

# 土茯苓



圖 1 土茯苓外觀圖

## 1. 名稱

藥材正名：Smilacis Glabrae Rhizoma

中文名：土茯苓

漢語拼音名：Tufuling

## 2. 來源

本品為百合科植物光葉菝葜 *Smilax glabra* Roxb. 的乾燥根莖。夏、秋二季採挖，除去鬚根，洗淨，乾燥或趁鮮切成片狀，乾燥。

## 3. 性狀

本品略呈圓柱形，稍扁或呈不規則條塊，有結節狀隆起，具短分枝，長 2-26 cm，直徑 20-80 mm。表面黃棕色，凹凸不平，有堅硬鬚根殘基，頂端有圓形芽痕，有的外皮有不規則裂紋，容易脫落，並有殘留的鱗葉。質堅硬略韌，難折斷，斷面類白色至淡紅棕色，粉性；可見點狀維管束和多數小亮點，在近中心處分佈較多。質略韌，折斷時有粉塵飛揚，以水濕潤後有黏滑感。氣微，味微甘、澀（圖 1）。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別（附錄 III）

#### 橫切面

表皮為 3-10 列黃棕色細胞，排列緊密，壁較厚，微木化。皮層中散有大形黏液細胞，內含草酸鈣針晶。中柱薄壁細胞徑向延長；散列有外韌型維管束，中心分佈較密。木質部通常有 2 個大的導管及數個較小的導管；韌皮部外側分佈有少量纖維。薄壁細胞含大量澱粉粒（圖 2）。

## 粉末

淡棕色。澱粉粒甚多，單粒類球形、多角形或類方形，直徑 9-49  $\mu\text{m}$ ，臍點裂縫狀、星狀、三叉狀或點狀，大粒可見層紋，偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒由 2-4 分粒組成。石細胞甚多，類橢圓形、類方形或三角形，直徑 24-126  $\mu\text{m}$ ，孔溝細密；深棕色石細胞長條形，壁三面極厚，一面菲薄。草酸鈣針晶成束或散在，長 40-133  $\mu\text{m}$ ，偏光顯微鏡下呈多彩狀。具緣紋孔導管較多，紋孔多橫向延長，偶見網紋導管。纖維稀少，單個散在，壁厚，孔溝明顯，胞腔呈窄狹縫狀，直徑 11-53  $\mu\text{m}$ ，偏光顯微鏡下呈多彩狀(圖 3)。

## 4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

### 對照品溶液

落新婦苷對照品溶液

取落新婦苷對照品(圖 4) 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

### 展開劑

製備乙酸乙酯-水-甲酸(10:0.8:1, v/v) 的混合溶液。

### 顯色劑

取三氯化鋁 1.0 g，溶解於 100 mL 乙醇中。

### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲(90 W)處理 15 分鐘，濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取落新婦苷對照品溶液 2  $\mu\text{L}$  和供試品溶液 10  $\mu\text{L}$ ，點於同一高效硅膠  $F_{254}$  薄層板上。將薄層板置雙槽層析缸一槽中，加上述新製備的展開劑於另一槽內，預先飽和 15 分鐘，再將展開劑小心傾入置薄層板的槽中，展開約 8.5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見(約 5 分鐘)。置紫外光(366 nm)下檢視，並計算  $R_f$  值。

供試品色譜應顯出與落新婦苷色澤相同、 $R_f$  值相應的特徵斑點或條帶。

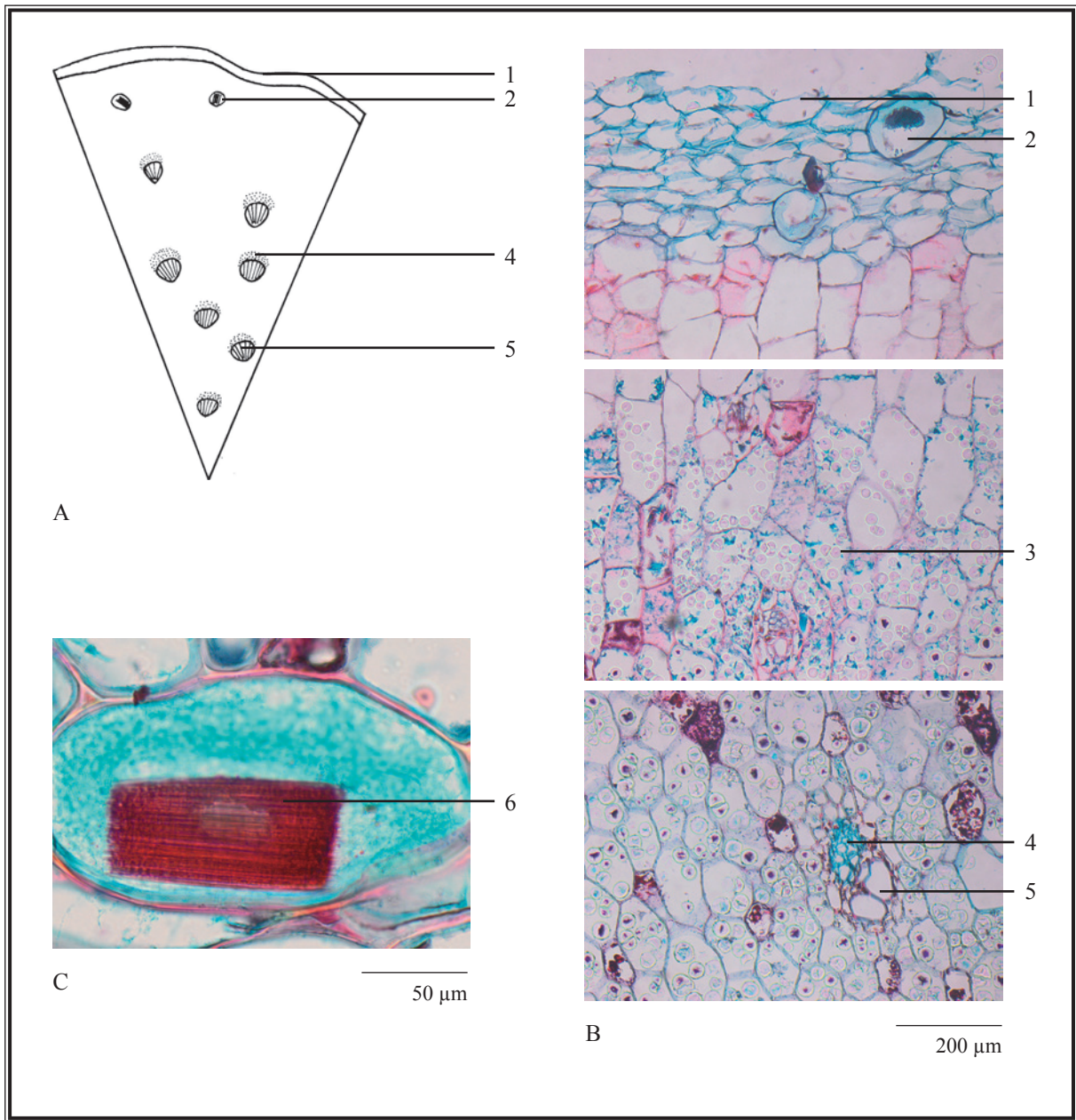


圖 2 土茯苓橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣針晶

1. 下皮 2. 黏液細胞 3. 澱粉粒 4. 韌皮部 5. 木質部 6. 草酸鈣針晶



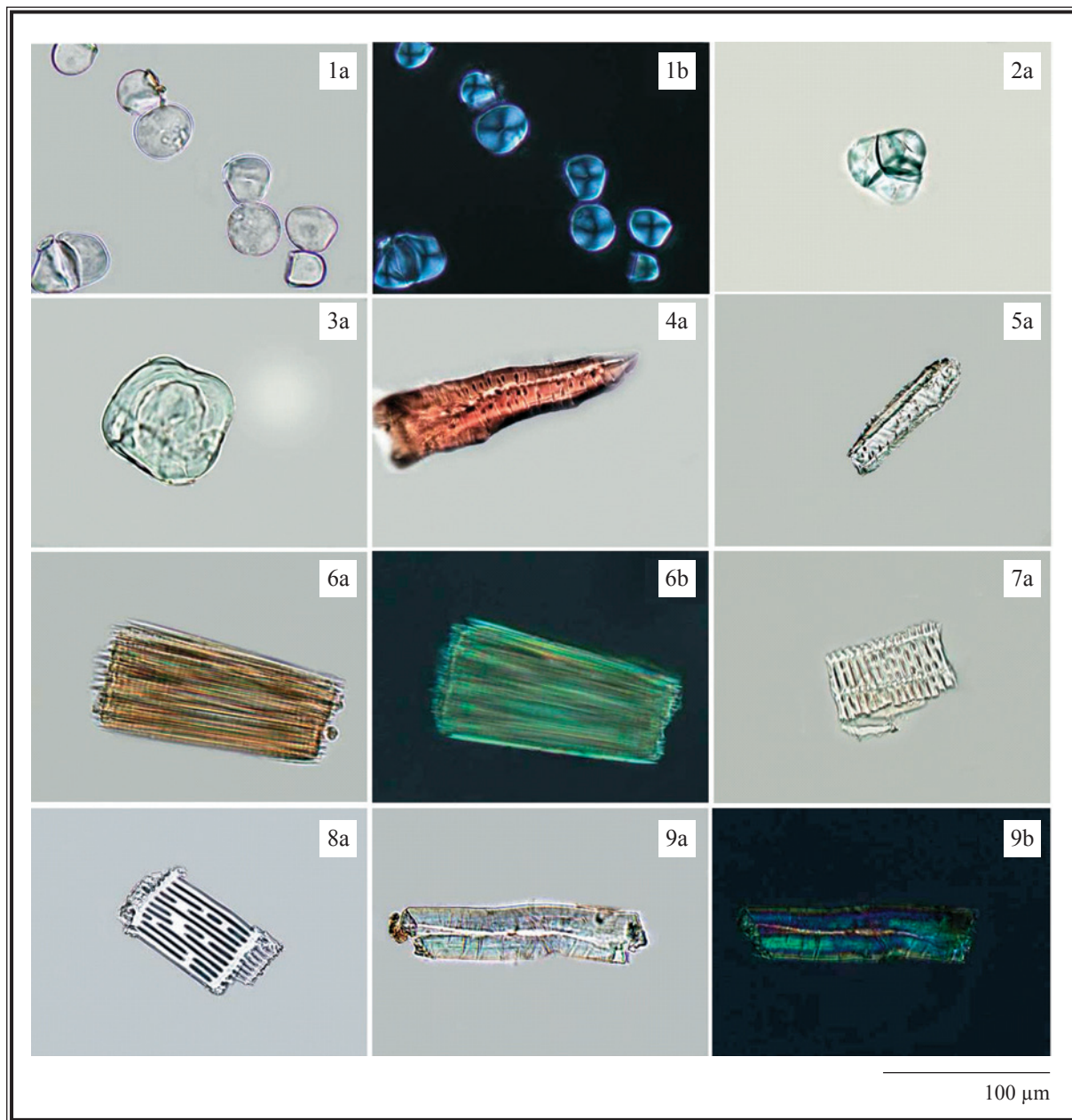


圖 3 土茯苓粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒    2. 澱粉粒複粒    3. 類方形石細胞    4. 深棕色石細胞  
 5. 類橢圓形石細胞    6. 草酸鈣針晶束    7. 具緣紋孔導管    8. 網紋導管    9. 纖維  
 a. 光學顯微鏡下特徵    b. 偏光顯微鏡下特徵

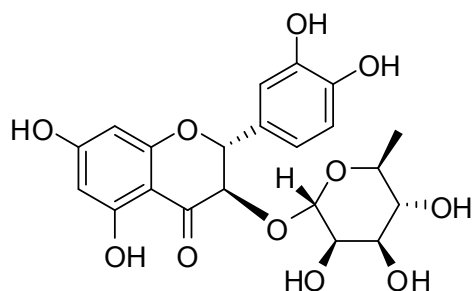


圖 4 落新婦苷化學結構式

### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

#### 對照品溶液

落新婦苷對照品溶液 Std-FP (500 mg/L)

取落新婦苷對照品 5.0 mg，溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 乙醇 10 mL，超聲(90 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 4000 × g)，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

#### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 320 nm；4.6×250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5  $\mu$ m)填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 15	82 → 78	18 → 22	綫性梯度
15 – 40	78 → 60	22 → 40	綫性梯度

#### 系統適用性要求

吸取落新婦苷對照品溶液 Std-FP 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：落新婦苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；落新婦苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按落新婦苷峰計算應不低於 15000。

供試品測試中 2 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5(圖 5)。

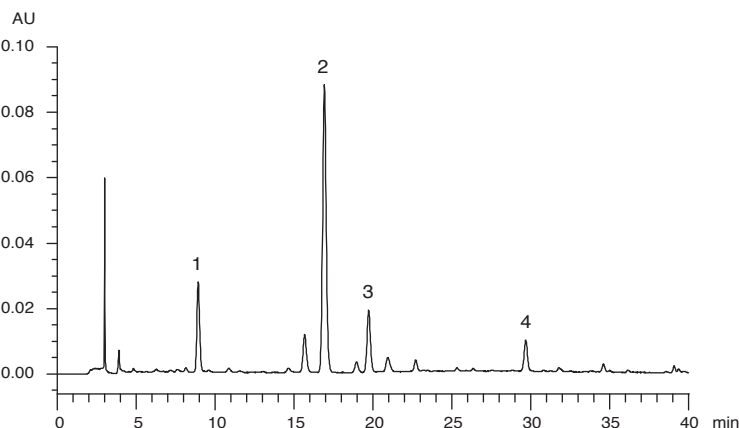
**操作程序**

分別吸取落新婦苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中落新婦苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰(圖 5)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中落新婦苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中落新婦苷峰。二色譜圖中落新婦苷峰的保留時間相差應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

土茯苓提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

**表 2** 土茯苓提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.53	± 0.03
2 (指標成份峰，落新婦苷)	1.00	-
3	1.16	± 0.03
4	1.77	± 0.07



**圖 5** 土茯苓提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 4 個特徵峰(圖 5)。

## 5. 檢查

**5.1 重金屬** (附錄 V) : 應符合有關規定。

**5.2 農藥殘留** (附錄 VI) : 應符合有關規定。

**5.3 霉菌毒素** (附錄 VII) : 應符合有關規定。

**5.4 二氧化硫殘留** (附錄 XVIII) : 應符合有關規定。

**5.5 雜質** (附錄 VIII) : 不多於 1.0%。

**5.6 灰分** (附錄 IX)

總灰分 : 不多於 2.5%。

酸不溶性灰分 : 不多於 0.5%。

**5.7 水分** (附錄 X)

烘乾法 : 不多於 13.0%。

## 6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 9.0%。

醇溶性浸出物 (熱浸法) : 不少於 9.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

落新婦苷對照品儲備液 *Std-Stock* (500 mg/L)

精密稱取落新婦苷對照品 2.5 mg，溶解於 5 mL 70% 乙醇中。

落新婦苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取落新婦苷對照品儲備液適量，以 70% 乙醇稀釋製成含落新婦苷分別為 5、40、80、120、180 mg/L 系列的對照品溶液。



## 供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加 70% 乙醇 10 mL，加熱回流 15 分鐘，冷卻至室溫。取提取液轉移於 10-mL 量瓶中，加 70% 乙醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

## 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 290 nm；4.6×250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5  $\mu$ m)填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為乙腈-0.1% 磷酸(22:78, v/v)的混合溶液；流程約 20 分鐘。

## 系統適用性要求

將落新婦苷對照品溶液 Std-AS (80 mg/L) 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：落新婦苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；落新婦苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按落新婦苷峰計算應不低於 5000。

供試品測試中落新婦苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

## 標準曲線

將落新婦苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以落新婦苷的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲線得斜率、截距與相關系數。

## 操作程序

將供試品溶液 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與落新婦苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中落新婦苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中落新婦苷峰。二色譜圖中落新婦苷相應峰的保留時間相差應不大於 2.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中落新婦苷的濃度(mg/L)，並計算樣品中落新婦苷的百分含量。

## 限度

按乾燥品計算，本品含落新婦苷(C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub>)不少於 0.45%。