

人参须中人参皂甙的提取及含量分析

丁红仙 孙红祥¹(义乌 322000 浙江义乌市中医院;¹杭州 310029 浙江农业大学)

1 仪器与材料

721 分光光度计(上海第三分析仪器厂)。人参须(浙江省药材公司);人参皂甙 R_{g_1} (Ginsenoside, R_{g_1}) 标准品(浙江省药品检验监督所);定量分析用试剂均为分析纯。

2 人参总皂甙的提取与精制

取人参须,于 80℃ 干燥 4h,粉碎,过 40 目筛,以 95% 乙醇水浴回流 2h,过滤,重复 2 次,合并滤液,减压浓缩至无醇味,加适量水,用乙醚分次萃取除去脂溶性杂质,水层用水饱和的正丁醇萃取至醇液近无色,醇液减压回收正丁醇,残渣加少量甲醇溶解后,倾入 10 倍量丙酮中,使析出沉淀。滤取沉淀,80℃ 干燥即得人参总皂甙粗品。取总皂甙粗品,以少量甲醇溶解,再倾入 10 倍量丙酮中,滤取沉淀,80℃ 干燥得人参总皂甙,得率为 6.72%。

3 比色测定条件选择

3.1 人参皂甙 R_{g_1} 标准溶液的制备:精密称取人皂甙 R_{g_1} 标准品适量,加甲醇溶解,制成每微升含 $2\mu\text{g}$ 人参皂甙 R_{g_1} 的溶液。

3.2 测定波长的选择:精密量取人参皂甙 R_{g_1} 标准溶

液 $50\mu\text{l}$,于磨口具塞试管中,热风挥去溶剂,按标准曲线制备项下方法操作,于 500~580nm 波长处测定吸收度。结果表明:人参皂甙 R_{g_1} 显色后于 540nm 波长处有最大吸收,故以 540nm 为测定波长。

3.3 显色稳定性试验:精密量取人参皂甙 R_{g_1} 标准溶液 $50\mu\text{l}$,于磨口具塞试管中,热风挥去溶剂,同标准曲线制备项下方法操作,在波长 540nm 处于不同时间测定其吸收度,显色后放置时间在 5,10,15,20,30,40,60 和 80min 时吸收度 (A) 分别为 0.095,0.090,0.089,0.085,0.085,0.085,0.085 和 0.085。

人参皂甙 R_{g_1} 显色后 20min 内,其吸收度有明显下降,而后处于稳定,故以显色 20min 后测定为宜。

4 标准曲线制备

精密吸取人参皂甙 R_{g_1} 标准溶液 20,40,60,80,100 和 $120\mu\text{l}$,分别于 6 支磨口具塞试管中,热风挥去溶剂(勿使过热),精密加入 5% 香荚醛冰醋酸溶液 0.2ml、高氯酸 0.8ml,于 70℃ 水浴加热 15min,流水冷却后,精密加入冰醋酸 5ml,摇匀。同时作空白对照,以 721 分光光度计于波长 540nm 处测定吸收度,并以吸收度为纵坐标,浓度为横坐标绘图,得到一条直线,其回归方程

为: $A = 0.00236c + 0.06113$ ($r = 0.9996$)。结果表明:
在 $0 \sim 240 \mu\text{g}$ 范围内呈良好线性。

5 样品测定

精密称取上述制备的人参皂甙样品约 100mg, 于 25ml 量瓶中, 以甲醇溶解, 并稀释至刻度, 制成样品溶液。精密量取样液 $50 \mu\text{l}$, 于磨口具塞试管中, 按标准曲线制备项下方法操作, 随行试剂空白, 比色测定吸收度, 并根据回归方程计算样品中人参总皂甙的含量。平均含量为 61.76%, 变异系数 $CV = 1.24\%$, $n = 6$ 。

6 回收率试验

精密吸取人参皂甙 R_{g1} 标准溶液 10, 20, 30, 40, 50 和 $60 \mu\text{l}$, 于 6 支磨口具塞试管中, 分别加入 $30 \mu\text{l}$ 样品液, 按上述方法分析, 计算回收率, 结果见附表。

平均回收率为 101.77%, 变异系数 (CV) 为

附表 回收率测定结果

理论含量(μg)	实测含量(μg)	回收率(%)
107.333	107.263	99.94
127.933	130.990	102.39
148.533	152.180	102.46
169.133	173.370	102.51
189.733	186.930	98.52
210.333	220.403	104.79

2.17%, 可见本方法可准确地测定人参总皂甙的含量。

7 小结与讨论

人参皂甙含量测定所用标准品不同, 则测定条件不同。本法测定波长为 540nm, 测定时间为显色放置 20min, 其稳定性好, 回收率高, 结果准确。本实验采用的比色方法测定人参皂甙含量是可行的。

收稿日期: 1998-06-30