

文章编号:1673-1689(2009)02-0256-03

山竹壳中 α -倒捻子素的测定方法

冯建光, 陈利琼

(深圳劲创生物技术有限公司, 广东 深圳 518057)

摘要: 作者建立了山竹壳原料和山竹壳提取物中 α -倒捻子素的高效液相色谱测定方法。采用 Waters symmetry C-18 色谱柱(5 μ m, D 4.6 mm \times 150 mm), 流动相为甲醇-水(梯度洗脱), 检测波长 280 nm, 体积流量 1.0 mL/min, 柱温为 30 $^{\circ}$ C。结果为 α -倒捻子素质量浓度在 28.952~231.6 μ g/mL 的范围内呈良好线性关系($r=0.9995$), 其回收率在 98.77%~101.39%。用高效液相色谱法测定山竹壳原料和山竹壳提取物中 α -倒捻子素的含量操作简便、结果准确、重复性好, 可用于指导原料的采购和提取物质量指标的控制。

关键词: 山竹壳; 高效液相色谱; α -倒捻子素

中图分类号: O 657.72

文献标识码: A

Determination of α -Mangostin Content in Mangosteen Fruit Skin and Mangosteen Fruit Skin Extract

FENG Jian-guang, CHEN Li-qiong

(BannerBio Nutraceuticals Inc, Shenzhen 318057, China)

Abstract: An assay method of α -mangostin content in mangosteen fruit skin and mangosteen fruit skin extract by HPLC was developed in this manuscript. Waters symmetry C-18 column(5 μ m, D 4.6 \times 150 mm) was used as stationary phase and methanol/water was used as mobile phase with 280 nm for detection wavelength. The flow rate was 1.0 mL/min and the column temperature was 30 $^{\circ}$ C. External standard method was apply to quantitative analysis. The linear range of α -mangostin was 28.952~231.6 μ g/mL ($r=0.9995$). The recovery was from 98.77% to 101.39%. The method is simple, accurate, stable and reproducible, and can be applied to control of mangosteen fruit skin and mangosteen fruit skin extract.

Key words: mangosteen fruit skin, HPLC, α -mangostin

山竹是在热带气候中种植生长的长青果树, 主要分布于泰国、越南、马来西亚、印度尼西亚、菲律宾等东南亚国家, 在中国华南等地区也有栽培^[1]。在东南亚传统医药中, 山竹果皮是治疗感染、创伤

和腹泻的良药。研究发现, 山竹果皮中含有大量的氧杂蒽酮类化合物(xanthones), 氧杂蒽酮类化合物具有抗炎、抗肿瘤、抗氧化等活性^[2-5]。其中最主要的氧杂蒽酮类化合物是 α -、 β -、 γ -倒捻子素(mangos-

收稿日期: 2008-01-18

作者简介: 冯建光(1973-), 男, 湖南湘阴人, 工学硕士, 工程师, 主要从事天然产物研究。Email: jianguangfeng@yahoo.com.cn

tin), 藤黄酮(garcinone)等。而山竹壳中含量最丰富的氧杂蒽酮类化合物是 α -倒捻子素, 作者建立了 α -倒捻子素的定量分析的一种方法。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: 美国 Waters 公司产品; 甲醇, HPLC 级; 中国医药集团上海化学试剂公司产品; 超纯水, 美国 Millipore 公司产品; 山竹: 深圳劲创生物技术有限公司提供; α -倒捻子素对照品(纯度 96.5%); 美国 Chromadex 公司产品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

Waters symmetry C-18 色谱柱(5 μm , D 4.6 mm \times 150 mm), 检测波长, $\lambda=280$ nm; 体积流量: 1.0 mL/min, 进样量: 10 μL , 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$; 流动相 A 为甲醇, 流动相 B 为水, 不同时间流动相配比见表 1。

表 1 HPLC 条件
Tab. 1 HPLC conditions

时间/min	体积分数/%	
	A	B
0	40	60
10	80	20
25	90	10
30	100	0
31	40	60
35	40	60

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品贮备液的制备 精密称取 α -倒捻子素对照品 150.0 mg(纯度 96.5%)置于 500 mL 容量瓶中, 加 400 mL 的甲醇溶解并超声 10 min, 最后用甲醇定容至 500 mL。制得质量浓度为 289.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 α -倒捻子素对照品贮备液。

2.2.2 山竹提取物测试样品溶液的制备 称取一定数量已粉碎的山竹, 加入 5 倍原料体积的甲醇, 浸泡 2 h, 然后加热沸腾提取 2 h, 过滤获得第一次提取液, 料渣再加入 4 倍体积的甲醇提取第二次, 过滤获得第二次甲醇提取液, 合并所有的提取液, 真空浓缩干燥获得山竹提取物。称取 80.0 mg 的上述山竹提取物置于 100 mL 容量瓶中, 加入 70 mL 左右的甲醇溶解并超声 10 min, 最后用甲醇定容至 100 mL。

2.2.3 山竹原料测试样品溶液的制备 称取 1.000 g 左右已粉碎的山竹于 100 mL 的容量瓶中, 加入 80 mL 甲醇, 超声提取 30 min 后, 用甲醇定容到 100 mL, 充分混匀后静置 30 min。

2.3 线性关系测定

以对照品贮备液配制质量浓度为 28.95、57.9、115.8、173.7、231.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 α -倒捻子素系列标准溶液。上述不同浓度的标准溶液用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 分别吸取 10 μL 滤液注入高效液相色谱仪。以对照品进样质量浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标进行回归计算。回归方程为: $Y = 11611X + 1157.2$, 相关系数 $r = 0.9995$, 表明 α -倒捻子素在 28.952~231.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的质量浓度范围内呈良好线性关系。

2.4 稳定性试验

对同一对照品标准溶液(质量浓度为 115.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 每隔 2 h 测定一次, 测定结果表明平均峰面积为 1363303, RSD 为 1.60% ($n=7$), 12 h 内稳定。

2.5 重复性试验

取山竹提取物适量, 精密称定 6 份, 测定含量。测得样品中 α -倒捻子素的平均质量分数 11.20%, RSD 为 0.49%, 表明本方法重复性良好。

2.6 精密度实验

精密吸取上述对照品标准溶液(173.7 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 10 μL , 重复进样 6 次, 峰面积平均值为 2051133, RSD 为 1.8%。结果见图 1。

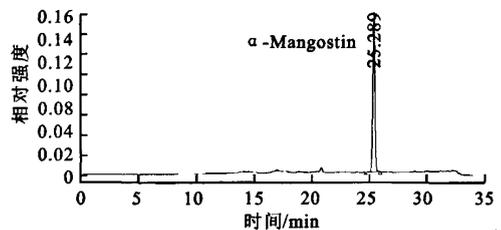


图 1 α -倒捻子素对照品的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC profile of α -mangostin standard

2.7 加样回收率试验

精密称取 6 份已知含量(α -倒捻子素质量分数为 11.20%)的山竹提取物 85.0 mg 左右, 分别置于 100 mL 容量瓶中, 每份样品分别加入按样品纯物质的 80%、100%、120% 的标准品物质, 即加入 289.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 α -倒捻子素的对照品贮备液 26、33、40 mL, 再用甲醇定容至 100 mL。测定其中 α -倒捻子素的含量, 共测定 6 次, 结果见表 2。其回收率在 98.77%~101.39% 之间, 表明本法具有良好的回收率。

表2 样品回收率试验结果
Tab.2 Results of sample recovery

样品质量/ mg	样品中标准 物质质量/mg	标准物 质量/mg	实际测得 质量/mg	回收 率/%
85.8	9.61	7.53	16.96	98.95
85.2	9.54	7.53	16.90	99.01
86.3	9.67	9.56	19.11	99.37
87.2	9.77	9.56	19.60	101.39
84.8	9.50	11.58	20.82	98.77
84.0	9.41	11.58	21.28	101.38

2.8 样品测定

制备的溶液用 0.45 μm 过滤器过滤后精密吸取对照品溶液和测试样品溶液各 10 μL , 分别注入高效液相色谱仪中, 测定其峰面积, 结果见图 2~图 3。按照外标法计算其含量, 结果表明山竹提取物中 α -倒捻子素的质量分数为 11.2%。山竹壳中 α -倒捻子素的质量分数为 3.8%。

3 结 语

采用高效液相色谱法可以快速有效地测定山竹壳原料和山竹壳提取物中 α -倒捻子素的含量, 该

方法操作简便, 结果准确, 重复性好, 可用于指导原料的采购和提取物质量指标的控制。

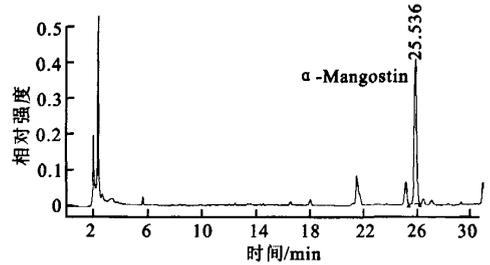


图2 山竹壳提取物的 HPLC 图谱

Fig.2 HPLC profile of mangosteen fruit skin extract

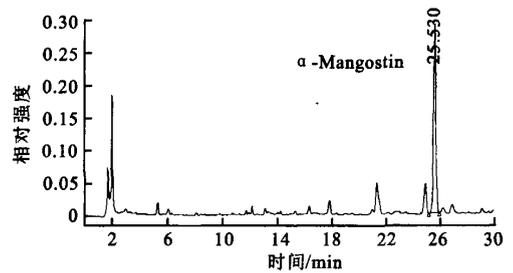


图3 山竹壳的 HPLC 图谱

Fig.3 HPLC profile of mangosteen fruit skin

参考文献(References):

- [1] 孙俊秀. 果中皇后山竹[J]. 四川烹饪高等专科学校学报, 2004, (1): 18.
SUN Jun-xiu. Queen of tropical fruits; mangosteen[J]. Journal of Sichuan Higher Institute of Cuisine, 2004, (1): 18. (in Chinese)
- [2] Moongkarndi P, Kosem N, Kaslungka S, et al. Antiproliferation, antioxidation and induction of apoptosis by *Garcinia mangostana* (mangosteen) on SKBR3 human breast cancer cell line[J]. *Jethnopharmacol*, 2004, 90(1): 161-166.
- [3] Suksamrarn S, Suwannapoch N, Phakhodee W, et al. Antimycobacterial activity of prenylated xanthenes from the fruits of *Garcinia mangostana*[J]. *Chem Pharm Bull(Tokyo)*, 2003, 51(7): 857-859.
- [4] Sakagami Y, Iinuma M, Piyasena KG, et al. Antibacterial activity of alpha-mangostin against vancomycin resistant *Enterococcus* (VRE) and synergism with antibiotics[J]. *Phytomedicine*, 2005, 12(3): 203-208.
- [5] 吕红, 方岩雄. α -、 β -、 γ -倒捻子素药理研究进展[J]. 中药材, 2005, 28(06): 519-523.
LV Hong, FANG Yan-xiong. A review on pharmacological effects of α -、 β -、 γ -mangostin[J]. *Journal of Chinese Medicinal Materials*, 2005, 28(06): 519-523. (in Chinese)

(责任编辑: 朱明)