

# 蒺藜

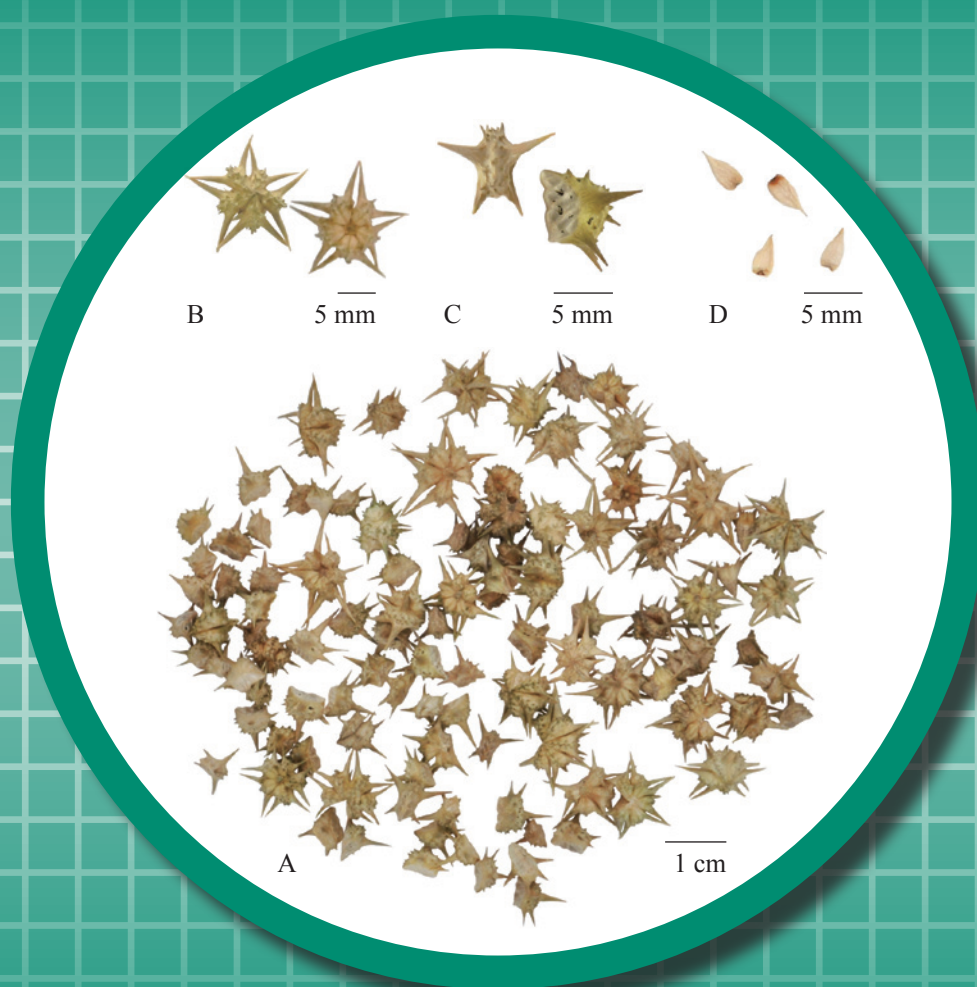


圖 1 蒺藜外觀圖

- A. 蒺藜 B. 果實放大圖(左：頂面觀，右：底面觀)  
C. 分果瓣放大圖 D. 種子放大圖

## 1. 名稱

藥材正名：Tribuli Fructus

中文名：蒺藜

漢語拼音名：Jili

## 2. 來源

本品為蒺藜科植物蒺藜 *Tribulus terrestris* L. 的乾燥成熟果實。秋季果實成熟時採割植株，曬乾，打下果實，除去雜質。

## 3. 性狀

本品完整果實由 5 個放射狀排列的分果瓣組成，五角形或星狀，直徑 9-18 mm，表面黃綠色至黃棕色，常裂為單一的分果瓣。分果瓣斧狀，長 3-9 mm，背部隆起，有縱稜及多數小刺，並有對稱展開的長刺及短刺各一對；兩側面較薄，白色至黃白色，具數條斜稜紋。每個分果瓣含種子 3-4 粒。種子長卵圓形，扁平，白色至黃白色，具油性。質硬。氣微，味苦、辛(圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 橫切面

外果皮由 1 列扁平細胞組成。中果皮由數列薄壁細胞組成，散有小維管束；刺的部位具圓錐形纖維束，基部有石細胞群；靠近內果皮的 1-2 列細胞含草酸鈣方晶。內果皮由交錯排列的纖維組成。種皮由 1 列排列緊密的細胞組成。子葉細胞含油滴(圖 2)。

金櫻子  
Rosae Laevigatae Fructus  
Buddlejæ Flos  
密蒙花

Gentianae Macrophyllae Radix  
秦艽  
覆盆子  
Rubi Fructus  
皂角刺 Gleditsiae Spina

Celosiae Cristatae Flos  
雞冠花  
Sennae Folium  
番瀉葉  
鬱金 Curcumae Radix  
豬牙皂  
Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子 Astragali Complanati Semen  
川楝子  
Toosendan Fructus

Solidaginis Herba  
一枝黃花  
Cyathulae Radix  
川牛膝  
蒺藜

## 粉末

黃綠色至淡棕黃色。草酸鈣方晶眾多，呈菱形、類方形或類多角形，長 8-72  $\mu\text{m}$ ，直徑 6-58  $\mu\text{m}$ ；偏光顯微鏡下呈多彩狀。石細胞散在或成群，淡黃色，呈類圓形、類橢圓形或形狀不規則，長 16-140  $\mu\text{m}$ ，直徑 11-58  $\mu\text{m}$ ，紋孔、孔溝及層紋明顯，壁厚者胞腔較窄；偏光顯微鏡下呈黃白色。種皮表皮細胞黃色至淡黃棕色，表面觀呈多角形或類方形，壁網狀增厚。外果皮細胞表面觀呈多角形或類方形，有時可見非腺毛的環狀痕迹。纖維散在、成束或交錯排列，直徑 6-55  $\mu\text{m}$ ，紋孔稀疏；偏光顯微鏡下呈黃白色至橙黃色。導管主要為螺紋和網紋，直徑 4-26  $\mu\text{m}$  (圖 3)。

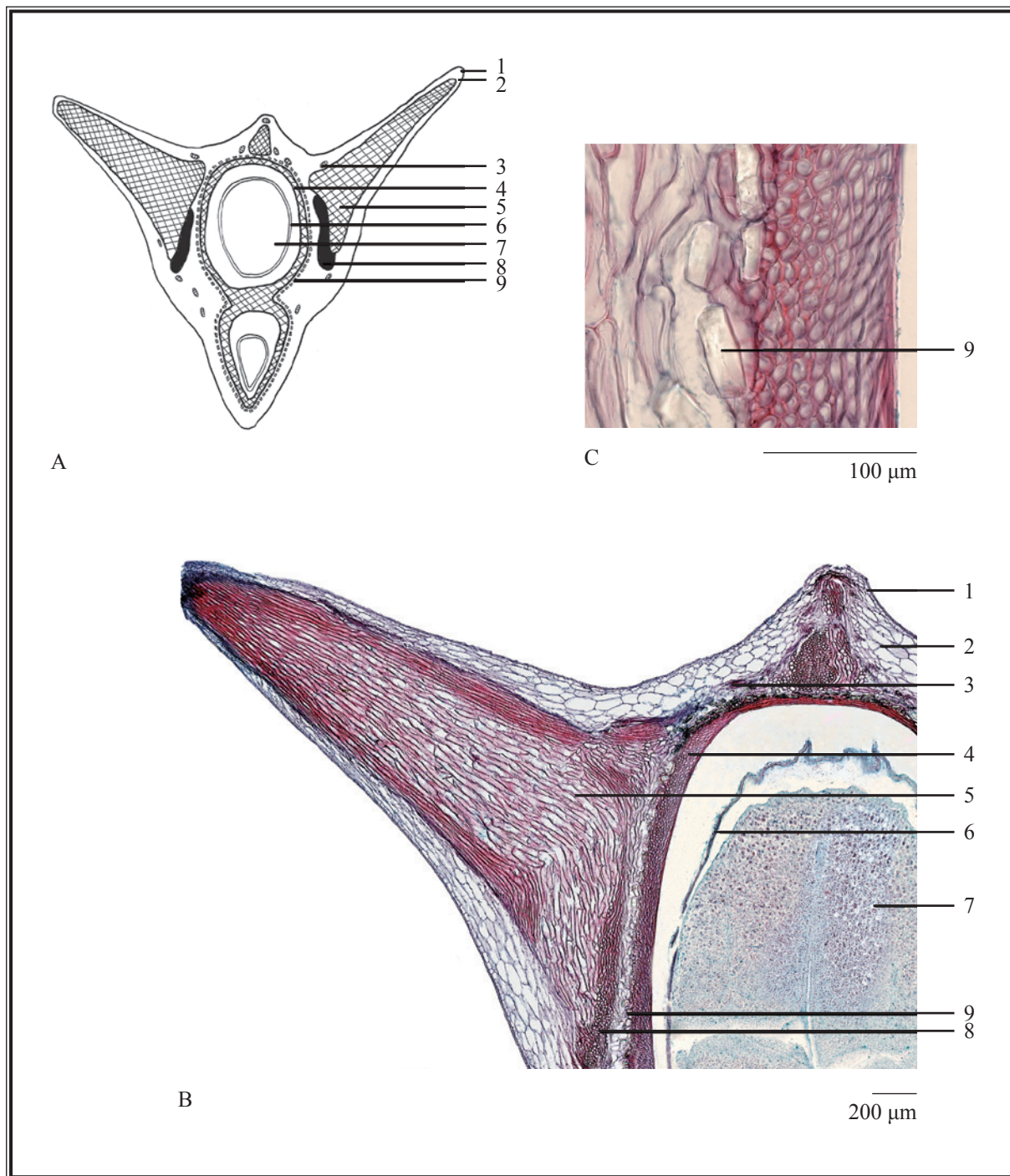


圖 2 蒺藜橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣方晶

- 1. 外果皮 2. 中果皮 3. 維管束 4. 內果皮 5. 纖維束
- 6. 種皮 7. 子葉 8. 石細胞群 9. 草酸鈣方晶



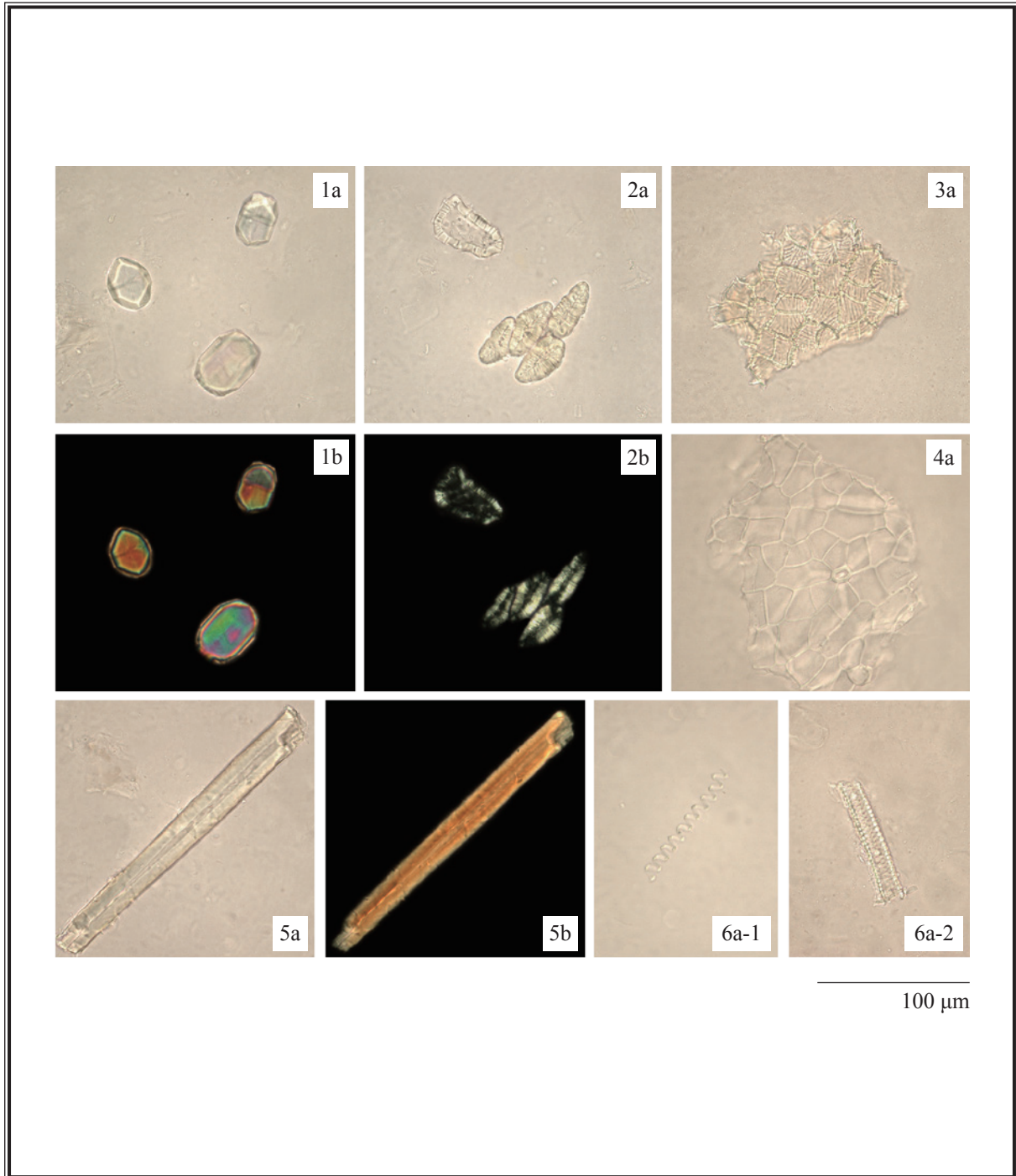


圖 3 蒺藜粉末顯微特徵圖

1. 草酸鈣方晶 2. 石細胞 3. 種皮表皮細胞 4. 外果皮細胞 5. 纖維  
6. 導管 (6-1 螺紋導管, 6-2 網紋導管)

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

## 4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

### 對照品溶液

#### 槲皮素 -3-O- $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品溶液

取槲皮素 -3-O- $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品 (圖 4) 0.5 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

### 展開劑

製備乙酸乙酯－甲醇－水－甲酸(5:1:1:0.5, v/v)的混合溶液。

### 顯色劑

取三氯化鋁 2.5 g，溶解於 100 mL 乙醇中。

### 供試品溶液

取本品粉末 2.0 g，置 15-mL 離心管中，加 70% 甲醇 10 mL，超聲(140 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 2800  $\times$  g)，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取槲皮素 -3-O- $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品溶液 1.5  $\mu$ L 和供試品溶液 8  $\mu$ L，點於同一高效硅膠 F<sub>254</sub> 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 6 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 85°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見(約 5-10 分鐘)。置紫外光 (366 nm) 下檢視，並計算 R<sub>f</sub> 值。

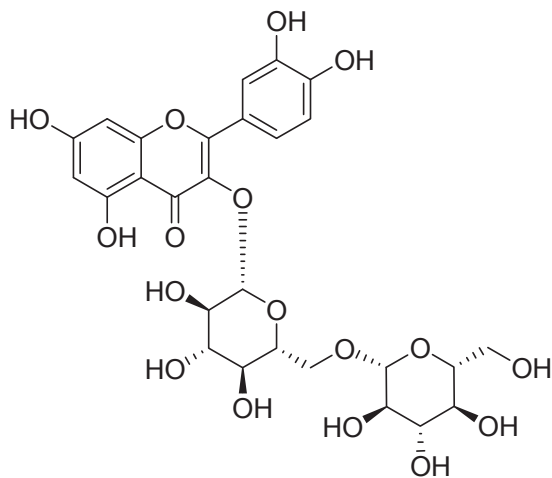


圖 4 槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷化學結構式

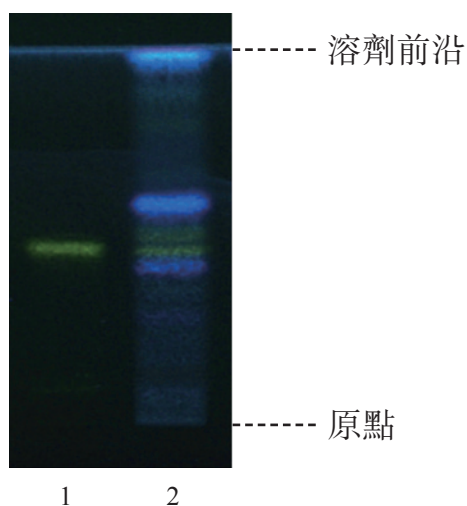


圖 5 蒺藜提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在紫外光 366 nm 下檢視)

1. 槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷色澤相同、 $R_f$  值相應的特徵斑點或條帶(圖 5)。

### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

#### 對照品溶液

槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品溶液 Std-FP (5 mg/L)

取槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品 0.5 mg，溶解於 100 mL 70% 甲醇中。

### 供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 甲醇 20 mL，超聲 (270 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 3500 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，殘渣用適量 70% 甲醇洗滌，離心 10 分鐘 (約 3500 × g)，合併上清液，加 70% 甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 254 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；柱溫 30°C；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 - 45	88 → 80	12 → 20	綫性梯度

### 系統適用性要求

吸取槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品溶液 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：槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷峰計算應不低於 10000。

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 6)。

### 操作程序

分別吸取槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 個特徵峰 (圖 6) 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 色譜圖中槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖苷峰。二色譜圖中槲皮素 -3-O-  $\beta$ -D- 龍膽二糖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。

蒺藜提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 蒺藜提取液 3 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	0.34	± 0.03
2 (指標成份峰， 槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷)	1.00	-
3	1.45	± 0.03

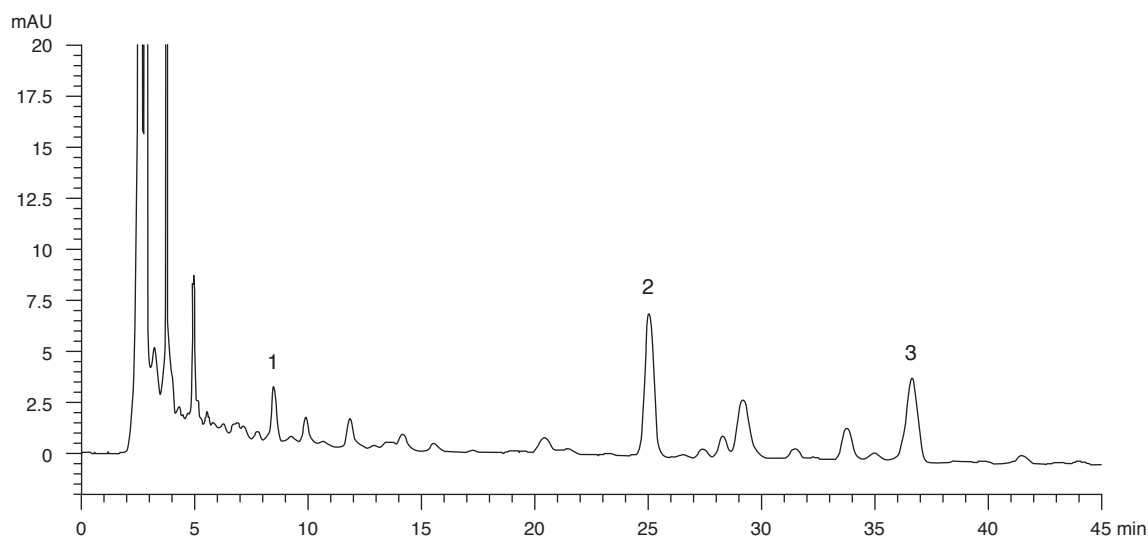


圖 6 蒺藜提取液對照指紋圖譜

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 3 個特徵峰(圖 6)。

## 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 XVII)：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 12.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

## 5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 9.0%。

## 6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 11.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 10.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

### 對照品溶液

槲皮素 -3-O- $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品儲備液 *Std-Stock* (600 mg/L)

精密稱取槲皮素 -3-O- $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品 6.0 mg，溶解於 10 mL 70% 甲醇中。

槲皮素 -3-O- $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取槲皮素 -3-O- $\beta$ -D- 龍膽二糖苷對照品儲備液適量，以 70% 甲醇稀釋製成含槲皮素 -3-O- $\beta$ -D- 龍膽二糖苷分別為 1.2、3、6、30、60 mg/L 系列的對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 70% 甲醇 20 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 3500 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，殘渣用適量 70% 甲醇洗滌，離心 10 分鐘(約 3500 × g)，合併上清液，加 70% 甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ m 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 254 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基

鍵合硅膠(5 μm) 填充柱；柱溫 30°C；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 45	88 → 80	12 → 20	綫性梯度

### 系統適用性要求

將槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷對照品溶液 Std-AS (6 mg/L) 10 μL，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：槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷峰計算應不低於 10000。

供試品測試中槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

### 標準曲綫

將槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

### 操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷峰。二色譜圖中槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷的濃度(mg/L)，並計算樣品中槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含槲皮素 -3-O- β -D- 龍膽二糖苷(C<sub>27</sub>H<sub>30</sub>O<sub>17</sub>) 不少於 0.022%。