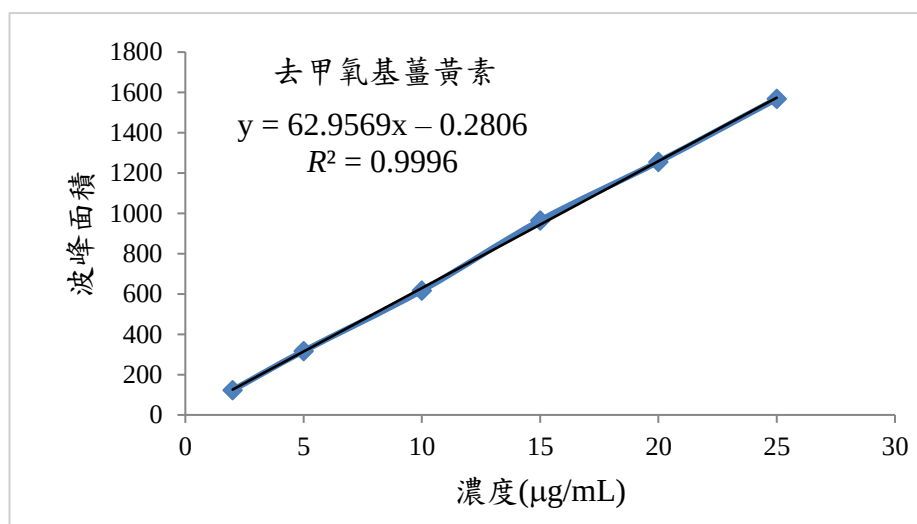
(三) 標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素與薑黃素檢量線

經不同濃度去二甲氧基薑黃素(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 $y = 69.9851x - 19.6418$ ， $R^2 = 0.9999$ ，顯示濃度在 2.0–25 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖五)。



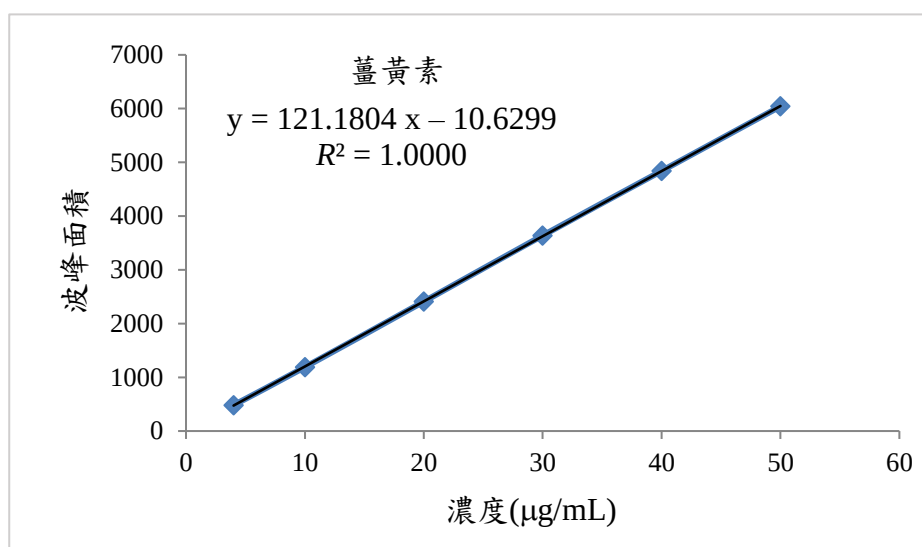
圖五、標準品去二甲氧基薑黃素之檢量線圖

經不同濃度去甲氧基薑黃素(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 $y = 62.9569x - 0.2806$ ， $R^2 = 0.9996$ ，顯示濃度在 2.0–25 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖六)。



圖六、標準品去甲氧基薑黃素之檢量線圖

經不同濃度薑黃素(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 $y = 121.1804x - 10.6299$ ， $R^2 = 1.0000$ ，顯示濃度在 4.0–50 µg/mL 有良好的線性關係(圖七)。



圖七、標準品薑黃素之檢量線圖

表二、去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素與薑黃素之檢量線方程式

對照標準品	濃度(µg/mL)	線性回歸方程式	R^2
去二甲氧基薑黃素	2.0–25	$y = 69.9851x - 19.6418$	0.9999
去甲氧基薑黃素	2.0–25	$y = 62.9569x - 0.2806$	0.9996
薑黃素	4.0–50	$y = 121.1804x - 10.6299$	1.0000

(四) 精密度試驗

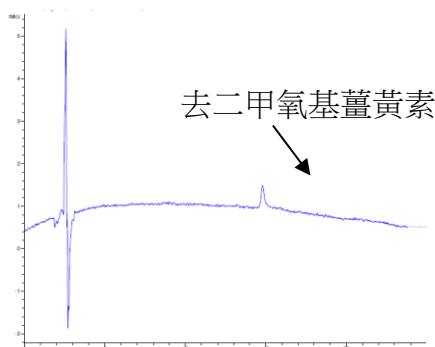
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素與薑黃素精密度之相對標準差分別為 0.57%、0.82% 與 0.60%，均在系統適用性要求內。

(五) 重複性與穩定性試驗

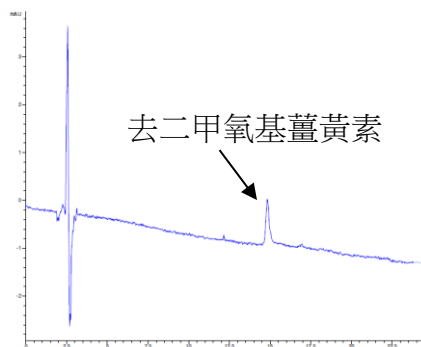
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素與薑黃素重複性之相對標準差分別為 1.03%、1.11% 與 0.99%，均在系統適用性要求內。去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素與薑黃素在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差分別為 0.97%、0.89% 與 0.80%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

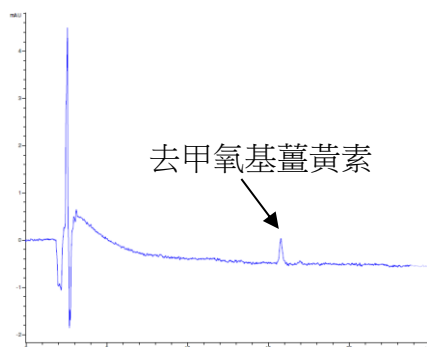
去二甲氧基薑黃素偵測極限為 0.1 $\mu\text{g/mL}$ (圖八)，定量極限為 0.2 $\mu\text{g/mL}$ (圖九)。去甲氧基薑黃素偵測極限為 0.1 $\mu\text{g/mL}$ (圖十)，定量極限為 0.2 $\mu\text{g/mL}$ (圖十一)。薑黃素偵測極限為 0.1 $\mu\text{g/mL}$ (圖十二)，定量極限為 0.2 $\mu\text{g/mL}$ (圖十三)。



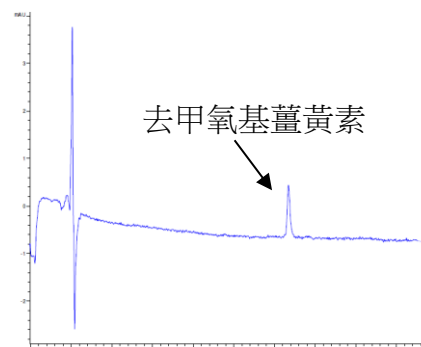
圖八、去二甲氧基薑黃素之偵測極限層析圖



圖九、去二甲氧基薑黃素之定量極限層析圖

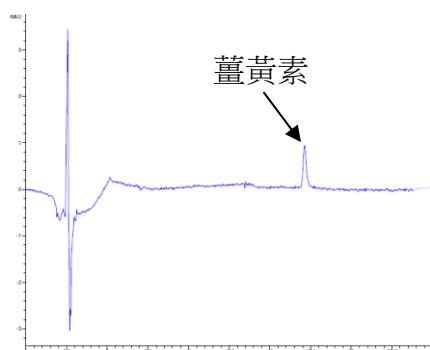


圖十、去甲氧基薑黃素之偵測極限



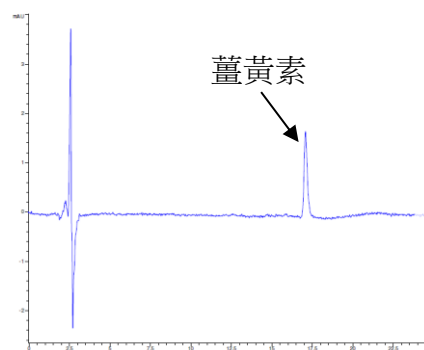
圖十一、去甲氧基薑黃素之定量極限

層析圖



圖十二、薑黃素之偵測極限層析圖

層析圖



圖十三、薑黃素之定量極限層析圖

表三、各項檢驗分析

檢測項目	去二甲氧基薑黃素		去甲氧基薑黃素		薑黃素	
	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)	濃度	R.S.D. (%)
精密度(n=5)	10 µg/mL	0.57	10 µg/mL	0.82	20 µg/mL	0.60
重複性(n=5)	檢品溶液 (No. 1)	1.03	檢品溶液 (No. 1)	1.11	檢品溶液 (No. 1)	0.99
穩定性(n=6)	檢品溶液 (No. 1)	0.97	檢品溶液 (No. 1)	0.89	檢品溶液 (No. 1)	0.80
偵測極限(n=1)	0.1 µg/mL	-	0.1 µg/mL	-	0.1 µg/mL	-
定量極限(n=1)	0.2 µg/mL	-	0.2 µg/mL	-	0.2 µg/mL	-

(七) 添加回收率試驗

去二甲氧基薑黃素平均添加回收率為 102.4%，相對標準偏差為 2.15% (表四)。去甲氧基薑黃素平均添加回收率為 100.1%，相對標準偏差為 2.29% (表五)。薑黃素平均添加回收率為 97.1%，相對標準偏差為 1.66% (表六)。

表四、去二甲氧基薑黃素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 1)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0502	0.423	0.30	0.726	101.0	102.35	2.15
2	0.0500	0.422	0.30	0.735	104.4		
3	0.0500	0.422	0.30	0.736	104.9		
4	0.0500	0.422	0.30	0.727	101.8		

5	0.0502	0.423	0.30	0.723	99.8		
---	--------	-------	------	-------	------	--	--

表五、去甲氧基薑黃素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 1)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0498	0.452	0.30	0.758	102.0	100.10	2.29
2	0.0499	0.453	0.30	0.759	102.2		
3	0.0500	0.454	0.30	0.748	98.2		
4	0.0498	0.452	0.30	0.755	100.9		
5	0.0500	0.454	0.30	0.745	97.1		

表六、薑黃素添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 1)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.0503	0.680	0.50	1.160	95.9	97.08	1.66
2	0.0500	0.676	0.50	1.153	95.4		
3	0.0499	0.675	0.50	1.170	98.9		
4	0.0503	0.680	0.50	1.173	98.6		
5	0.0500	0.676	0.50	1.159	96.6		

(八) 臺灣市售薑黃飲品含量測定

10 批薑黃飲品之含量測定結果(乾燥品)如表十所示，去二甲氧基薑黃素為 0.59–1.52%，去甲氧基薑黃素含量為 0.66–1.26%，薑黃素含量為 1.00–1.52%，總含量為 2.28–3.99%。建議薑黃藥材指標成分薑黃素的含量不得少於 1.0%或去二甲氧基薑黃素、去二甲氧基薑黃素與薑黃素總量不得少於 1.5%。理論板數按去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素與薑黃素波峰計算均應不低於 10,000 (實際值分別為 30,000、39,000 和 36,000)。

表七、臺灣市售薑黃檢品之標準品含量

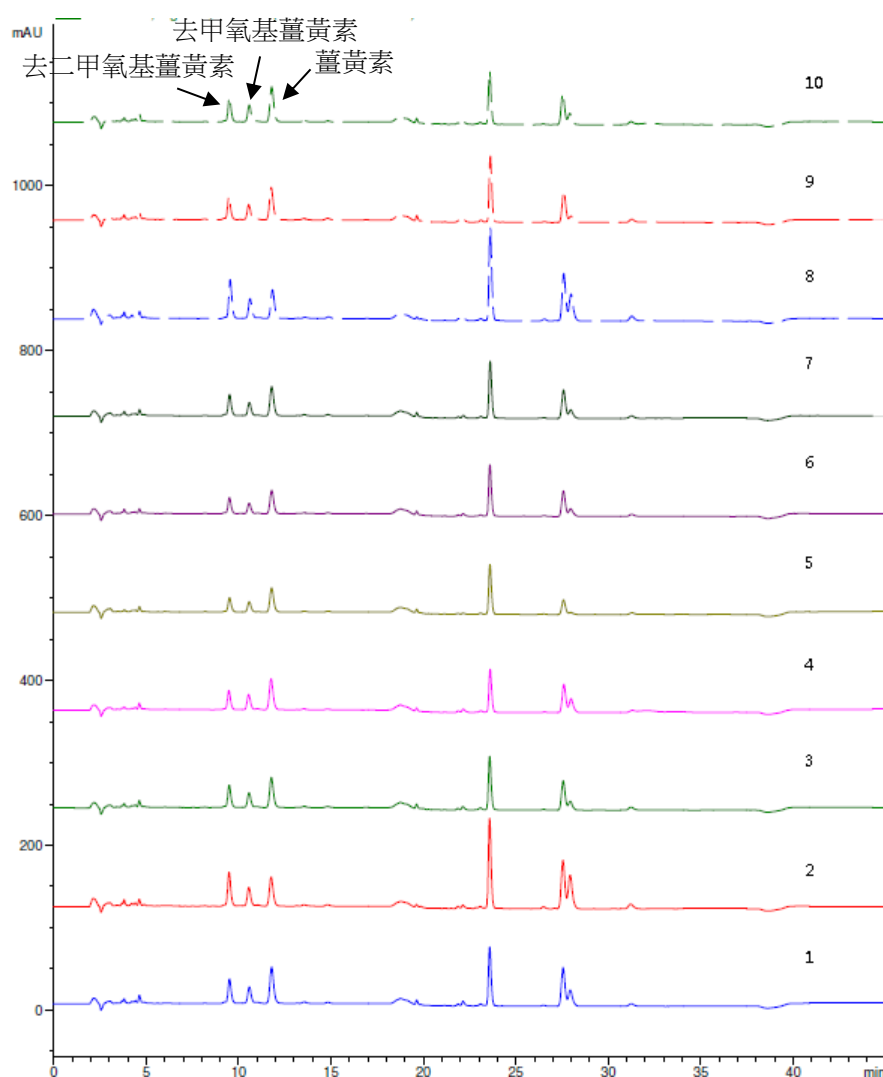
藥材編號 (No.)	標準品含量(%)			總量(%)
	去二甲氧基薑黃素	去二甲氧基薑黃素	薑黃素	
1 (NNA)	0.95	1.02	1.52	3.49
2 (NNB)	1.29	1.19	1.23	3.71
3 (NR1)	0.90	0.94	1.29	3.13
4 (NR2)	0.80	0.97	1.32	3.09
5 (NR4)	0.59	0.66	1.03	2.28
6 (SE2)	0.60	0.68	1.00	2.28
7 (SF2)	0.84	0.86	1.25	2.95
8 (SG)	1.52	1.26	1.21	3.99
9 (NJ)	0.92	0.97	1.39	3.28
10 (NFB)	1.00	1.06	1.50	3.56
平均值±S.D.	0.94±0.28	0.96±0.19	1.27±0.17	3.18±0.56

(九) 薑黃飲片之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售薑黃飲片檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Agilent ZORBAX SB-C18 Column (250 $\times$ 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：250 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：

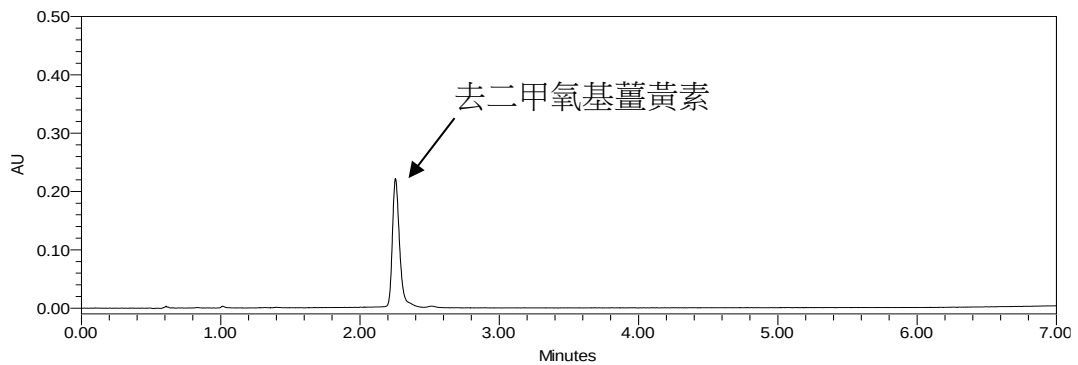
時間(min)	乙腈(%)	1%乙酸(v/v, %)
0	50	50
15	50	50
16	75	25
45	75	75



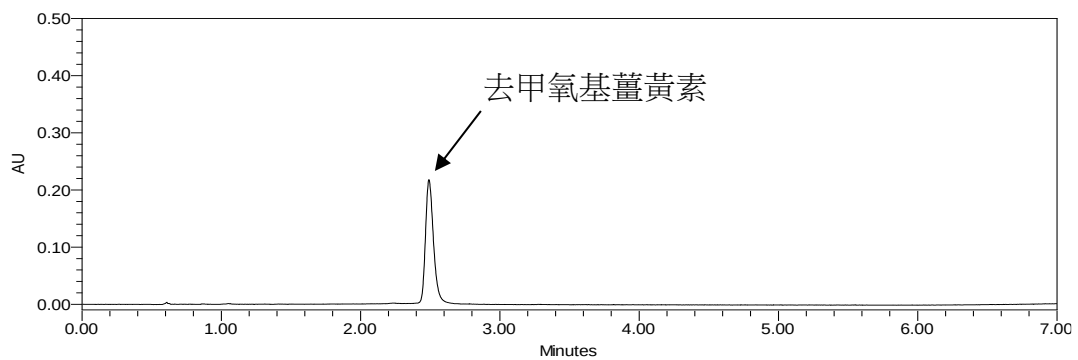
圖十四、10 批薑黃飲片之 HPLC 指紋圖譜

(十) 標準品去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素與薑黃素之 UPLC 層析

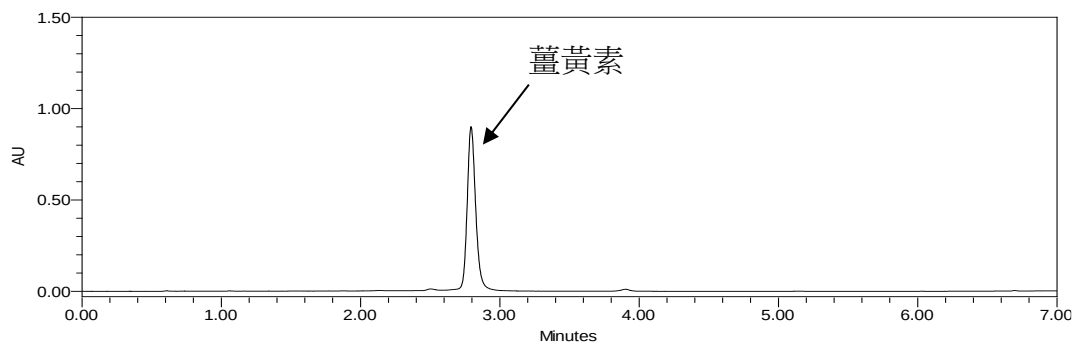
於滯留時間 2.25 分鐘顯示去二甲氧基薑黃素標準品的波峰(圖十五)。於滯留時間 2.49 分鐘顯示去甲氧基薑黃素標準品的波峰(圖十六)。於滯留時間 2.79 分鐘顯示薑黃素標準品的波峰(圖十七)。



圖十五、去二甲氧基薑黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖



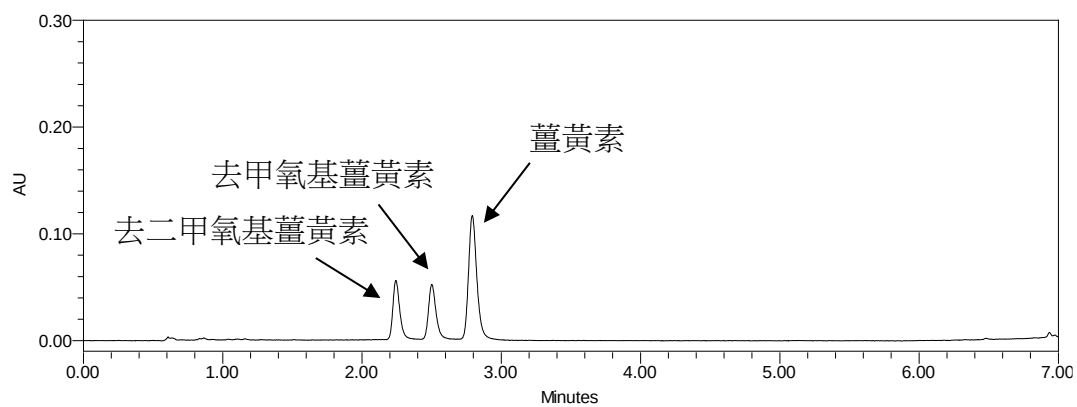
圖十六、去甲氧基薑黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖



圖十七、薑黃素標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十一) 市售薑黃飲品檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 2.24、2.50 和 2.79 分鐘分別顯示薑黃檢品中去二甲氧基薑黃素、去甲氧基薑黃素和薑黃素的波峰(圖十八)。



圖十八、市售薑黃飲品檢品之 UPLC 層析圖

薑黃

中文名：薑黃

生藥拉丁名：CURCUMAE LONGAE RHIZOMA

英文名：Turmeric Rhizome

基 原：本品為薑科 Zingiberaceae 植物薑黃 *Curcuma longa* L.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 15 mL，超音波振盪 30 分鐘，過濾，取濾液作為檢品溶液。
【萃取方法 2】(自行開發 1) ✓
——取本品粉末 0.2 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。
【萃取方法 3】(自行開發 2)
——取本品粉末 0.2 g，加乙醇 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 溶 液 取 薑 黃 素 (Curcumin) 、 去 甲 氧 基 薑 黃 素 (Demethoxycurcumin) 及 去 二 甲 氧 基 薑 黃 素 (Bisdemethoxycurcumin) 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)
——二氯甲烷：甲醇：冰乙酸 (9：1：0.1)
【展開劑 2】(臺灣中藥典第二版 2013)
——甲苯：乙酸乙酯：甲醇 (8：1：1)
【展開劑 3】(自行開發) ✓
——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (8：1：1)
- (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 層析板風乾後，置於主波長 365 nm 之紫外燈照射下檢視。

二、萃法選擇及濃度測試

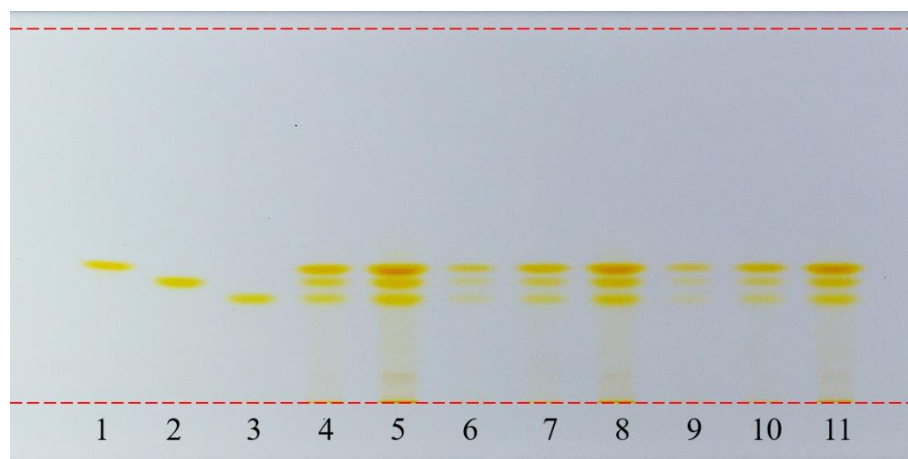
實驗日期：109/05/18

相對溼度(RH)：63%

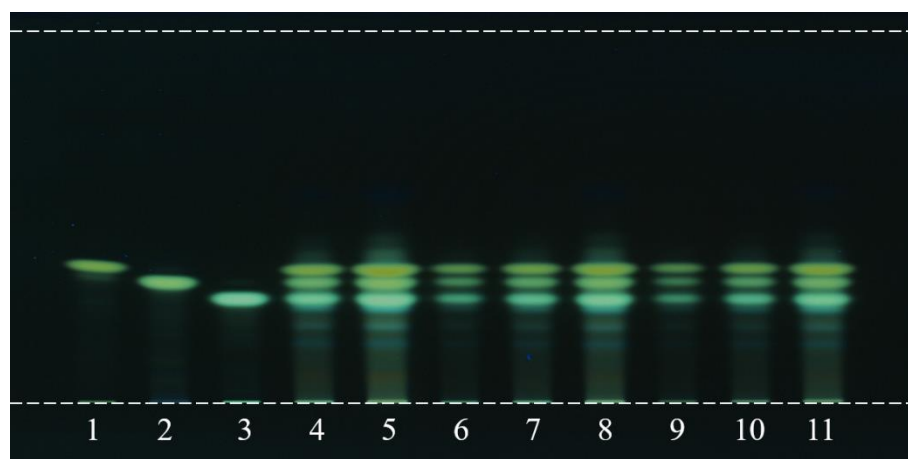
溫度(RT)：24.6 °C

【展開劑 3】 (自行開發)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (8：1：1)

—HPTLC 可見光檢出



—HPTLC 紫外光(365 nm)檢出



編號	名稱	點注量
1	薑黃素(1.0 mg/mL)	1 μ L
2	去甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	1 μ L
3	去二甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	1 μ L
4, 5	檢品溶液 1【萃取方法 1】	1, 2 μ L
6, 7, 8	檢品溶液 1【萃取方法 2】	1, 2, 5 μ L
9, 10, 11	檢品溶液 1【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薑黃素、去甲氧基薑黃素與去二甲氧基薑黃素，由於取樣少又操作簡易，故採用【萃取方法 2】。

建議點注量：薑黃素標準品溶液 1 μ L，去甲氧基薑黃素標準品溶液 1 μ L，去二甲氧基薑黃素標準品溶液 1 μ L，檢品溶液【萃取方法 2】2 μ L。

三、溶媒系統選擇

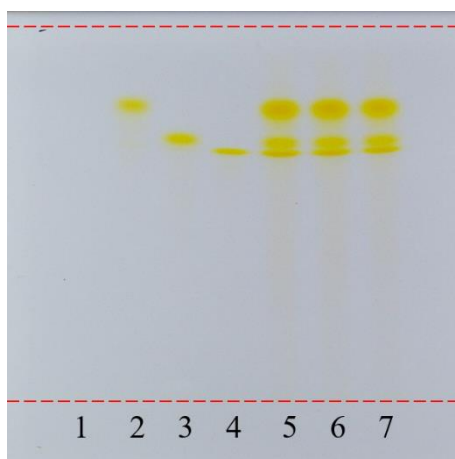
實驗日期：109/05/18

相對溼度(RH)：63%

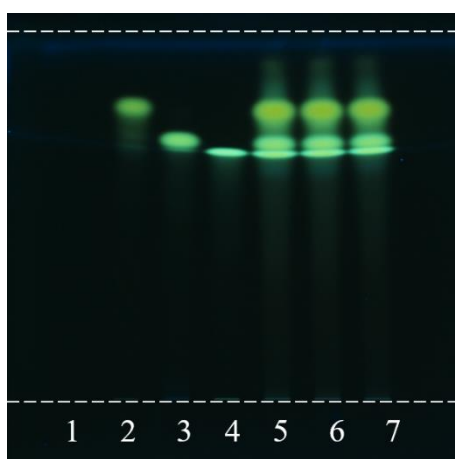
溫度(RT)：24.6 °C

【展開劑 1】(臺灣中藥典第三版 2018)——二氯甲烷：甲醇：冰乙酸 (9：1：0.1)

【萃取方法 2】(自行開發 1)——HPTLC 可見光檢出(薑黃素 R_f 值為 0.81，去甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.71，去二甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.68)

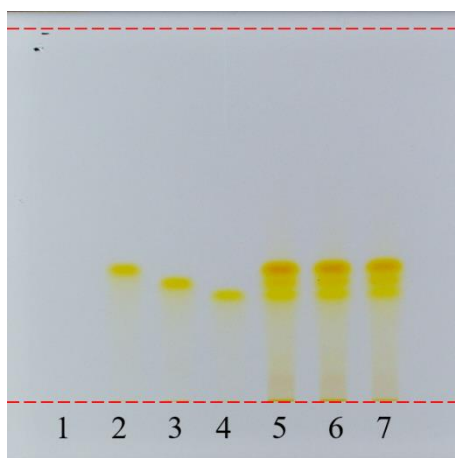


【萃取方法 2】(自行開發 1)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(薑黃素 R_f 值為 0.81，去甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.71，去二甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.68)

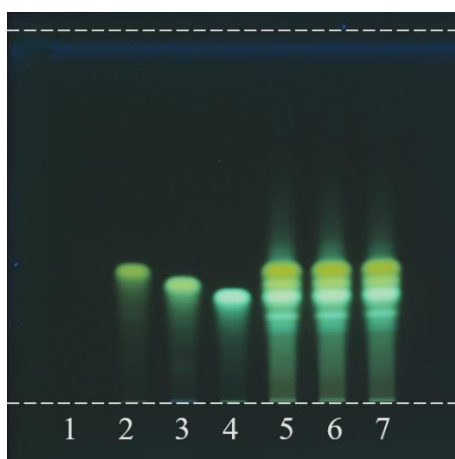


【展開劑 2】 (臺灣中藥典第二版 2013)——甲苯：乙酸乙酯：甲醇 (8：1：1)

【萃取方法 2】 (自行開發 1)——HPTLC 可見光檢出(薑黃素 R_f 值為 0.35，去甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.31，去二甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.28)

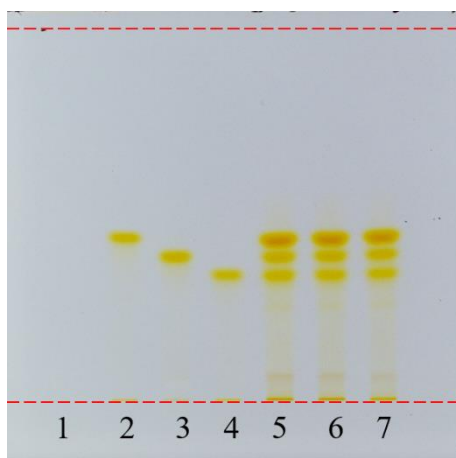


【萃取方法 3】 (自行開發 1)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(薑黃素 R_f 值為 0.35，去甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.31，去二甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.28)

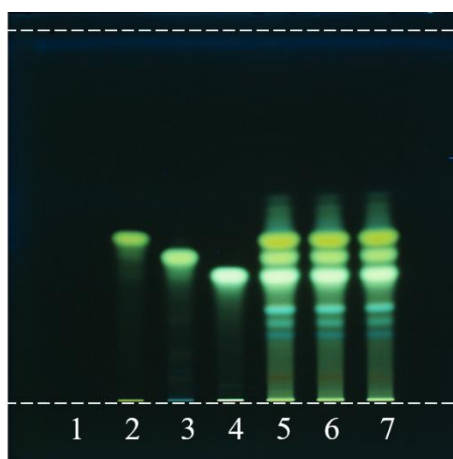


【展開劑 3】(自行開發)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (8：1：1) ✓

【萃取方法 3】(自行開發 1)——HPTLC 可見光檢出(薑黃素 R_f 值為 0.44，去甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.39，去二甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.34)



【萃取方法 3】(自行開發 1)——HPTLC 紫外光(365 nm)檢出(薑黃素 R_f 值為 0.44，去甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.39，去二甲氧基薑黃素 R_f 值為 0.34)



1：Blank

2：薑黃素

3：去甲氧基薑黃素

4：去二甲氧基薑黃素

5，6：檢品溶液 1

7：Spike

建議溶媒系統：以【萃取方法 2】及【展開劑 3】方式展開，分離效果較佳，故採用自行開發之【展開劑 3】。

四、觀察方式選擇

實驗日期：109/05/18

相對溼度(RH)：63%

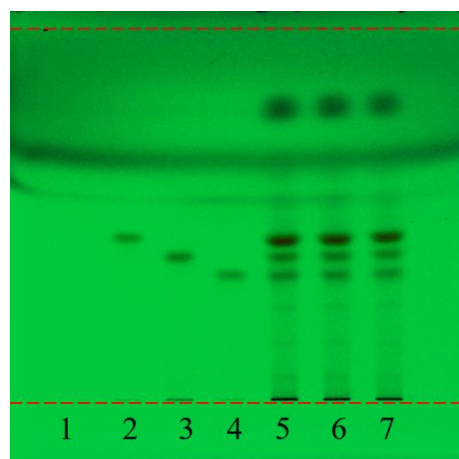
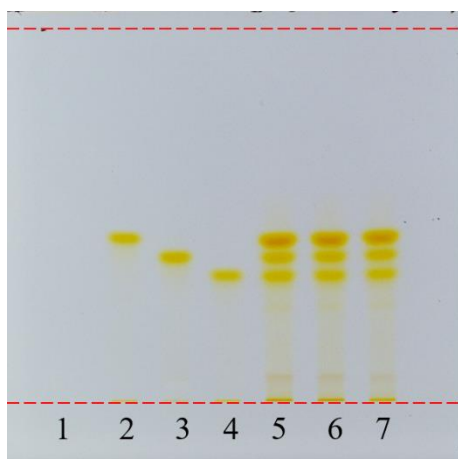
溫度(RT)：24.6 °C

【展開劑3】(自行開法)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (8：1：1)

【萃取方法3】(自行開發1) —HPTLC 【萃取方法3】(自行開發1) —

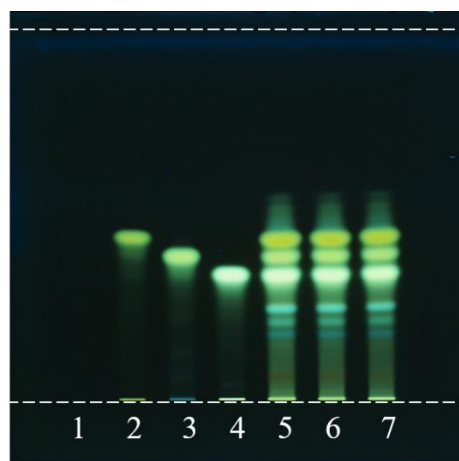
可見光檢出✓

HPTLC 紫外光(254nm)檢出



【萃取方法3】(自行開發1) —HPTLC

紫外光(365 nm)檢出✓



1：Blank

2：薑黃素

3：去甲氧基薑黃素
基薑黃素

4：去二甲氧

5，6：檢品溶液 1

7：Spike

建議觀察方式：於可見光及紫外光(365 nm)，有較明顯分離之條帶。

五、十批薑黃樣品檢測

實驗日期：109/05/18

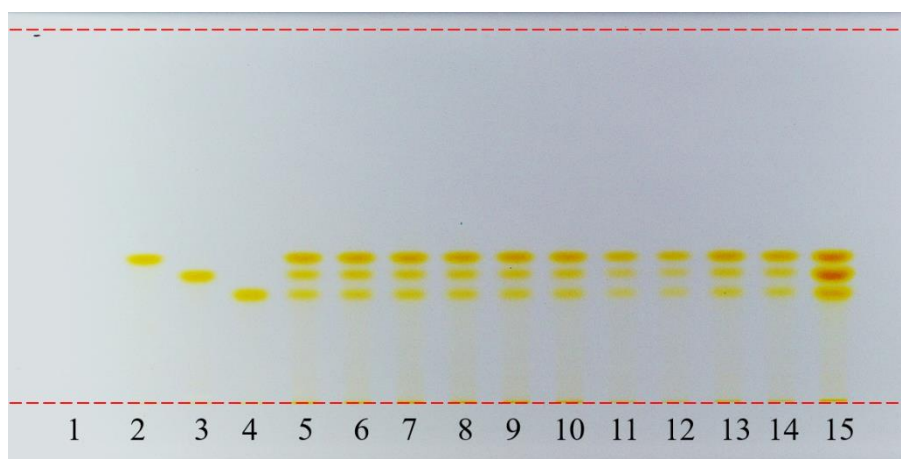
相對溼度(RH)：63%

溫度(RT)：24.6 °C

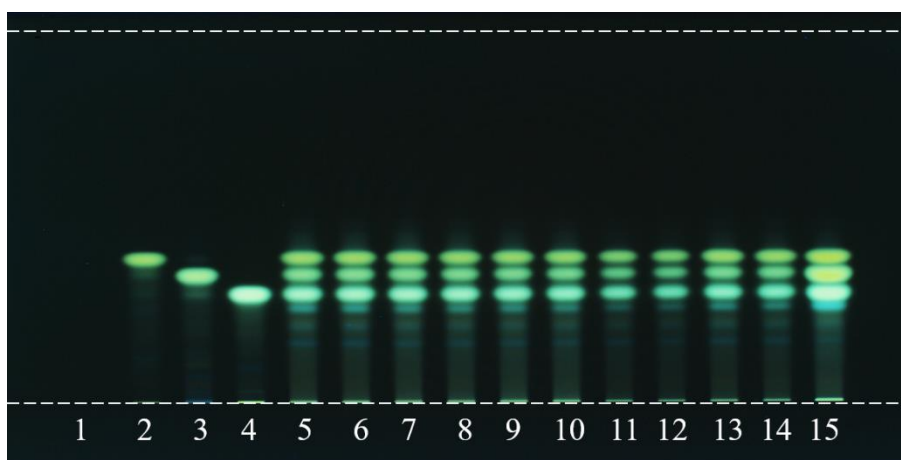
【展開劑 3】(自行開法)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (8：1：1)

【萃取方法 3】(自行開發 1) —— HPTLC

(1) 可見光檢出



(2) 紫外光(365 nm)檢出

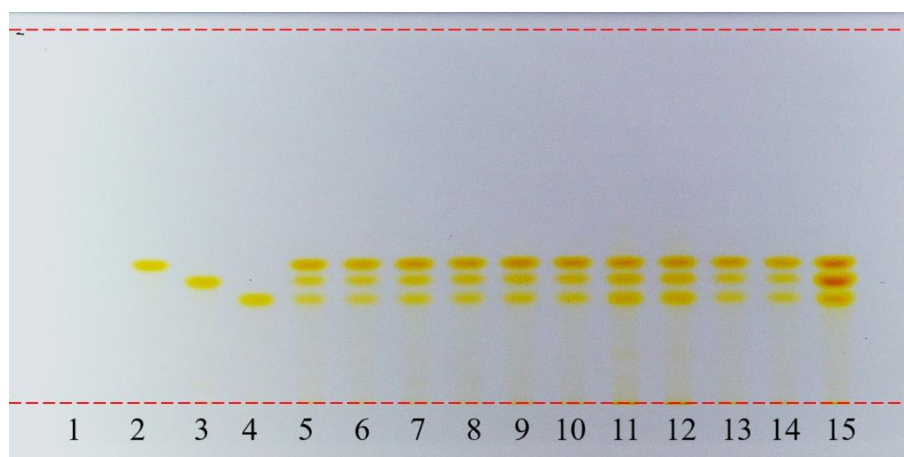


1	Blank	7, 8	檢品溶液 2 (NJ)
2	薑黃素(1.0 mg/mL)	9, 10	檢品溶液 3 (NN)
3	去甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	11, 12	檢品溶液 4 (CA)
4	去二甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	13, 14	檢品溶液 5 (CA2)
5, 6	檢品溶液 1 (NFB)	15	Spike (檢品溶液 1)

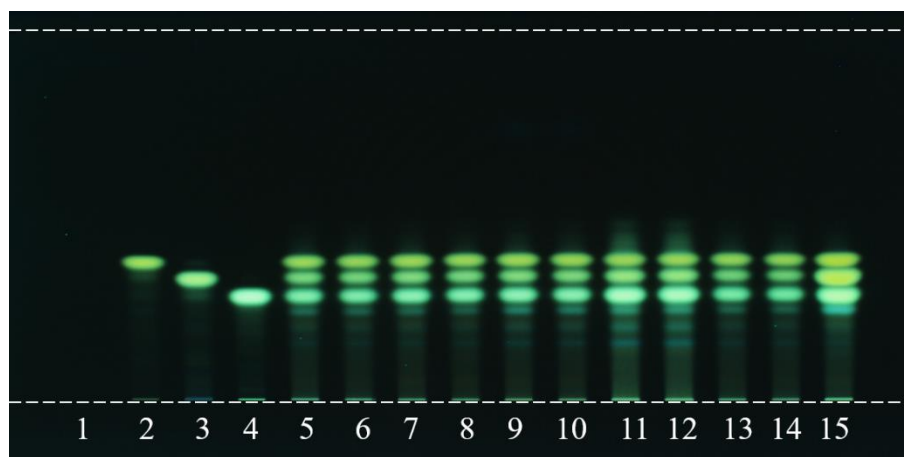
【展開劑 3】 (自行開法)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (8：1：1)

【萃取方法 3】 (自行開發 1) —— HPTLC

(1)可見光檢出



(2)紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	7, 8	檢品溶液 7 (SA)
2	薑黃素(1.0 mg/mL)	9, 10	檢品溶液 8 (SC)
3	去甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	11, 12	檢品溶液 9 (SUB)
4	去二甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	13, 14	檢品溶液 10 (SUC)
5, 6	檢品溶液 6 (CA3)	15	Spike (檢品溶液 1)

結論與建議：以自行開發之【萃取方法 2】方式，以自行開發之【展開劑 3】分離與檢出薑黃素、去甲氧基薑黃素及去二甲氧基薑黃素較佳，於可見光及紫外光(365 nm)下檢視較佳。

薑黃(飲片)

六、十批薑黃飲片樣品檢測

實驗日期：109/06/02

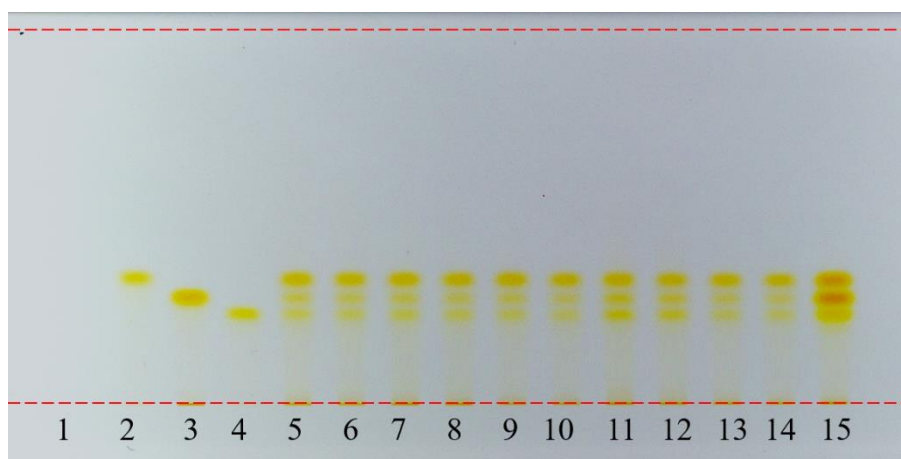
相對溼度(RH)：82%

溫度(RT)：26.6 °C

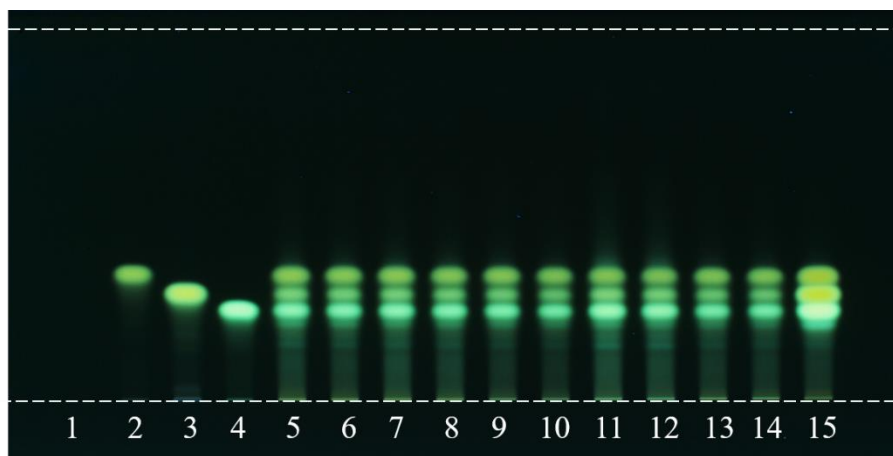
【展開劑3】(自行開法)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (8：1：1)

【萃取方法3】(自行開發1) —— HPTLC

(1) 可見光檢出



(2) 紫外光(365 nm)檢出

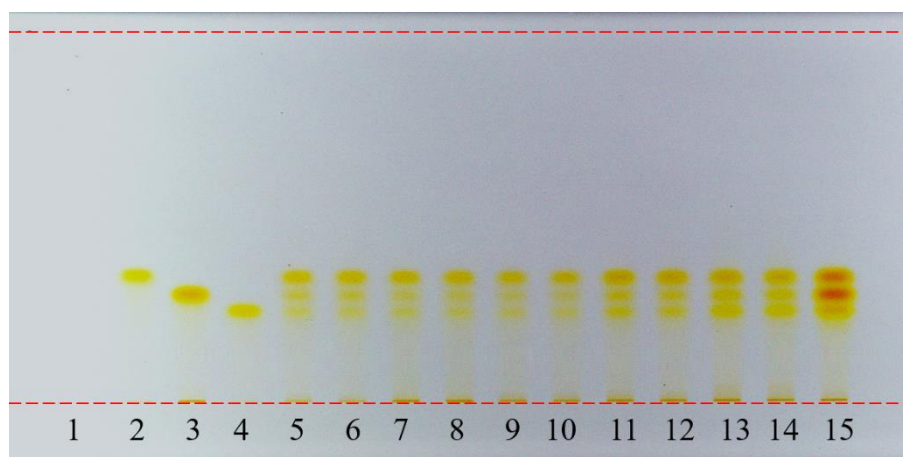


1	Blank	7, 8	檢品溶液 2 (NJ)
2	薑黃素(1.0 mg/mL)	9, 10	檢品溶液 3 (NNA)
3	去甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	11, 12	檢品溶液 4 (NNB)
4	去二甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	13, 14	檢品溶液 5 (NR1)
5, 6	檢品溶液 1 (NFB)	15	Spike (檢品溶液 1)

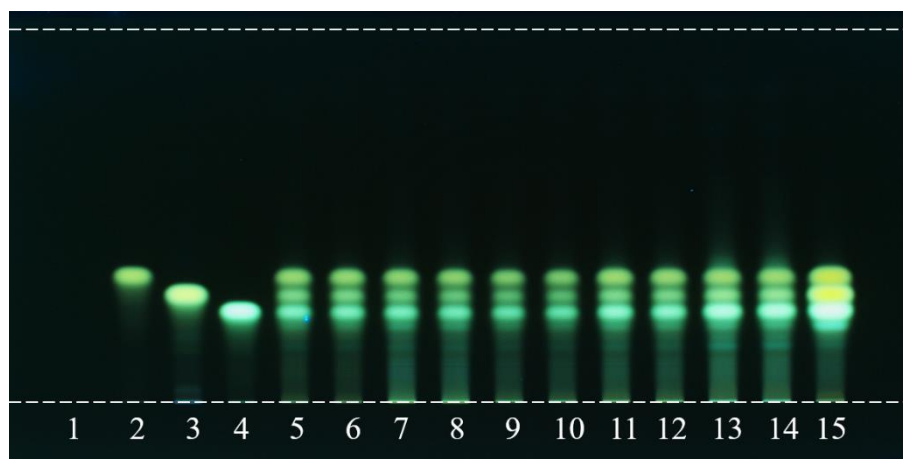
【展開劑 3】 (自行開法)——甲苯：乙酸乙酯：冰乙酸 (8：1：1)

【萃取方法 3】 (自行開發 1) ——HPTLC

(1)可見光檢出



(2)紫外光(365 nm)檢出



1	Blank	7，8	檢品溶液 7 (NR4)
2	薑黃素(1.0 mg/mL)	9，10	檢品溶液 8 (SE2)
3	去甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	11，12	檢品溶液 9 (SF2)
4	去二甲氧基薑黃素(1.0 mg/mL)	13，14	檢品溶液 10 (SG)
5，6	檢品溶液 6 (NR2)	15	Spike (檢品溶液 1)

結論與建議：飲片鑑別同藥材。