

3.2 检测波长的选择:精密吸取对照品溶液 2.0 mL 于 10 mL 量瓶中,用流动相定容;以流动相溶液作为参比溶液,在 190~600 nm 内进行全波长扫描,结果表明,三叶豆紫檀苷在 310 nm 处有最大吸收峰,所以本实验选定 310 nm 为检测波长。

3.3 由实验结果可看出,不同部位不同产地苦参中三叶豆紫檀苷的量差异较大。苦参根中三叶豆紫檀苷(0.07%~0.38%)明显高于地上部分(0.006%~0.034%),说明三叶豆紫檀苷主要集中于苦参根部,能作为苦参黄酮类物质的标识性成分。

3.4 由 11 个产地样品的测定结果可看出,三叶豆紫檀苷的质量分数范围为 0.07%~0.38%,高低相差大于 5 倍,平均质量分数为 0.21%。其中甘肃庆

阳产苦参中含三叶豆紫檀苷量较高,而陕西旬邑产苦参中三叶豆紫檀苷较低。

#### References:

- [1] Zheng H Z, Dong Z H, She J. *Modern Study and Application of Chinese Materia* (中药现代研究与应用) [M]. Vol 3. Beijing: Xueyuan Press, 1993.
- [2] Ohmoto T, Aikawa R, Nikaido T, et al. Inhibition of cyclic AMP phosphodiesterase in medicinal plants. Part XI. Inhibition of adenosine 3', 5'-cyclic monophosphate phosphodiesterase by components of *Sophora flavescens* Aiton [J]. *Chem Pharm Bull*, 1986, 34(5): 2094-2099.
- [3] Yagi A, Fukunaga M, Okuzako N, et al. Antifungal substances from *Sophora flavescens* [J]. *Shoyakugaku Zasshi*, 1989, 43(4): 343-347.
- [4] Komatsu M, Tomimori T, Hatayama K, et al. Studies on the constituents of *Sophora* species IV. Constituents of the root of *Sophora angustifolia* Sieb. et Zucc. (I) [J]. *Yakugaku Zasshi*, 1970, 90(4): 463-468.

## HPLC-蒸发光散射检测法测定蒺藜中蒺藜皂苷 A

王桂玲,解生旭,赵宏峰,司云珊,韩冬,徐雅娟\*

(吉林省中医中药研究院,吉林 长春 130021)

蒺藜为蒺藜科植物蒺藜 *Tribulus terrestris* L. 的干燥成熟果实。为我国常用传统中药,味辛、苦,微温,有小毒,归肝经。具平肝解郁,活血祛风,明目,止痒之功效<sup>[1]</sup>。蒺藜已被广泛应用于临床制剂中,尚无质量控制的对照品,为控制药材及其制剂质量,笔者从蒺藜药材中分离纯化化合物蒺藜皂苷 A,并作为对照品进行了纯化及标定,质量分数达到 98%以上。本实验采用 HPLC-蒸发光散射检测法建立了蒺藜皂苷 A 的测定方法<sup>[2]</sup>。

### 1 仪器与试剂

1.1 仪器:美国 Waters 公司高效液相色谱仪 600 泵,SEDEX55 型蒸发光散射检测器(法国),7725 手动进样器。

1.2 试剂:蒺藜皂苷 A 对照品为实验室自制,质量分数 98%以上。甲醇为色谱纯。蒺藜样品购自内蒙、吉林、亳州、陕西等不同地区,长春中医学院邓明鲁教授鉴定。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件和系统适用性实验:色谱柱:美国 Novapak C<sub>18</sub> 色谱柱(100 mm×8 mm, 5 μm),流动

相:甲醇-水(65:35),体积流量:1 mL/min, SEDEX 55 型蒸发光散射检测器(法国),进样量 10 μL,理论塔板数按蒺藜皂苷 A 峰计,应不低于 2 442。

2.2 对照品溶液制备:精密称取对照品蒺藜皂苷 A 5.6 mg,置 10 mL 量瓶中,甲醇溶解至刻度。

2.3 供试品溶液制备:取本品粉末(过 4 号筛)5 g,精密称定,加甲醇 50 mL 回流提取 3 次,合并提取液,蒸干,残渣加水 30 mL 微热使溶解,通过 D-101 大孔树脂柱(12 cm×1.5 cm),用水 100 mL 洗脱,弃去水液,再用 75% 乙醇 200 mL 洗脱,收集洗脱液,蒸干,用甲醇溶解并转移至 2 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

2.4 标准曲线的制备:分别精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10 μL,注入高效液相色谱仪,按上述条件测定,经计算蒺藜皂苷 A 色谱峰峰面积积分值(A)的对数与质量(m)的对数之间呈良好线性关系,回归方程  $\lg A = 5.097 + 1.56777 \lg m$ ,  $r = 0.9999$ ,质量在 1.2~5.6 μg 与峰面积积分值成良好的线性关系。

收稿日期:2004-12-10

基金项目:国家自然科学基金资助项目(30371739)

作者简介:王桂玲,女,延边大学医学院 2002 届研究生,研究方向为天然活性成分。

\* 通讯作者 徐雅娟

2.5 精密度试验:按上述色谱条件,精密吸取对照品溶液 10  $\mu$ L,连续进样 5 次,分别测定各次的峰面积,结果 RSD 为 2.88% ( $n=5$ )。

2.6 重现性试验:精密称取药材粉末 5 g,共 5 份,分别按上述色谱条件测定峰面积并计算,结果 RSD 为 1.97%。

2.7 稳定性试验:精密吸取供试品溶液 10  $\mu$ L,在 0、2、4、6、8 h,连续进样 5 次,分别测定蒺藜皂苷 A 的峰面积,结果表明 RSD 为 1.60%。

2.8 回收率试验:精密称取已知蒺藜皂苷 A 的质量分数的样品粉末 5 次,每份 2.5 g,精密称定,分别加入一定量对照品,依上述方法测定,计算加样回收率,测得蒺藜皂苷 A 平均回收率为 95%,RSD 为 1.21% ( $n=5$ )。

2.9 样品测定:蒺藜产于吉林、内蒙、陕西、河北等地<sup>[3]</sup>,依法测定不同产地蒺藜药材中蒺藜皂苷 A,结果见表 1。色谱图见图 1。

表 1 样品测定结果 ( $n=5$ )

Table 1 Determination of samples ( $n=5$ )

| 产 地  | 采集方式 | 蒺藜皂苷 A/(mg $\cdot$ g <sup>-1</sup> ) |
|------|------|--------------------------------------|
| 河北保定 | 市售品  | 0.287                                |
| 河北保定 | 市售品  | 0.345                                |
| 吉林洮南 | 采集品  | 0.528                                |
| 吉林洮南 | 采集品  | 0.557                                |
| 内蒙   | 采集品  | 0.604                                |
| 陕西   | 采集品  | 0.331                                |
| 陕西   | 采集品  | 0.307                                |

### 3 讨论

在实验中曾用甲醇回流提取法、索氏提取法、超声提取法提取样品<sup>[4]</sup>,证明甲醇回流提取,并采用大孔吸附树脂,醇洗脱的方法所含杂质少,蒺藜皂苷 A 的量高。

蒺藜皂苷 A 无紫外吸收,末端吸收亦不明显,

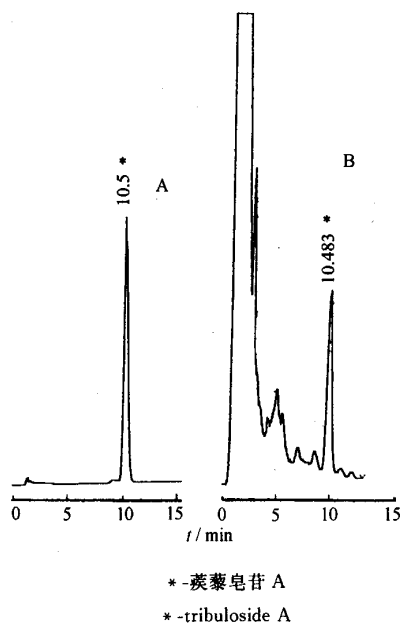


图 1 蒺藜皂苷 A(A)和样品(B)色谱图

Fig. 1 Chromatograms of tribuloside A (A) and sample (B)

因此采用蒸发光散射检测器,建立了 RP-HPLC 测定方法。本方法测定蒺藜皂苷 A,有效成分峰与其相邻峰分离效果好,与其他成分不互相干扰。本方法简便、准确、重现性好,可作为该药材及制剂中该成分的测定方法。

### References:

- [1] Ch P. (中国药典) [S]. Vol 1. 2000.
- [2] Zhang J, Li F, Li J. Detective of steroidal saponin of *Tribulus terrestris* [J]. *Res Tradit Chin Med* (中医药研究), 2000, 16(4): 42-43.
- [3] Liu W Y, Duan J A, Ni X W. Detemination of diosgenin contents in *Tribulus terrestris* from different areas [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 2001, 24(6): 396-397.
- [4] Li S Z, Liu H, Zhao H X. Studies on different extract processes of *Tribulus terrestris* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1994, 25(9): 462-463.

## 改良 Monier-Williams 法测定药材中 SO<sub>2</sub>的残留量

陈琴鸣,周海燕,吴迎春,吴查青

(丽水市药品检验所,浙江 丽水 323000)

在我国传统中药材(包括各种粗加工切制片或饮片,下同)加工保管中熏制硫黄具有悠久的历史。然而药材中残留的二氧化硫可对人体产生“过敏性

反应”(allergic-type responses),对某些敏感者造成身体危害甚至死亡。因此世界各国对食品中二氧化硫残留的监管也相当重视,我国也常见查出食品中

收稿日期:2004-12-28

作者简介:陈琴鸣(1966—),男,浙江省缙云县人,1988年毕业于浙江医科大学药理学系,副主任药师,长期从事药品检验工作。

Tel: (0578) 2126848 Fax: (0578) 2138744 E-mail: cqm60224@126.com