

绞股蓝原浆与口服液总皂甙含量测定方法探讨

杭州市药物研究所制药厂 徐仲仙 王 渺

提要 本文对绞股蓝原浆与口服液中总皂甙的含量测定,用正丁醇提取法与大孔树脂分离法进行了比较,试验结果表明:原浆中总皂甙的含量测定,两种方法均可适用,并无显著性差异,但大孔树脂分离法较简便、快速、安全;口服液中总皂甙的含量测定,用大孔树脂法所测结果与实际相仿,由于糖的干扰用正丁醇法不够理想。

关键词 大孔树脂分离法;正丁醇提取法

绞股蓝(*Gynostemma pentaphyllum* (Thunb.) Makino)是葫芦科的一种野生药用植物,在我国民间应用历史悠久,始载于明代《救荒本草》,它性苦寒,有清热解毒、止咳祛痰之功。直至八十年代,发现了可与人参比美的有效成份,揭开了降低血脂、促进代谢、增强免疫等疗效的物质基础。^[1,2]

绞股蓝的有效成份为绞股蓝总皂甙,目前已知有五十多种具有四环三萜的达玛烷结构的绞股蓝皂甙^[2],其中有十种与人参皂甙 Rb_1 、 Rb_2 、 Rd 、 F_2 完全相同^[3]。绞股蓝制剂中总皂甙的含量测定对提高产品质量、保证有效成份含量,确保疗效有重要意义。国内外陆续发表了以重量法和香草醛比色法测定绞股蓝药材中总皂甙含量的研究报道^[3~6]。

本文就绞股蓝口服液及中间体绞股蓝原浆用香草醛比色法进行总皂甙含量测定。提取分离法有大孔树脂法和正丁醇法,探索其方法的合理性和可行性,并进行比较试验。

仪器、样品和试剂

751—G型分光光度计(上海分析仪器厂)

人参皂甙 Re 对照品(97.32%) 8805(吉林省药检所)

绞股蓝原浆、口服液(杭州市药物研究所制药厂)

所制药厂)

D101大孔树脂(天津制胶厂)

冰醋酸、高氯酸、乙醇、甲醇、乙醚、丙酮、香草醛均为 AR 级试剂

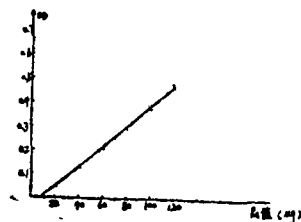
实验方法

1. 标准曲线绘制

(1) 香草醛—冰醋酸溶液 称取香草醛适量加冰醋酸配制成 5% 溶液

(2) 对照品溶液 精密称取经 P_2O_5 减压干燥的人参皂甙 Re 对照品 10 mg, 加甲醇制成每 1 ml 1 mg 的溶液

(3) 方法 精密吸取对照品溶液 20、40、60、80、100、120 μ l 于具塞试管中,水浴蒸干溶剂,分别加 0.2 ml 香草醛—冰醋酸溶液,0.8 ml 高氯酸于 70℃ 水浴保温 15 分钟,流水冷却,再加 5 ml 冰醋酸,于 560 nm 波长处比色,同时作空白校正,结果见图 1,得回归方程 $y = -0.04922 + 0.004349x$, $r = 0.9991$ 即在 0~120 μ g 内符合比耳



一朗伯定律。

2. 大孔树脂分离法

(1) 树脂处理 取大孔树脂适量于索氏提取器中，用丙酮加热回流 3 天，取出后用甲醇洗 3 次，再用大量蒸馏水冲洗，然后浸泡于 70% 乙醇中待用。

(2) 操作 取直径 9 mm 的具塞玻璃柱，湿法装柱，先用 100 ml 蒸馏水预洗，然后用 70% 乙醇 50 ml 洗脱，并接收于蒸发皿中，作空白，再加 100 ml 蒸馏水预洗后，取 0.1 ml 绞股蓝原浆或 1 ml 口服液于玻璃柱

上，100 ml 蒸馏水洗，然后用 50 ml 70% 乙醇洗脱，并接收于蒸发皿中。置水浴上蒸干，用甲醇溶解并定容至 10 ml。分别取 0.5 ml 于具塞试管中，照标准曲线制作法自“水浴蒸干溶剂”起，依法测定吸收度，按标准曲线计算即得。

(3) 回收试验 精密量取 3 份不同体积的对照品溶液，照大孔树脂分离法自“100 ml 蒸馏水”开始，依法测定吸收度，并作空白校正，按标准曲线计算，即得表 1。

3. 正丁醇法

表 1 回收率试验结果

No	人 参 皂 甙 Re		回 收 率	平 均 值	SD	CV
	加入量 μg	测得量 μg	%	%	%	%
1	50.0	49.86	99.72			
2	80.0	80.22	100.28	99.34	0.94	1.13
3	100.0	98.12	98.12			

取绞股蓝原浆 0.5 ml 或绞股蓝口服液 1 ml，加水至 10 ml，用 10 ml 乙醚脱脂一次，再用 10 ml 水饱和正丁醇提取 5 次，合并提取液，并用 10 ml 正丁醇饱和水洗一次，分出水层，再用 10 ml 水饱和正丁醇提取一次，合并正丁醇提取液，减压蒸干溶剂，用甲醇溶解并定容至 10 ml，取 0.10 ml，照标准曲线制

作法自“水浴蒸干溶剂”起，依法测定结果。

结果分析

1. 绞股蓝原浆

取几个样品分别按正丁醇法和大孔树脂法提取分离，按标准曲线绘制法测定，结果如下：

表 2 正丁醇法和大孔树脂法测定绞股蓝原浆

批 号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	总和 T_1	平均 $\bar{X}_1$
正丁醇法	0.89	1.00	0.76	0.94	0.80	0.98	0.96	0.90	1.15	0.84	0.88	0.98	11.08	0.923
大孔树脂法	0.86	1.00	0.78	0.94	0.81	1.00	0.96	0.90	1.15	0.82	0.88	0.95	11.05	0.921
总和 T_1	1.75	2.00	1.54	1.88	1.61	1.98	1.92	1.80	2.30	1.66	1.76	1.96	22.13	

注：表中数字代表每 100 ml 绞股蓝原浆中含绞股蓝总皂甙的克数。

表 3 表 2 资料的方差分析

变异来源	自由度	离均差平方和	方差	F 值
批 号 间	11	0.232	0.021	153.495
方 法 间	1	3.815×10^{-5}	3.815×10^{-5}	0.278 < 1
误 差	11	1.511×10^{-3}	1.374×10^{-4}	

从表 3 数据看来，方法间无显著性差

异，批号间有显著性差异。

2. 绞股蓝口服液

供试液配制：

a. 蔗糖 30 g + 苯甲酸钠 0.2 g + 香精 1

滴^水→100 ml

b. 蔗糖 30 g + 苯甲酸钠 0.2 g + 香精 1

滴 + 原浆^水→100 ml

(1) 正丁醇提取法

丁醇法重复试验, 测得结果如下:

分别吸取供试液 a、b 各 5.0 ml, 照正

表 4 正丁醇提取法测定绞股蓝口服液

总皂甙测定值 (%)					$\bar{x}$ (%)	SD	CV (%)	实含皂甙值 (%)
a	0.20	0.12	0.13	0.30	0.19	0.084	44	0
b	0.32	0.40	0.28	0.20	0.30	0.083	28	0.20

(2) 大孔树脂分离法

样品和空白, 结果如下:

取 1ml 绞股蓝口服液照大孔树脂法测定

表 5 大孔树脂法测定绞股蓝口服液

总皂甙测定值 (%)				$\bar{x}$ (%)	SD	CV (%)	空白 $\bar{x}$ (%)	实含皂甙值
0.225	0.227	0.215		0.217	0.0089	4.10	0.002	0.220
0.219	0.212	0.203						

讨论与小结

1. 正丁醇法是提取皂甙的经典方法, 可用于绞股蓝药材和原浆的含量测定, 但与大孔树脂法相比则表现为操作繁杂、费时间、甲醇毒性大等缺点。

2. 大孔树脂分离法已广泛应用于人参及其制剂中人参总皂甙含量测定, 用此法较正丁醇法优越, 特别对绞股蓝口服液等制剂的测定, 大孔树脂法变异小, 数据精确、操作简便。

致谢: 浙江省药品检验所冯明主任药师给予了很大帮助, 浙江医科大学严济祥教授、杭州市药物研究所张文华总工程师审阅并提出修改意见, 谨此谢意。

参 考 文 献

- [1] 周和平: 药学通报 1988, 23(12):720—724
- [2] 于占洋等: 药学通报 1988, 23(1):12—14
- [3] 李兆龙: 中成药 1990, 12(2):46—47
- [4] 归筱铭等: 中草药 1989, 19(12):39
- [5] 章谦等: 中国中药杂志 1989, 14(9):39
- [6] 竹本常松等: 日本公开特许公报

明61—137039

A Study on Determination of Total Saponins of Five-Leaf Gynostemma Original Juice And Oral Liquid

Xu zhangxian Wang Miao
(Hangzhou Pharmaceutical Institute)

Abstract

The methods of n-butanol and amberlite XAD resin determining the total saponin in both original Juice and oral liquid of Five-leaf Gynostemma were compared.

The results showed that two methods are all suitable for Five-leaf Gynostemma original Juice and has no obvious difference. Using the amberlite XAD resin is more simply, quickly and securely. There is only the amberlite XAD resin method suitable for oral liquid.

We also discovered that the n-butanol extraction method isn't suitable for oral liquid, because the sugar disturbs this determination.

Key words amberlite XAD resin; n-butanol extraction; Five-leaf Gynostemma.