

定时间对同一野漆树苷斑点进行色谱扫描,结果野漆树苷斑点面积分值 12 h内稳定, $RSD=0.99\%$ 。

2.6 精密度试验: 同板精密度试验: 精吸取同一样品溶液 $0.5\mu\text{L}$, 于同一薄层板上点 6 个相同量的点, 依法展开, 扫描, 作精密度考察, 斑点面积分值 $RSD=1.65\%$ ($n=6$)。异板精密度试验: 精吸取同一样品溶液 $2\mu\text{L}$, 分别点于 5 块不同薄层板上, 依法展开, 扫描, 斑点面积分值 $RSD=3.02\%$ ($n=5$)。

2.7 重现性试验: 取同一批样品 5 份, 依法提取、定容, 作含量测定, 结果斑点面积分值 $RSD=2.84\%$ ($n=5$)。

2.8 加样回收率试验: 准确称取毛橘红样品 (约 0.1g) 3 份, 加入野漆树苷对照品溶液 (0.58mg/mL) 各 $0.90, 1.0, 2.0\text{mL}$ 。按供试品溶液制备方法提取、定容, 并作含量测定, 计算回收率。野漆树苷加样回收率为 95.17% , $RSD=2.50\%$ ($n=3$)。

2.9 样品含量测定: 取供试品溶液毛橘红 $3\mu\text{L}$ 和光橘红 $5\mu\text{L}$ 及对照品溶液 $1\mu\text{L}$ 及 $5\mu\text{L}$, 点于同一薄层板上, 依法进行展开、扫描。以外标两点法计算样品含量 (表 1)。

结果表明: 3 批毛橘红中野漆树苷含量均大于 0.5% , 3 批光橘红中野漆树苷含量均小于 0.1% ; 可见两者野漆树苷含量有显著差异。

3 讨论

3.1 本实验首次建立了测定化橘红中野漆树苷含

表 1 野漆树苷的含量 ($n=3$)

Table 1 Content of rhoifolin ($n=3$)

样 品	野漆树苷 含量 %	RSD %	样 品	野漆树苷 含量 %	RSD %
毛橘红 A	0.616 0	1.74	光橘红 A	0.070 5	2.42
毛橘红 B	0.672 0	2.97	光橘红 B	0.071 4	4.94
毛橘红 C	0.884 0	3.79	光橘红 C	0.061 4	3.72

量的薄层扫描法, 方法简便可行, 灵敏度较高, 适用于化橘红中野漆树苷含量测定。

3.2 由于野漆树苷与柚皮苷的极性非常接近, 1 次展开难以将两者完全分开; 采用 2 次展开, 则能完全分开, 可用于薄层扫描。在展开的同时应注意室内温度和湿度的影响, 一般可用展开剂 a 先展开后, 依展开效果适当稍调整展开剂 b 的极性, 一般来说乙酸乙酯-丙酮-水 ($10:5:9$) 上层液 10mL 基本不能变, 只变动丙酮和甲酸的量则可, 以使斑点既完全分离又集中。

3.3 研究结果显示, 3 批毛橘红中野漆树苷含量均高于 0.5% , 3 批光橘红中野漆树苷含量均低于 0.1% , 两者野漆树苷含量存在显著差异, 此差异在薄层色谱 (图 1) 中也显而易见, 故可考虑将此作为毛橘红和光橘红的鉴别特征之一。

References

[1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I.
[2] Huang M S, Shen Y G. Determination of naringin contents in pummelo (*Citrus grandis*) by RP-HPLC [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 1990, 21(5): 15.

土茯苓及其混伪品的鉴定

张尚鹏

(浙江东阳市人民医院, 浙江 东阳 322100)

土茯苓为百合科植物土茯苓 (光叶菝葜) *Smilax glabra* Roxb. 的干燥根。具有除湿、解毒、通利关节的功能, 用于湿热淋浊、带下、痈肿、瘰疬、疥癣、梅毒等症。商品土茯苓均已在产地加工切片, 正品土茯苓近年来资源越来越少, 所以常出现菝葜及同属植物混充土茯苓使用, 我们对 20 批土茯苓饮片进行了鉴定, 发现了 10 种混伪品共 18 批次, 而正品只有 2 个批次。

1 材料

1.1 土茯苓 (对照药材): 金华市药品检验所标本室。

1.2 混伪品土茯苓: 同科植物肖菝葜 *Heterosmilax japonica* Kunth、短柱肖菝葜 *H. yunnanensis* Gag-

nep.、菝葜 *Smilax china* L.、小果菝葜 *S. davidiana* A. DC. 黑果菝葜 *S. glauco-china* Warb.、长托菝葜 *S. ferox* Wall. 及暗色菝葜 *S. lanceifolia* var. *opaca* A. DC. 从个体药店及医院和公司收集。

2 性状鉴定

2.1 性状要点检索表

- 1. 切面类白色, 水浸后无粘滑感
 - 2. 质较疏松, 切面粗糙
 - 3. 切面局部稍染姜黄 肖菝葜
 - 3. 切面不染姜黄色 短柱肖菝葜
 - 2. 质较坚硬, 切面较平整 暗色菝葜
- 1. 切面淡棕色或红棕色。

* 收稿日期: 2000-10-12

4. 横切面水浸后呈现多数紫红色小点,味极涩。
5. 导管孔小,在放大镜下难以看见 黑果菝葜
5. 导管孔大,直径可达 0.1 mm,在放大镜下清晰可见 小果菝葜
4. 横切面水浸后不显紫红色小点。
6. 横切面红棕色,导管孔大,直径可达 0.1 mm,在放大镜下清晰可见,味极涩 长托菝葜
6. 横切面淡棕色,导管孔小,在放大镜下难以看见,味微涩。

7. 横切面较疏松,在放大镜下可见薄壁组织呈明显海绵状的小间隙,具极少数小亮点;水浸后无粘滑感 菝葜
7. 横切面致密,在放大镜下可见薄壁组织呈不明显海绵状的小间隙,具多数小亮点,水浸后略具粘滑感 土茯苓

3 显微鉴别

显微特征见表 1。

4 理化鉴别

表 1 土茯苓及 7 种混伪品的显微特征

Table 1 Microstructures of *S. glabra* and its seven counterfeits

品 种	淀粉粒	石细胞	纤 维
土茯苓	类圆形、类三角形、多角形,复粒分粒数 2~4 粒	石细胞较多。类方形、类多角形、类三角形、矩形,内壁平滑具孔沟。	长 200~530 μm ,宽 20~140 μm ,大多一端钝圆,另端尖细
肖菝葜	类圆形、类三角形、多角形,复粒分粒数 2~5 粒	石细胞多,纺锤形,类多角形,类三角形,类圆形,内壁孔沟较密集	长 40~150 μm ,宽 14~90 μm ,一端钝圆,另一端渐尖,或两端钝圆
短柱肖菝葜	类纺锤形,类方形,类三角形,复粒分粒数 2~10 条粒	石细胞多。类纺锤形,类方形,类三角形。内壁平滑或具较密集的孔沟	长 42~160 μm ,宽 24~65 μm ,平滑或具较密集的孔沟
暗色菝葜	长纺锤形,短梭形,类三角形,复粒分粒数 2~3 粒	石细胞多,长纺锤形,短梭形,类三角形。内壁平滑或具较密集的孔沟	长 180~630 μm ,宽 12~60 μm ,渐尖
黑果菝葜	类圆形,类方形,类多角形,复粒 2~5 粒	石细胞较多。不规则形,类多角形。内壁具少数孔沟	长 180~1 010 μm ,宽 18~80 μm ,斜尖
小果菝葜	类三角形,梭形、类方形,复粒分粒数 2~6 粒	石细胞多。类三角形,梭形、类方形。内壁孔沟较密集	长 320~540 μm ,宽 15~76 μm ,一端钝圆,另一端渐尖或两端钝圆
长托菝葜	长矩形,纺锤形,复粒分粒数 2~5 粒	石细胞较多,纺锤形,长矩形,内壁孔沟较密集	长 320~540 μm ,宽 15~75 μm ,渐尖
菝葜	类圆形,类三角形,多角形,复粒分粒数 2~4 粒	石细胞较多,不规则形,类三角形,多角形,内壁具密集细孔沟,或孔沟交叉	长 32~250 μm ,宽 25~120 μm ,渐尖或钝圆

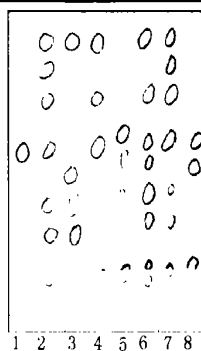
4.1 显色反应:取正品及混淆品土茯苓样品各 1 g,加 95%乙醇 5 mL,煮沸 2 min,滤过,取滤液 1 mL,加浓盐酸 4 滴,置水浴上煮沸 1 min 观察,土茯苓溶液呈橙黄色至棕黄色,混淆品中除短柱肖菝葜显土黄色外,其余均显血红色。

4.2 薄层色谱:样品溶液制备:土茯苓及混淆品粉末各 5 g,加氯仿 30 mL,回流 30 min,过滤,取滤液水浴蒸干,残渣加乙醇 1 mL 使溶解作为供试品溶液。

对照品溶液制备:取薯蓣皂苷对照品(中国药品生物制品检定所)加乙醇制成 1 mg/mL 的溶液作为对照品溶液。

薄层板制备:硅胶 G CMC-Na 湿法铺板,105 $^{\circ}\text{C}$ 活化 0.5 h。

层析及结果:吸取上述对照品及样品溶液各 10 μL ,分别点于同一硅胶 G 板上,以氯仿-乙酸乙酯(60:15)为展开剂,展开,展距 11 cm。取出,晾干,用 5%磷钼酸乙醇溶液显色,110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 5 min,置紫外光灯(365 nm)下观察,结果见图 1。



1-薯蓣皂苷 2-土茯苓
3-黑果菝葜 4-小果菝葜
5-肖菝葜 6-菝葜
7-长托菝葜 8-短柱肖菝葜
1-dioscin 2-*S. glabra*
3-*S. glaucocchina* 4-*S. davi-*
diana 5-*H. japonica*
6-*S. china* 7-*S. freox*
8-*H. yunnanensis*

图 1 土茯苓及 7 种混伪品薄层色谱图

Fig. 1 TLC chromatogram of *S. glabra* and its seven counterfeits

5 小结

土茯苓与混伪品在性状方面除了菝葜呈强纤维性,短柱肖菝葜表面类白色外,其余品种均较为相似,容易混淆。而乙醇提取液的显色反应可较好的区别土茯苓与混伪品,土茯苓的乙醇提取液为淡黄色,显色反应为橙黄色到棕黄色,肖菝葜的提取液为淡黄色,显色反应为土黄色,其余品种显色反应均为血红色,因此乙醇提取液对鉴别有一定的意义。

土茯苓资源的缺乏,造成了混淆品的大量出现,产供销单位应注意鉴别,避免混淆品流入市场。