

康心宁胶囊人参皂苷 Rg1 含量测定研究

魏联杰*

(河南中医学院第一附属医院, 河南 郑州 45000)

康心宁胶囊是我院治疗心脏病的有效制剂, 处方为人参 9 g, 桂枝 12 g, 益母草 20 g, 丹参 30 g, 赤药 12 g, 猪苓 30 g, 砂仁 12 g, 大腹皮 12 g。为保证药物临床疗效的稳定性, 对方中君药人参的主要有效成分人参皂苷 Rg1 进行了含量测定方法的研究。

1 仪器与试剂

日本岛津 CS-930 薄层扫描仪; 人参皂苷 Rg1 (中国药品生物制品检定所), 批号 110703-200322; 甲醇等试剂均为分析纯。

2 方法与结果

人参是康心宁胶囊的君药, 亦为贵重药材, 其主要成分为皂苷类。以薄层扫描法测定皂苷 Rg1 的含量, 作为本品的含量测定方法。

2.1 展开剂的选择 按优选法确定的提取条件制得供试品溶液, 将供试品溶液及人参皂苷 Rg1 对照品溶液各 2 μL 点于同一硅胶 G 薄层板上, 按下不同展开条件进行层析。(1) 正丁醇-醋酸乙酯-水(4: 1: 5) 上层溶液; (2) 氯仿-甲醇-水(65: 35: 10) 下层溶液; (3) 氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15: 40: 22: 10) 下层溶液, 上 3 种展开剂, 再分别进行用氨蒸气饱和与不用

氨蒸气饱和, 室温展开(20~ 25) $^{\circ}\text{C}$ 与低温展开(10 $^{\circ}\text{C}$ 以下) 对比实验, 最终确定层析条件: 以正丁醇-醋酸乙酯-水(4: 1: 5) 上层溶液, 置氨蒸气饱和的层析缸中 10 $^{\circ}\text{C}$ 以下展开约 18 cm, 此展开条件分离度高, 重现性好。

2.2 测定波长的选择 将人参皂苷 Rg1 对照品 2 μL (1.07 mg/mL) 点于硅胶 G 薄层板上, 按上述条件进行展开, 显色后于薄层扫描仪上测其吸收光谱, $\lambda_{\text{max}} = 520 \text{ nm}$, $\lambda_{\text{min}} = 690 \text{ nm}$, 故选择测定波长为 $\lambda_{\text{s}}: 520 \text{ nm}$, $\lambda_{\text{r}}: 690 \text{ nm}$ 。

2.3 对照品溶液的配制及标定 取人参皂苷 Rg1 对照品置五氧化二磷干燥器中, 减压干燥 48 h, 取出、精密称定重量, 加甲醇制成每 mL 含 1.05 mg 的溶液, 作为对照品溶液。取对照品溶液 10 μL , 注入液相色谱, 测定积分值, 用归一化法计算其含量为 98.49%, 符合定量要求。

2.4 薄层阴性对照试验 取供试品溶液、人参皂苷 Rg1 对照品、阴性对照溶液(缺人参)、人参药材对照溶液各 2 mL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按选定条件进行展开, 显色。扫描结果阴性对照无干扰。

2.5 线性化范围试验 精密吸取人参皂苷 Rg1 对照品溶液(1.07 mg/mL) 1, 2, 3, 4, 5, 6 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按选定条件展开, 显色, 扫描测定, 以点样量(μg) 为横座标, 积分值(A) 为纵座标, 作标准曲线, 结果人参皂苷 Rg1 在 1.07~ 6.42 μg 内浓度(C) 与积分值呈现良好线性关系为一不通过原点的的直线, 故用外标两点法定量。

2.6 稳定性试验 将人参皂苷 Rg1 对照品 4 μL (1.07 mg/mL), 供试品溶液 4 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按选定条件进行测定, 结果表明: 人参皂苷 Rg1 在该条件下 3 h 稳定。对照品 RSD 为 1.47%, 供试品 RSD 为 1.80%。

2.7 加样回收率试验 取本品(批号 20040811) 粉末适量精密称定, 准确加入人参皂苷 Rg1 对照品适量(1.07 mg/mL), 按选定条件进行提取, 测定(每块薄层板上点对照品溶液
(下转第 63 页)

[收稿日期] 2007-03-02

[通讯作者] * 魏联杰, Tel: 13803846102; E-mail: weilianjie@

126.com

(上接第 57 页)

2 mL 与 6 mL, 供试品溶液 2 mL), 按下式计算回收率, 结果(表 1) 表明, 本法回收率好, 方法可行。

表 1 人参皂苷 Rg1 加样回收率测定结果

取样量 (g)	样品中 含量 (mg)	添加量 (mg)	测出量 (mg)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)
7.681 3	1.92	1.07	2.95	96.26		
7.760 5	1.94	1.07	3.02	100.93		
7.442 0	1.86	2.14	3.91	95.79	96.65	2.38
7.561 1	1.89	2.14	3.97	97.20		
7.603 2	1.90	3.21	4.96	95.33		
7.410 6	1.85	3.21	4.88	94.39		

2.8 精密度试验 按以上优选条件, 取供试品进行精密度试验, 对同板精密度考核和异板精密度考核, 结果同板精密度 RSD 为 2.17(%)、异板精密度 RSD 为 2.45(%)。

2.9 重复性试验 取同一批号样品, 按正文中条件进行测定 5 次, 结果 RSD 为 3.05(%)。

3 讨论

根据人参皂苷 Rg1 的理化性质^[1] 及皂苷类成分的提取纯化方法^[2], 用 L8(27) 正交表安排试验, 对甲醇冷浸时间(12 h, 24 h), 提取时间(4 h, 6 h) 提取溶剂(饱和食盐水-正丁醇、水-正丁醇) 等条件进行了优选, 最佳提取条件为冷浸 24 h, 提取 4 h, 以水饱和的正丁醇萃取。根据优选条件进行含量测定, 其结果与药材含量出入较大, 根据皂苷溶于水及稀醇的性质, 取样品适量直接加水溶解, 后加入不同量的无水

乙醇进行除杂, 并进行含量对比, 结果见表 2。

表 2 不同提取方法人参皂苷 Rg1 含量结果

提取方法	人参皂苷 Rg1 含量(%)	RSD(%) (n=5)
甲醇索氏回流提取法	0.014 2	2.18
水溶 70% 醇沉法	0.021 4	2.51
水溶 80% 醇沉法	0.025 3	2.07
水溶 90% 醇沉法	0.025 0	2.30

根据以上测定结果, 以水溶 80% 乙醇沉淀法含量最高, 而且除杂结果也好。即最终确定其提取方法为: 取本品细粉约 10 g, 精密称定加水 50 mL 使溶解, 然后再缓缓精密加入无水乙醇 200 mL(使含醇量达 80%), 冰箱内放置过夜, 滤过, 精密量取滤液 200 mL, 回收乙醇至近干, 残渣加水 50 mL 使溶解, 转入分液漏斗中, 用乙醚提取 3 次, 每次 25 mL, 弃去乙醚液, 水层再用水饱和的正丁醇溶液提取 6 次(25, 25, 20, 20, 15, 15 mL)(第 7 次经 TLC 检查无人参皂苷), 合并正丁醇溶液, 用 2% 氢氧化钠溶液洗涤 3 次(25, 20, 20 mL), 弃去氢氧化钠液, 再用水洗涤 3 次, 每次 20 mL, 正丁醇层置水浴上蒸干, 残渣加甲醇 2 mL 使溶解, 作为供试品溶液。

[参考文献]

- [1] 江红伍. 植物药有效成分手册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1986. 509.
- [2] 王宝葵. 中成药质量标准与标准物研究[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1983. 496.