

桑寄生

(TAXILLI HERBA)

桑寄生 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

桑寄生 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

桑寄生 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

桑寄生 TLC

一、方法.....	31
二、萃法選擇及濃度測試.....	32
三、觀察方式選擇.....	33
四、十批桑寄生藥材樣品檢測.....	34
五、十批桑寄生飲片檢測.....	36

桑寄生

(TAXILLI HERBA)

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桑寄生的乾燥帶葉莖枝。

二、藥材性狀描述 (圖 1)

藥材名：桑寄生

生藥名：TAXILLI HERBA

英文名：Chinese Taxillus Twig

基原：桑寄生科 Loranthaceae 植物桑寄生 *Taxillus chinensis* (DC.) Danser 的乾燥帶葉莖枝。

採收加工：本品乾燥的帶葉莖枝入藥，常寄生於桑樹之上，於冬季至次年春天採收，除去粗莖後切段，乾燥或蒸後乾燥。

藥材性狀：本藥材為帶葉莖枝，莖枝呈圓柱形，表面粗糙呈棕褐色或紅褐色，具縱向細縱紋，並有多數細小的棕色突起狀皮孔，嫩枝頂端可見棕褐色絨毛；質地堅脆易折斷，折斷面不整齊，斷面的皮部呈紅褐色，木部顏色較淺呈淡棕色，髓部放射線明顯，髓部心小，顏色較深；葉片多為捲曲易脫落破碎，展平後呈卵形或橢圓形，頂端圓鈍，基部原型或寬楔形，革質，表面黃褐色或暗綠色，全緣，具短柄；幼葉披細絨毛，近革質而脆，易破碎；花果少見，破碎或易脫落；氣微，味淡微澀。

生長分佈：常綠寄生小灌木。花期 8~10 月。果期 9~10 月。寄生於多種樹上。主產於臺灣及中國福建、廣東、廣西、雲南等地。

三、藥材組織顯微鑑別(圖 2)

莖橫切面

1. 木栓層為 10 餘列木栓細胞，細胞壁略木化，細胞有的含棕色物。
2. 皮層狹窄，薄壁細胞含紅棕色物與澱粉粒。
3. 中柱鞘部位有石細胞群及纖維束，排列成環狀。
4. 韌皮部甚窄，散生有石細胞或石細胞群。
5. 維管束內形成層明顯。
6. 木質部髓線寬 1~4 列細胞，導管單個散列或 2~3 個聚集。
7. 髓部有石細胞群，石細胞內含草酸鈣方晶或棕色物。
8. 薄壁細胞含澱粉粒及紅棕色物。

葉橫切面

1. 上下表皮均有氣孔，細胞小，類長方形。
2. 上面柵狀組織的細胞較下面柵狀組織為長，排列整齊且緊密。
3. 中間為海綿組織，排列疏鬆，內含圓形草酸鈣簇晶。
4. 主脈上面隆起，下面突出，並立型維管束，上、下兩側均可見纖維束。
5. 薄壁細胞間含草酸鈣方晶的石細胞群。

四、藥材粉末顯微鑑別(圖 3)

1. 本品粉末為淡黃棕色。
2. 星狀毛淡黃色或黃棕色，單一散在或重疊連生，分枝多彎曲，末端漸尖，壁稍厚。偏光顯微鏡下呈亮橙黃色。
3. 木部纖維成束，較長，直徑達 30 μm ，壁較薄，孔溝稀疏。偏光顯微鏡下呈亮白色。
4. 草酸鈣簇晶類圓形，直徑 10~40 μm ，稜角多短鈍，散在或存在淡棕色薄壁細胞中。偏光顯微鏡下呈多彩狀。
5. 石細胞單個或數個成群，淡黃色，大小不等呈類方形或類圓形，偶有分枝，層紋清晰，少數孔溝明顯。偏光顯微鏡下呈亮黃色。
6. 可見有緣紋孔，階紋及螺紋導管。
7. 草酸鈣方晶較多，散在或多數存在於石細胞中，直徑 10~50 μm 。偏光顯微鏡下呈多彩狀。
8. 澱粉粒多單粒或數個聚集的複粒，類圓形，層紋與臍點皆不明顯。偏光顯微鏡下呈黑十字狀。



圖 1 桑寄生藥材圖

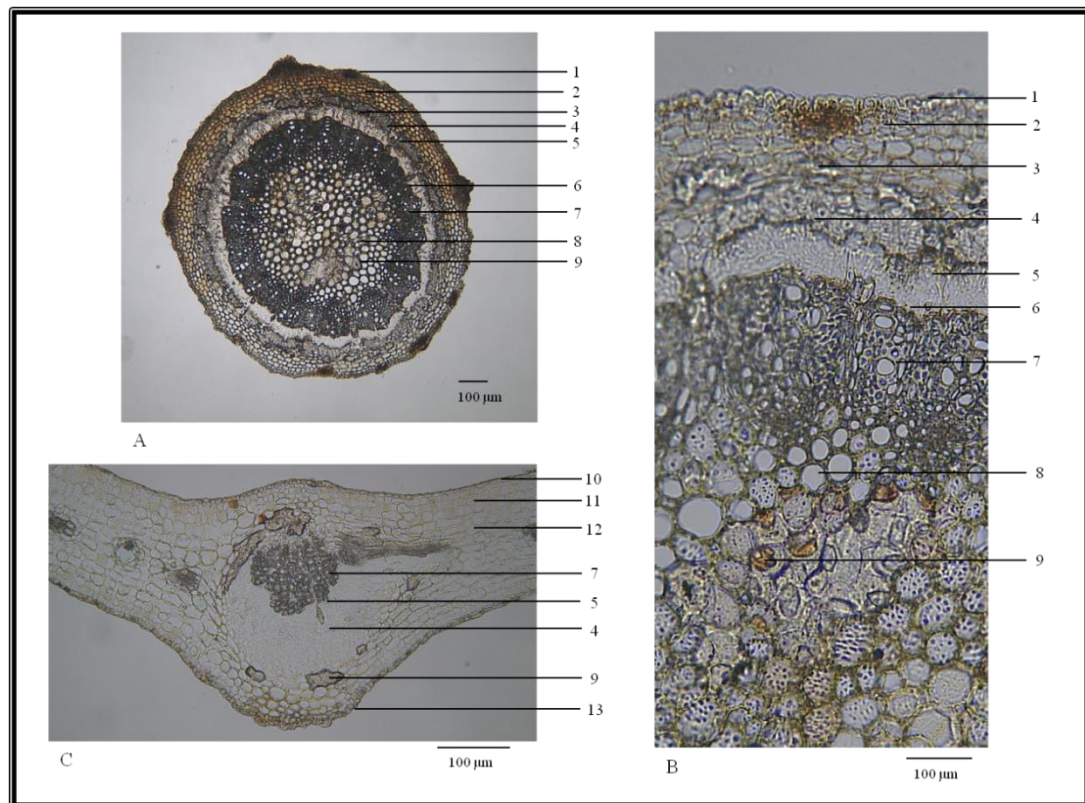


圖 2 桑寄生莖、葉橫切面顯微特徵圖

A. 莖橫切面圖 B. 莖局部組織放大圖 C. 葉橫切面圖

1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 中柱鞘維管束 5. 韌皮部 6. 形成層
7. 木質部 8. 髓 9. 石細胞群 10. 上表皮細胞 11. 柵欄組織 12. 海綿組織
13. 下表皮細胞

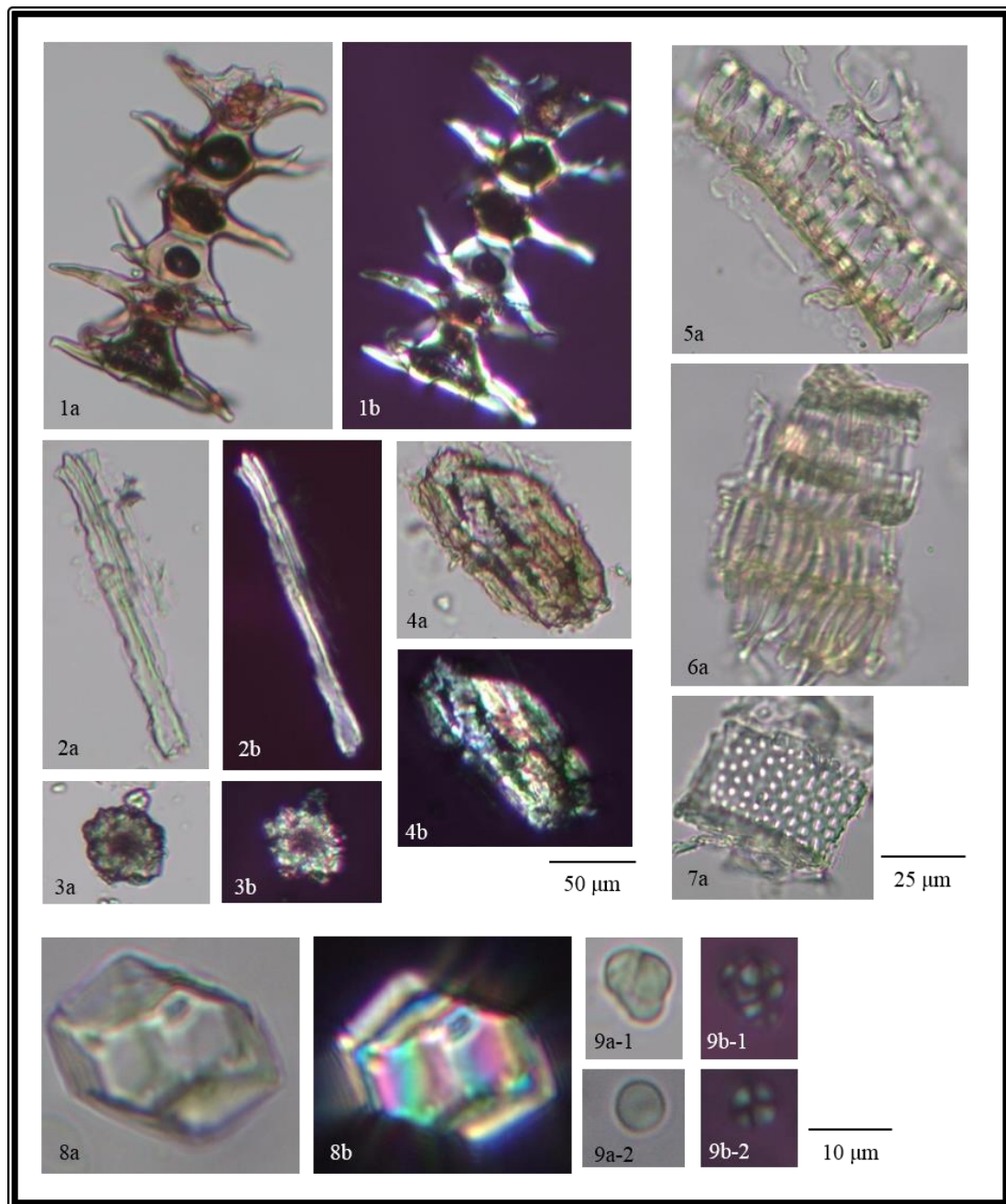


圖 3 桑寄生粉末顯微特徵圖

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

1. 星狀毛 2. 木纖維 3. 草酸鈣簇晶 4. 石細胞 5. 階紋導管 6. 螺紋導管
7. 有緣紋孔導管 8. 草酸鈣方晶 9. 澱粉粒(1 複粒 2 單粒)

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。125-126 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。126 頁。
3. 張永勳、何玉玲總編輯 (2013)。臺灣中藥典圖鑑。台北：衛生福利部。178 頁。
4. 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)。香港中藥材標準第三冊。香港：香港特別行政區政府衛生署中醫藥事務部。133-143 頁。
5. 文瑞良主編 (2001)。中藥材彩色顯微圖鑑。北京：中國醫藥科技出版社。208-209 頁。
6. 肖培根等編輯 (2001)。新編中藥志第三卷。北京：化學工業出版社。281-291 頁。
7. 徐國鈞、何宏賢、徐珞珊、金蓉鸞等編輯 (1996)。中國藥材學下冊。北京：中國醫藥科技出版社。1356-1358 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 2 冊。上海：上海科學技術出版社。605-610 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。396 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。280-281 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。430 頁。

桑寄生(TAXILLI HERBA)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店桑寄生藥材共 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 Phenomenex Kinetex XB-C18 Column (150 x 4.6 mm, 5 μ m)。

(二) UPLC 儀器及層析管柱

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

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

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

(二) 標準品

標準品槲皮苷(Quercitrin)購自於廣翊有限公司，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 0.5 g，置 50 mL 離心管中，準確加入甲醇、75%甲醇、50%甲醇、乙醇、75%乙醇和 50%乙醇各 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，搖勻再過濾(Syringe filter, 0.45 μ m)，即得。每針 10 μ L 注入高效液相層析儀(HPLC)，以所測得每克重量之標準品槲皮苷最大波峰面積為最佳桑寄生萃取溶媒。

(二) 最佳萃取次數評估

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.5 g，置 15 mL 離心管中，準確加入 50%甲醇 10 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)。取上清液轉移至 10 mL 定量瓶中，加入 50%甲醇至刻度，搖勻再過濾(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，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

準確稱取標準品槲皮苷 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含槲皮苷 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 25 $\mu\text{g/mL}$ 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.5 g，置 15 mL 離心管中，準確加入 50% 甲醇 10 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 20 mL 之定量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，搖勻再過濾(Syringe filter, PTFE 0.45 μm)，即得。

(五) 測定法

分別準確吸取標準品溶液、檢品溶液各 10 μL ，注入 HPLC，測定，用標準曲線計算溶液中槲皮苷的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取槲皮苷標準品儲備溶液適量(1000 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋製成含槲皮苷分別為 250、100、50、25、15、5.0、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 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

以槲皮苷濃度為 25 $\mu\text{g/mL}$ 之對照標準品溶液連續進樣 5 針，以槲皮苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售桑寄生粉末，依桑寄生檢品溶液製備方法平行製備 5 份桑寄生檢品溶液，進樣測定，以槲皮苷的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售桑寄生粉末，依桑寄生檢品溶液製備方法製備桑寄生檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以槲皮苷的波峰面積為指標，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

取已知槲皮苷含量的桑寄生藥材粉末 5 份，每份準確稱取約 0.25 g，分別加入 1 mL 的槲皮苷溶液(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：Phenomenex Kinetex XB-C18 Column (150 x 4.6 mm, 5 μm)
2. 檢測波長：UV 254 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(%)	0.5%醋酸(v/v, %)
0	10	90
3	10	90
5	13	87
20	20	80
21	100	0
25	100	0
26	10	90
30	10	90

(十二) 臺灣市售桑寄生含量測定

取 10 批市售桑寄生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 公式計算樣品槲皮苷的百分含量。

(十三) 桑寄生檢品之 UPLC 層析條件

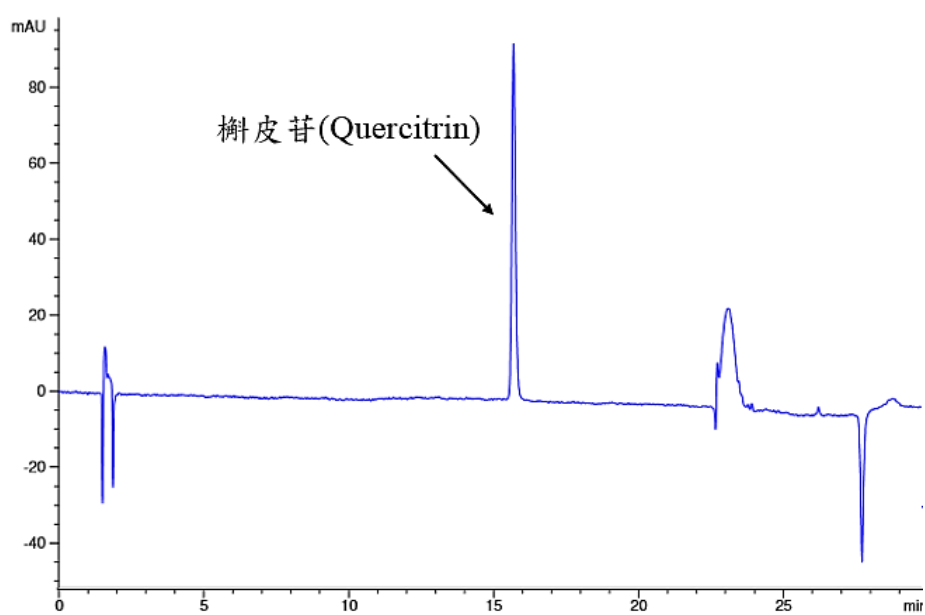
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μm)
2. 檢測波長：UV 254 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 °C
5. 注入量：1 μL
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.5%醋酸(v/v, %)
0	5	95
1	5	95
2	10	90
8	10	90
10	100	0

五、結果

(一) 標準品槲皮苷之 HPLC 層析

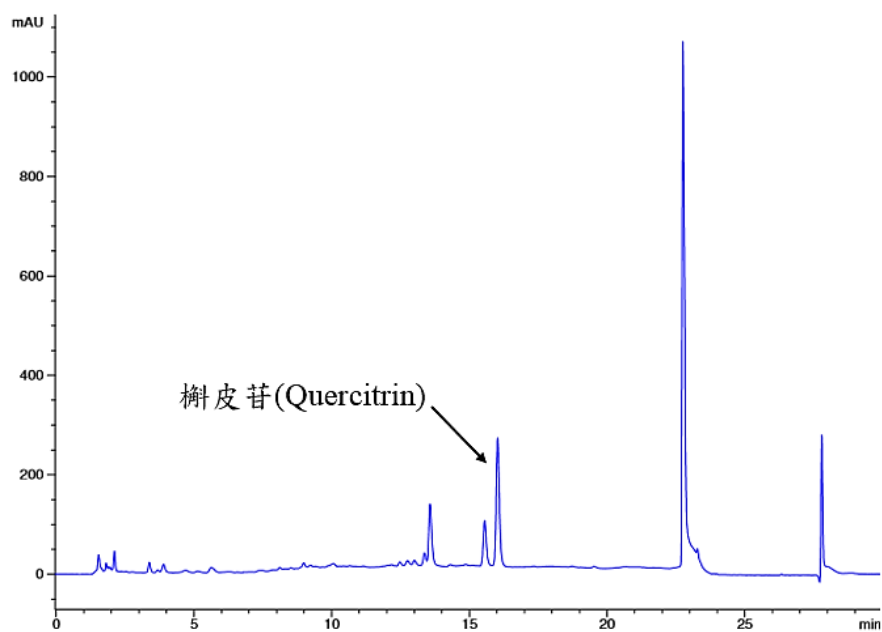
於滯留時間 15.7 分鐘處顯示槲皮苷標準品的波峰(圖一)。



圖一、槲皮苷標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售桑寄生檢品之 HPLC 層析

於滯留時間 15.7 分鐘顯示桑寄生檢品中槲皮苷的波峰(圖二)。分離率 (R) 為 2.19，托尾因子為 (T) 為 1.17，均在系統適用性要求內。



圖二、市售桑寄生檢品之 HPLC 層析圖

(三) 最佳萃取溶媒評估

以 50% 甲醇為溶媒時，每克藥材重量所得槲皮苷的波峰面積最大，顯示 50% 甲醇為最佳萃取溶媒。

表一、不同溶媒萃取比較

溶媒	波峰面積	最佳萃取
甲醇	6778.7	
75% 甲醇	6660.6	
50% 甲醇	12871.7	√
乙醇	3126.9	
75% 乙醇	9634.7	
50% 乙醇	8523.4	

(四) 最佳萃取次數評估

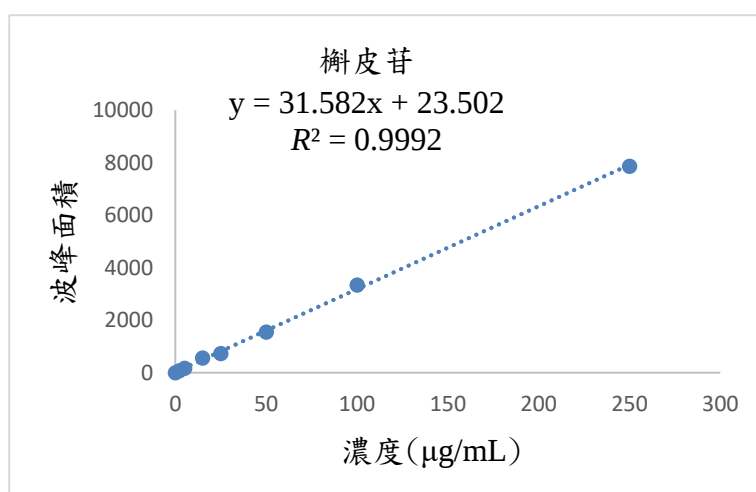
結果顯示萃取 2 次基本上已將槲皮苷萃取完全(萃取率 98%)。

表二、桑寄生檢品萃取次數評估

50% 甲醇萃取次數	槲皮苷波峰面積
第 1 次	5737.8
第 2 次	941.6
第 3 次	139.4

(五) 標準品槲皮苷檢量線

經不同濃度槲皮苷 (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 $y = 31.582x + 23.502$ ， $R^2 = 0.9992$ ，顯示濃度在 2.0–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、槲皮苷之檢量線圖

表三、槲皮苷之檢量線方程式

對照標準品	濃度($\mu\text{g/mL}$)	線性回歸方程式	R^2
槲皮苷	2.0–250	$y = 31.582x + 23.502$	0.9992

(六) 精密度試驗

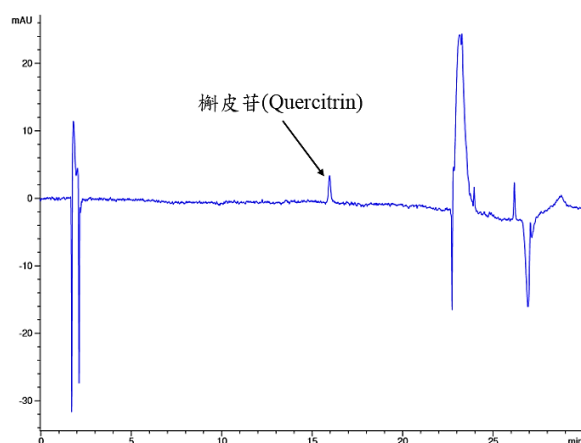
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，槲皮苷精密度之相對標準差為 1.58%，在系統適用性要求內。

(七) 重複性與穩定性試驗

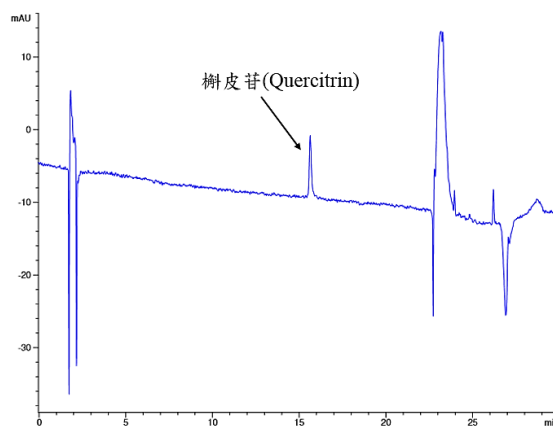
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，槲皮苷重複性之相對標準差為 4.29%，均在系統適用性要求內。槲皮苷在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差為 4.31%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(八) 偵測極限與定量極限試驗

槲皮苷偵測極限為 1.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 2.0 $\mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、槲皮苷之偵測極限層析圖



圖五、槲皮苷之定量極限層析圖

表四、各項檢驗分析

檢測項目	槲皮苷	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	25 µg/mL	1.58
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.5)	4.29
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.5)	4.31
偵測極限 (n=1)	1.0 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-

(九) 添加回收率試驗

槲皮苷平均添加回收率為 104.2%，相對標準偏差為 3.60%。

表五、槲皮苷添加回收率

編號	藥材稱重 (g) (No. 5)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.251	0.67	0.50	1.16	98.7	104.2	3.60
2	0.258	0.68	0.50	1.21	106.3		
3	0.257	0.68	0.50	1.23	108.9		
4	0.259	0.69	0.50	1.20	103.3		
5	0.254	0.67	0.50	1.19	103.6		

(十) 臺灣市售桑寄生含量測定

10 批桑寄生藥材之含量測定結果(乾燥品)如表四所示，槲皮苷含量為 0.02%–0.52%，建議桑寄生藥材指標成分槲皮苷的含量不得少於 0.02%。理論板數按槲皮苷波峰計算應不低於 10000 (實際值為 80000)。

表六、臺灣市售桑寄生檢品之槲皮苷含量

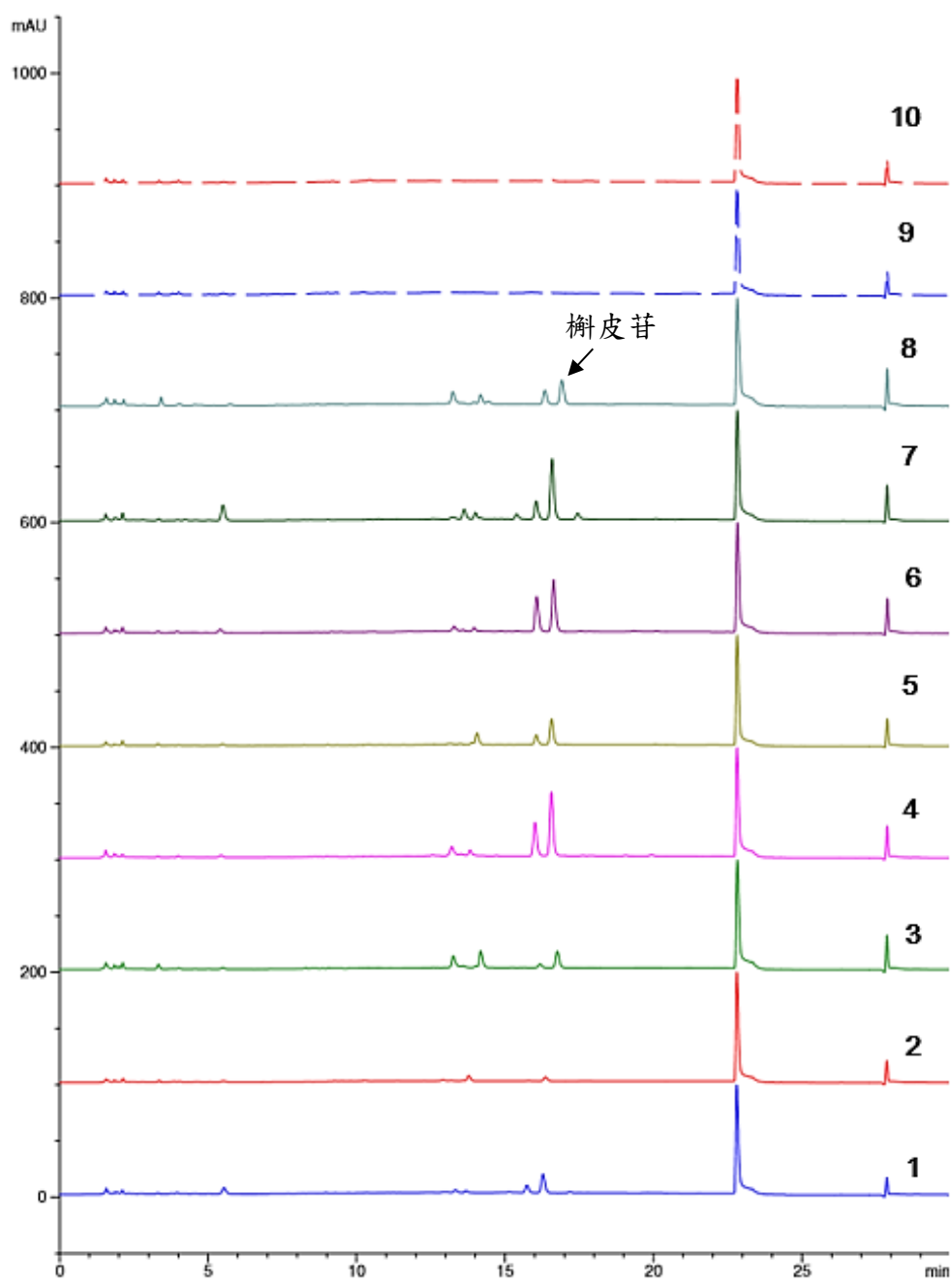
藥材編號(No.)	槲皮苷含量(%)	藥材編號(No.)	槲皮苷含量(%)
1 (NJ)	0.14	6 (CA)	0.44
2 (SG-2)	0.03	7 (NR)	0.52
3 (NB)	0.10	8 (SO)	0.13
4 (NI)	0.44	9 (NY)	0.02
5 (SG-1)	0.27	10 (NF)	0.02

(十一) 桑寄生藥材之 HPLC 指紋圖譜的建立

取 10 批市售桑寄生藥材檢品溶液各 10 μ L 進樣，進行 HPLC 指紋圖譜的測定。

1. 層析管：Phenomenex Kinetex XB-C18 Column (150 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 254 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：

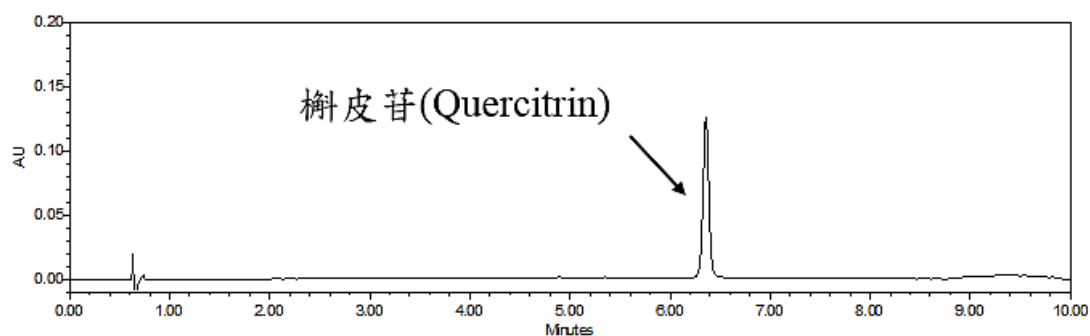
時間(min)	乙腈(%)	0.5%醋酸(v/v, %)
0	10	90
3	10	90
5	13	87
20	20	80
21	100	0
25	100	0
26	10	90
30	10	90



圖六、10 批桑寄生藥材之 HPLC 層析圖

(十二) 標準品槲皮苷之 UPLC 層析

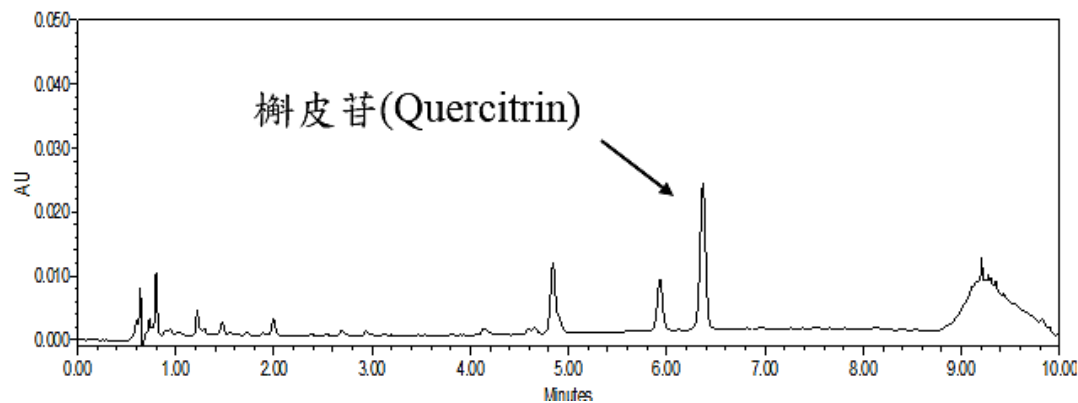
於滯留時間 6.4 分鐘處顯示槲皮苷標準品的波峰(圖七)。



圖七、槲皮苷標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十三) 市售桑寄生檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 6.4 分鐘顯示桑寄生檢品中槲皮苷的波峰(圖八)。

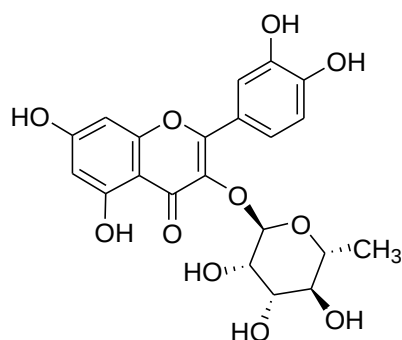


圖八、市售桑寄生檢品之 UPLC 層析圖

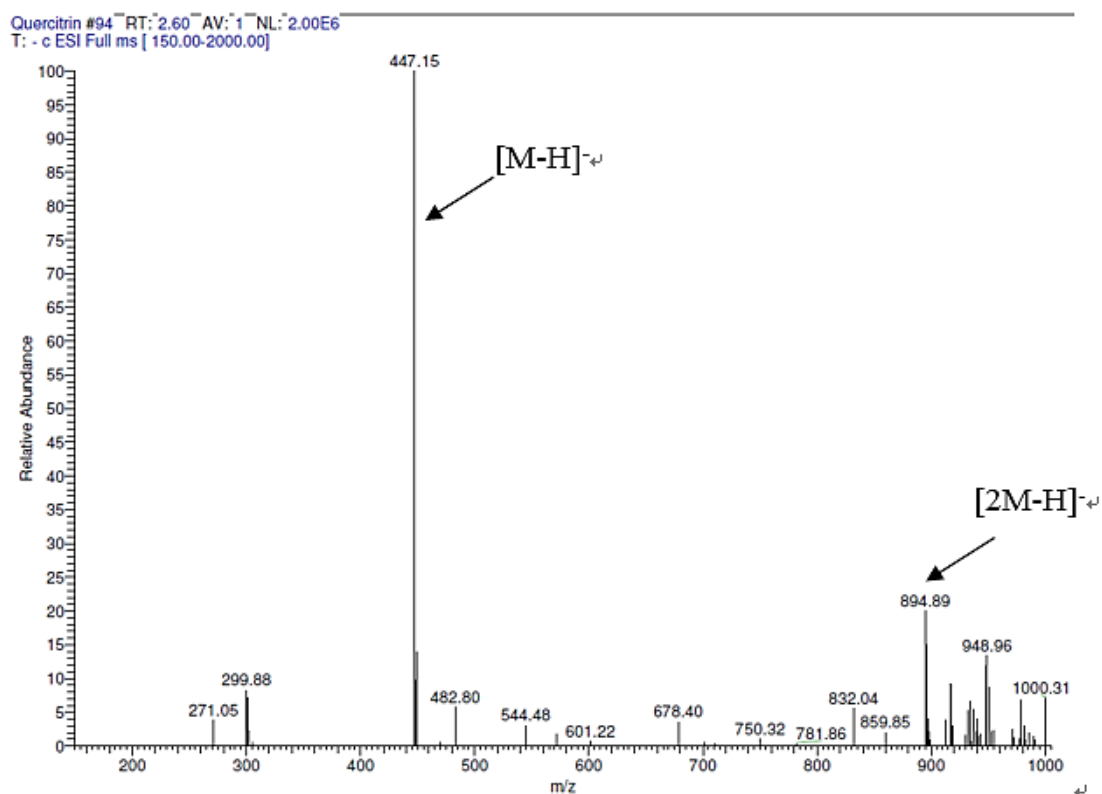
(十四) 槲皮苷的分子式、分子量與熔點

分子式： $C_{21}H_{20}O_{11}$ ；分子量：448.4；熔點：190–191 °C；黃色固體。

(十五) 槲皮苷的結構

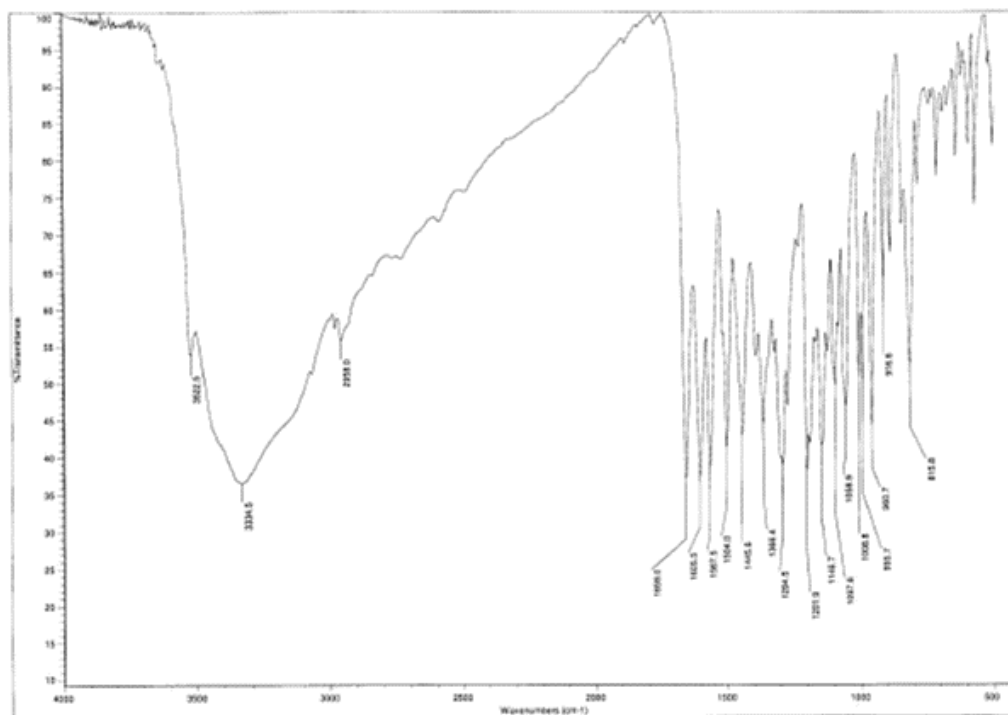


(十八) 槲皮苷的 ESI-MS 圖譜



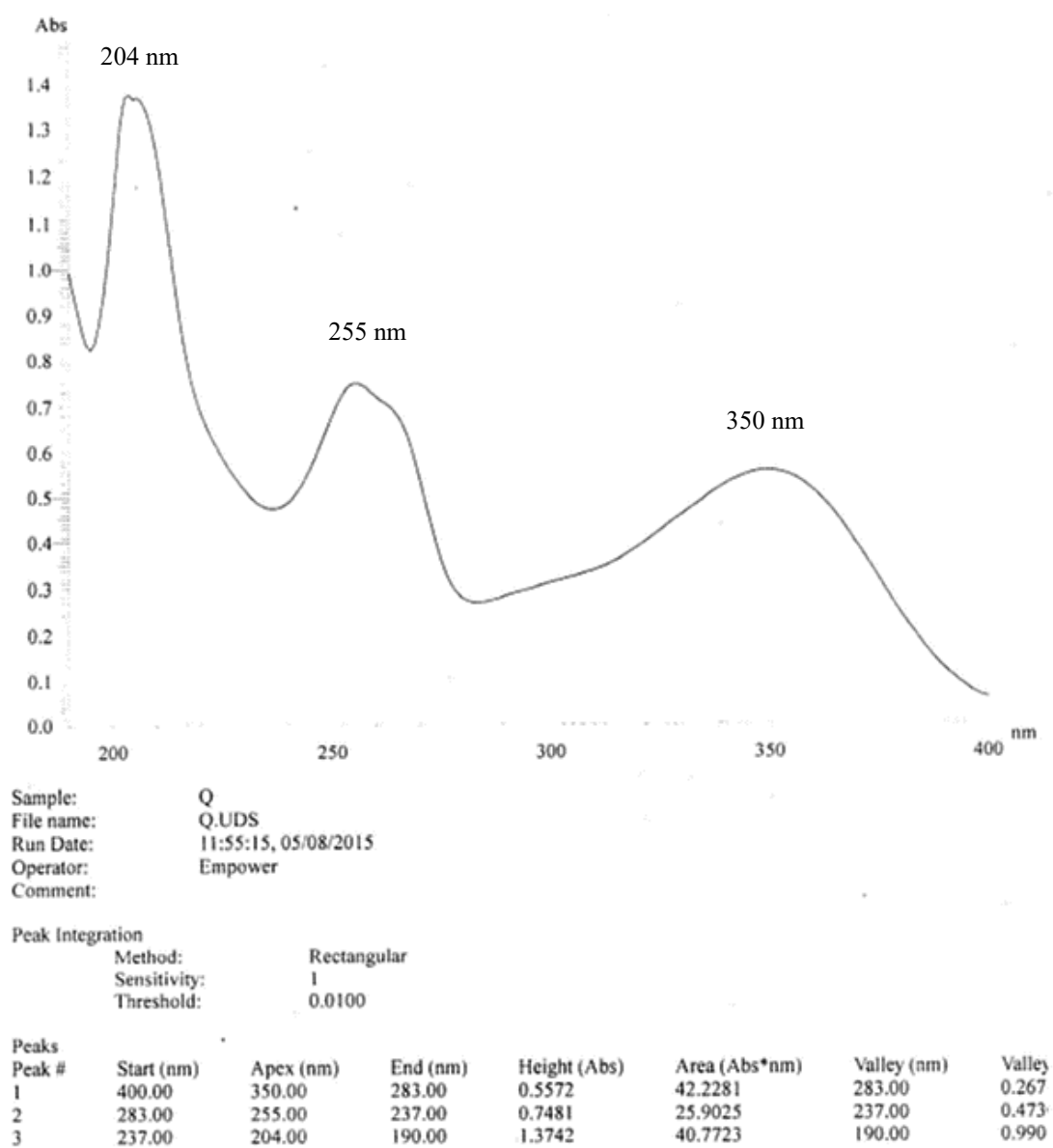
圖十一、槲皮苷的 ESI-MS 圖譜

(十九) 槲皮苷的 FTIR 圖譜



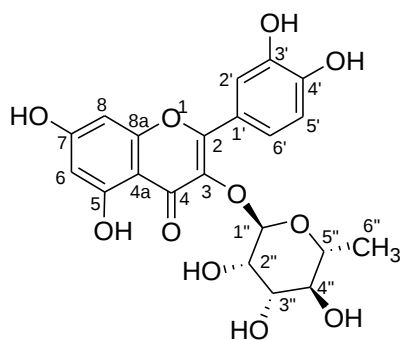
圖十二、槲皮苷的 FTIR 圖譜

(二十) 槲皮苷的 UV 圖譜



圖十三、槲皮苷的 UV 圖譜

(二十一) 槲皮苷的氫、碳化學位移



槲皮苷

表五、槲皮苷的氫、碳化學位移(CD₃OD)^a

position	δ_H (600 MHz)	δ_C (150 MHz)
2	-	159.3
3	-	136.2
4	-	179.7
4a	-	105.9
5	-	163.2
6	6.20 (d, 1.8)	99.8
7	-	165.9
8	6.37 (d, 1.8)	94.7
8a	-	158.5
1'	-	123.0
2'	7.33 (d, 1.8)	116.9
3'	-	146.9
4'	-	149.8
5'	6.90 (d, 8.4)	116.4
6'	7.30 (dd, 8.4, 1.8)	122.9
1''	5.34 (d, 1.2)	103.6
2''	4.21 (ds, 3.0, 1.2)	71.9
3''	3.74 (dd, 9.0, 3.0)	72.0*
4''	3.32–3.34 (m)	73.3
5''	3.39–3.43 (m)	72.1*
6''	0.93 (d, 6.0)	17.7

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

桑寄生飲片(TAXILLI RAMULUS)

一、材料

購自於臺灣各地中藥店桑寄生飲片共 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 Phenomenex Kinetex XB-C18 Column (150 x 4.6 mm, 5 μ m)。

(二) UPLC 儀器及層析管柱

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

三、實驗藥品及試劑來源

(一) 試劑

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

(二) 標準品

標準品槲皮苷(Quercitrin)購自於廣翊有限公司，純度 98%以上。

四、方法

(一) 最佳萃取溶媒評估

桑寄生飲片最佳萃取溶媒同桑寄生藥材。

(二) 最佳萃取次數評估

桑寄生飲片最佳萃取次數同桑寄生藥材。

(三) 對照標準品溶液

準確稱取標準品槲皮苷 1.0 mg，加 1 mL 的甲醇製成每 1 mL 含槲皮苷 1000 μ g/mL 的標準品儲備溶液，並以甲醇稀釋至 25 μ g/mL 製成對照標準品溶液。

(四) 檢品溶液

準確稱取本品粉末(過第 20 號篩網)約 0.5 g，15 mL 離心管中，準確加入 50%甲醇 10 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 20 mL 定量瓶中，加 50% 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槲皮苷的含量，即得。

(六) 檢量線

準確吸取槲皮苷標準品儲備溶液適量(1000 $\mu\text{g/mL}$)，以甲醇稀釋製成含槲皮苷分別為 250、100、50、25、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

以槲皮苷濃度為 25 $\mu\text{g/mL}$ 之標準品儲備液連續進樣 5 針，以槲皮苷的波峰面積為指標，求出相對標準差。

(八) 重複性與穩定性試驗

1. 重複性：取同一批市售桑寄生飲片粉末，依桑寄生飲片檢品溶液製備方法平行製備 5 份桑寄生飲片檢品溶液，進樣測定，以槲皮苷的含量(%)為指標，求出相對標準差。
2. 穩定性：取同一批市售桑寄生飲片粉末，依桑寄生飲片檢品溶液製備方法製備桑寄生飲片檢品溶液，分別在 0、2、4、8、16、24 小時進樣測定，以槲皮苷的波峰面積為指標，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

取已知槲皮苷含量的桑寄生飲片粉末 5 份，每份準確稱取約 0.25 g，分別加入 0.55 mL 的槲皮苷溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$)，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：Phenomenex Kinetex XB-C18 Column (150 x 4.6 mm, 5 μ m)
2. 檢測波長：UV 254 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(%)	0.5%醋酸(v/v, %)
0	10	90
3	10	90
5	13	87
20	20	80
21	100	0
25	100	0
26	10	90
30	10	90

(十二) 臺灣市售桑寄生飲片含量測

取 10 批市售桑寄生飲片依檢品溶液製備方法製備檢品溶液，取各 10 μ L 連續 3 針注入 HPLC，所得平均波峰面積依附錄 I 公式計算樣品槲皮苷的百分含量。

(十三) 桑寄生飲片檢品之 UPLC 層析條件

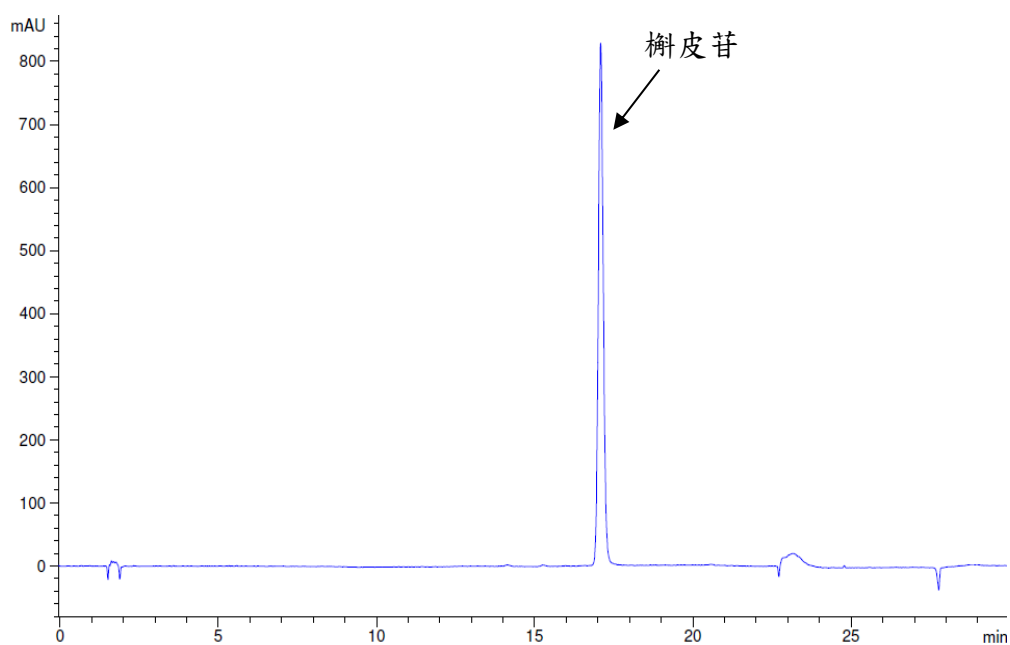
1. 層析管：Waters ACQUITY UPLC® BEH C18 Column (100 x 2.1 mm, 1.7 μ m)
2. 檢測波長：UV 254 nm
3. 流速：0.4 mL/min
4. 管柱溫度：25 $^{\circ}$ C
5. 注入量：1 μ L
6. 移動相：

時間(min)	乙腈(%)	0.5%醋酸(v/v, %)
0	5	95
1	5	95
2	10	90
8	10	90
10	100	0

五、結果

(一) 標準品槲皮苷之 HPLC 層析

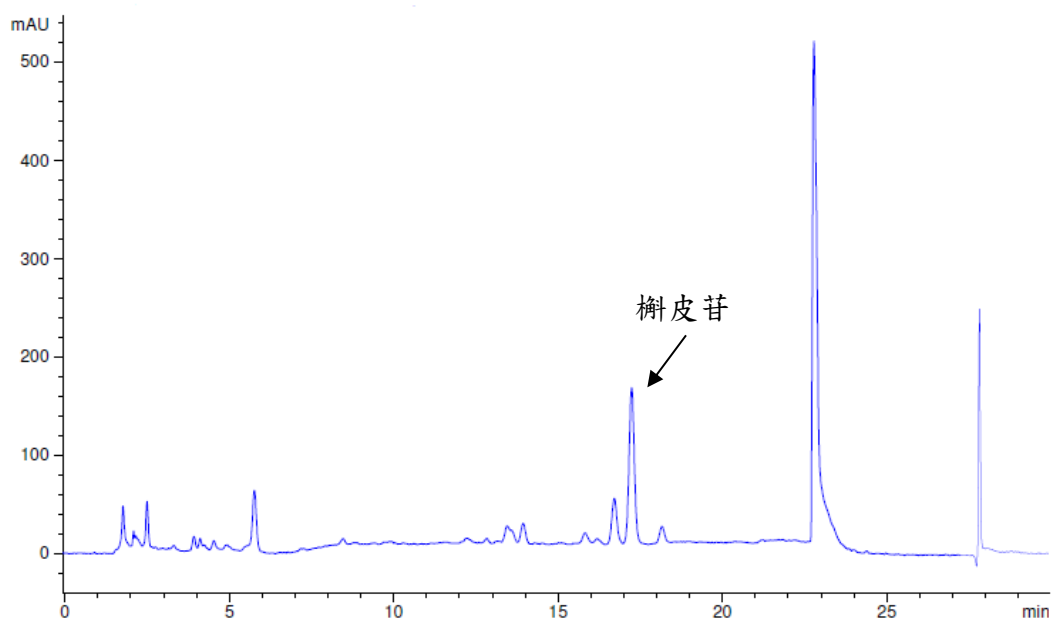
於滯留時間 17.1 分鐘處顯示槲皮苷標準品的波峰(圖一)。



圖一、槲皮苷標準品溶液之 HPLC 層析圖

(二) 市售桑寄生飲片檢品之 HPLC 層析

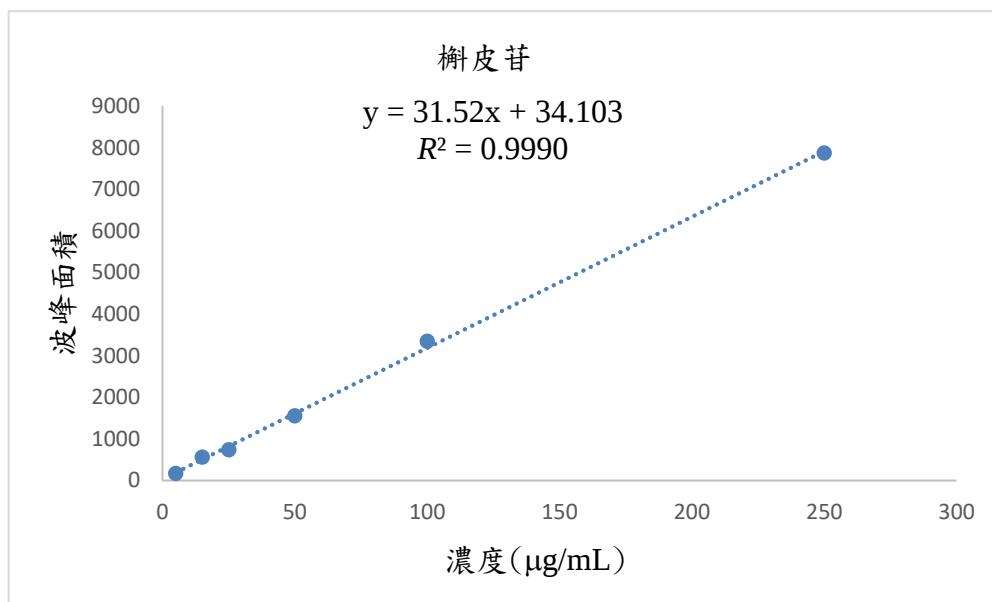
於滯留時間 17.2 分鐘處顯示桑寄生飲片檢品中槲皮苷的波峰(圖二)，分離率(R)為 1.756，托尾因子(T)為 1.025，均在系統適用性要求內。



圖二、市售桑寄生飲片檢品之 HPLC 層析圖

(三) 標準品槲皮苷檢量線

經不同濃度槲皮苷(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 $y = 31.52x + 34.103$ ， $R^2 = 0.9990$ ，顯示濃度在 5.0–250 $\mu\text{g/mL}$ 有良好的線性關係(圖三)。



圖三、槲皮苷之檢量線圖

表一、槲皮苷之檢量線方程式

對照標準品	濃度(μg/mL)	線性回歸方程式	R^2
槲皮苷	5.0–250	$y = 31.52x + 34.103$	0.999

(四) 精密度試驗

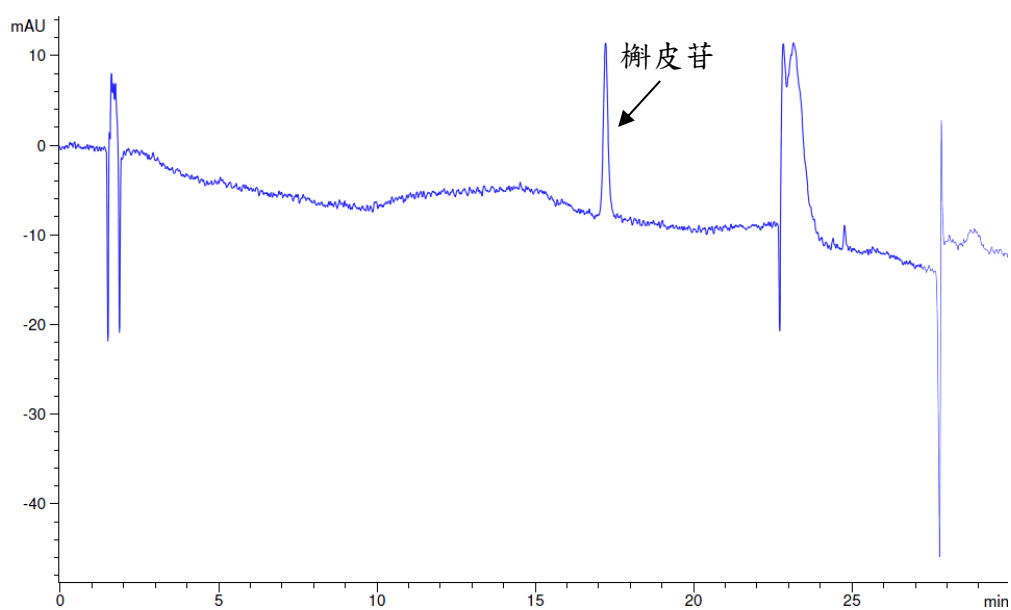
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的精密度良好，槲皮苷精密度之相對標準差為 0.54%，在系統適用性要求內。

(五) 重複性與穩定性試驗

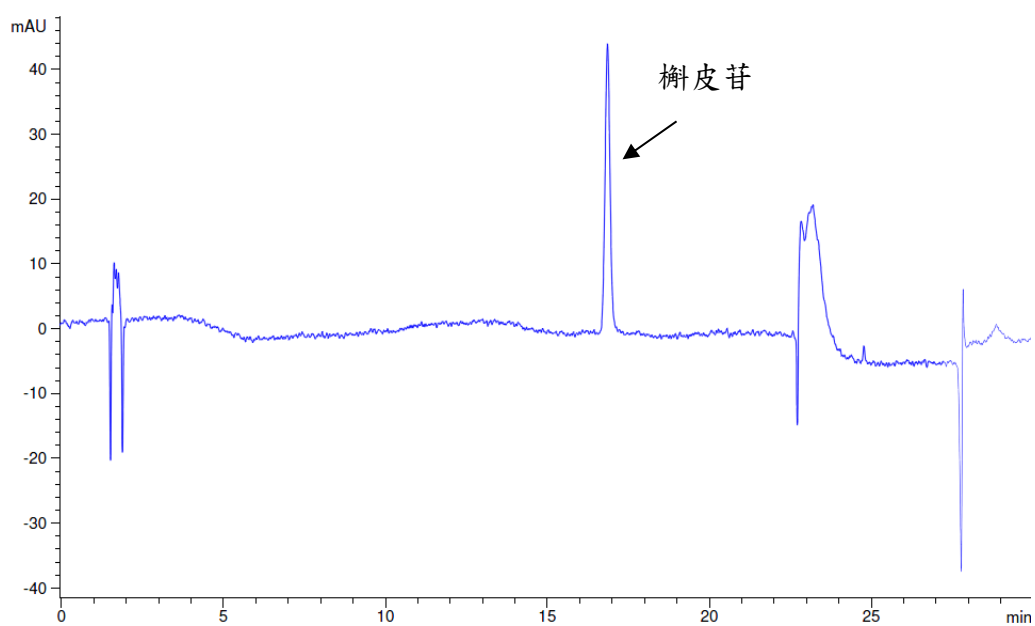
實驗結果顯示，利用 HPLC 定量條件的重複性良好，槲皮苷重複性之相對標準差為 1.97%，在系統適用性要求內。槲皮苷在 24 小時內穩定，穩定性之相對標準差為 3.41%，變化差異小，若所有樣品處理都在 24 小時內完成，則無太大差異。

(六) 偵測極限與定量極限試驗

槲皮苷偵測極限為 $1.0\ \mu\text{g/mL}$ (圖四)，定量極限為 $2.0\ \mu\text{g/mL}$ (圖五)。



圖四、槲皮苷之偵測極限層析圖



圖五、槲皮苷之定量極限層析圖

表二、各項檢驗分析

檢測項目	槲皮苷	
	濃度	R.S.D. (%)
精密度 (n=5)	25 µg/mL	0.54
重複性 (n=5)	檢品溶液(No.10)	1.97
穩定性 (n=6)	檢品溶液(No.10)	3.41
偵測極限 (n=1)	1.0 µg/mL	-
定量極限 (n=1)	2.0 µg/mL	-

(七) 添加回收率試驗

槲皮苷平均添加回收率為 108.4%，相對標準偏差為 0.77%。

表三、槲皮苷添加回收率

編號	藥材稱重(g) (No. 10)	含有量 (mg)	加入量 (mg)	測得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	R.S.D. (%)
1	0.2576	0.59	0.55	1.15	102.1	108.36	0.77
2	0.2527	0.58	0.55	1.17	107.3		
3	0.2558	0.59	0.55	1.18	108.3		
4	0.2508	0.57	0.55	1.17	108.6		
5	0.2612	0.60	0.55	1.20	109.3		

(八) 臺灣市售桑寄生飲片含量測定

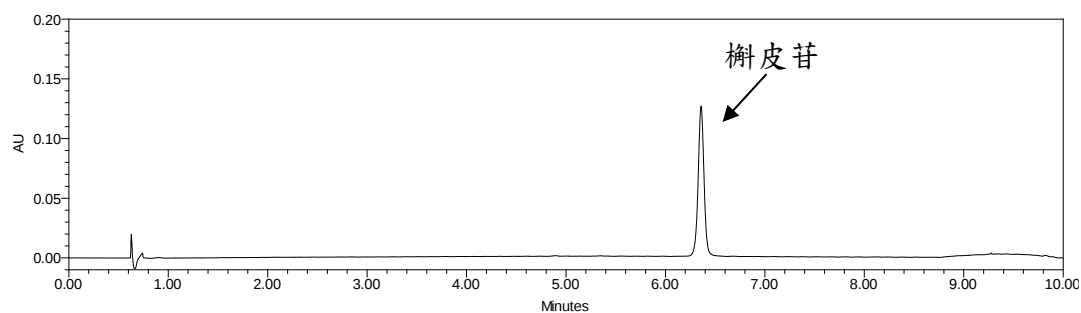
10 批桑寄生飲片之含量測定結果(乾燥品)如表六所示，槲皮苷含量為 0.04%–0.43%。建議桑寄生飲片指標成分槲皮苷的含量不得少於 0.02%。建議理論板數按槲皮苷波峰計算應不低於 10000 (實際值為 77987)。

表四、臺灣市售桑寄生飲片檢品之槲皮苷含量

藥材編號(No.)	槲皮苷含量(%)	藥材編號(No.)	槲皮苷含量(%)
1 (NJ)	0.15	6 (NF)	0.05
2 (SG-2)	0.04	7 (SUA)	0.06
3 (NB)	0.14	8 (NJA)	0.04
4 (SG-1)	0.27	9 (NRA)	0.43
5 (SO)	0.11	10 (SGA)	0.26

(九) 標準品槲皮苷之 UPLC 層析

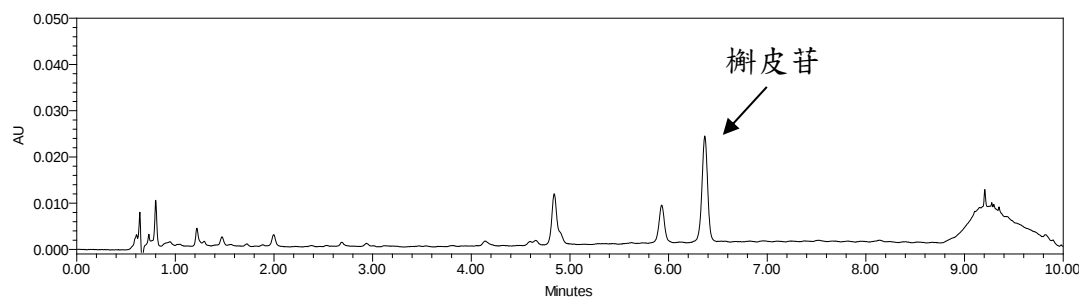
於滯留時間 6.4 分鐘處顯示槲皮苷標準品的波峰(圖六)。



圖六、槲皮苷標準品溶液之 UPLC 層析圖

(十) 市售桑寄生飲片檢品之 UPLC 層析

於滯留時間 6.4 分鐘處顯示桑寄生飲片檢品中槲皮苷的波峰(圖七)。



圖七、市售桑寄生飲片檢品之 UPLC 層析圖

桑寄生

生藥名：TAXILLI RAMULUS

英文名：Chinese Taxillus Twig

基 原：本品為桑寄生科 Loranthaceae 植物桑寄生 *Taxillus chinensis* (DC.) Danser 之乾燥帶葉莖枝。

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 2.0 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。
【萃取方法 2】(香港中藥材標準第三冊)
——取本品粉末 5.0 g，加 50% 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 3】(修飾香港中藥材標準第三冊)
——取本品粉末 5.0 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。
- (二) 對照標準品 取槲皮苷(Quercitrin)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】(修飾臺灣中藥典第三版 2018；修飾香港中藥材標準第三冊) ✓
——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)
- (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 365 nm 之紫外燈照射下檢視。

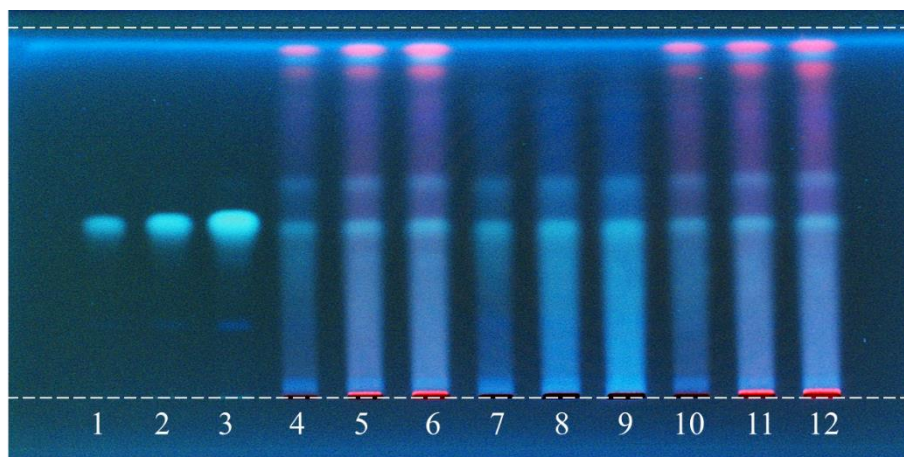
二、萃法選擇及濃度測試

實驗日期：107/03/22

相對溼度(RH)：31%

溫度(RT)：24 °C

【展開劑】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)



編號	名稱	點注量
1, 2, 3	槲皮苷(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槲皮苷，故維持臺灣中藥典第三版 2018 之萃法，選擇【萃取方法 1】。

建議點注量：槲皮苷標準品溶液 1 μ L，檢品溶液【萃取方法 1】8 μ L。

三、觀察方式選擇

實驗日期：107/03/23

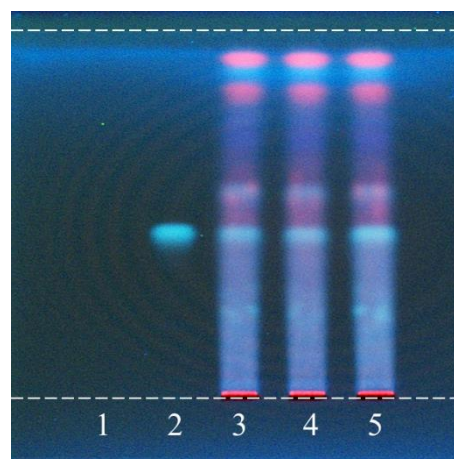
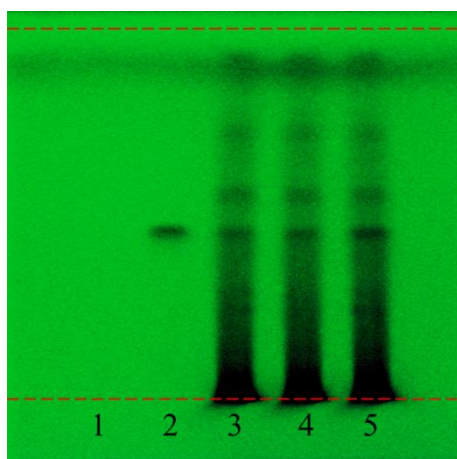
相對溼度(RH)：32%

溫度(RT)：22 °C

【展開劑】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)

【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
(槲皮苷 R_f 值為 0.46) ✓



1：Blank

2：槲皮苷

3，4：檢品溶液 4

5：Spike

建議觀察方式：於紫外光(365 nm)下顯示出較紫外光(254 nm)有明顯之槲皮苷標準品斑點。

四、十批桑寄生藥材樣品檢測

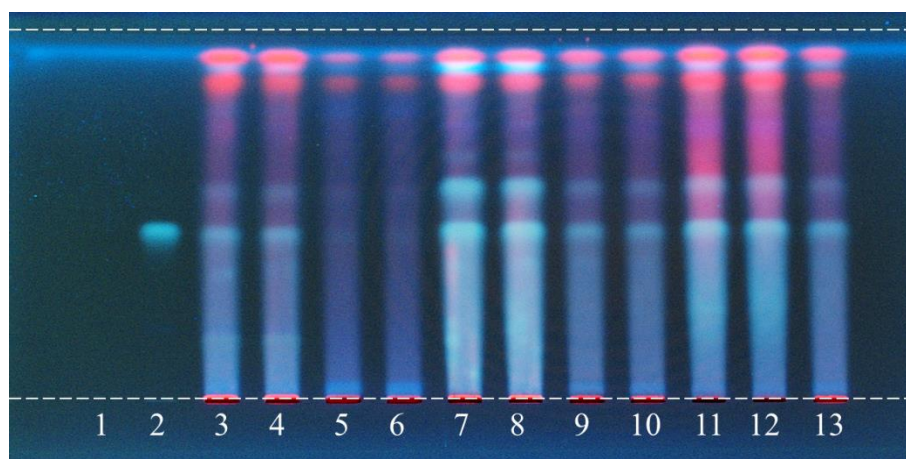
實驗日期：107/03/23

相對溼度(RH)：32%

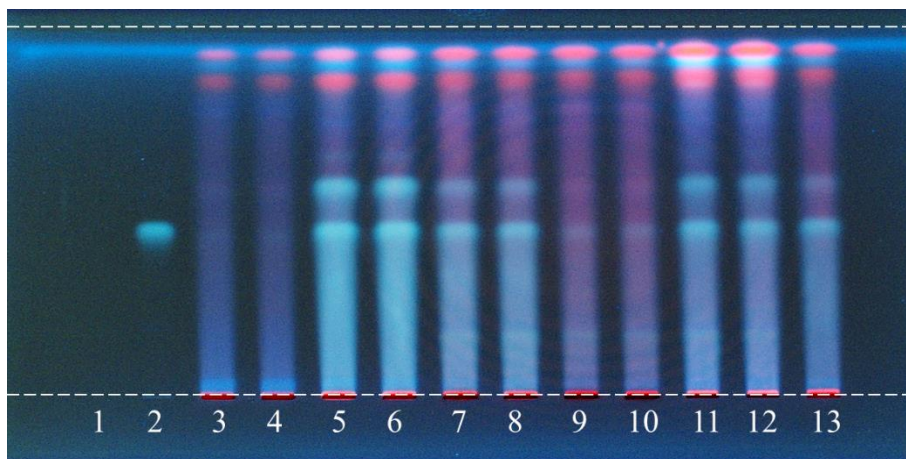
溫度(RT)：22 °C

【展開劑】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)

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



1	Blank
2	槲皮苷(0.2 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NB)
5 , 6	檢品溶液 2 (NF)
7 , 8	檢品溶液 3 (NI)
9 , 10	檢品溶液 4 (NJ)
11 , 12	檢品溶液 5 (NR)
13	Spike (檢品溶液 4)



1	Blank
2	槲皮苷(0.2 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 6 (NY)
5 , 6	檢品溶液 7 (CA)
7 , 8	檢品溶液 8 (SG-1)
9 , 10	檢品溶液 9 (SG-2)
11 , 12	檢品溶液 10 (SO)
13	Spike (檢品溶液 4)

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】分離與檢出槲皮苷，於紫外光(365 nm)下檢視較佳。

桑寄生(飲片)

五、十批桑寄生飲片檢測

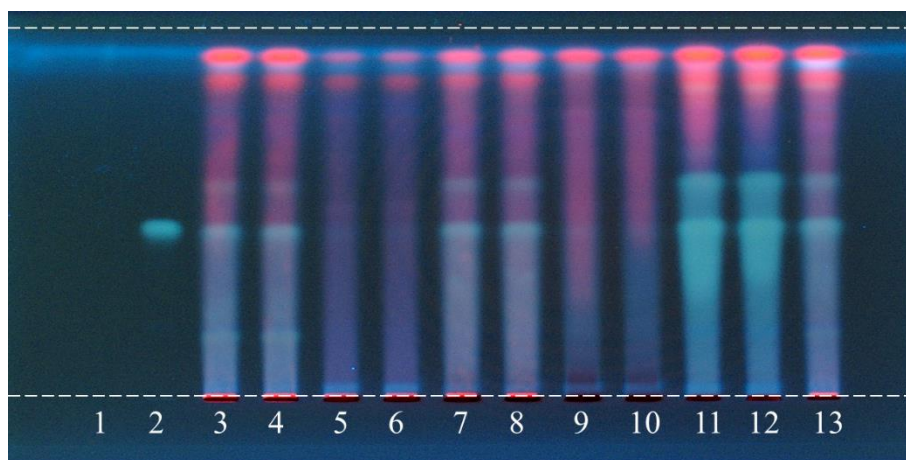
實驗日期：107/05/24

相對溼度(RH)：59%

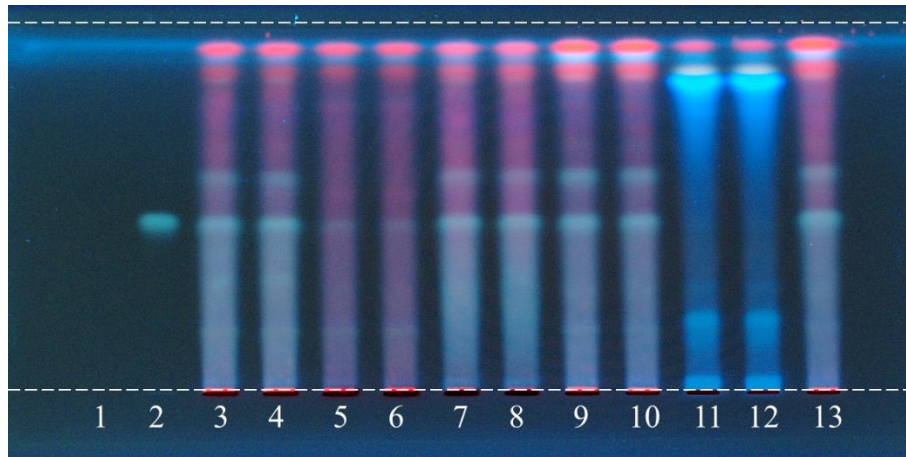
溫度(RT)：25 °C

【展開劑】(修飾臺灣中藥典第三版 2018)——乙酸乙酯：丙酮：甲酸：水 (20：2：1：1)

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



1	Blank
2	槲皮苷(0.2 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 1 (NB)
5 , 6	檢品溶液 2 (NF)
7 , 8	檢品溶液 3 (NJ)
9 , 10	檢品溶液 4 (NJA)
11 , 12	檢品溶液 5 (NRA)
13	Spike (檢品溶液 9)



1	Blank
2	槲皮苷(0.2 mg/mL)
3 , 4	檢品溶液 6 (SG-1)
5 , 6	檢品溶液 7 (SG-2)
7 , 8	檢品溶液 8 (SGA)
9 , 10	檢品溶液 9 (SO)
11 , 12	檢品溶液 10 (SUA)
13	Spike (檢品溶液 9)

結論與建議：飲片鑑別同藥材。