

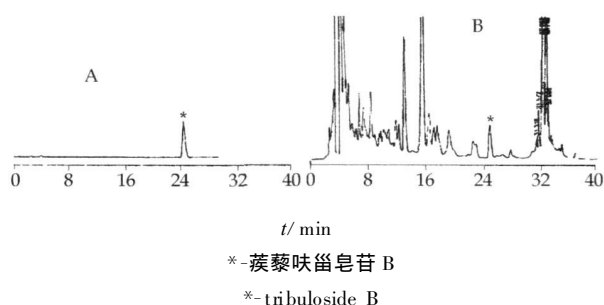


图 1 蒺藜呋甾皂苷 B 对照品(A)和蒺藜果(B)的 HPLC 色谱图

Fig 1 HPLC Chromatograms of tribuloside B reference substance (A) and *T. terrestris* fruit (B)

无色,再用 70% 乙醇洗至无色,回收乙醇,减压干燥,加 50 mL 水溶解,正丁醇等体积萃取 4 次,合并萃取液,蒸干,加甲醇溶解至 2 mL 量瓶中并稀释至刻度,摇匀,滤过,即得。

2.4 标准曲线的制备:分别精密称取蒺藜呋甾皂苷 B 对照品 1.00 mg 置 1 mL 量瓶中,甲醇定容至刻度,摇匀,滤过,作为对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10 μ L,进样,依法测定。以峰面积为纵坐标,进样量为横坐标,进行线性回归,其回归方程为 $\lg A = 5.189\,000\,69 + 1.528\,113\,30 \lg M$, $r = 0.997\,3$,表明蒺藜呋甾皂苷 B 在 2.0 ~ 10.0 μ g 与色谱峰的峰面积积分值呈良好的线性关系,由于其不过原点,因此采用外标两点法测定。

2.5 精密度试验:按上述色谱条件,精密吸取供试品溶液 10 μ L,连续进样 5 次分别测定蒺藜呋甾皂苷 B 的峰面积, RSD 为 1.67% ($n=5$)。

2.6 重现性试验:精密称取蒺藜果 5 份,分别按供试品溶液制备方法制备,按上述色谱条件测定峰面积并计算蒺藜呋甾皂苷 B 的质量分数,结果表明 RSD 为 0.78%。

2.7 稳定性试验:按上述色谱条件,精密吸取供试品溶液 10 μ L,每隔 2 h 测定一次,结果 RSD

为 0.53%,表明供试品溶液放置 8 h 测定蒺藜呋甾皂苷 B 的质量分数稳定不变。

2.8 回收率试验:采用加样回收法。精密称取含蒺藜呋甾皂苷 B 1.22% 蒺藜 0.1 g 置 5 mL 量瓶中,加入一定量的蒺藜呋甾皂苷 B 对照品,再按定量测定项下方法测定其中的蒺藜皂苷的量,并计算回收率,结果平均回收率为 96.68%, RSD 为 1.22%。

2.9 样品定量测定:取不同产地蒺藜果药材,制备供试品溶液,测定其蒺藜呋甾皂苷 B 的量,结果见表 1。

表 1 样品测定结果 ($n=4$)

Table 1 Determination of samples ($n=4$)

药材产地	采集时间	蒺藜呋甾皂苷质量分数/(mg $\cdot$ g $^{-1}$)
吉林洮南市	2007-04	0.25
安徽省亳州市	2007-08	0.21
山东省淄博市	2007-08	0.20
河北省安国市	2007-08	0.20

3 讨论

从蒺藜果中分离得到并鉴定了蒺藜呋甾皂苷 B 结构,纯化蒺藜呋甾皂苷 B 质量分数达到 98% 以上。考察了蒺藜果中蒺藜呋甾皂苷 B 的定量测定方法,选用甲醇回流提取法、索式提取法、超声提取法^[2]提取样品,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,蒺藜呋甾皂苷 B 的量高。蒺藜呋甾皂苷 B 无紫外吸收,末端吸收亦不明显,因此采用蒸发光散射检测器,建立了 RP-HPLC 测定蒺藜呋甾皂苷 B 量的方法。本方法测定蒺藜呋甾皂苷,有效成分峰与其相邻峰分离效果好,而其他成分不互相干扰。本方法简便,准确,重现性好,可用于该药材中蒺藜呋甾皂苷 B 的定量测定。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2000
- [2] 李树珍,刘泓. 蒺藜不同提取工艺的研究[J]. 中草药, 1994, 25(9): 462-463

重 要 启 事

《中草药》杂志自进入“中国期刊方阵”双奖期刊及荣获第二届全国期刊奖和第三届全国期刊奖提名奖以后,承蒙广大读者和作者的厚爱,稿源大增,为了缩短出版周期,增加报道信息量,提高印刷质量,本刊自 2009 年第 1 期开始由原 160 页扩版至 168 页,由现 70 g 双胶印刷改为 80 g 铜板印刷。鉴于 2009 年 1 期开始页码增加,印刷纸张成本增加,从 2009 年第 1 期开始《中草药》杂志每册定价由 19.80 元调至 25.00 元。

《中草药》杂志编辑部