

西洋参口服液中西洋参总皂甙的含量测定

浙江省药品质量监测站(杭州310012) 丁祿霞 孟坚东

提要 用大孔吸附树脂(D₁₀₁型)——比色法测定西洋参总皂甙的含量,分离效果好,取同一批样品测定6次,变异系数为1.83%。

关键词 大孔吸附树脂 西洋参总皂甙 比色法

西洋参的化学和药理方面研究表明,皂甙是其生理活性的重要成份,为此,测定西洋参总皂甙的含量就成为评价西洋参制剂质量的一个重要指标。

人参皂甙含量测定文献报道^[1,2],有用正丁醇饱和水溶液法和大孔吸附树脂法。从生药和制剂中提取出人参皂甙,然后进行直接比色法、TLC—比色法、薄层分光法测定。大孔吸附树脂法具有高选择性、吸附能力大、解吸容易、再生方便等优点,从而使测定方法更为简便。本文采用大孔吸附树脂柱富集西洋参总皂甙,以西洋参总皂甙对照品为标准品,比色测定了西洋参口服液中西洋参总皂甙含量,结果比较满意。

实验部分

一、仪器

uv-265分光光度计(日本岛津);树脂柱(Φ1.6×30 cm);大孔吸附树脂(D₁₀₁),天津制胶厂;西洋参总皂甙对照品,卫生部药品生物制品检定所;西洋参口服液,浙江省新光制药厂(产品);香荚兰醛(AR),沈阳试剂三厂;硫酸(AR),浙江省临平化工试剂厂;乙醇(AR),杭州长征化工厂。

1. 树脂柱的预处理^[3,4]

取大孔吸附树脂约10 g,用丙酮或乙醇

浸泡过夜,置水浴上加温回流16小时,继用同一溶剂洗至流出液滴入水中不呈现乳白色混浊为止,再用水漂洗除去未聚合单体与致孔剂等杂质。湿法装柱,待树脂沉淀,覆以脱脂棉少许,用水预洗除去溶剂后浸没备用。

2. 含量测定

标准液的制备 精密称取西洋参总皂甙(用五氧化二磷干燥24小时)10 mg,置10 ml量瓶内,加乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

供试液的制备 精密量取口服液5 ml上柱,用300 ml水洗脱(至流出液对碱性酒石酸铜试液呈阴性反应为止*)。再用70%乙醇120 ml洗脱(流速为每分钟10~12滴),收集乙醇洗脱液,置80℃水浴上浓缩至80 ml,浓缩液转移至100 ml量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,即得。同时做空白试验校正。

标准曲线的制备 精密吸取标准液0.0、30.0、60.0、90.0、120.0、150.0 μl分别置于干燥具塞试管中,分别加水至150 μl,再精密加入8%香荚兰醛—乙醇液(临用现配)0.5 ml,77%(V/V)硫酸5 ml,摇匀,于60℃恒温水浴中,放置10分钟,立即移至冰浴中冷却15分钟,照分光光度法(中国药

典一九八五版一部附录31页), 在544±1nm 的波长处测定吸收度, 结果见表1。求得回

归方程为 $A_{544nm} = 0.0051C - 0.0004$ ($r = 0.9998, P < 0.001$)。

表1 西洋参总皂甙线性回归方程实测数据

浓度C(μg/ml)	0.0	30.0	60.0	90.0	120.0	150.0
吸收度A _{544nm}	-0.0003	0.1493	0.3073	0.4620	0.6225	0.7593

测定方法 精密吸取供试液2 ml, 置具塞试管中, 插入水浴中挥干, 加水至150 μl, 按标准曲线制备项下测定方法操作。本文测定了六批西洋参口服液中皂甙含量, 结果见表2。

3. 方法重现性试验

取同一批号(304)的西洋参口服液6支, 按上述含量测定方法操作, 结果见表3。

4. 模拟口服液的回收率试验

按西洋参口服液配方比例, 取一定量的西洋参总皂甙标准液与蔗糖、葡萄糖混合, 按上述测定方法操作, 测西洋参总皂甙经柱后之回收率, 结果见表4。

表2 六批西洋参口服液含量测定结果

批 号	测定次数	皂甙含量均值 (mg/10ml)
903	2	4.24
904	2	4.09
430	6	4.15
305	2	2.40
615	2	2.85
211	2	3.51

*取洗脱液2 ml, 加盐酸溶液(1→2)2滴, 水浴加热15分钟, 加入等体积量的碱性酒石酸铜试液(临用新配), 水浴加热2分钟, 产生红色沉淀为阳性反应^[5]。

表3 方法重现性试验结果

序 号	1	2	3	4	5	6
吸 收 度	0.1754	0.1744	0.1827	0.1845	0.1796	0.1810
皂甙含量(mg/10ml)	3.83	3.81	3.97	4.01	3.91	3.94
均值(mg/10ml)			3.91±0.07			
变异系数			1.83%			

表4 模拟口服液的回收率

序号	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	平 均 回 收 率	变 异 系 数
1	120.0	117.8	98.2		
2	120.0	116.8	97.3		
3	100.0	101.1	101.1	99.4%±1.6%	1.6%
4	100.0	99.4	99.4		
5	100.0	101.3	101.3		

由表可见, 西洋参总皂甙的回收率为97.3~101.3%, 变异系数为1.6%, 所以大孔吸附树脂测定西洋参口服液中皂甙含量的

方法是较准确可靠的。

二、讨论

1. D₁₀₁型大孔吸附树脂为一非极性有机高聚物吸附剂^[6], 对易溶于水的糖类 and 无机盐等杂质吸附较弱, 用水即能将其洗脱。甙类成分能被树脂吸附, 但可用含水醇解吸, 且洗脱较完全。我们曾分别用30%、50%、70%的乙醇水溶液作洗脱液, 对比洗脱效果。实验证明70%乙醇水溶液洗脱效果最好。

(下转第36页)

(上接第34页)

2. 口服液经柱层后,除水溶性成分及皂甙被洗脱外,柱上尚保留甾醇及其它不易解吸的杂质。因此,实验后树脂柱需用相当于树脂体积二倍量的乙醇浸泡过夜并洗至无残渣,以除去不易解吸的脂溶性杂质,继用水洗至流出液无醇味,即达再生目的,可继续使用。

3. 本法测定含量采用的显色剂8%香荚兰醛——乙醇液,需每次使用前新配,否则易使测定结果出现误差。另外,因测定条件

对测定结果影响很大,故每次测定时均需作标准曲线。

参 考 文 献

- [1] 徐绥绪等: 沈阳药学院学报, 1986, 3(3):173
- [2] 王乃利等: 沈阳药学院学报, 1985, 2(4):288
- [3] 何炳林: 石油化工, 1977, 3:263
- [4] 吴应璜等: 中草药, 1988, 19(10):20
- [5] 邢其毅等: 基础有机化学(下册); 高等教育出版社 1987, 633
- [6] 医科院药物所植化室: 中草药, 1980, 11(3):