

HPLC 法测定盐肤木中没食子酸的含量

★ 朱俊彦 熊龙花 (江西省南昌市食品药品检验所 南昌 330029)

关键词:盐肤木;HPLC;没食子酸

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

盐肤木为漆科植物,功能为活血化瘀、行血止痛,用于冠心病、心绞痛、胸闷、憋气等症。盐肤木中的主要有效成分为没食子酸,为高效低毒的抗氧化剂,具有改善微循环和心脑血管缺血、抗血小板凝集、降脂、抗炎等作用,符合老年性疾病的需要^[1]。本文以没食子酸为指标成分,建立了盐肤木中没食子酸的 HPLC 测定方法,为控制该药材质量提供了客观的定量评价方法。

1 仪器及试剂

1.1 仪器 美国 Waters 公司 515 高效液相色谱系统,2487 型紫外检测器,Millenium32 色谱工作站;上海天平仪器厂 TG332-A 微量分析天平(十万分之一)。

1.2 试剂 盐肤木(购自江西资溪、广西桂林、湖南慈利、福建光泽等地药业有限公司);没食子酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号:110831-200302) 甲醇为色谱纯试剂;水为重蒸馏水;其它试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 检测波长的选择 以一定浓度没食子酸溶液,在 200~600 nm 波长处进行扫描,在 272 nm 处有最大吸收,故选择 272 nm 为检测波长。

2.2 试验色谱条件 色谱柱:Diamondil(钻石)C₁₈柱(4.6 mm×250 mm,5 μm);柱温 30 ℃,流动相:甲醇-水-0.3% 磷酸(15:85:0.1),流速 1.0 mL/min,检测波长:272 nm^[2]。

2.3 溶液的配制 对照品溶液的制备:准确称取没食子酸对照品适量,加 30% 甲醇制成每 1 mL 含没食子酸 40 μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备:取本品粉碎(过 80 目筛),精密称定约 0.25 g,置具塞三角烧瓶中,精密加入 30% 甲醇 50 mL,密塞,称定重量,超声处理 30 分钟,放冷,密塞,再称定重量,用 30% 甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 1 mL 至 10 mL 棕色容量瓶中,用 30% 甲醇稀释至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,既得供试品溶液。

2.4 系统适应性试验 精密吸取对照品溶液、供试品溶液各 20 μL,按“2.2”项下色谱条件进样,记录色谱,理论塔板数以没食子酸峰计算应不低于 3500。

供试品和对照品溶液均在相同保留时间内出现吸收峰,保留时间约为 7 分钟,即本试验条件下没食子酸峰与其它组分峰分离完全。

2.5 线性关系考察 精密吸取对照品溶液(0.511 mg/mL) 0.1、0.2、0.4、0.6、1.0 mL 置 10 mL 容量瓶中,加 30% 甲醇稀释至刻度,按上述色谱条件依序进样 20 μL,测定,记录峰

面积,以峰面积积分值 Y 为纵坐标,对照品进样量 X(μg)为横坐标,作标准曲线,得回归方程为:Y=29761X-5806.6;r=0.999,说明没食子酸在 0.0511~1.022 μg 范围内,进样量与峰面积积分值之间具有良好的线性关系。

2.6 精密度试验 精密吸取上述对照品溶液 20 μL,连续进样 5 次,按上述色谱条件,测定芍药苷峰面积。结果表明:RSD=0.78%。

2.7 稳定性试验 取供试品溶液,每隔 2 小时进样 1 次(20 μL),共进样 6 次(n=6),按上述色谱条件分别测定,峰面积积分值的 RSD=0.71%,结果表明供试品溶液在 12 小时内稳定。

2.8 重复性试验 分别取同一批供试样品 6 份,同法制备,测定,RSD=0.9%。

2.9 回收率试验 采用加样回收法。取已知含量的样品(没食子酸 40.86 mg/g)0.1 g,9 份,分别精密加入一定量没食子酸对照品,按供试品溶液制备方法制备,依法测定,计算回收率,结果测得回收率在 98.3%~100.6%之间,平均回收率为 99.3%,RSD 为 0.71%。

2.10 样品测定 取不同产地的盐肤木药材,按本试验方法测定没食子酸的含量,结果见表 1。

表 1 盐肤木样品测定结果(n=3)

样品批号	江西资溪	广西桂林	湖南慈利	福建光泽
含量(mg/g)	42.69	44.61	38.89	0.37

3 讨论

我们曾对药材盐肤木中没食子酸的提取方法做了考查,发现没食子酸提取率为水超声>30% 甲醇超声>50% 甲醇超声,用水作溶剂回流提取没食子酸的量与水超声提取的量相当。用 30% 甲醇作溶剂超声提取的样品溶液稳定性较好,且提取率高。

有资料表明盐肤木叶中含有槲皮苷(Quercitrin)、没食子酸甲酯(Methylgallate)、没食子酸(Ellagic acid)^[2],我们对四个产地的盐肤木做了研究,发现福建产盐肤木槲皮素含量高于其它地区,没食子酸含量很低。所以不同产地的盐肤木所含成分以及成分含量都有所差异,这都有待进一步研究。

参考文献

- [1]刘超中,张家国,李京平.HPLC 测定猴耳环消炎片中没食子酸的含量[J].中成药,2001,23(9):687~688
- [2]江苏新医学院.中药大词典[M].上海:上海科学技术出版社,1986,1 818

(收稿日期:2006-08-15)