

紫外分光光度法测定人参及三七中总皂苷含量

孔燕君 洪美凤(杭州 310023 正大青春宝药业有限公司)

摘要 目的:人参和三七及制剂中皂苷含量测定方法的系列研究。方法:①用水饱和正丁醇提取样品中的皂苷;②超声波处理 30 min;③通过大孔树脂除去糖分等杂质;④用紫外分光光度法测定总皂苷含量。结果:用本法测得的结果与文献报道结果相近。结论:本法稳定性可靠,重复性好。

关键词 人参;三七;皂苷含量;大孔吸附树脂;紫外分光光度法

Determination of total saponin content in panax Ginseng and notoginseng by UV spectrometer

Kong Yanjun(Kong YJ), Hong Meifeng(Hong MF) (*Chitai Qingchunbao Pharmaceutical Co. Ltd , Hangzhou 310023*)

ABSTRACT OBJECTIVE: To study the determination of total saponin content in panaxginseng , pseudoginseng and its preparation by UV spectrophotometry . **METHOD:** ①Extract saponin with n-butyl alcohol saturated by water . ②Treat the solution with the supersonic wave for 30 min . ③Eliminate the impurities such as saccharide etc , with macropore resin . ④Determine the total saponin content by UV spectrophotometry . **RESULTS:** The contents of total saponin acquired by this method are similar with those in the literatures . **CONCLUSION:** The method is credible and reproducible .

KEY WORDS panax ginseng , panax pseudoginseng , saponin content , macropore resin , UV spectrophotometer

人参皂苷的测定方法,文献上已有许多报道,最常用的是香草醛比色法,但比色法重现性差。作者根据人参皂苷分子上的糖基能被浓硫酸氧化脱水成糠醛衍生物的性质,研究了人参皂苷的紫外分光光度测定方法[颜春芳,马家骢.人参植株不同部位皂苷含量研究.现代应用药学,1991,8(1):47.]。此方法不仅测定速度快,而且重现性也好。本文报道了用此方法测定生晒参、红参、西洋参、三七、双宝素胶囊中人参总皂苷含量的结果。

1 仪器和试剂

Perkin Elmer 559 型和 Beckman DU650 型紫外/可见分光光度计;超声波清洗器;D₁₀₁ 大孔吸附树脂(天津骨胶厂)。装入玻璃层析柱(φ0.7cm×15cm)。人参总皂苷和人参皂苷 Re 对照品(中国药品生物制品检定所);正丁醇、乙醇、浓硫酸均为分析纯。

红参、生晒参均产自吉林,西洋参为美国进口,三七产自云南,双宝素胶囊(正大青春宝药业有限公司)。

2 结果和讨论

2.1 人参皂苷 Re-浓硫酸的紫外吸收光谱及线性关系考察 精密称取 3 mg 已干燥恒重的人参皂苷 Re 对照品,以浓硫酸定容至 100 ml,60℃水浴 2h,冷至室温,以浓硫酸为参比液,1cm 石英比色皿,用紫外分光光度计,

在 190~400nm 范围内进行扫描,该体系在紫外 322nm 和 256nm 处有特征吸收峰。作者选择 322nm 处为测定波长。

用浓硫酸将上述人参皂苷 Re 反应液配制成相对浓度为 1/5,2/5,3/5,4/5,5/5 的标准溶液,测定其在 322nm 处的吸光度值,数据经线性回归处理,得到方程如下: $A = -0.0178 + 0.0792 C$, $r = 0.9997$,线性范围为 0~30μg/ml。

2.2 反应温度和反应时间的影响 将人参总皂苷-浓硫酸在设定的温度下反应,定时取样,测定(322±1)nm 处的吸光度。至吸光度不再升高,即可认为反应已达完全。结果在 40,50,60 和 70℃条件下,人参总皂苷彻底反应所需的时间分别为 16,6,2 和 1.5h。

2.3 稳定性考察 取已经在 60℃水浴 4h 的人参总皂苷反应液定时测其在 322nm 处的吸光度值,结果 48h 内保持恒定。

2.4 超声波提取时间的考察 精密称取 0.5g 红参于具塞锥形瓶中,精密移取 20ml 水饱和正丁醇,密塞。置超声波清洗器中提取,分别于 20,40,60,80,100 和 120min 时,精密移取 2.0ml 提取液,按样品测定方法项下操作,测定含量,见图 1。

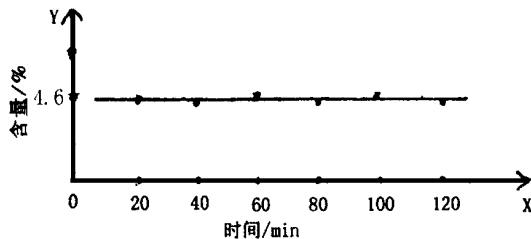


图 1 超声波提取时间

由图 1 可见,超声波提取 20 min 后,随提取时间加长,而提取的总皂苷含量没有增加的趋势,因此可以认为超声波提取 20 min 即可将人参皂苷提净。

2.5 样品的测定 精密称取约 0.5g 样品于具塞锥形瓶中(原药材粉碎,双宝素胶囊称取内容物,并拌入等量硅胶 G)。另取一锥形瓶平行试验作为空白。精密加入 20 ml 水饱和正丁醇,密塞,超声波提取 30 min。精密量取 2.0 ml 提取液,水浴蒸干后,以 5 ml 水溶解残渣,转移至 D_{101} 大孔吸附树脂柱上。先以 50 ml 水洗净糖分等水溶性杂质,再以 75%乙醇(流速约为 2 ml/min)洗脱人参皂苷并定容至 25 ml。精密量取 2.0 ml 洗脱液,水浴蒸干,以浓硫酸溶解残渣并定容至 10 ml。60℃水浴 2h,冷至室温后,测其在 322nm 处的吸光度值,扣除空白样品的吸光度,代入线性方程,计算出样品中的人参总皂苷以人参皂苷 Re 计含量(见表 1)。

2.6 加样回收率考察 取 10 粒双宝素胶囊,研匀,精密称取 0.25 mg,加入 1.20 mg 人参总皂苷(以人参皂苷 Re 计),按样品测定方法项下操作,重复测定 5 次,结果见表 2。

表 1 人参总皂苷(以人参皂苷 Re 计)分析结果

样品	产地	含量
红参	吉林	4.613%
生晒参	吉林	2.660%
西洋参	美国	5.834%
三七	云南	10.77%
双宝素胶囊	杭州	1.252 ~ 1.476 mg/粒

表 2

实验	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	CV/%
1	1.20	1.189	99.08		
2	1.20	1.198	99.83		
3	1.20	1.193	99.42	99.13	0.510
4	1.20	1.185	98.75		
5	1.20	1.183	98.58		

3 小 结

3.1 紫外分光光度法测定人参皂苷,重复性好,稳定可靠,容易掌握,远远优于香草醛比色法。

3.2 以水饱和正丁醇为溶剂,超声处理半小时可以提净样品中的人参皂苷,而且杂质少,人参皂苷回收完全。

3.3 大孔树脂-UV 法也可用于人参蜂王浆、双宝素等口服液人参总皂苷含量测定。

3.4 本方法的原理也适用于分析糖类和苷类。我们用此法分析过人参多糖及地黄中梓醇含量,结果满意。