2.5 精密度试验：取木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷和蒙花苷混合对照品溶液，在上述色谱条件下，重复进样 6 次，峰面积的 RSD 分别为 0.8%与 0.5%。

2.6 稳定性试验：取样品溶液，于室温下放置，分别在 0、2、4、8、16、24 h 进样，结果表明，木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷和蒙花苷在 24 h 内稳定，峰面积的 RSD 分别为 2.0%，0.3%。

2.7 重现性试验：精密量取同一样品 6 份，依“2.4”项下的方法操作，在上述色谱条件下分析测定。木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷平均质量分数 0.25%，RSD 为 2.0%；蒙花苷平均质量分数为 1.64%，RSD 为 1.2%。

2.8 回收率试验：精密称取适量野菊花药材 9 份，分别精密加入一定量的对照品，按“2.4”项下的方法操作，在上述色谱条件下进行分析测定，结果木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷平均回收率为 98.6%，RSD 为 1.8%；蒙花苷平均回收率为 99.4%，RSD 为 1.7%。

2.9 样品测定：按“2.4”项下的方法操作，测定 9 批野菊花中木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷和蒙花苷质量分数，结果见表 1。

表 1 木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷和蒙花苷测定结果 (n=3)

Table 1 Determination of luteolin-7-*O*-glycoside and linarin (n=3)

产 地	木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷/%	蒙花苷/%
浙江嘉兴	0.17	1.41
安徽亳州	0.20	2.63
陕西	0.24	1.31
辽宁	0.26	1.63
四川	0.17	0.39
山东	0.32	0.37
山西	0.14	0.36
河北	0.18	0.19
河南	0.25	1.64

3 讨论

3.1 本实验采用了超声提取法考察了水、20%乙醇、60%乙醇、80%乙醇、95%乙醇的提取效率，结果表明 60%乙醇提取效率最高；又以 60%乙醇作为提取溶剂比较了回流提取与超声提取两种提取方法，发现回流提取效率大大高于超声提取。在此基础上，考察了回流提取的次数对实验结果的影响，结果表明回流提取一次即可将药材中木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷和蒙花苷基本提取完全。

3.2 木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷的最大吸收波长为 348 nm，蒙花苷的最大吸收波长为 326 nm，考虑到木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷色谱峰峰面积较小，为提高对其的检测准确度，选择 348 nm 作为检测波长。

3.3 野菊花应用广泛，《中国药典》2005 年版中采用高效液相色谱法测定蒙花苷的量[2]。本实验首次建立了高效液相色谱同时测定野菊花中木犀草素-7-*O*-葡萄糖苷和蒙花苷的分析方法，同时检测两个主要黄酮成分，方法简便、快速、准确，重现性好，可以为野菊花的质量控制提供依据。

3.4 本实验考察了多种流动相系统，结果表明使用乙腈-磷酸水溶液系统可对样品中待测成分得到满意的分离，且分析时间最短。

References:

[1] Chen H F. *Dictionary of Phyto-Bioactive Compounds* (植物活性成分辞典) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 2001.

[2] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol I. 2005.

RP-HPLC 法测定芒果皮中芒果苷

黄敏琪[1]，甄汉深[2]，熊万娜[2]，姜建萍[2]，党美琼[1]

(1. 广西卫生管理干部学院，广西 南宁 530021；2. 广西中医学院，广西 南宁 530001)

芒果系漆树科植物芒果 *Mangifera indica* L.，是我国常见食药两用的中药，在广西有丰富的资源[1,2]。在食品中，以果实见多，而在药用中以芒果叶的报道较多，曾有文献报道有关芒果苷的测定方法[3~6]，但关于芒果皮目前尚未有关于其质量分析方面的报道。本实验建立 RP-HPLC 外标法测定芒果皮中芒果苷的方法，并对不同产地的芒果皮进行考察，为进一步研究开发芒果、开展 GAP 种植提供科学依据。

1 仪器与试药

收稿日期：2005-12-05

基金项目：广西科学基金资助项目(桂科基 0448044)

作者简介：黄敏琪(1958—)，女，广西百色市人，壮族，副教授，研究方向为中药成分及制剂。

Tel：(0771) 2853630 E-mail：gxhmq888@163.com

Agilent1100 系列高效液相色谱仪(包括四元泵,自动进样器,脱气机,紫外可见检测器,柱温箱,配备 Agilent1100 工作站),CG16—W 高速微量离心机(北京医用离心机厂)。芒果苷对照品(中国药品生物制品检定所提供)。芒果皮,采自广西南宁、百色、田东、田阳等地,经广西中医学院药物分析教研室鉴定均为 *M. indica* L. 果实的外果皮。甲醇为色谱纯,水为去离子重蒸水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Hanbon Lichyopher C_{18}(250 mm×4.6 mm, 5 μm);柱温为室温;流动相为甲醇-0.1% H_3PO_4(32∶68);体积流量 1 mL/min;检测波长 258 nm;进样量 10 L。此条件下芒果苷理论塔板数不低于 3 000。对照品及样品色谱图见图 1。

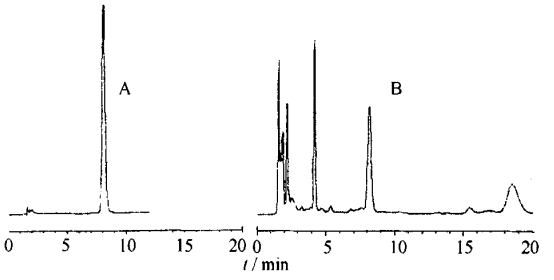

图 1 芒果苷(A)和芒果皮样品(B)色谱图

Fig. 1 Chromatogram of mangiferin (A) and sample of peel of *F. mangiferae* (B)

2.2 对照品溶液的制备:取芒果苷对照品约 20 mg,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,得质量浓度为 0.80 g/L 的溶液。

2.3 线性关系:精密吸取对照品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL,置 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀、离心、进样。以对照品峰面积值为纵坐标,对照品进样量为横坐标进行线性回归,得回归方程:$Y=1.065+2.035\ X$, $r=0.999\ 9$ ($n=5$)。结果表明:芒果苷在 0.8~4.0 μg 与峰面积线性关系良好。

2.4 精密度试验:分别精密吸取对照品溶液 10 μL。在上述色谱条件下,连续进样 5 次,对照品的峰面积值的 RSD 为 0.33%。

2.5 稳定性试验:取同一批供试品溶液,分别于 0、2、4、6、8、10、12、24 h 对样品进行分析。结果表明,芒果皮中芒果苷的峰面积值变化不大,RSD 为 0.96%,24 h 内稳定性较好。

2.6 重现性试验:取同一批供试品共 5 份,每份 1.0 g,精密称定,按"样品测定"项下方法制备供试品溶液,测定并计算芒果苷的量,结果 RSD 为 0.51%,表明重现性较好。

2.7 加样回收试验:取已知量的同一批样品共 6 份,每份 0.5 g,精密称定。分别精密加入对照品(加入量均为 0.40 mg),按"样品测定"项下方法制备供试品溶液并测定,计算回收率,平均回收率为 97.8%,RSD 为 1.85% ($n=6$)。

2.8 样品测定:分别取同产地的芒果皮干燥细粉 1.0 g,精密称定,置三角烧瓶中,精密加入 70%甲醇 25 mL,精密称定,超声提取 50 min,补足质量。将提取液滤过,吸取续滤液 1 mL 移至离心管中,离心,按上述色谱条件测定,测得样品峰面积值,由回归方程计算出芒果皮中芒果苷的量。测定结果见表 1。

表 1 不同产地的芒果皮中芒果苷的测定结果 (8 月,$n=5$)

Table 1 Determination of mangiferin in peel of *F. mangiferae* from various habitats ($n=5$)

产 地	芒果苷/%	RSD/%	产 地	芒果苷/%	RSD/%
田东(桂七青皮芒)	0.42	2.32	田阳(金穗芒)	1.33	2.35
百色(金煌芒)	0.08	2.68	百色(蜜芒)	2.30	2.56
百色(桂五青皮芒)	0.38	1.97	南宁(印度一号芒)	1.78	1.87

3 讨论

3.1 芒果苷的测定,目前以叶的报道较多,未见有芒果皮中测定芒果苷的报道。笔者经薄层预试,发现芒果皮中含有芒果苷成分。经过前期摸索,以 RP-HPLC 法测定芒果皮中芒果苷,该法具有灵敏度高、快速、准确、专属性强、重现性好的特点;选定的流动相对芒果苷、杂质有良好的分离效果,测定方法可靠。

3.2 提取方法的选择,曾对热回流法和超声提取法进行考察,结果表明,超声提取法中芒果苷得率最高,且操作简便。

3.3 从本法测定的结果来看,以百色市(蜜芒)、南宁(印度一号芒)和田阳县(金穗芒)的芒果皮中芒果苷的量最高。

References:

[1] *Drug Standards, China; Chinese Traditional Patent Medicine.* Ⅴ. (药品标准:中药成方制剂第五分册) [S]. 1992.

[2] *Guangxi Health Department. Standards of Guiling: Chinese Medicinal Material* (广西中药材标准) [S]. Guiliu: Guangxi National Publishing House, 1990.

[3] Deng J G, Zeng C H. Thirty years for general research of leaf of *folium Mangiferae* and mangiferin [J]. *J Guangxi Univ Tradit Chin Med* (广西中医学院学报), 2003, 6 (2): 44-47.

[4] Liu H G, Huang H B, Cheng Y J. Determination the contents of mangiferin in Mangguo Zhike Tablets by HPLC [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1997, 19 (10): 14.

[5] Liu X H, Pan J H, Wang Y X. Research of quality standard in Jing Zhu Gan Tai Shu Capsule [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 2000 (3): 196.

[6] Dai R H, Gao J, Wang X, *et al*. Determination of the contents of mangiferin and berberine hydrochloride in the Zishen Pills by RP-HPLC [J]. *J Shenyang Pharm Univ* (沈阳药科大学学报), 2002 (5): 332.