

香蕉皮中 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4 的含量测定

钱海, 黄文龙, 饶光玲, 葛亮*, 吴晓明

(中国药科大学药学院, 南京 210009)

摘要 目的: 建立香蕉皮中 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4 的 HPLC 含量测定方法。方法: 色谱柱为岛津 ODS-C₁₈ 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相: 乙腈-水-磷酸 (9:1:0.1), 检测波长 283 nm, 流速 1 mL/min, 柱温 35 °C。结果: 不同批次香蕉皮原药材中 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4 的含量为 0.029 5% ~ 0.036 7%。检测线性范围 1.09 ~ 13.08 μg, 平均加样回收率 100.0%, RSD 为 0.64% (n=9)。结论: 该法可作为衡量香蕉皮质量的依据。

关键词 香蕉皮; 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4; 含量测定; 高效液相色谱法

中图分类号 R917 **文献标识码** A **文章编号** 1000-5048(2009)06-0524-03

Determination of 3-methyl-7,8-dihydroxy-isochroman-4-one in the peel of *Musa sapientum*

QIAN Hai, HUANG Wen-long, RAO Guang-ling, GE Liang*, WU Xiao-ming

School of Pharmacy, China Pharmaceutical University, Nanjing 210009, China

Abstract Aim: To establish an HPLC method for the determination of 3-methyl-7,8-dihydroxy-isochroman-4-one in the peel of *Musa sapientum*. Methods: A column of Shimadzu ODS-C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), and a mobile phase of acetonitrile-water-phosphoric acid (9:1:0.1) were adopted. A detect wavelength of 283 nm, a flow rate of 1 mL/min, and a column temperature of 35 °C were set. Results: The content of 3-methyl-7,8-dihydroxy-isochroman-4-one in the peel of *Musa sapientum* was 0.029 5% - 0.036 7%. Calibration curve was linear over the range 1.09-13.08 μg. The average recovery was 100.0%. The assay variability value was 0.64 % (n=9). Conclusion: The method can be used for the quality control of *Musa sapientum*.

Key words peel of *Musa sapientum*; 3-methyl-7,8-dihydroxy-isochroman-4-one; determination; HPLC

This study was supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 30873144) and the Project for High-Level Talents in China Pharmaceutical University (No. 01211096)

香蕉皮为芭蕉科植物香蕉 (*Musa nana* Lour.) 或甘蕉 (*Musa sapientum*) 的果皮。《现代中药学大辞典》记载香蕉果皮入药可用于高血压、痢疾、霍乱腹痛、皮肤瘙痒等^[1]。中药香茅降血压颗粒, 即用香蕉皮与其他中药配伍, 产生降血压功效^[2]。本课题组在前期研究中, 从香蕉皮中分离得到 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4, 其具有显著的降血压活性, 是其有效成分之一^[3]。本文采用 HPLC 法对不同批次香蕉皮中 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4 的含量进行测定。

材 料

1.1 试药和试剂

香蕉皮药材经中国药科大学李萍教授鉴定为芭蕉科甘蕉 *Musa sapientum* 的干燥果皮。对照品化合物: 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4 自制, 纯度为 99.48%。其余所用试剂均为色谱纯或分析纯。

1.2 仪 器

岛津高效液相色谱仪 (LC-10ATvp)、检测器 (SPD-10A vp) 及威玛龙色谱工作站。

* 收稿日期 2009-09-02 * 通讯作者 Tel: 025-83271480 E-mail: geliang13@hotmail.com

基金项目 国家自然科学基金资助项目 (No. 30873144) 和中国药科大学引进人才项目资助 (No. 01211096)

方法与结果

2.1 HPLC测定条件^[4]

色谱柱:岛津 ODS-C₁₈柱 (250 mm ×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-水-磷酸 (9 91 0.1);检测波长 283 nm;流速:1 mL/min;柱温:35 ℃。

2.2 方法学考察

2.2.1 溶液的制备

对照品溶液的制备 精密称量 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4 109.0 mg于 100 mL量瓶中,用甲醇定容,制得质量浓度为 1.09 mg/mL的对照品溶液,备用。

供试品溶液的制备 取香蕉皮药材粉末约 10 g,精密称定,置圆底烧瓶中,加入甲醇 100 mL,回流提取 2次,每次提取 30 min,合并提取液并回收溶剂,甲醇溶解残渣并转移至 10 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,取续滤液,备用。

2.2.2 线性关系

分别精密量取 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5, 6 mL置 10 mL量瓶中,加甲醇稀释并定容至刻度,摇匀,得标准系列溶液。分别取标准系列溶液在上述色谱条件下分析,以峰面积 (Y)为纵坐标,以对照品溶液质量浓度 (X)为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为 $Y = 8.613 \times 10^3 X - 2.430 \times 10^4$, $r = 0.999 7$,线性范围为 1.09 ~ 13.08 μg。

2.2.3 精密度及稳定性

精密吸取上述制备的同一供试品溶液 10 μL,连续进样 6次,测得峰面积相对标准偏差 (RSD)为 1.04%,保留时间 RSD为 0.18%,表示仪器精密度良好。

取上述制备的供试品溶液,室温放置,在上述色谱条件下于 0, 2, 4, 6, 8, 12 h分别进样,测得峰面积 RSD为 1.08%,证明供试品在 12 h内稳定。

2.2.4 加样回收率

精密称取已知含量的香蕉皮样品 9份,每份 5 g,分别精密加入对照品溶液 (1.09 mg/mL) 0.8, 1.0或 1.2 mL,每一加入量平行 3份,按上述条件操作,做回收率试验。测定结果见表 1。平均回收率为 100.0%, RSD为 0.64%。

2.3 含量测定

取不同批次的香蕉皮原药材,采用前述方法对不同批次的香蕉皮原药材中 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4的含量进行测定 (见图 1),其含量 (%)分别为 0.033 4、0.033 9、0.036 7和 0.029 5。

Table 1 Results of recovery test (n = 9)

No.	Original/ mg	Added/ mg	Founded/ mg	Recovery /%	Average recovery/%	RSD/ %
1	1.673	0.872	2.552	100.8	100.0	0.64
2	1.673	0.872	2.549	100.5		
3	1.671	0.872	2.538	99.4		
4	1.673	1.090	2.759	99.6		
5	1.672	1.090	2.755	99.4		
6	1.671	1.090	2.758	99.7		
7	1.671	1.302	2.966	99.5		
8	1.673	1.302	2.984	100.7		
9	1.671	1.302	2.984	100.8		

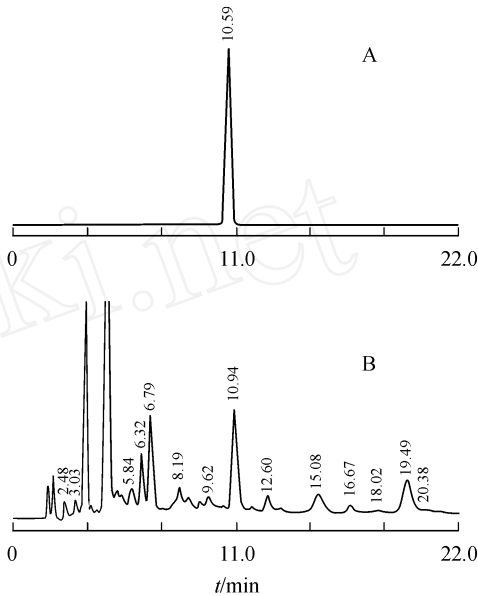


Figure 1 HPLC of reference substance (A) and sample (B)

讨 论

曾试用甲醇-水-磷酸 (15 85 0.1);甲醇-水-磷酸 (10 90 0.1);乙腈-水-磷酸 (15 85 0.1);乙腈-水-磷酸 (10 90 0.1);乙腈-水-磷酸 (5 95 0.1);乙腈-水-磷酸 (9 91 0.1) 为流动相,结果以乙腈-水-磷酸 (9 91 0.1)分离效果最好,能达到基线分离。

取 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4对照品甲醇溶液,在 200 ~ 400 nm 范围内扫描,结果在 283 nm 处有最大吸收,故选择 283 nm 作为检测波长。

香蕉皮降血压活性提取物的成分较为复杂,3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4降血压活性显著,在原药材中含量较低。经提取分离后,提取物中 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4含量相对较高^[3]。本文选其为降血压活性指标成分,并采用 HPLC法

对香蕉皮中 3-甲基-7,8-二羟基异色满酮-4 含量进行测定,为香蕉皮原药材及降血压活性提取物质量控制提供依据。

参考文献

- [1] 宋立人 (Song LR), 洪 恂 (Hong X), 丁绪亮 (Ding XL), 等. 现代中药大辞典 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 2004: 1 557 - 1 558.
- [2] 张 蕾 (Zhang L), 王 卉 (Wang H), 刘舞霞 (Liu WX), 等. 香茅降血压颗粒质量标准研究 [J]. 中国药科大学学报 (*J China Pharm Univ*), 2001, 32 (1): 25 - 29.
- [3] Qian H, Huang WL, Wu XM, et al. A new isochroman-4-one derivative from the peel of *Musa sapientum* L. and its total synthesis [J]. *Chin Chem Lett*, 2007, 18 (10): 1 227 - 1 230.
- [4] 蒋跃明 (Jiang YM). 酚类物质的高效液相色谱的快速检测 [J]. 中国科学院华南植物研究所集刊, 1995, 10: 106 - 108.

· 新动向 ·

中药产业潜力大“十二五”产值将达万亿元

11月 11 日,科技部副部长刘燕华在中药现代化科技产业基地第四次工作会上提出,应加强以中药为原料的各类工业产品研究开发,以提高中药资源的附加值和利用率,培育发展新型大中药产业。通过研发,中药产业范畴有望极大扩展,中药工业的市场规模可能是现在产值的 3~5 倍。

中药因为药食同源的基础和临床功效,具有很大市场潜力和开发空间,随着回归自然思潮影响,市场需求还会不断增长。中药除了治疗药品,还可以开发保健品、食品、饮料、化妆品、日用品、食品添加剂,中药农药、中药兽药、中药饲料添加剂等等,将会带来更大经济和社会效益。

据不完全统计,截至 2008 年底,中药及相关产业产值近 6 300 亿元,今年有望达到 7 000 亿元。预计到 2015 年,包括中药工业、中药农业、中药商业、中药保健品、中药食品、中药化妆品、中药兽药以及中药加工装备制造业等在内的大中药产业产值将达到 1 万亿元,呈现新兴产业的显著特征。

科技部中药现代化科技产业基地建设专家组组长张伯礼院士表示,从中药现代化科技产业基地建设十年经验来看,规划发展大中药产业,除了巨大经济效益外,还将优化工农业产业结构,促进农民增收脱贫致富,增加就业岗位,推动医疗卫生体制改革,提高人民群众生活质量,具有更加显著的社会效益。

张伯礼院士认为,要建立发展大中药产业理念,巩固中药工业,积极发展中药相关产业,提升中药产业发展规模 and 水平,促进中药资源可持续发展,建设现代中药工业和商业体系,并推动具有中国特色健康产业的发展。各省基地应建立中药产业本底资料库,培育优势品种,充分发挥各区域特色,错位竞争;促进区域产业结构互补,构建区域间协调体制机制,完善产业服务及信息系统。同时,鼓励中药企业优势资源整合,建设现代中药产业制造、物流基地,打造一批产值超百亿元的现代中药生产、流通企业。

专家呼吁应加大对中药产业科技研发支持力度,国家各部委局设立中药工业及相关产业科技资助计划,在科技条件建设、重点实验室、技术平台、工程中心及人才培养等向中药产业倾斜,鼓励建立以企业为主体的产学研联盟,推动在市场化机制下产学研合作机制建立,促进成果转化,将中药这个符合人们回归自然生活方式,不仅可以防病,还能保健养生,具有万亿元市场潜力的大健康产业真正做大做强,使之能够成为新的经济增长点。

(摘自科技日报,本刊有删节)