

RP- HPLC 测定 4 个品种芒果叶中的没食子酸

侯小涛, 戴 航, 周丽霞

(广西中医学院药学院, 广西 南宁 530001)

摘要: 目的 测定 4 个品种芒果叶中的没食子酸。方法 采用 RP- HPLC 法。结果 没食子酸以田阳香芒最高, 红象牙最低。结论 所建方法灵敏、准确、专属性强、重复性好, 为控制芒果叶的质量提供了指标和方法。

关键词: 芒果叶; 没食子酸; 含量测定; 高效液相色谱法

中图分类号: R917

文献标识码: B

文章编号: 1006- 0103(2008) 01- 0128- 01

芒果叶为漆树科植物芒果 *Mangifera indica* L. 的干燥叶, 收载于广西中药材标准, 为芒果止咳片的药材。芒果叶中没食子酸的提取分离和含量测定还未见报道。为此, 特采用 HPLC 测定并比较 4 种芒果叶中没食子酸的含量。

1 实验部分

1.1 仪器与材料

LC- 8A 高效液相色谱仪包括 SPD- 6A 检测器、C- R4A 数据处理机(日本岛津); CG16- W 高速微量离心机(北京医用离心机厂)。没食子酸对照品(中国药品生物制品检定所, 归一化法纯度为 98. 98%); 红象牙、田阳香芒、田东青芒、毛公芒等芒果叶(市售)经周子静教授鉴定为 *Mangifera indica* L. 的干燥叶; 乙酸为分析纯; 水为去离子水。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件及系统适用性试验 色谱柱为 Shim pack CLC C₁₈ (150 mm × 6 mm); 柱温为室温; 流动相为甲醇- 0. 5% 冰醋酸 (15: 85); 流速 1 ml min⁻¹; 检测波长 270 nm。进样量 10 μl 理论板数按没食子酸峰计大于 4 × 10³。

1.2.2 溶液的制备 精密称取 20 mg 没食子酸对照品, 置 20 ml 量瓶中, 加水定容, 摇匀, 即得对照品溶液。准确称取 1 g 干燥芒果叶粉, 用 50 ml 水加热回流提取 (1 h × 2), 定容至 100 ml 经 0. 45 μm 的微孔滤膜过滤, 取滤液作供试品溶液。

1.2.3 线性关系考察 分别精密吸取 1、2、3、4、5 ml 1. 0 mg ml⁻¹ 对照品溶液, 置 5 ml 量瓶中, 用水定容, 摇匀。按“1. 2. 1”项色谱条件各进样 10 μl 测定没食子酸的峰面积, 以对照品进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 5. 955 \times 10^4 + 1. 373 \times 10^7 X$ ($r = 0. 9999$), 没食子酸进样量 2~ 10 μg 与峰面积具有良好线性关系。

1.2.4 精密度试验 精密吸取 10 μl 1. 0 mg ml⁻¹

“1. 2. 3”项下对照品溶液, 重复进样 5 次, 没食子酸峰面积的 $RSD = 0. 25\%$ ($n = 5$)。

1.2.5 稳定性和重复性试验 取同批田东青芒的芒果叶供试品溶液, 分别在 0、3、6、9 h 测定, 没食子酸峰面积的 $RSD = 1. 1\%$ ($n = 6$), 表明供试液在 9 h 内稳定。

精密称取同一批田东青芒的芒果叶样品 6 份, 制成供试品溶液, 按“1. 2. 8”项方法平行测定, 没食子酸含量的 $RSD = 1. 2\%$, 表明方法精密度良好。

1.2.6 加样回收试验 精密称取约 1 g 已知含量的同一批田东青芒的芒果叶样品 5 份。分别精密加入 1 ml 对照品溶液, 按“1. 2. 2”项制备供试品液, 依法测定, 平均回收率为 102. 0%, $RSD = 2. 3\%$ ($n = 5$)。

1.2.7 样品的测定 准确称取 1 g 干燥芒果叶粉, 用 50 ml 水加热回流提取两次, 每次 1 h 定容至 100 ml 经 0. 45 μm 的微孔滤膜过滤, 按“1. 2. 1”项色谱条件测定, 求没食子酸峰面积的平均值, 按外标一点法计算含量, 红象牙、毛公芒、田东青芒、田阳香芒叶中没食子酸的含量分别为 0. 1335、0. 2419、0. 2182、0. 4748 g g⁻¹。

2 讨论

没食子酸水溶液的紫外光谱图显示其分别在 204、270 nm 处有较大吸收。由于 204 nm 处为末端吸收, 故 HPLC 检测时采用 270 nm 作为检测波长。选择水为溶剂, 采取加热回流提取方式。参照文献^[1, 2], 采取甲醇与冰醋酸作为流动相, 效果欠佳, 最后确定以甲醇- 0. 5% 冰醋酸 (15: 85), 则没食子酸的出峰效果和分离度均好, 峰形亦对称。

参考文献:

- [1] 郭朝晖, 倪琳, 蒋生样. HPLC 测定苦味叶下珠胶囊中没食子酸的含量 [J]. 华西药杂志, 2007, 22(1): 81- 82
- [2] 王祥培, 万德光, 王强, 等. HPLC 测定不同产地的头花蓼中没食子酸的含量 [J]. 华西药杂志, 2007, 22(2): 204- 205

收稿日期: 2007- 08

基金项目: 广西高校人才小高地建设创新团队资助计划项目

作者简介: 侯小涛 (1969-), 副教授, 从事中药分析及质量控制研究工作。