

不同产地粉萆薢总皂苷含量测定

李淑青,肖潇,王坤凤,吴玲芳,张兰珍*
(北京中医药大学中药学院,北京 100102)

[摘要] 目的:建立粉萆薢总皂苷含量测定方法。方法:以薯蓣皂苷元为对照品,高氯酸为显色剂,测定波长 408 nm,采用可见分光光度法测定了 5 个不同产地粉萆薢药材总皂苷含量。结果:薯蓣皂苷元线性范围为 1.55 ~ 12.42 mg·L⁻¹, $r = 0.9995$ ($n = 6$),加样回收率为 100.69%,RSD 2.75%,不同产地粉萆薢总皂苷含量分别为广西玉林 2.85%,RSD 1.32%;广西南宁 2.76%,RSD 1.16%;浙江临安 2.54%,RSD 1.38%;湖北宜昌 1.94%,RSD 1.83%;四川崇州 0.84%,RSD 1.75%。结论:测定方法简便,准确,重复性好,可作为粉萆薢总皂苷的含量测定。

[关键词] 粉萆薢;总皂苷;不同产地

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)12-0118-03

[doi] 10.11653/syfy2013120118

Method for Determination of Total Saponins in *Dioscoreae hypoglauca* from Different Areas

LI Shu-qing, XIAO Xiao, WANG Kun-feng, WU Ling-fang, ZHANG Lan-zhen*

(School of Chinese Materia Medica, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100102, China)

[Abstract] **Objective:** The method for determination of total saponins in *Dioscoreae hypoglauca* from different areas was developed. **Method:** Spectrophotometer was used to determine the total saponins with perchloric acid for colorimetric reaction and diosgenin as the reference substance at 408 nm as measurement wavelength. **Result:** The linearity range of diosgenin was 1.55-12.42 mg·L⁻¹ ($r = 0.9995$). The average recovery was 100.69%, RSD 2.75%. The content of total saponins in *D. hypoglauca* from different areas was 2.85% (Yulin, Guangxi), 2.76% (Nanning, Guangxi), 2.54% (Linan, Zhejiang), 1.94% (Yinchang, Hubei), 0.84% (Chongzhou, Sichuan) respectively. **Conclusion:** The method was simple, accurate and reproducible, which could be applied to the determination of saponins in *D. hypoglauca* from different areas.

[Key words] *Dioscoreae hypoglauca*; total saponins; different areas

粉萆薢为薯蓣科植物粉背薯蓣的干燥根茎。在四川、江西、福建、浙江等地,纤细薯蓣、叉蕊薯蓣、山萆薢、穿龙薯蓣、细柄薯蓣的根茎也作为粉萆薢入药^[1]。粉萆薢味苦,平;归肾、胃经,具有祛风通痹,

利湿去浊功效,用于淋病白浊,腰膝痹病,湿热疮毒,白带过多,风湿痹痛,关节不利^[2]。临床上萆薢主要用于治疗痛风、糖尿病、动脉粥样硬化、癌症等,在治疗细菌感染上有很好的疗效和应用价值^[3]。粉萆薢皂苷部位的主要成分薯蓣皂苷有抗肿瘤、改善心血管、调节免疫、抗血小板聚集、降血脂、抗炎镇痛^[3-7]等作用;原薯蓣皂苷有较好的抗肿瘤作用^[7]。本论文建立粉萆薢中总皂苷含量测定方法,对 4 个主要产地粉萆薢总皂苷进行含量测定,为粉萆薢的开发和研究提供方法和依据。

1 材料

紫外-可见分光光度计(尤尼科 UV-2000 型),

[收稿日期] 20121231(007)

[基金项目] 北京中医药大学科研创新团队项目(2011-CXTD-12)

[第一作者] 李淑青,硕士,从事中药药效物质与质量研究

[通讯作者] *张兰珍,研究员,博士,从事中药药效物质与质量研究, Tel: 01084738629, E-mail: zhanglanzhen01@126.com

粉草薹药材购于亳州千草药业饮片厂,产地分别为广西玉林、广西南宁、浙江临安、湖北宜昌、四川崇州,经北京中医药大学中药鉴定系张贵君教授鉴定为薯蓣科植物粉背薯蓣 *Dioscorea hypoglauca* Palibin 的干燥根茎,样品保存于北京中医药大学中药化学系;薯蓣皂苷元对照品(购于中国生物制品检定所,批号 200001,经 HPLC 检测纯度 > 98%),高氯酸(分析纯),其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试液配制 对照品溶液:取薯蓣皂苷元对照品 3.88 mg,精密称定,置于 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解,用 50% 的甲醇稀释至刻度,摇匀,做对照品溶液。

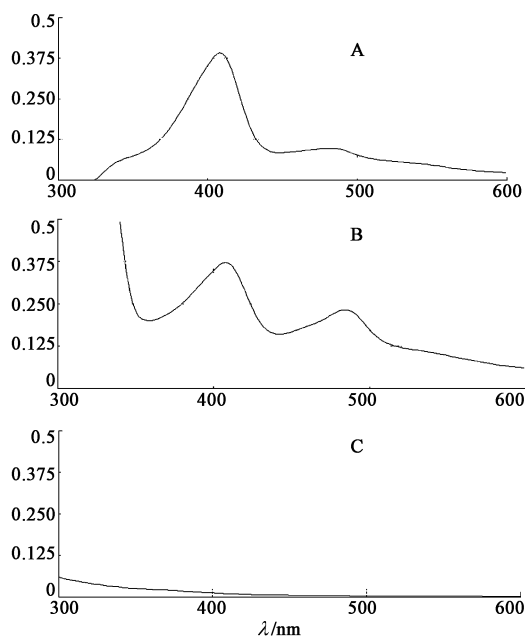
供试品溶液:粉草薹药材粉碎过 60 目筛,取药材粉末 200 mg,精密称定加入 70% 的乙醇 50 mL,称重,加热水浴回流 1 h。冷却后,补足质量,过滤,取续滤液为供试品溶液。

2.2 显色方法及测定波长的选择^[9-12] 每份取 0.5 mL 对照品溶液,以显色温度(25,45,65 ℃),显色时间(25,45,65 min),高氯酸用量(3,5,7 mL)作为考察的 3 个因素及 3 个水平,以吸光度为考察指标,采用 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验,并平行做 2 份。根据结果得知采用 5 mL 高氯酸,反应时间为 25 min,水温为 25 ℃ 的显色方法较好。

分别精密吸取薯蓣皂苷元对照品 0.3 mL,供试品溶液 0.4 mL,置于西林瓶中,低温水浴挥干溶剂,加入 5 mL 高氯酸,摇匀静置,用橡皮塞塞好,在 25 ℃ 下显色 25 min,以未加对照品的溶液做空白对照,在 300 ~ 600 nm 扫描测定吸收光谱,显色前后全波长图谱如图 1,对照品、供试品的吸收峰形相似,最大吸收波长(λ_{\max})均为 408 nm。

2.3 线性关系考察 精密吸取薯蓣皂苷元对照品溶液($0.1552 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$) 0.0, 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 0.8 mL,置于 10 mL 的量瓶中,精密加入 5 mL 高氯酸试剂,摇匀,加塞置于 25 ℃ 下静置 25 min,于 408 nm 处测定吸光度,计算含量,以薯蓣皂苷元对照品浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线,进行线性回归考察,回归方程 $Y = 0.0886X - 0.0075$ ($r = 0.9995$),表明薯蓣皂苷元在 $1.55 \sim 12.42 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 与吸光度线性度良好,且过原点。

2.4 精密度考察 按供试品溶液制备法制备供试品溶液,精密吸取同一份粉草薹药材供试品液 6 份,每份 0.5 mL,按样品含量测定项下方法测定吸光度,计算含量,结果 RSD 1.48%,表明该方法精密度



A. 薯蓣皂苷元对照品显色后 $\lambda_{\max} = 408 \text{ nm}$;

B. 供试品显色后 $\lambda_{\max} = 408 \text{ nm}$; C. 供试品显色前

图 1 粉草薹吸收光谱

良好。

2.5 稳定性考察 按供试品溶液制备法制备供试品溶液,分别于配制后 0, 10, 20, 30, 40, 60 min 后精密吸取 0.5 mL,按样品含量测定项下方法测定吸光度,计算含量,结果 RSD 2.68%,样品溶液在 1 h 内稳定性良好。

2.6 重复性考察 按供试品溶液制备法制备供试品溶液,平行制备供试品溶液 6 份,每份 0.5 mL,按样品含量测定项下方法测定吸光度,计算含量,结果 RSD 1.03%,结果表明重复性较好。

2.7 加样回收率试验 取粉草薹药材粉末(过 60 目筛,总皂苷含量约为 2.85%) 6 份,每份 100 mg,精密称定,分别加入 $0.3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的薯蓣皂苷元对照品溶液 8.0 mL,加入 70% 的乙醇 25 mL,称重,加热回流提取 1 h 后,冷却,补足质量,过滤,取续滤液,按样品含量测定项下方法测定吸光度,计算总皂苷含量,结果平均加样回收率为 100.69%,RSD 2.75%,见表 1。

2.8 不同产地粉草薹药材总皂苷含量测定方法 粉草薹药材粉碎过 60 目筛,取药材粉末 200 mg,精密称定,加入 70% 的乙醇 50 mL,称重,加热水浴回流 1 h。冷却后,补足质量,过滤,取续滤液为供试品溶液。吸取适量的供试品溶液,置于 10 mL 的西林瓶中,水浴低温挥干溶剂,放冷后精密加入

表 1 总皂苷加样回收率考察

No.	称样量 /mg	含总皂 苷量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	100.1	2.85	2.40	5.19	97.50	100.69	2.75
2	100.2	2.86	2.40	5.32	102.50		
3	100.3	2.86	2.40	5.29	101.25		
4	100.3	2.86	2.40	5.38	105.00		
5	99.6	2.84	2.40	5.22	99.17		
6	99.4	2.83	2.40	5.20	98.75		

5 mL 的高氯酸试剂,加塞于 25 ℃ 下放置 25 min 后,在 408 nm 处测定吸光度。结果见表 2。

表 2 不同产地粉萆薢总皂苷含量测定 (n=3) %

产地	总皂苷质量分数	RSD
广西玉林	2.85	1.32
广西南宁	2.76	1.16
浙江临安	2.54	1.38
湖北宜昌	1.94	1.83
四川崇州	0.84	1.75

3 讨论

粉萆薢总皂苷含量测定比较了高氯酸-香草醛-冰醋酸比色法^[8]和高氯酸法^[9],结果高氯酸法操作简便,快速,且能准确测定总皂苷的含量。

粉萆薢药材主产区为广西和浙江,且在县乡药材市场中,药典记载粉萆薢入药品种为薯蓣科植物粉背薯蓣的干燥根茎,在保证粉萆薢正品的前提下,本实验筛选出 5 个主要产地粉萆薢作为供试品药材,经测定广西玉林产粉萆薢药材总皂苷的含量为最高,为 2.85%,广西南宁次之,四川崇州产地粉萆

薢总皂苷含量为最低,粉萆薢的地道药材为广西南宁所产,但此批粉萆薢药材中总皂苷含量不是最高。

[参考文献]

- [1] 伍月红,方锦霞. 萆薢的药理作用与临床应用[J]. 广东药学,2005,15(3):69.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:化学工业出版社,2005:203.
- [3] 江苏新医学院. 中药大辞典. 下册[M]. 上海:上海科学技术出版社,1986:2001.
- [4] 岳蕾,陈玲,寇俊萍,等. 薯蓣皂苷元药理活性及其机制研究进展[J]. 中国临床药理学与治疗学杂志,2010,(2):223.
- [5] 张楠,张杰,刘志礼,等. 盾叶冠心宁片治疗高脂血症的临床试验研究[J]. 中西医结合心脑血管病杂志,2009,7(3):255.
- [6] 张伟峰,刘宝山. 薯蓣皂苷的药理作用研究进展[J]. 世界中西医结合杂志,2010,5(6):543.
- [7] 谢守军,宋鸿儒,彭兴荣. 穿山龙总皂甙对佐剂性关节炎大鼠病理改变的影响[J]. 四川中医,2007,25(8):10.
- [8] 赵宝娟. 原薯蓣皂苷对 60 种人癌细胞株的细胞毒谱[J]. 国外医药:植物药分册,2002,17(5):202.
- [9] 乔春峰,檀爱民,董辉,等. 国产闭鞘姜属植物中薯蓣皂甙元的含量测定[J]. 中国药科大学学报,2000,31(2):156.
- [10] 王俊. 分光光度法测定薯蓣皂苷元[J]. 分析实验室,2004,23(1):73.
- [11] 周媛,严铭铭,邵帅,等. 黄花草木犀总皂苷提取纯化工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(5):1.
- [12] 王光忠,张明,葛如斌,等. 大孔树脂纯化盾叶薯蓣总皂苷的工艺研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2009,15(5):25.

[责任编辑 顾雪竹]