

HPLC法测定五倍子中没食子酸的含量

刘起中,张可

(临沂市药品检验所,山东 临沂 276001)

五倍子为漆树科植物盐肤木 *Rhus chinensis* Mill.及同属树种植物叶上的虫瘿,由五倍子蚜 *Melaphis chinensis* (Bell) Baker寄生而成。收载于《中华人民共和国药典》2000年版一部,具敛肺降火,涩肠止泻,敛汗止血,收湿敛疮之功效。其主要成分为鞣质,医药上称为五倍子鞣酸,药典规定含量不少于 50%。五倍子中的鞣质为可水解鞣质,水解后的产物主要为 6~8 分子没食子酸和 1 分子 D-葡萄糖,因此通过测定没食子酸的含量,可以建立一种五倍子的含量控制方法。本实验采用 HPLC法测定其水解后没食子酸的含量,较之药典方法准确可靠,简单易行。

1 仪器与试药

美国 SP8800高效液相色谱仪,SP8450紫外可见光检测仪,SP4290积分仪;没食子酸对照品(中国药品生物制品检定所);五倍子药材(3批)为市售品,经本所中药室鉴定均符合药典规定。甲醇为色谱纯,磷酸为分析纯。

2 实验方法及结果

2.1 色谱条件:色谱柱 Hypersil C₁₈柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m)(大连依利特科学仪器有限公司);流动相为水-甲醇-磷酸(95:5:0.05),检测波长为 270 nm,柱温为 30℃,流速为 1 mL/min。理论塔板数按没食子酸峰计算不少于 8 000。

2.2 线性关系考察:精密称取没食子酸对照品适量用水溶解,并精密稀释成 2, 4, 6, 8, 10 μ g/mL 的溶液。分别取 10 μ L 进样,测定,以峰面积 A 对浓度 C (μ g/mL)进行计算,得回归方程为: $A = 13\,440.2C +$

130.6, $r = 0.999\,9$,没食子酸在 2~10 μ g/mL 范围内线性关系良好。

2.3 精密度试验:取同一对照溶液连续进样 6 次,测定峰面积,求得 RSD 为 0.52%。

2.4 样品含量测定:取五倍子约 2 g,研细,过 5 号筛,精密称取细粉约 0.01 g,置 100 mL 容量瓶中,加入 30% 盐酸液 20 mL,置沸水浴加热水解 3 h,迅速冷却至室温,然后用水稀释至刻度,过滤,精密取续滤液 10 mL 用水定容于 100 mL 容量瓶中作为样品液。微孔滤膜(0.45 μ L)过滤,取滤液 10 μ L 进样,用外标法计算,得没食子酸含量和 RSD 分别为 48.6%、2.2%, 55.3%、1.2%, 59.7%、1.6% ($n = 5$)。

2.5 重复性试验:取样品溶液连续进样 6 次,测定没食子酸含量,求得 RSD 为 1.4%。

2.6 稳定性试验:取样品溶液分别在不同时间测定,结果显示 18 h 内稳定。

2.7 回收率试验:精密称取已测知含量的五倍子样品细粉适量,加入定量的没食子酸对照品,按 2.4 项下操作,测定没食子酸的含量,计算回收率,平均回收率为 99.1%, RSD 为 1.9% ($n = 5$)。

3 讨论

3.1 样品水解条件的选择:取样品溶液,分别水解 1, 2, 3, 4, 5 h 并测定含量,结果显示,3 h 水解完全。

3.2 生药五倍子中鞣质含量较大,水解产物中没食子酸占较大的比例,本法通过 HPLC法测定水解产物没食子酸的含量并作为生药的质量控制方法是可行的。

收稿日期:2001-08-06

作者简介:刘起中(1968~),男,山东临沂人,主管药师,1991年毕业于山东医科大学,主要从事理化检验工作。Tel 0539-8314069

欢迎订阅《中草药》杂志 1997年增刊

1997年第 28卷增刊刊载论文 92篇,共 144页(约 30万字)。其中“紫杉醇”研究方面的论文 12篇,包括紫杉醇的化学成分、提取工艺及组织培养等方面的科研论文,并特邀国内从事“紫杉醇”研究的知名专家和中青年学科带头人撰写综述文章,充分反映了“紫杉醇”研究方面的新成果、新进展和新动态。定价 45元,另加包装费、邮费 5元。

凡订阅者请向我部索取订单:300193 天津市鞍山西道 308号《中草药》杂志编辑部, Tel 022-27474913 Fax: 022-23006821